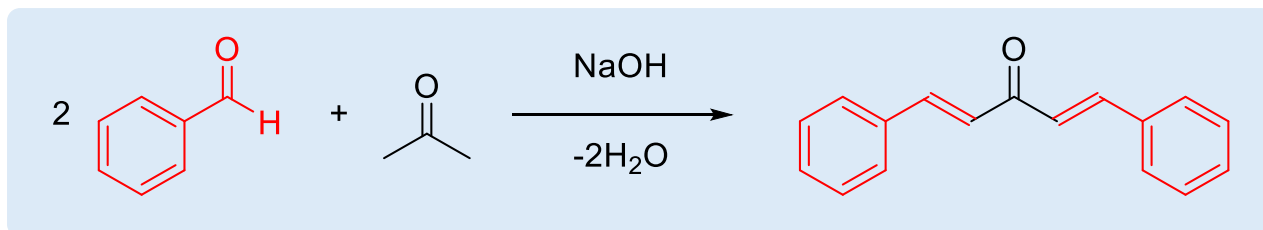


Dibenzylidenoaceton

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



Odczynniki

Aldehyd benzoesowy	5 mL	(0,05 mol; 2 ekw.)
Aceton	1,9 mL	(0,025 mol; 1 ekw.)
Wodorotlenek sodu	5 g	
Etanol	40 mL	
Octan etylu	15 mL	

Procedura

W kolbie kulistej o pojemności 100 mL zaopatrzonej w dipol magnetyczny, termometr oraz wkraplacz umieszcza się zimny roztwór wodorotlenku sodu (5 g w 50 mL wody i 40 mL etanolu). We wkraplaczu umieszcza się aldehyd benzoesowy (5 mL) i aceton (1,9 mL). Następnie kolbę zanurza się w łaźni wodnej i energicznie mieszając dodaje się połowę mieszaniny z wkraplacza. Temperatura mieszaniny powinna być w granicach 20-25°C. W ciągu 2-3 minut tworzy się kłaczkowaty osad. Pozostałą część mieszaniny benzaldehyd-aceton dodaje się po 15 minutach i dalej miesza się przez kolejne 30 minut. Osad sączy się pod zmniejszonym ciśnieniem i przemywa dokładnie wodą, do całkowitego usunięcia wodorotlenku sodu. Produkt suszy się na bibule, a następnie krystalizuje z octanu etylu lub 95% etanolu (2,5 mL/g związku).

Etanol jest niezbędny do rozpuszczenia aldehydu benzoesowego i utrzymania w roztworze powstałego benzylidenoacetonu.

Należy sprawdzić pH przesącza za pomocą papierka uniwersalnego.

Wydajność: 70%

Postać: Żółte ciało stałe

Temperatura topnienia: 111-112 °C

TLC R_f = 0.53, 5:1 hexan:EtOAc

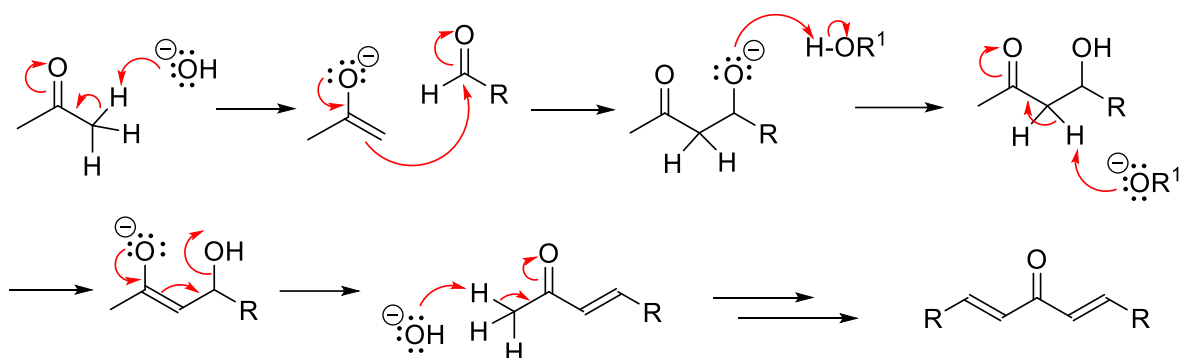
$^1\text{H NMR}$ (400 MHz, CDCl_3): δ = 7,75 (d, J = 16,0 Hz, 2H), 7,64-7,60 (m, 4H), 7,49 – 7,31 (m, 6H), 7,10 (d, J = 16,0 Hz, 2H).

IR (film, cm^{-1}) 3057, 3030, 1652, 1625, 1590, 1494, 1447, 1339, 1193 .

Piktogramy określające rodzaj zagrożenia na etykietach związków chemicznych

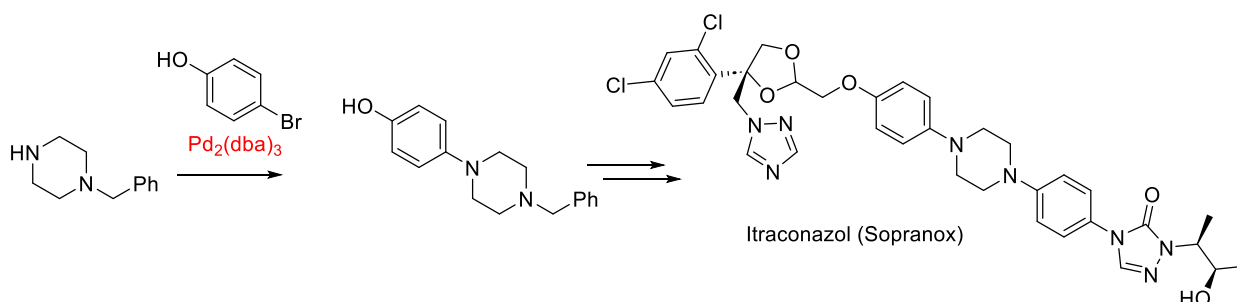
Aldehyd benzoesowy	
Aceton	 
Wodorotlenek sodu	
Etanol	
Octan etylu	 
Dibenzylidenoaceton	 

Mechanizm reakcji



Informacje dodatkowe

Dibenzylidenoaceton (DBA) to enon o strukturze zawierającej układ sprzężonych wiązań podwójnych, co nadaje mu właściwości chromoforowe i reaktywność w reakcjach pericyklicznych. Stanowi więc ważny związek w syntezie organicznej. DBA jest często używany jako ligand w kompleksach z metalami, szczególnie z palladem (DBA-Pd). Kompleksy DBA-Pd są stabilne i łatwe do przechowywania, ale w reakcji szybko uwalniają aktywny pallad(0). Kompleksy te są szeroko stosowane w katalizie krzyżowego sprzęgania np. Buchwald-Hartwiga, Suzuki, czy Hecka. Reakcje te pozwalają na tworzenie wiązań C-C lub węgiel-heteroatom (C-X), co znajduje szerokie zastosowanie w syntezie związków farmaceutycznych, materiałów organicznych czy związków stosowanych w elektronice organicznej. Przykładem wykorzystania $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ jako liganda z sprzęganiu Buchwald-Hartwiga może być synteza leku przeciwrzybicznego o nazwie Sopranox:



Literatura

1. S. Mandal, S. Mandal, S. K. Ghosh, A. Ghosh, R. Saha, S. Banerjee, B. Saha, *Synth. Commun.* **2016**, 46, 1327–1342.

Widmo ^1H NMR

