

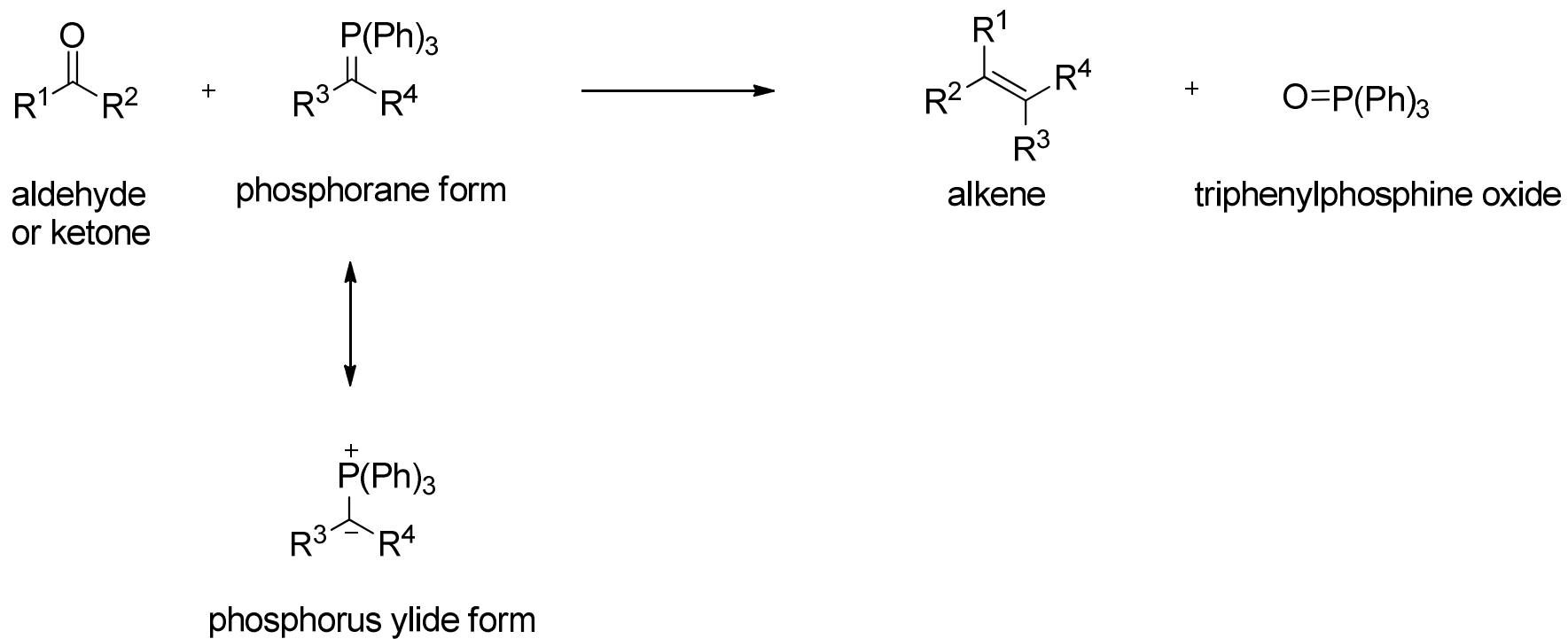
# ปฏิกิริยาวิตติก (Wittig reaction)

## วัตถุประสงค์

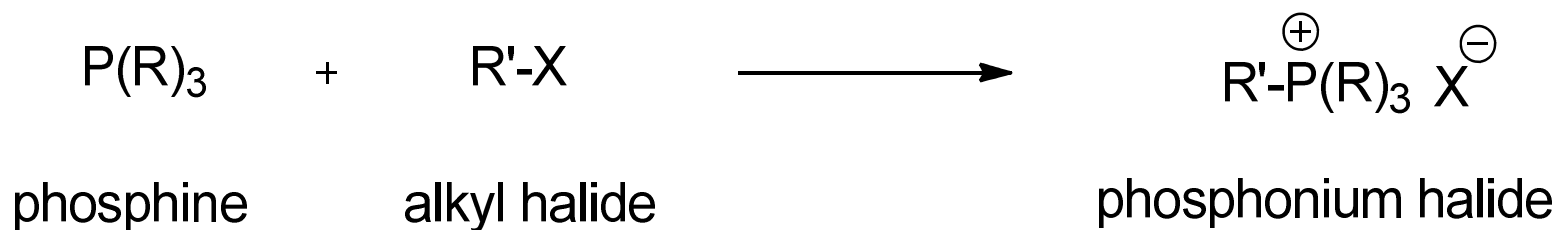
เพื่อศึกษาการสังเคราะห์สารประกอบเอโซโดยปฏิกิริยาการแทนที่ด้วยอิเล็กโตรไฟล์ของสารประกอบอะโรมาติกด้วยเกลือไดอะโซเนียม

**ปฏิกิริยาวิตติก (Wittig reaction)** ถูกค้นพบโดยนักเคมีชาวเยอรมันชื่อ Georg Wittig ในปี ค.ศ.1954 และทำให้เขาได้รับรางวัลโนเบลในเวลาต่อมา ปฏิกิริยานี้มีประโยชน์มากในการสังเคราะห์ *trans*-แอล คีน โดยเฉพาะในแง่ที่ว่าเราจะทราบตำแหน่งของพันธะคู่ได้อย่างแน่นอน

ปฏิกิริยานี้เกิดจากการทำปฏิกิริยาระหว่างแอลดีไฮด์หรือคีโตนกับ Phosphorus ylides (หรือเรียกอีกอย่างหนึ่งว่า phosphorane) จะได้แอลคีน ซึ่งมี geometry isomer เป็นแบบ trans และ triphenylphosphine oxide ดังสมการ

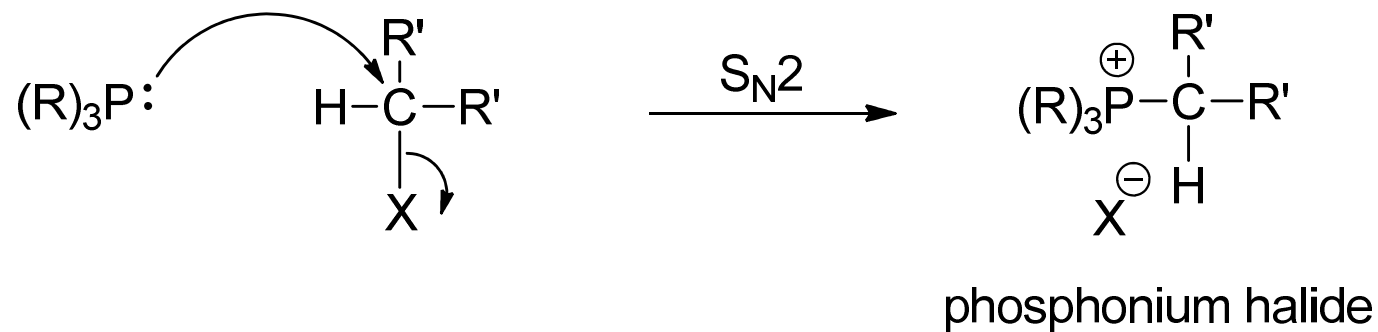


**Phosphorus ylides** สามารถเตรียมได้จาก ไตรอัลคิลฟอสฟีนโดยเกิดปฏิกิริยาการแทนที่กับอัลคิลเฮไลด์ได้เกลือฟอสฟอเนียมเฮไลด์ (phosphonium halide) ดังปฏิกิริยา ซึ่งเมื่อนำมาทำปฏิกิริยากับเบสจะเกิดเป็น phosphorus ylide

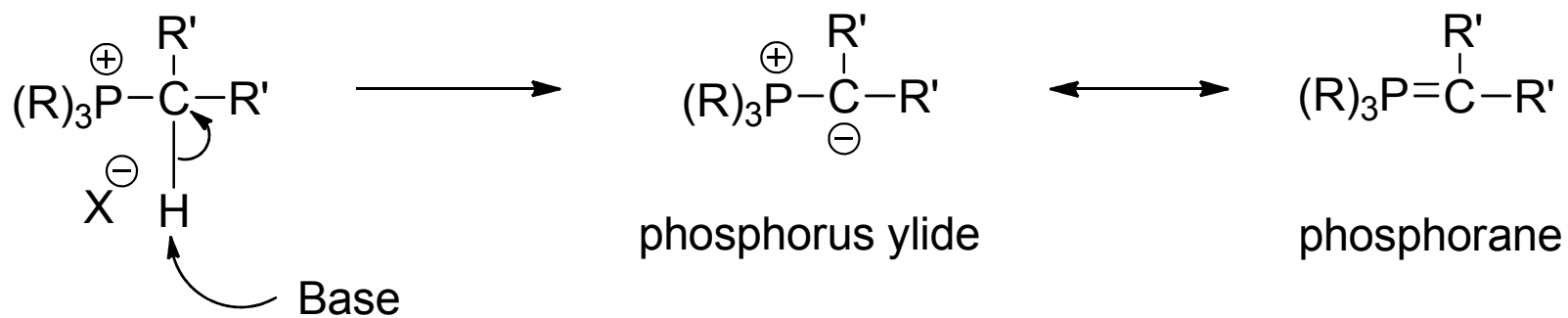


ในการทำปฏิกิริยาวิตติกจะมีขั้นตอนในการทำ ดังนี้

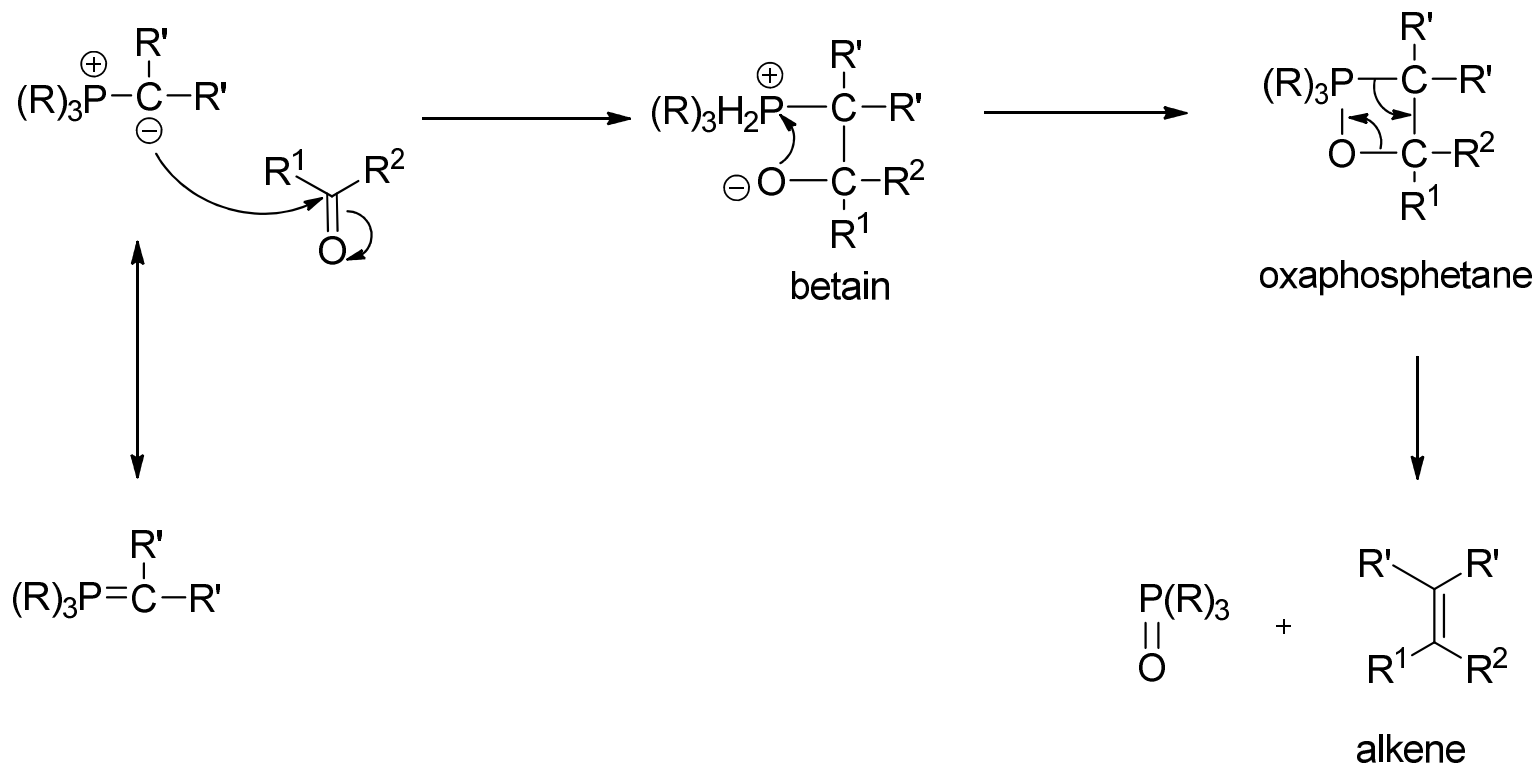
ขั้นแรก ปฏิกิริยาการแทนที่ด้วยนิวคลีโอไฟล์แบบ  $S_N2$  ระหว่างอัลคิลเฮไลด์กับไตรอัลคิลฟอสฟีน จะเกิดเกลือฟอสฟอเนียมเฮไลด์ดังสมการ



ขั้นที่สอง เมื่อนำเกลือฟอสฟอเนียมเฮไลด์มาทำปฏิกิริยากับเบส เช่น จะเกิดการดึงโปรตอนจากแอลฟาคาร์บอน เกิดเป็น ylide ดังสมการ



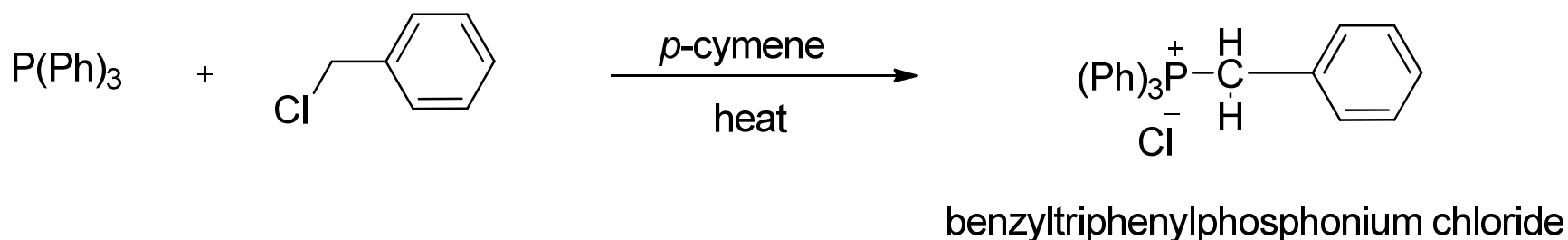
**ขั้นที่สาม** หลังจากนั้นคาร์เบนไอออนของ phosphorus ylide จะทำหน้าที่เป็นนิวคลีโอไฟล์เกิดปฏิกิริยากับคาร์บอนที่หมู่คาร์บอนิลของแอลดีไฮด์หรือคีโตน ทำให้ได้สารมัธยันตร์ (intermediate) ที่เรียกว่า บีเทน (betaine) จากนั้นบีเทนจะเปลี่ยนไปเป็น oxaphosphetane ซึ่งจะเกิดการสูญเสีย triphenylphosphine oxide ทำให้ได้อัลคีนเป็นผลิตภัณฑ์ดังปฏิกิริยา



## การทดลอง

ในการทดลองนี้จะแบ่งออกเป็น 2 ขั้นตอน

### ตอนที่ 1 การเตรียม **benzyltriphenylphosphonium chloride**

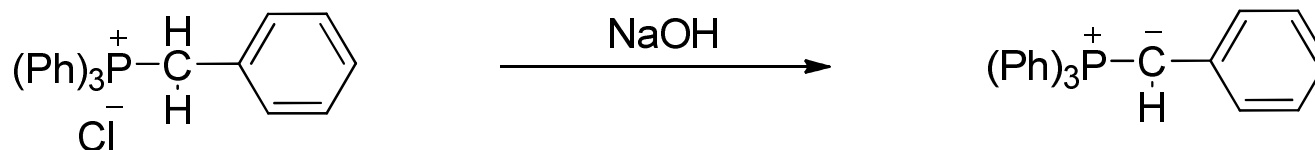


1. ชั่ง triphenylphosphine 5.5 กรัม ใส่ลงในขวดก้นกลมขนาด 250 mL
2. ตวง benzyl chloride 2 mL และเติม p-cymene 30 mL เพื่อเป็นตัวทำละลาย ใส่ลงในขวดข้อที่ 1 แล้วใส่เศษกระเบื้องลงไป 2-3 ชิ้น
3. นำขวดก้นกลมที่ใส่สารเรียบร้อยแล้วไปทำการรีฟลักซ์ โดยให้ความร้อนเป็นเวลา 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นทำส่วนผสมดังกล่าวให้เย็นลง
4. ทำการกรอง phosphonium salt ที่เกิดขึ้น โดยใช้บุชเนอร์ ชั่งน้ำหนักสารที่ได้ 5. คำนวณหา %yield เก็บตะกอนที่ได้ไว้ใช้ในตอนที่ 2 (เก็บในขวดรูปชมพู่ พร้อมเขียนชื่อกลุ่มกำกับ)

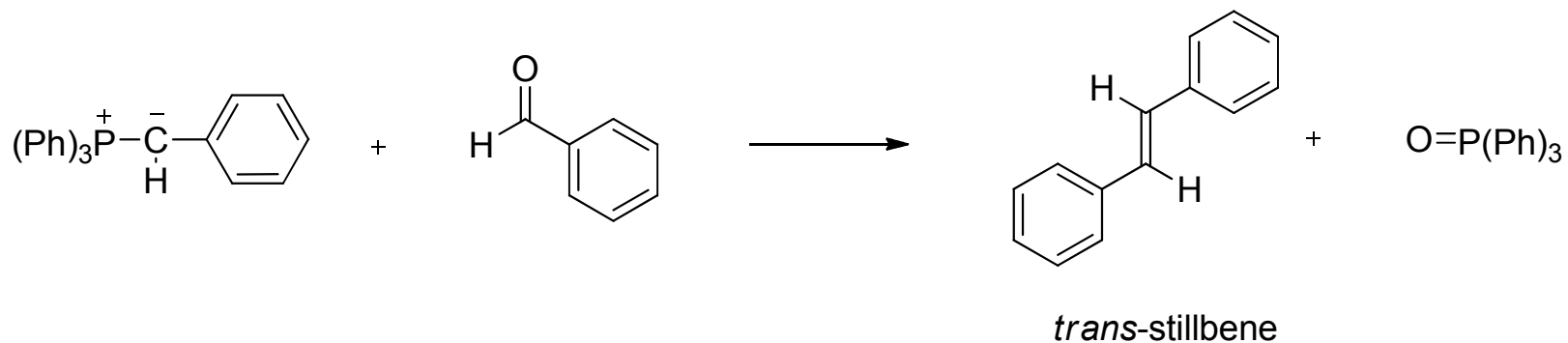


## ตอนที่ 2 การเตรียม *trans*-stilbene

โดยการเปลี่ยน phosphonium salt ไปเป็น phosphorus ylide โดยใช้ sodium hydroxide เป็นเบส



จากนั้นจึงให้ phosphorus ylide ทำปฏิกิริยากับ benzaldehyde ได้ผลิตภัณฑ์เป็น *stilbene*



## ตอนที่ 2 การเตรียม trans-stilbene

1. ชั่ง phosphonium salt จากตอนที่ 1 หนัก 2.345 กรัม ทำการละลายด้วยเมทิลีนคลอไรด์ ( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ) 10 mL กวนของผสมด้วย magnetic stirring bar
2. เติม benzaldehyde 0.5 mL ลงในขวดข้อ 1 พร้อมกับกวนสารละลายต่อไป
3. เติมสารละลาย 10N NaOH 5 mL พร้อมกับการกวนตลอดเวลา สารละลายของผสมจะร้อนขึ้นและเปลี่ยนเป็นสีเหลือง ปิดปากขวดด้วยอะลูมิเนียมฟรอยล์ กวนสารละลายต่อไปเป็นเวลา 20 นาที
4. หลังจากนั้นทำให้เย็นลงโดยแช่ในอ่างน้ำแข็ง ปล่อยให้เย็น สารละลายผสมจะแยกออกเป็น 2 ชั้น

## ตอนที่ 2 การเตรียม trans-stilbene

- นำของผสมใส่ลงในกรวยแยก แยกเอาชั้น  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  (ชั้นล่าง) ออกมาใส่ในขวดรูปชมพู่ แล้วเติม sodium sulfate เพื่อกำจัดน้ำ หลังจากนั้นทำการกรองด้วยกรวยกรอง (พับจیب)
- นำสารละลายที่กรองได้ ใส่ขวดก้นกลมขนาด 100 mL (ซึ่งน้ำหนักขวดเปล่าให้เรียบร้อย) นำไประเหยตัวทำละลายออกด้วยเครื่อง rotary evaporator ซึ่งน้ำหนักของแข็งที่ได้ คำนวณหา %yield
- เก็บของแข็งที่ได้ในภาชนะที่กำหนดให้