

Darstellung von *p*-Dimethylaminobenzophenon

Reaktionstyp: *Friedel-Crafts*-Acylierung von aktivierten Aromaten durch *N*-substituierte Amide und Phosphoroxychlorid

Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren

Geräte:

Standardgeräte

Chemikalien:

- Benzanilid (15.0 g) (aus Versuch 06-11)
- *N,N*-Dimethylanilin (32.2 mL)
- Phosphoroxychlorid (18.8 mL)
- konz. Salzsäure (40 mL)
- Natronhydroxid (7.5 g)
- Isopropanol
- Natriumsulfat zum Trocknen

Warnhinweise:

N,N-Dimethylanilin ist giftig beim Einatmen, Verschlucken und Berührung mit der Haut. Verdacht auf krebserzeugende Wirkung. Giftig für Wasserorganismen, können in Gewässern längerfristig schädliche Wirkungen haben.

Phosphoroxychlorid reagiert heftig mit Wasser. Gesundheitsschädlich beim Verschlucken. Sehr giftig beim Einatmen. Verursacht schwere Verätzungen. Gefahr ernster Gesundheitsschäden bei längerer Exposition durch Einatmen. Verursacht Augenverätzungen, Rötungen und Schmerzen. Kann zu Sehstörungen führen. Verursacht Verbrennungen, Rötungen und Schmerzen auf der Haut. Gesundheitsschädlich beim Verschlucken. Verursacht Verätzungen des Magen-darmtrakts. Verursacht Verätzungen des Atemtrakts. Giftig beim Einatmen. Kann Brennen, Husten, Keuchen, Laryngitis, Kurzatmigkeit, Kopfschmerzen, Übelkeit und Erbrechen verursachen. Feuchtigkeitsempfindlich.

Über die Gefährdungspotentiale von Benzanilid, konz. Salzsäure und Natronlauge erkundigen Sie sich bitte in einem geeigneten Lehrbuch oder der „Allgemeinen Gefahrenstoffliste für das Grundpraktikum“.

Ausführung:

Zur Suspension von 15.0 g Benzanilid in 32.2 mL *N,N*-Dimethylanilin in einen 100 mL Zweihalskolben mit Rückflusskühler und Tropftrichter werden innerhalb von 30 min unter Rühren 18.8 mL Phosphoroxychlorid zugetropft. Dabei steigt die Temperatur um ca. 5 °C an. Innerhalb von 30 min wird auf 100 °C erwärmt,

steigert die Temperatur für 15 min auf 130-140 °C und hält dann noch für 3 h bei 90-95 °C.

Nach Abkühlen auf 50 °C wird das dunkelgrüne Reaktionsgemisch in eine Mischung aus 10.5 mL konz. Salzsäure und 75 mL Wasser gegossen (*Wärmeentwicklung*). Die entstehende klare, dunkelgrüne Lösung wird noch 1 h gerührt.

Jetzt werden innerhalb von 15 min 240 mL Eiswasser zugetropft, wobei sich das Produkt zunächst als milchige Trübung, dann in grünlichen Kristallen abscheidet. Die Kristallisation wird durch 15 min Rühren im Eisbad vervollständigt.

Es wird abgesaugt und wäscht zweimal mit je 7 mL Wasser.

Zutropfen von 7.5 g Natriumhydroxid in 75 mL Wasser ergibt eine weitere Produktfraktion.

Umkristallisation aus Isopropanol ergibt grüne Kristalle. (mp 89-90 °C)

Ausbeute (roh): g

Nach der Säulenchromatographie:

Ausbeute (rein): g Schmelzpunkt.: °C

Fragen vor der Ausführung des Versuchs:

1. Geben Sie Reaktionsgleichung und Mechanismus der durchzuführenden Reaktion im Detail an.
2. Wie kann das Reaktionsende festgestellt werden?
3. Wie unterscheiden sich Edukte und Produkt im ¹H-NMR- und IR-Spektrum?
4. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit der Produkte und deren Struktursicherung.

Aufgaben nach der Durchführung des Versuchs:

5. Sichern Sie Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanz entsprechend Frage 4!

Literatur:

L.F. Tietze, Th. Eicher, *Reaktionen und Synthesen*, Georg Thieme Verlag **1991**, S. 394-395.