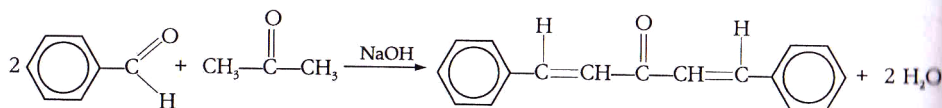


6.7. Dibenzylidenoaceton

(1,5-difenylo-1,4-pentadien-3-on)



M.cz. 106,12
T.w. 178–179°C
d 1,044

M.cz. 58
T.w. 56°C
d 0,791

M.cz. 234,30
T.t. 104–107°C

Odczynniki:

Aldehyd benzoesowy (świeżo destylowany)
– 10,6 g (0,1 mola); 10 ml
Aceton – 3 g (0,05 mola); 3,8 ml
Wodorotlenek sodu – 10 g
Etanol – 130 ml
Octan etylu – 25 ml
Papierek lakmusowy

Szkło i sprzęt laboratoryjny:

Kolba trójszyjna poj. 250 ml
Termometr
Wkraplacz poj. 25 ml
Zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem (rys. 60)
Kolba kulista poj. 100 ml
Chłodnica zwrotna
Kolba stożkowa poj. 100 ml
Lejek zwykły
Krystalizator
Łaźnia oziębiająca
Łaźnia wodna
Mieszadło mechaniczne

W kolbie trójszyjnej, zaopatrzonej w mieszadło mechaniczne, termometr i wkraplacz, umieszcza się dobrze oziębiony roztwór wodorotlenku sodu w 100 ml wody i 80 ml etanolu (1). Kolbę umieszcza się w zimnej łaźni wodnej i, energicznie mieszając, wkrapla się połowę uprzednio przygotowanego roztworu aldehydu benzoesowego i acetonu, utrzymując temperaturę w granicach 20–25°C. Po 15 minutach wkrapla się pozostałą ilość roztworu aldehydu z acetonem i miesza jeszcze przez 30 minut (2). Wydzielony jasnożółty, kłaczkowaty osad odsąca się na lejku sitowym, przemywa dokładnie wodą do obojętnego odczynu przesącza (sprawdzić papierkiem lakmusowym), odciska i suszy na powietrzu. Surowy produkt krystalizuje się z octanu etylu (2,5 ml/1 g) lub etanolu (5 ml/1 g).

Otrzymuje się 10 g (85% wydajności) czystego dibenzylidenoacetonu o temp. topn. 112–113°C.

Uwagi:

(1) Alkohol służy do rozpuszczenia aldehydu benzoesowego i powstającego przejściowo benzylidenoacetonu.

(2) Jeżeli osad nie wytrąca się, należy mieszać jeszcze dłużej.

Lit.: 3, 735; 5, 154; 7, 487; 8 b, 181; 10, 40; 11, 135; 13 a, 730; 13 b, 678.