

6-6 Friedel-Crafts-Acylierung

Reaktionstyp: elektrophile Substitution

Arbeitstechniken und Methoden: Standardverfahren

Geräte: Standardgeräte

Chemikalien:

Toluol (90 ml), 4-Nitrobenzoylchlorid (3 g), Ethanol (90 ml), Aluminiumchlorid (3 g), Natriumhydroxid (2 g) Salzsäure (40 ml), Calciumchlorid

Warnhinweise:

Aluminiumchlorid und 4-Nitrobenzoylchlorid sind ätzend. Aluminiumchlorid reagiert mit Wasser und auch mit anderen Lewis-Basen sehr heftig. Die anderen Substanzen sollten Ihnen vertraut sein.

Achten Sie darauf, dass das verwendete Trockenrohr durchgängig ist! Sonst sprengt beim Erhitzen Ihre Apparatur auseinander!

Hinweis:

Nitrobenzoylchlorid kann sich bei längerem Stehenlassen oder unsachgemäßer Lagerung zersetzen. (*Was bildet sich dabei?*) Überprüfen Sie durch eine geeignete Methode, ob die ausstehende Substanz noch brauchbar ist!

Ausführung:

Umsetzung von Toluol mit 4-Nitrobenzoylchlorid:

In einem 100-ml-Dreihalskolben mit Rückflusskühler und Innenthermometer¹ wird 4-Nitrobenzoylchlorid (3 g) in Toluol (30 ml) gelöst. Auf den Kühler wird ein Gasableitungsschlauch aus PVC angeschlossen und das bei dem Versuch entweichende Chlorwasserstoffgas durch einen Gaswäscher

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

aufgefangen. Die Lösung wird mit Aluminiumchlorid (3 g) versetzt. Das Gemisch wird 1 1/2 Stunden unter Rühren (Magnetrührer) auf 50 °C erwärmt und danach auf Raumtemperatur abgekühlt. Anschließend wird im Scheidetrichter auf ein Gemisch aus Eis (60 g), Eiswasser (20 ml) und konz. Salzsäure (40 ml) gegossen und etwa 2 Min. kräftig durchgeschüttelt (*Was beobachten Sie?*). Die organische Phase wird abgetrennt und die wässrige Phase erneut mit Toluol (60 ml) ausgeschüttelt. Die vereinigten organischen Phasen werden noch ein Mal mit Wasser (40 ml) ausgeschüttelt und über Calciumchlorid getrocknet. Nach dem Filtrieren in einen tarierten Kolben wird im Rotationsverdampfer abgedampft. Notieren Sie im Laborjournal die Rohausbeute. Alle Berechnungen zur Ermittlung dieses Wertes sind im Laborjournal durchzuführen. Kristallisieren Sie aus Ethanol um! Bestimmen Sie Schmelzpunkt und Reinausbeute.

¹ Siehe

http://www.bcp.fu-berlin.de/chemie/chemie/studium/ocpraktikum/ressourcen/laborpraxis/laborpraxis_handouts/reaktionsapparaturtemperaturkontrolle.pdf

Fragen vor Ausführung des Versuchs:

1. Geben Sie Reaktionsgleichung und Mechanismus der durchzuführenden Reaktion an! Wieviel Molequivalente Aluminiumchlorid sind für die Reaktion notwendig?
2. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit des Produktes und zu dessen Struktursicherung!

Aufgaben nach Ausführung des Versuchs:

3. Sichern Sie Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanz entsprechend Frage 2!
4. Warum ist Nitrobenzol ein für Friedel-Crafts-Acylierungen geeignetes Lösungsmittel?

Lit.: Mark A. Findeis, Emil T. Kaiser *J.Org.Chem.* **54**,3478-3482(1989)