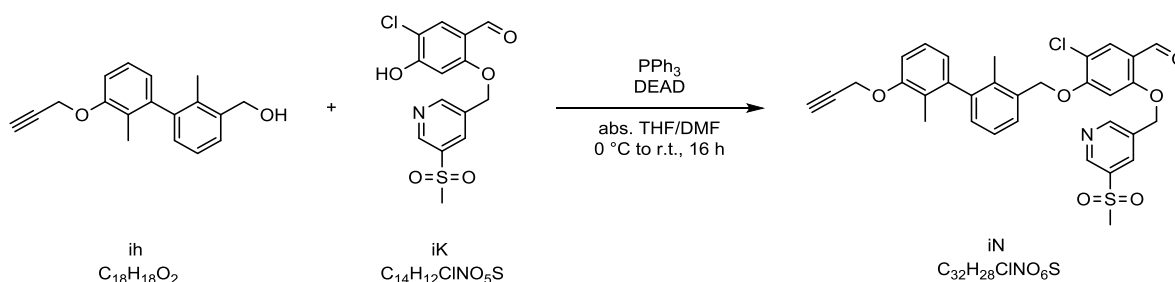


## FK\_177: SDFM: Mitsunobu Alkin-Alkohol + Phenol



Edukt	Summenformel	M [g/mol]	m [mg]	n [μmol]	ρ [g/cm <sup>3</sup> ]	V [ml]	eq.
Phenol iK	$C_{14}H_{12}ClNO_5S$	341.77	50.0	146.3	1.20	41.67	1.00
Alkohol ih	$C_{18}H_{18}O_2$	266.34	42.9	160.9			1.10
Triphenylphosphin	$C_{18}H_{15}P$	262.29	49.9	190.2			1.30
DEAD	$C_6H_{10}N_2O_4$	174.16	33.1	190.2	1.11	29.84	1.30
THF						1.00	
DMF						2.00	
iK als TFA-Salz (x1.33)			66.7				
	mg/μmol		m 100 % [mg]	n 100 % [μmol]	Ausbeute [mg]	Ausbeute [μmol]	Ausbeute [%]
Produkt	$C_{32}H_{25}ClN_2O_4$	537.01	78.56	146.3	43.0	80.1	54.7

### Versuchsdurchführung

- Unter inerten Bedingung Alkohol **ih** in abs. THF gelöst, Zugabe von Phenol **iK** und 0.3 ml DMF, um letzteres zu lösen, Zugabe von PPh<sub>3</sub>, kühlen auf 0 °C, langsame Zugabe von DEAD, rühren lassen Über Nacht
- RK (PE:EE, 8:2) -> minimal Edukt vorhanden
- RK (PE:EE, 3:7) -> intensiver Spot bei 0.3 (Produkt?), Spot bei 0.25 (TPPO!), schlierender Spot bei 0.1, reduziertes DEAD bei ca. 0.6, schwache Spots bei 0.8 (Edukt) und 0.7
- LM entfernt
- 1. Säule (PE:EE, 3:7) -> Farbloser Feststoff (**FK\_177.b1.4** (hoch rein, ohne TPPO, 25 mg), farbloser Feststoff (**b1.4.2** (minimal durch TPPO verunreinigt, 17 mg)
- Nächstes mal mit PE:EE 4:6 oder 4.5:6.5 säulen, da Eluent zu polar. Und lange Säule benutzen!
- Masse: **FK\_177.m1** (ESI)
- **FK\_177.X**

