

Friedel-Crafts-Acylierung

(Produkt wird in 07-05 weiterverwendet)

Reaktionstyp: *Friedel-Crafts-Acylierung*, elektrophile Substitution

Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren

Geräte:

Standardgeräte

Chemikalien:

- 4-Nitrobenzoylchlorid (10.0 g)
- Ethanol (300 mL)
- AlCl_3 (wasserfrei) (10.0 g)
- 25%ige Salzsäure (185 mL)
- Toluol (500 mL)
- Natriumhydroxid (5.0 g)
- Calciumchlorid
- Natriumsulfat zum Trocknen

Warnhinweise:

Aluminiumchlorid und 4-Nitrobenzoylchlorid sind ätzend. Aluminiumchlorid reagiert mit Wasser und auch mit anderen Lewis-Basen sehr heftig.

Für die übrigen Substanzen siehe: Skripte „Allgemeine Gefahrstoffliste“!

Wichtige Hinweise:

Nitrobenzoylchlorid kann sich bei längerer oder unsachgemäßer Lagerung zersetzen (*Was bildet sich dabei?*).

Überprüfen Sie durch eine geeignete Methode, ob die ausstehende Substanz noch brauchbar ist.

Das *wasserfreie Aluminiumchlorid* muss rasch im Stickstoff-Gegenstrom abgewogen werden. Nicht an der Luft rumstehen lassen! [rasche Hydrolyse -> schlechtere Ausbeute!]

Ausführung:

In einem 250-mL-Dreihalskolben mit Rückflusskühler mit aufgesetzten Calciumchlorid-Trockenrohr mit einfach durchbohrten Stopfen mit Glasrohr, an dem über einen PVC-Schlauch zwei Gaswaschflaschen verbunden sind, bei dem die zweite Gaswaschflasche ca. zur Hälfte mit 10%iger Natriumhydroxid-Lösung gefüllt ist, dessen Schlauch in den Abzug führt, wird 4-Nitrobenzoylchlorid (10.0 g) in Toluol (100 mL) gelöst.

Die Lösung wird mit Aluminiumchlorid (10.0 g) versetzt. Das Gemisch wird 1 ½ h unter Rühren (Magnetrührer) auf 50 °C erwärmt und danach auf Raumtemperatur abgekühlt.

Anschließend wird in einem 1-L-Scheidetrichter auf ein Gemisch aus Eis (250 g), Eiswasser (60 mL) und 25%ige Salzsäure (185 mL) gegossen und etwa 2 min durchgeschüttelt. (*Was beobachten Sie?*).

Es wird dreimal mit Toluol (200 mL, 100 mL, 100 mL) ausgeschüttelt.

Die vereinigten organischen Phasen werden zweimal mit Wasser (je 100 mL) ausgeschüttelt und mit Magnesiumsulfat getrocknet. Nach dem Filtrieren in einen tarierten Kolben wird am Rotationsverdampfer abgedampft.

Ausbeute (roh): g

Es wird aus Ethanol umkristallisiert.

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 viele Moläquivalente Aluminiumchlorid sind für die Reaktion notwendig und warum?
3. Wie kann das Reaktionsende festgestellt werden?
4. Wie unterscheiden sich Edukte und Produkt im ^1H -NMR- und IR-Spektrum?
5. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit der Produkte und deren Struktursicherung.

Aufgaben nach der Durchführung des Versuchs:

6. Sichern Sie Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanz entsprechend Frage 4!
7. Warum ist Nitrobenzol ein für *Friedel-Crafts-Acylierungen* geeignetes Lösungsmittel?
8. Können auch aromatische Amine in einer *Friedel-Crafts-Acylierung* umgesetzt werden?

Literatur:

M. A. Findeis, E. T. Kaiser, *J. Org. Chem.*, **1989**, 54, 3478-3482.