

2-3 Umsetzungen von Toluol mit Brom

Arbeitstechniken und Methoden: Standardverfahren, Vakuumdestillation

Geräte: Standardgeräte, 300-W-Photolampe

Chemikalien:

Teil 1: abs.Toluol (44 ml), trockenes Brom (18 ml), Natriumsulfat, Natriumacetat, Natriumhydroxid

Teil 2: Toluol (27 ml), Brom (10 ml), Hexan (25 ml), Eisenpulver, Natriumdisulfid, Natriumhydroxid, Calciumchlorid

Warnhinweise:

Brom ist ein sehr starkes Ätz- und Atemgift und darf daher nur unter dem Abzug gehandhabt werden. Brom ist sehr schwer. Machen Sie die Flasche nicht gleich auf, sondern probieren Sie vor der Entnahme, wie Sie diese beim Ausgießen am besten anfassen können, so dass Ihnen dabei nichts über die Handschuhe oder das Flaschenetikett läuft und Sie die Flasche dennoch ruhig und sicher halten können! Brom lässt sich wegen seines hohen Gewichtes und seines hohen Dampfdruckes kaum pipettieren und wird daher am besten im Messzylinder abgemessen.

Sichern Sie den Messzylinder durch Einspannen in eine Stativklammer, damit er beim Einfüllen nicht umkippen kann! Dadurch haben Sie außerdem den Vorteil, dass Sie beim Ausgießen den Flaschenhals der Bromflasche auf den Trichter, den Sie natürlich noch in den Messzylinder stecken müssen, aufsetzen können. Dieser Umstand trägt ganz entscheidend dazu bei, dass Sie eine schwere Flasche beim Gießen ruhig halten können. Außerdem wird der beim Absetzen der Flasche meist außen herunterlaufende „letzte Tropfen“ so vom Trichterrand aufgefangen. Halten Sie den Messzylinder beim Gießen niemals mit der Hand fest! Sie können sich sonst das Brom versehentlich über die Finger gießen!

Messen Sie das Brom nicht mit einer Einwegspritze ab! Sie bekommen so viel Brom nur mit Mühe in die Kanüle – überdies wird die Kanüle angegriffen.

Brom ist teuer! Vermeiden Sie es, dass zu entsorgende Reste erzeugt werden. Zur Entsorgung werden flüssige Bromreste mit einem Reduktionsmittel (z.B. Natriumdisulfidlösung¹) bis zur völligen Entfärbung versetzt und darauf ins Abwasser gegeben. In den verwendeten Gefäßen verbleiben häufig Bromdämpfe, die wegen Ihres hohen Gewichtes nur dann entweichen können, wenn Sie die Gefäße kurze Zeit mit der Öffnung vor dem Abzugschacht hinlegen.

Das in Teil 1 hergestellte *Produkt* ist reizend und entwickelt insbesondere sehr stark tränenreizende Dämpfe. Sämtliche Arbeitsschritte für die Darstellung dieser Substanz sind daher im Stinkraum durchzuführen! Alle kontaminierten Geräte müssen vor der Entnahme aus dem Abzug peinlich gereinigt werden. Halten Sie sich sorgfältig an die gegebenen Hinweise zur Reinigung der Geräte!

Das Produkt darf nur in dicht verschlossenen Behältnissen aus dem Abzug entnommen werden.

Das im 2. Teil erhaltene *Produkt* ist hautreizend.

¹ Natriumhydrogensulfidlösung wird durch Auflösen von Natriumdisulfid hergestellt. Schreiben Sie sich die Formeln auf, um zu verstehen, was da passiert.

Hinweise:

Für die in Teil 1 benötigte Photolampe gibt es derzeit 2 Varianten:

Eine „Sonnenlichtlampe“, die normalerweise zur Aufzucht von Pflanzen in Räumen dient, die nicht über ausreichendes Sonnenlicht verfügen. Die Lampe ist für den Versuch hochwirksam, hat aber folgende Nachteile:

- Wenn Sie beim Bedienen der Apparatur die Hand ständig in unmittelbarer Nähe der Lampe halten, passiert das gleiche, wie bei natürlicher Sonnenbestrahlung: Sie können einen tüchtigen Sonnenbrand bis hin zur Blasenbildung bekommen, was Sie freilich erst Stunden später bemerken, wenn es zu spät ist. Ein Handschuh schützt hier also nicht nur vor den Chemikalien, sondern auch vor dem Licht.
- Sie verbraucht viel Strom (300 W) und wird deswegen sehr heiß. Nicht nur die Finger, sondern auch Plastikteile (Hahnküchensicherung!) müssen sorgfältig vor der Hitze geschützt werden. (Letztere durch ausreichenden Abstand, sowie durch Umwickeln mit etwas Alufolie.) Auf die heiße Glasoberfläche darf keine kalte Flüssigkeit tropfen, sonst springt sofort das Glas und die Lampe ist hin. Selbst feste Gegenstände können bei Kontakt durch lokale Kühlwirkung zu hohe thermische Spannungen erzeugen.
- Die Lampe kann nach dem Ausschalten erst dann wieder neu angeschaltet werden kann, wenn sie abgekühlt ist.

Versuchsweise werden derzeit alternativ UV-A-„Schwarzlichtlampen“ eingesetzt. Es handelt sich dabei um Kompaktleuchtstofflampen mit einer entsprechenden Glasbeschichtung. Die Lampen verbrauchen nur minimal Strom, werden also nicht heiß. Wie alle Leuchtstofflampen sollten die UV-A-„Schwarzlichtlampen“ nicht unnötig an- und ausgeschaltet werden, aber wenn es denn nun mal passiert ist, kann man sie ohne Probleme auch gleich wieder anschalten. Die Lampen sind ebenfalls für den Versuch sehr gut wirksam

Ausführung:

Teil 1:

Hinweise:

- Wegen der außerordentlich reizenden Wirkung des Produkts wird Ihnen hiermit ausnahmsweise empfohlen, bei der Aufarbeitung des Reaktionsansatzes eine gemeinsame Destillationsapparatur zu verwenden, an die jeweils nur der eigene Kolben angeschlossen wird. Planen Sie die Versuchsdurchführung so, dass Sie mit möglichst wenigen Geräten auskommen!

Vorarbeiten:

- Abs. Toluol können Sie aus der Destillationsanlage in Raum 31.05 gewinnen. Lassen Sie sich in die Bedienung einweisen.
- Für den Versuch wird wasserfreies Brom benötigt. Man erhält dies, indem man Brom mit konz. Schwefelsäure ausschüttelt. Aus Sicherheitsgründen verwenden Sie hierfür jedoch keinen Schütteltrichter! Verrühren Sie das Brom stattdessen mehrmals ausgiebig mit der Säure in einem Rundkolben (*Magnetrührer*) und verwenden Sie den Schütteltrichter lich zur Trennung der beiden Phasen. Achten Sie nach dem letzten Ausschütteln auf eine

besonders sorgfältige Phasentrennung! Vermeiden Sie unbedingt, dass Sie Schwefelsäure mit in Ihre Reaktion schleppen! Die abgetrennte Säure wird in einem gesonderten Entsorgungsgefäß gesammelt.

- Bringen Sie vor dem Beginn des Versuchs den beiliegenden Warnhinweis am Frontschieber des Abzuges an!

In einem 100-ml-Dreihalskolben mit Rückflusskühler und Tropftrichter werden 44 ml abs. Toluol vorgelegt. Es wird zum Sieden erhitzt und die Lösung mit einer Photolampe bestrahlt.

- *Bauen Sie die Photolampe so dicht wie möglich am Kolben auf! Wenn Sie sie dazu auf eine hochgekurbelte Hebebühne stellen, wird sie irgendwo in der Nähe des Reaktionskolbens in den Himmel strahlen – und schlimmer noch: Wenn sie gegen das Kabel kommen, wird sie von ihrem Podest herunterfallen und kaputt sein. Die Photolampe ist teuer! Nehmen Sie also eines der losen Stativ, die es im Praktikum gibt und spannen Sie die Lampe mit einer Stativklammer ein! Jetzt kann nichts mehr umfallen und Sie können die Lampe millimetergenau platzieren.*

Unter fortdauernder Bestrahlung und Rühren wird durch den Tropftrichter trockenes Brom (18 ml) so zugetropft, dass kein Bromüberschuss im Kolben entsteht. Versuchen Sie dazu, den Hahn am Tropftrichter so einzustellen, dass das Brom allein mit der richtigen Geschwindigkeit in den Kolben tropft.² Das gebildete Bromwasserstoffgas wird durch einen Gaswäscher

(http://www.bcp.fu-berlin.de/chemie/chemie/sicherheit/entsorgung/einzelchemikalien/saure_gase.html)

zurückgehalten.

Nach beendeter Bromzugabe wird die Mischung noch etwa 2 Minuten bestrahlt, um auch restliche Spuren von Brom umzusetzen. Danach lassen Sie auskühlen.³

Bis hierher war alles einfach, aber jetzt müssen Sie die Apparatur öffnen und sind dabei den tränenreizenden Dämpfen ausgesetzt. Wie können Sie das machen, ohne dass Ihnen die Tränen laufen? Sie brauchen:

- *Ein 600-ml-Becherglas, in dem Sie ca. 50 ml ethanolische Alkoholatlösung vorlegen, die durch Auflösen von Natriumresten in Ethanol erhalten wurde (erhältlich im Assistentenraum. Ist diese Mischung ausgegangen, versetzen Sie Ethanol mit etwas Kaliumhydroxid.) Das Becherglas stellen Sie in eine Plastikschaale und die Plastikschaale rechts dicht neben Ihre Apparatur.⁴ Welche Reaktion erwarten Sie zwischen dem Produkt und dem Alkohol?*
- *Rechts neben der Plastikschaale halten Sie einen Plastikimer und eine Spritzflasche mit „Spülo“ parat.*

² Vermeiden Sie ein ständiges AUF-ZU-AUF-ZUAUF-ZU! Die Zugabe ist dann nicht gleichmäßig und es könnte sein, dass das Hahnkücken irgendwann schwergängig wird. Sie werden feststellen, dass das Brom über die gesamte Reaktion hinweg fast augenblicklich abreagiert. Sie können das Brom deshalb zu Beginn recht zügig (ca. 1 Tropfen/Sekunde) zugeben. Reduzieren Sie die Geschwindigkeit am Ende der Reaktion unter Beachtung der Aufgabe 4!

³ Das Auskühlenlassen können Sie durch Unterstellen eines Eis-/Wasserbades beschleunigen, allerdings dürfen Sie dabei keine Plastikschaale auf die noch heiße Magnetührplatte stellen!

⁴ Diese und alle folgenden Anweisungen gelten für Rechtshänder. Wenn Sie Linkshänder sind, müssen Sie alle rechts/links-Angaben vertauschen.

Schließen Sie wenn möglich die Kühlwasserschläuche ab! Der Kühler ist dann leichter handhabbar. Falls beim Abnehmen der Schläuche oder aus anderem Grund etwas Wasser auf die Arbeitsfläche getropft ist, wischen Sie die Arbeitsfläche sorgfältig trocken und entfernen alles Überflüssige. Sie wollen jetzt jedes kleinste Tröpfchen sehen, was seinen Weg nicht dorthin findet, wo es hin soll! Das geht nur mit einer aufgeräumten trockenen Fläche ohne Fließpapierdeckchen. Der Tropftrichter kann noch „nach Brom aussehen“ sollte aber keine Brommengen mehr enthalten, die durch Öffnen des Hahnes auslaufen würden. Ist dies dennoch der Fall, brauchen Sie auch etwas Hydrogensulfidlösung, um das überschüssige Brom zu vernichten.

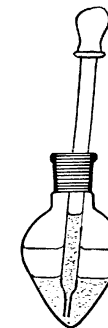
*Heben Sie nacheinander Tropftrichter und Kühler aus dem Reaktionskolben heraus. Fuchteln Sie mit dem tropfenden Glasgerät nicht unnötig herum, sondern bewegen sie es mit der linken Hand auf kürzestem Weg über das Becherglas. Spülen Sie mit der rechten Hand von oben mit „Spülo“ aus, so dass das Lösemittel in das Becherglas läuft. Halten Sie das Gerät **senkrecht**, denn sonst spülen sie nur eine Ecke sauber. Danach wird – gleichfalls ohne herumzufuchteln – auf direktem Weg in den Eimer gestellt. Kleine Bromrestchen im Tropftrichter können beim Ausspülen etwas sprazeln. Das macht nichts. Ausgießbare Brommengen müssen zuvor in Hydrogensulfidlösung gegeben werden.*

Eimer und Becherglas lassen Sie vorerst an Ort und Stelle. Denn auch mit allen anderen nicht mehr gebrauchten Glasgeräten verfahren Sie im weiteren Versuchsverlauf nach genau der gleichen Weise. Decken Sie das Becherglas ab, wenn Sie es gerade nicht brauchen. Später legen Sie die Geräte im Abzug zum Trocknen aus. Wenn sie abgelüftet sind, spülen Sie ein zweites Mal in gleicher Weise mit „Spülo“ ab und lassen Sie wieder ausgiebig ablüften. Das verwendete „Spülo“ wird nicht recycelt sondern verworfen.

Jetzt ist es Zeit, sich um die Reaktionsmischung zu kümmern. Kühlen Sie auf Raumtemperatur ab und waschen Sie mit Wasser. Trennen Sie das Waschwasser sorgfältig ab und versetzen Sie mit Natriumsulfat.

Hinweise:

- *Da nur ein sehr kleines Lösungsvolumen zu reinigen ist, ist die Verwendung der Schütteltrichter hier ebenfalls unzuweckmäßig, da mit diesen die Substanzverluste viel zu groß wären. Verrühren Sie die beiden Phasen daher auch hier intensiv in einem kleinen Kölbchen. Trennen können Sie die beiden Phasen in einem Spitzkölbchen nur so, indem Sie die untere Phase wie nebenstehend zu sehen herauspipettieren. Damit ist keine Aussage verbunden, dass die untere Phase wässrig oder organischer Natur ist! Bestimmen Sie also die wässrige Phase!*
- *Alle Waschvorgänge müssen zügig durchgeführt werden, der Versuch darf also erst nach ausgiebigem Verrühren mit Natriumsulfat unterbrochen werden.⁵ (Warum?) Wenn es bei der Umsetzung schon ein kleines bisschen spät geworden ist, dann fangen Sie nicht noch kurz vor Praktikumsschluss hektisch mit dem Waschen an und beklagen sich dann beim Assistenten, Sie nicht fertig würden! Vielmehr ist die ausreagierte Reaktionsmischung*



⁵ Wenn Sie eine Emulsion erhalten, finden Sie hier eine Hilfe:

http://www.bcp.fu-berlin.de/chemie/chemie/studium/ocpraktikum/ressourcen/laborpraxis/laborpraxis_webinfos/scheidetrichter/keine_phasentrennung.html

auch am nächsten Tag noch die gleiche ausreagierte Reaktionsmischung. Auch wenn Sie rasch arbeiten sollen, so sollten Sie das trotzdem mit der notwendigen Ruhe und Gründlichkeit tun. Für den Erfolg Ihrer Reaktion ist das **wichtig!**

- Es kann sein, dass Sie nach dem Waschen keine Phasentrennung erhalten. Normalerweise versetzt man in so einem Fall mit Salz, um die Emulsion zu brechen. In diesem Fall geht das leider überhaupt nicht, weil organische und wässrige Phase dadurch etwa gleich schwer werden, weshalb sie dann überhaupt keine Neigung mehr haben, sich zu trennen. Hier hilft es umgekehrt, die organische Phase mit etwas Diethylether zu versetzen. Das bedeutet freilich, dass Sie bei der abschließenden Destillation zuerst den Ether bei Normaldruck wieder abdestillieren müssen.
- Ist die mit Natriumsulfat versetzte Mischung nicht nach wenigen Minuten klar, so besteht der Verdacht, dass die Menge des Trockenmittels nicht ausreichend ist! Geben Sie in diesem Fall weiteres Trockenmittel hinzu! Wenn Sie beim Abtrennen des letzten Waschwassers nicht sorgfältig gearbeitet haben und deshalb noch größere Mengen Wasser in Ihrem Kolben haben, ist es möglicherweise günstiger, von dem verbrauchten Trockenmittel abzutrennen und erst dann mit frischem Trockenmittel zu versetzen. Ändert sich die Trübung nach dem Zusatz des Trockenmittels nicht, so hat sie eine andere Ursache (z.B. enthaltenes Schliffett.). Über derartige Trübungen müssen Sie nicht beunruhigt sein.

Die Lösung wird wahlweise 30 Minuten durchgerührt oder über Nacht stehen gelassen. Danach wird vom Trockenmittel abfiltriert (*möglicherweise ist es auch hier günstiger, die überstehende Lösung abzupipettieren*). Das abgetrennte Trockenmittel wird vor der Entsorgung in das Becherglas mit der ethanolischen Alkoholatlösung gegeben und längere Zeit stehen gelassen.

Weitere Entsorgungen:

Pipette, Trichter: Wie oben beschrieben mit Spülool durchspülen und in den Eimer geben.

Filterpapier: Längere Zeit in das Becherglas mit der Alkoholatlösung einlegen, dann ablüften lassen und normal entsorgen.

Das Filtrat wird in einem kleinen Kolben mit einer Spatelspitze Natriumacetat (*warum?*) versetzt und über eine Vigreux-Kolonnen im Membranpumpenvakuum aus einem PEG-Bad fraktionierend destilliert. Informieren Sie sich vor Beginn der Destillation über die zu erwartenden Siedepunkte möglicher Produkte (*Siehe auch Frage 3*)! Führen Sie ein genaues Destillationsprotokoll! Notieren Sie Druck/Siedepunkt Menge und Brechungsindex für jede erhaltene Fraktion!

Geben Sie sofort nach der Destillation in den noch warmen Destillationsrückstand ethanolische Base⁶ (*Ethanolatlösung oder Natriumhydroxid*) und erwärmen Sie noch längere Zeit bis zur vollständigen Hydrolyse aller Produktreste. Danach wird die Mischung in das Becherglas gegeben. Alle anderen Apparaturbestandteile werden sofort nach dem Abbau wie beschrieben gespült.

Rühren Sie den Inhalt des Becherglases von Zeit zu Zeit mit einem Glasstab gut durch! Lassen Sie Becherglas und Eimer mit den verwendeten Glasgeräten mindestens über Nacht im Abzug stehen. Kontrollieren Sie mit einem angefeuchteten Stück pH-Papier, ob der Inhalt des Becherglases noch basisch reagiert. Andernfalls ergänzen Sie weitere Base und lassen unter

⁶ Das kann frische Alkoholatlösung sein oder auch der Inhalt des Becherglases.

gelegentlichem Rühren noch weiter stehen. Der Inhalt des Becherglases wird als Lösemittelabfall entsorgt. Alle Glasgeräte dürfen nicht mehr tränenreizend sein, wenn sie aus dem Abzug entfernt werden. Andernfalls wird erneut mit „Spülool“ gespült.

Das Produkt zersetzt sich bei Raumtemperatur allmählich unter Rot- bis Braunfärbung und wird daher im Kühlschrank gelagert. Die Substanz ist hydrolyseempfindlich.

Bestimmung des Brechungsindex:

Die Identität Ihrer Destillatfraktionen wird von Ihnen primär durch die Siedetemperatur bestimmt. Zusätzlich ist wie üblich der Brechungsindex zu bestimmen. Dies muss trotz des dabei erforderlichen offenen Umgangs mit der Substanz so erfolgen, dass Sie dem starken Tränenreiz nicht ausgesetzt sind.

Halten Sie zur Messung wiederum ein kleines Becherglas oder eine Kristallisierschale mit basischer Alkohol-Lösung sowie etwas „Spülool“ bereit!

Zum Auftragen der Substanz auf das Refraktometer stellen Sie dieses in den Abzug und halten dabei den Frontschieber, so weit es geht geschlossen. Setzen Sie sich dazu auf einen Hocker! Sie erhalten dadurch eine günstigere Arbeitsposition, die ein stärkeres Absenken des Frontschiebers ermöglicht. Vermeiden Sie ein Verschütten der Substanz! Halten Sie etwas Fließpapier bereit, um bei derartigen Missgeschicken die Flüssigkeit sogleich aufnehmen zu können! Kontaminiertes Fließpapier muss in die Alkoholatlösung eingelegt werden. Achten Sie vor allem darauf, dass die Handschuhe nicht kontaminiert werden! Schließen Sie unverzüglich nach der Entnahme Ihr Vorratsbehältnis und klappen Sie das Oberteil des Refraktometers auf das Prisma. Ziehen Sie die Handschuhe aus und öffnen Sie den Frontschieber gerade so weit, dass Sie das Refraktometer bis zur Vorderkante der Arbeitsfläche herausziehen können! Halten Sie das Refraktometer mit der linken Hand fest, damit es nicht umkippen kann, neigen Sie das Okular zu sich heran und nehmen Sie mit der rechten Hand die notwendigen Einstellungen vor! Nach der Ablesung wird das Refraktometer sogleich wieder in den Abzug zurückgeschoben. Reinigen Sie das Gerät so weit, dass der nächste Benutzer wieder ohne die von Ihnen durchgeführten Vorsichtsmaßnahmen messen kann! Verwenden Sie ein mit etwas „Spülool“ angefeuchtetes Fließpapier, um die mit der Substanz befeuchteten Glasflächen zu reinigen! Denken Sie daran, dieses Fließpapier ebenfalls in die Alkoholatlösung zu geben. Spülen Sie die verwendete Pasteurpipette mit etwas Spülool tränenreizfrei, bevor Sie diese entsorgen.

Teil 2:

In einem 250-ml-Dreihalskolben mit Innenthermometer (*muss in die Reaktionsmischung eintauchen!*), Tropftrichter, Rückflusskühler und kleinem Magnetrührkern werden 27 ml Toluol mit einer Spatelspitze Eisenpulver (*Ferrum reductum*) versetzt⁷.

Hinweis: Verwenden Sie einen Trichter zum Einfüllen des Eisenpulvers und achten Sie darauf, dass das Pulver nicht an die Kolbenschliffe kommt. Die zusammengebaute Apparatur muss anschließend gasdicht sein!

⁷ Sie müssen sehr schnell rühren, weil sonst das Eisenpulver am Magnetkern festklebt und wirkungslos bleibt. Mit einem großen Magnetkern können Sie nicht schnell rühren!

Bei 5-10 °C Innentemperatur wird unter kräftigem Rühren eine Lösung von 10 ml Brom in 25 ml Hexan so langsam hinzugegeben, dass hohe Bromkonzentrationen vermieden werden. Falls die Reaktion nicht anspringt wird die Reaktion durch kurzes Erwärmen auf dem Wasserbad gestartet.

Hinweis: Sie können das Anspringen der Reaktion leider nicht am Verschwinden der Braunfärbung des zugefügten Broms erkennen, da sich die Mischung aus anderen Gründen bei der Reaktion braun einfärbt. Ein zuverlässiges Kriterium ist jedoch die Bildung von Bromwasserstoff, der aus der Apparatur entweicht und an der Luft charakteristische Nebel bildet. Um diese Nebel zu sehen, heben Sie für einen Augenblick den Rückflusskühler von der Apparatur ab! Sehen Sie immer noch keine Nebel, so blasen Sie mit dem Mund etwas Luft in Richtung Kolbenöffnung.

Sie werden sich zur Vermeidung eines Bromüberschusses freilich dann doch mit der Färbung der Mischung auseinandersetzen müssen. Braun ist nicht gleich braun. Geben Sie testweise eine Portion Brom in die Mischung und merken Sie sich den Brauntön, der sich von der Färbung der Mischung unterscheidet, wenn das Brom abreagiert ist. Wenn Sie den Unterschied nicht sehen, müssen Sie das Brom ‚auf Verdacht‘ langsam hinzugeben. Rechnen Sie mit 1 Stunde für die Zugabe.

Das gebildete Bromwasserstoffgas wird durch einen Gaswäscher

(http://www.bcp.fu-berlin.de/chemie/chemie/sicherheit/entsorgung/einzelchemikalien/saure_gase.html)

zurückgehalten.

Nach Stehenlassen über Nacht wird in einem Scheidetrichter zunächst mit ca. 5 %-iger Natriumhydrogensulfidlösung ausgeschüttelt (Siehe Hinweise!) dann mit ca. 2m Natronlauge und schließlich mit Wasser neutral gewaschen.

Anschließend wird zum Trocknen mit Calciumchlorid verrührt oder längere Zeit stehen gelassen. Aus der nach Abfiltrieren des Trockenmittels erhaltenen Lösung wird zunächst das Lösungsmittel bei Normaldruck abdestilliert und der verbleibende Rückstand im Membranpumpenvakuum aus einem PEG-Bad destilliert. Führen Sie ein genaues Destillationsprotokoll! Notieren Sie Druck/Siedepunkt Menge und Brechungsindex für jede erhaltene Fraktion!

Fragen vor Ausführung des Versuchs:

1. Geben Sie Reaktionsgleichung und Mechanismen der durchzuführenden Reaktionen an!
2. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit der Produkte und zu deren Struktursicherung! Sofern Sie Produktgemische erwarten, schlagen Sie Methoden vor, die eine Bestimmung des Mengenverhältnisses gestatten.

Aufgaben nach Ausführung des Versuchs:

3. Sichern Sie Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanzen entsprechend Frage 2! Überprüfen Sie zuerst in einem gängigen Handversuch, ob die Produkte ein hydrolysierbares Halogen enthalten und protokollieren Sie das Ergebnis dieses Handversuches! Entnehmen Sie dazu nähere Hinweise dem "Organikum"!

Stellen Sie tabellarisch die physikalischen Daten (Siedepunkte, Brechungsindices) von Edukt und den möglichen Neben- und Folgeprodukten zusammen und ziehen Sie diese Tabelle zur Struktursicherung heran!

4. Reagentien werden normalerweise im Überschuss eingesetzt, um die Ausbeute des organischen Substrats zu verbessern. Bei der Ansatzberechnung werden Sie feststellen, dass hier ganz im Gegenteil das Brom im Unterschuss eingesetzt wird! Welchen Sinn hat das? Denken Sie ganz logisch: Das kann nur präparative Gründe, bei größeren Ansätzen auch ökonomische Gründe haben. Zur Beurteilung der präparativen Probleme sehen Sie sich noch einmal die in der vorherigen Aufgabe zusammengestellten physikalischen Daten an. Wenn Sie den Versuchsteil 1 bearbeitet haben, werfen Sie auch einen kritischen Blick auf das NMR-Spektrum! Wo liegt das Problem? Verstehen Sie jetzt, warum vor allem am Ende der Reaktion höhere Bromkonzentrationen strikt zu vermeiden waren? Was wäre passiert, wenn Sie alles Brom auf einmal mit dem Toluol vermischt hätten?⁸ Geben Sie eine Erklärung!

Zur Beurteilung ökonomischer Gründe hilft ein Chemikalienkatalog.

Literatur: Organikum

⁸ Reaktionswärmen wären bei dieser Ansatzgröße kein Problem. Ihnen würde also nichts ‚um die Ohren fliegen‘. Ganz im Gegenteil hätten Sie sich gefreut, weil der Versuch so schön schnell fertig ist. Sie würden aber eine Reaktionsmischung von mieser Qualität erhalten, aus der nur wenig Produkt minderer Reinheit isolierbar ist.

Vorsicht!

In diesem Abzug wird mit Benzylbromid gearbeitet.

(Versuch 2-3 Teil 1)

**Benzylbromid ist
tränenreizend!**

Name:

Raum: