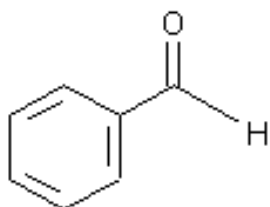


SINTESI DELL'ALCOL BENZILICO PER RIDUZIONE DELLA BENZALDEIDE

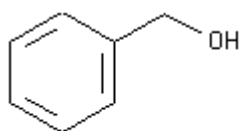
REAZIONI:

COMPOSTI:



Benzaldeide

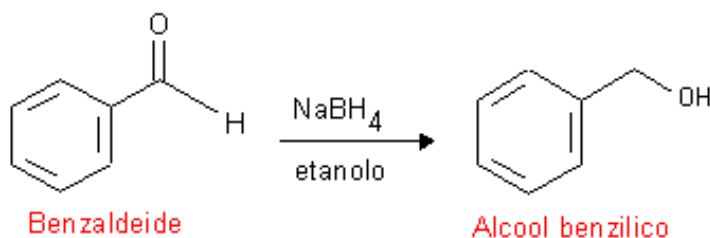
p.eb 178,1 °C
mm 106,12
indice di rifrazione 20°/D = 1,5463
Densità 20°/4° = 1,046 +/- 0,005



Alcool benzilico

p.eb 205,4 °C
mm 108,14
indice di rifrazione 20°/D = 1,5396
Densità 20°/4° = 1,042 +/- 0,001

REAZIONE:



Benzaldeide

Alcool benzilico

PROCEDIMENTO:

Si prelevano esattamente 1,5 ml di benzaldeide e si pongono in un pallone da 100 ml con 10 ml di EtOH assoluto.

Sotto agitazione costante e con piccole aggiunte di NaBH₄ (pesare esattamente circa 0,21 g) si inizia la reazione. Dopo 10-15 ml eseguire una TLC (vedi procedimento) per verificare lo stato di avanzamento della reazione. A reazione terminata si aggiungono 5 ml di acido acetico glaciale al 30 % e si concentra su rotavapor per eliminare l'alcol etilico rimasto.

A concentrazione avvenuta si estrae l'alcool benzilico con CH₂Cl₂ costituendo così una fase organica separabile. Si eseguono tre estrazioni con 10 ml di cloruro ognuna per un totale di 30 ml.

- **FASE ORGANICA:** Più pesante. Costituita da CH₂Cl₂ e alcool benzilico. Si lava con H₂O, poi con 5 ml di bicarbonato e di nuovo con acqua. A questo punto si aggiunge del Na₂SO₄ anidro per disidratare la soluzione dalle tracce di H₂O rimaste. Dopo aver lasciato riposare la soluzione per qualche minuto si filtra il tutto su cotone idrofilo. Dopo questa operazione si deve concentrare l'alcool benzilico dal cloruro di metilene per evaporazione su rotavapor.
- **FASE ACQUOSA:** Più leggera. Costituita da borati, acetati, ioni sodio e H₂O. Dopo le tre estrazione può essere eliminata.

- **PROCEDIMENTO TLC:**

Si esegue una TLC per verificare il grado di avanzamento della reazione. Si utilizza una mix eluente 8:2 di esano/AcOET.

Si depositano ~ 10 ml di prodotto contro uno standard di benzaldeide diluita con EtOH.

Dopo 10 minuti di corsa leggere il risultato all'UV (589 nm).

CONSIDERAZIONI PRATICHE

La reazione avviene per aggiunta di NaBH_4 un ottimo riducente per aldeide e chetoni. Le rese offerte da questo reagente sono piuttosto alte e per ogni mole di NaBH_4 reagiscono 4 moli di aldeide.

L'inconveniente di questo reattivo e del suo simile LiBH_4 è la violenta reattività con H_2O e l'umidità contenuta nell'aria che rende il loro utilizzo molto controllato.

La reazione avviene dapprima con forte sviluppo di calore che talvolta necessita di raffreddamento, poi la reazione prosegue con sviluppo di borati bianchi gelatinosi.

Questi borati sono decomponibili con soluzione idroalcolica di etanolo ma la reazione è decisamente lenta, così si deve operare con acido acetico al 30 % che libera il complesso $[(\text{EtO})_4\text{B}]^-$ restituendo l'alcol benzilico.

Nell'eventualità di una reazione troppo lenta si può fornire calore per riscaldamento spostando l'equilibrio verso i prodotti.