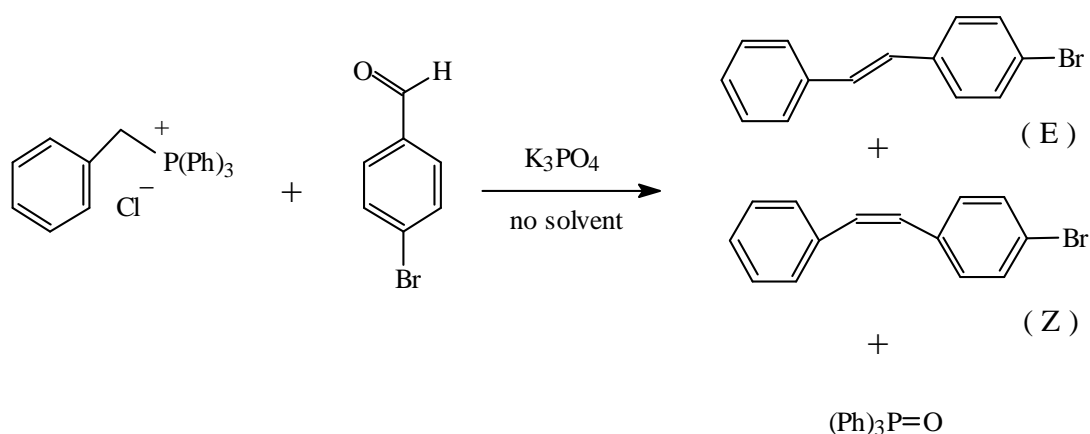


綠色化學：威梯反應(Wittig Reaction)

一、實驗目的：

利用威梯反應(Wittig Reaction)合成順, 反-1-(4-溴苯基)-2-苯基
乙烯

二、實驗方程式：



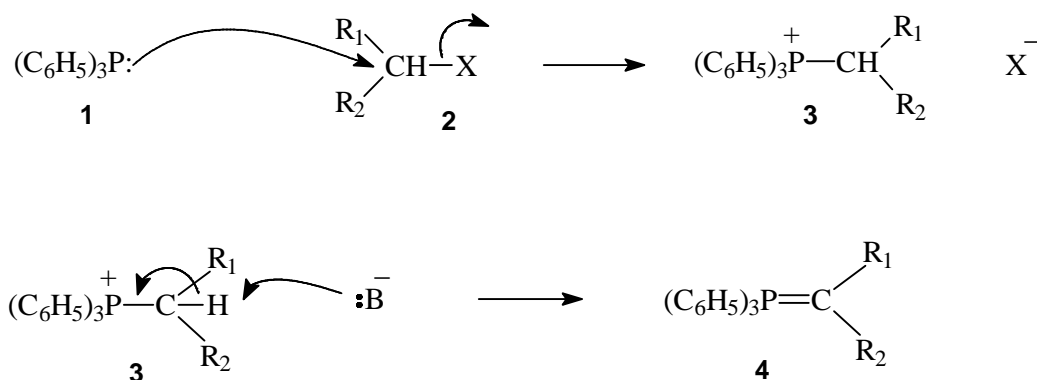
三、實驗原理：

自從工業革命後，大量的機器代替人力，造就人類文明的快速進步與發展。但是這些發展也衍生許多環境上的問題，例如污染的產生、能量與資源的浪費、對生態的衝擊以及環境和氣候上的劇烈變化等等。隨著綠色觀念的推廣、環保意識與永續生存發展概念的興起，「綠色化學」已經是一個非常重要的議題。何謂綠色化學？綠色化學就是設計較安全的化學品或化學反應過程來取代危險物質的使用，或是盡可能減少與消除這些危險物質對環境的衝擊。使用替代合成途徑、使用替代反應條件、以及設計較安全的化學品，此3大方向將是我們需努力達成的目標，也是設計本實驗最大的意義。Wittig Reaction

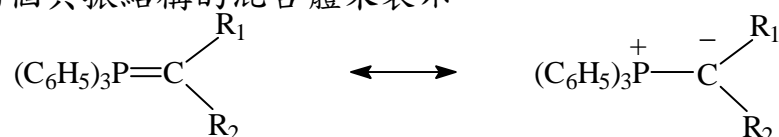
是以醛、酮為起始物與亞烷基磷化物(phosphorus ylides)反應產生烯類和氧化三苯磷(triphenylphosphine oxide)，是合成烯類的重要方法。在過去進行 Wittig Reaction 需使用大量的有機溶劑，如：二氯甲烷、THF(四氫呋喃)等等。本次實驗我們將採取不加入任何溶劑的方法，來進行 Wittig Reaction，不僅操作簡單而且可以減少溶劑對環境的污染，同時也讓給學生在面對有機實驗(綠色化學)時能有另一種不同的思維。

Wittig Reaction：由醛、酮類製備烯類

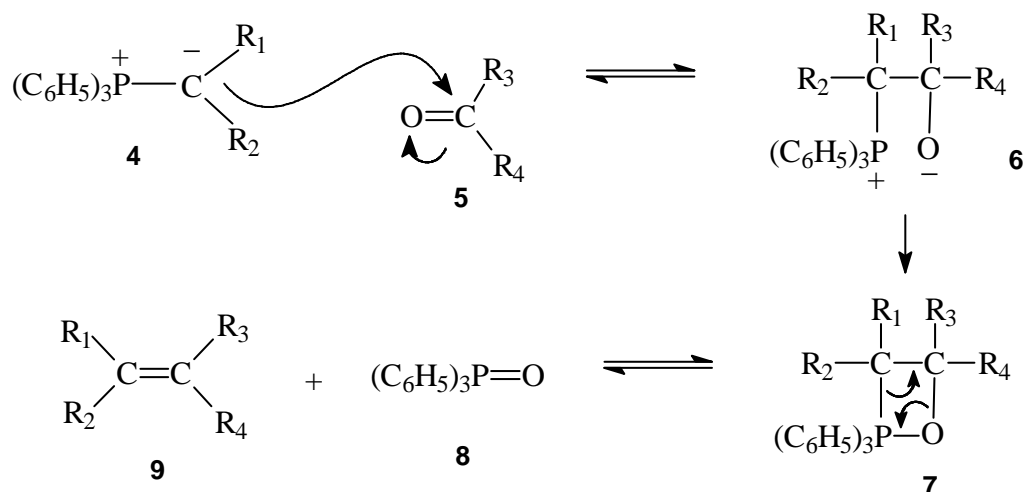
亞烷基磷化物可以從三苯磷和鹵烷類製成，反應機構為：



前一反應是 S_N2 親核性取代反應，三苯磷(1)當作一親核性試劑，從鹵化烷(2)取代了一個鹵離子而生成一種鹵化烷基三苯磷(3)。第二個反應是一種酸鹼反應，強鹼從連接著磷的碳上抓走一個質子，進而生成亞烷基磷化物。亞烷基磷化物是一種含磷的偶極體 (ylide) 可以用下面的兩個共振結構的混合體來表示。



此時亞烷基磷化物當作親核性試劑來作用，並與醛、酮進行親核性的加成反應，這個步驟生成了一電荷分離的中間體 **6**，最後脫去了氧化三苯磷(**8**)而生成烯類(**9**)。



四、實驗步驟：

取一洗淨的研鉢(外徑約 8 公分)，

↓

加入 0.2 克氯化苯甲基三苯磷(**3**, $\text{X} = \text{Cl}$)、0.1 克 4-溴苯甲醛和 0.45 克磷酸鉀。

↓

用鉢杵慢慢研磨至**均勻混合**，中途需不斷使用刮勺將粉末刮至研鉢中心，以利研磨均勻，**經過 20 分鐘**後的研磨過程，**粉末狀會變成膏狀**。

↓

取少許樣品進行 TLC 檢測，

↓

加入 0.5ml 乙醇 (不會完全溶解)，

↓

過濾後收集液體，液體以毛細管點在 TLC 上，

↓

同時在 TLC 片點上反應物標準品，4-溴苯甲醛（溶於乙醇），

↓

以 乙酸乙酯：正己烷=1：4 展開沖堤，

↓

使用 UV 燈觀察反應物的消失或產物的形成。

順、反 1-(4-溴苯基)-2-苯基乙烯的分離

將研鉢內粉末 + 15ml 蒸餾水 攪拌，

↓

過濾後收集固體，

↓

放入 50ml 燒杯，並加入 5ml 乙醇，

↓

隔水加熱(65~70°C)至盡可能完全溶解，

↓

置於冰浴冷卻，

↓

白色結晶(反-1 (4-溴苯基)-2-苯基乙烯) 生成

熔點約為 134°C

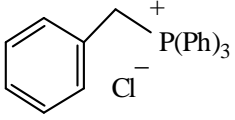
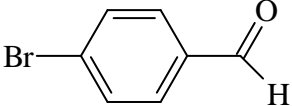
↓

抽氣過濾 烘乾 計算產率

五、儀器裝置：

研鉢、三角錐形瓶及燒杯等。

六、藥品性質：

<p>Benzyltriphenylphosphonium chloride</p> <p>氯化苯甲基三苯磷</p> 	<p>白色粉末，幾乎無味。溫熱或加熱後會產生有毒的蒸氣或氣體，勿吸入，避免皮膚與眼睛接觸，若不小心接觸以大量清水沖洗。不可排入水中、土壤。</p>
<p>4-Bromobenzaldehyde</p> <p>4-溴苯甲醛</p> 	<p>白色粉末，微具刺激性，不溶於水但可溶於乙醇。吸入之後：對黏膜產生刺激、咳嗽、呼吸困難、對皮膚與眼睛接觸具有刺激性；吞食之後：對於口腔黏膜，咽喉，氣管及消化道產生刺激。不能排入水中，廢水中或泥土。在急劇加熱下與空氣形成具爆炸性混合物。</p>
<p>Tribasic Potassium Phosphate</p> <p>磷酸鉀</p> <p>K_3PO_4</p>	<p>分子量：212.27，白色無臭吸濕性晶體或顆粒，密度 2.564，易溶於水，不溶於乙醇。用途：乳化劑，鉀的強化劑、調味劑、肉類粘潔劑，緩沖劑。抗氧化增效劑，螯合劑。應貯在乾燥，通風清潔的庫房中，輕裝輕放、防止受潮、受熱，應與有毒物品隔離堆放。</p>
<p><i>n</i>-Hexane</p> <p>正己烷</p> <p>$CH_3(CH_2)_4CH_3$</p>	<p>無色，揮發性液體，有一點石油味，比重 0.66，沸點 $68.74^{\circ}C$，溶於酒精、丙酮及乙醚，不溶於水，具毒性，長期處理</p>

	易引發神經性肌肉萎縮，由石油經分餾而得，可燃，起火危險。用途：溶劑、低溫溫度計標定、聚合反應介質、油漆稀釋液、酒精變性劑。
Ethyl Acetate 乙酸乙酯 CH ₃ COOC ₂ H ₅	由乙酸與乙醇在酸性條件下行酯化反應而得。沸點 77.15°C，比重 0.90。易與乙醇、醚等有機溶劑混合。具有水果香味的無色、中性液體。易燃。可作為人工果實香精。

七、注意事項：

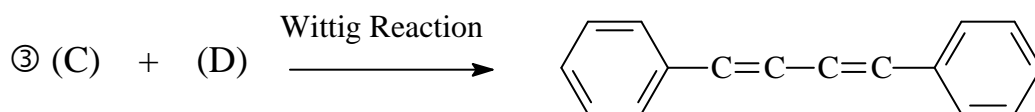
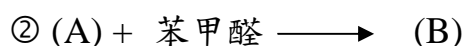
1、氯化苯甲基三苯磷、4-溴苯甲醛及磷酸鉀等藥品對眼睛皮膚具有刺激性，須小心使用，避免接觸。

八、實驗問題：

1、何謂綠色化學？

2、試寫出 Wittig Reaction 反應式。

3、完成下列反應：



九、參考資料：

1. Loudon , "Organic Chemistry "

2. Solomons , "Fundamentals of Organic Chemistry" 10th ed. 2011, Wiley, Hobken, NJ.

3. Morrison and Boyd , "Organic Chemistry "

4. S. H. Leung, S. A. Angel, "Solvent-Free Wittig Reaction: A Green

Organic Chemistry Laboratory” , Journal of Chemical Education . Vol. 81
No. 10 October **2004**.

Wittig Reaction

實驗報告

學系： 姓名： 學號： 組別： 日期：

數據及結果：

1、

反應物名稱	結構式	分子量	用量	莫耳數
氯化苯甲基三苯磷				
4-溴苯甲醛				
磷酸鉀				

2、

產物	顏色	分子量	理論莫耳數	理論值
結構式				
		熔點	晶型	實際值

*產率 = 實際值 ÷ 理論值 × 100% = _____%