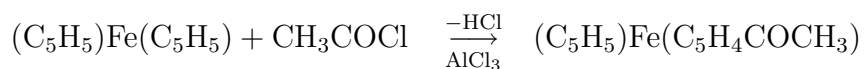


Dátum:
17.12.2008

Acetylferocén

Anton Repko

Teória



Acetylferocén bol pripravený Friedel-Craftsovou acyláciou ferocénu acetylchloridom. Reakcia prebiehala v bezvodom prostredí, aby sa zabránilo rozkladu acetylchloridu a chloridu hlinitého. Chlorid hlinitý bol použitý v ekvivalentnom množstve, pretože sa spotrebovával naviazaním vznikajúceho chlorovodíka. Teoretický výťažok:

$$m_{\text{teor}} = n \cdot M_{\text{FcAc}} = 0,025 \cdot 228,07 = 5,70 \text{ g}$$

Čistotu produktu som overil ^1H NMR spektrom.

Chemikálie

dichlórmetán (vysušený bezvodým K_2SO_4), chloroform
ferocén ($M = 186,04 \text{ g.mol}^{-1}$), acetylchlorid ($M = 78,50 \text{ g.mol}^{-1}$),
bezvodý AlCl_3 ($M = 133,34 \text{ g.mol}^{-1}$), bezvodý Na_2SO_4

Aparatúra

magnetická miešačka s miešadlom, rotačná vákuová odparka, kúpeľ ľad-soľ, 100 ml a 250 ml zábrusová banka s okrúhlym dnom, 10 ml kadička, 2 ml striekačka s ihlou, odmerný valec 25 ml, chlórkalciový uzáver, 100 ml oddeľovací lievik, kolóna s 3 cm silikagélu, 250 W žiarovka

Pracovný postup

Reakcia ferocénu s acetylchloridom

Sklo som pred použitím opláchol etanolom, acetónom a dobre vysušil. Do 100 ml zábrusovej banky s okrúhlym dnom som pridal 4,63 g (25 mmol) ferocénu, 25 ml dichlórmetánu, striekačkou 1,94 ml (2,14 g; 27,3 mmol) acetylchloridu, magnetické miešadlo a nasadil chlórkalciový uzáver. Miešal som do rozpustenia ferocénu. Ochladil som v zmesi ľad-soľ a po malých dávkach za miešania a chladenia pridával 3,33 g (25 mmol) bezvodého AlCl_3 počas 20 minút. Reakčnú zmes som nechal miešať 1 hodinu v ľade a 1 hodinu pri laboratórnej teplote.

Izolácia acetylferocénu

Do reakčnej zmesi som pomaly pridal $4 \times 1 \text{ ml}$ vody a potom 20 ml vody. Zmes som preniesol pomocou ďalších 10 ml dichlórmetánu do 100 ml oddeľovacieho lievika. Oddelil som spodnú tmnú oranžovu organickú fázu od tmavej zelenomodrej vodnej fázy (obsahujúcej ferocéniové soli) s pomocou intenzívnej žiarovky na rozlíšenie fázového rozhrania. Vodnú fázu som extrahoval ešte $4 \times 10 \text{ ml}$ dichlórmetánu. Spojené organické fázy som vysušil pridaním asi 2 g bezvodého Na_2SO_4 a prefiltroval cez 3 cm vrstvu silikagelu. Silikagel som následne premyl 200 ml dichlórmetánu a 200 ml chloroformu. Eluát som odparoval v 250

ml zábrusovej banke s okrúhlym dnom na rotačnej vákuovej odparke do sucha. Získal som 4,60 g (80,7 % teórie) oranžovohnedého produktu.

Charakterizácia

^1H NMR (400 MHz):

δ : 2.40 (3H, s, CH_3), 4.21 (5H, s, C_5H_5), 4.50 (2H, t, FcH, $^3J_{\text{HH}} = 1.92$ Hz), 4.77 (2H, t, FcH, $^3J_{\text{HH}} = 1.92$ Hz)

Pík pri 4.21 nemá výšku presne 5, ale okolo 4.7, čo by pripúšťalo obsah do 3 % 1,1'-diacetylferocénu.

Záver

Bol získaný acetylferocén v dobrom výťažku bez obsahu ferocénu.

Literatúra

[1] Gibson, S. E. : Transition Metals in Organic Synthesis (A Practical Approach), Oxford University Press (1997)