

Acylierung von Anisol

Reaktionstyp: Friedel-Crafts-Acylierung, elektrophile Substitution

Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren

Geräte:

Standardgeräte

Chemikalien:

- | | | |
|----------------------------------|-----------|-------------------------------|
| • Anisol | (10.81 g) | • 2%ige Natronlauge |
| • Acetylchlorid | (8.24 mL) | • Kaliumcarbonat zum Trocknen |
| • AlCl ₃ (wasserfrei) | (16.0 g) | • Natriumsulfat zum Trocknen |
| • DCM | (40 mL) | |

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!]

Achtung: Es entwickelt sich Chlorwasserstoffgas. -> Abzug!

Ausführung:

In einem 100-mL-Dreihalskolben mit Rührer, Tropftrichter und Rückflusskühler mit Calciumchlorid-Trockenrohr werden 40 mL DCM mit 0.12 mol fein gepulvertem Aluminiumchlorid versetzt. Unter Rühren und Kühlen mit Eiswasser werden dann 0.105 mol des Säurechlorids zugegeben. Anschließend wird aus dem Tropftrichter 0.1 mol des Aromaten unter Kühlung mit Wasser so zugegeben, dass die Innentemperatur stets bei etwa 20 °C konstant bleibt. Dann wird noch 1 h gerührt und über Nacht stehengelassen.

Aufarbeitung:

Zur Zerlegung des Keton-Aluminiumchlorid-Komplexes wird vorsichtig auf etwa 50 mL Eis gegossen und bringt evtl. ausgefallenes Aluminiumhydroxid mit etwas konz. Salzsäure in Lösung. Dann wird die organische Schicht im Scheidetrichter abgetrennt und die wässrige Phase noch zweimal mit DCM extrahiert. Die vereinigten Extrakte werden sorgfältig mit Wasser, 2%iger Natronlauge und wieder mit Wasser gewaschen.

Nach dem Trocknen über Kaliumcarbonat wird das Lösungsmittel abdestilliert und das Produkt säulenchromatographisch gereinigt. Testen Sie zunächst die Trennung der Laufmittelgemische Petrolether/Essigester 9:1, 4:1 und 1:1 mittels DC (*Welchen R_f-Wert sollten Substanzen für eine optimale Trennung aufweisen?*).

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. Welche Nebenprodukte können entstehen?
3. Wie kann das Reaktionsende festgestellt werden?
4. Wie unterscheiden sich Edukte und Produkt im ¹H-NMR- und IR-Spektrum?
5. Warum ist über stöchiometrische statt katalytischer Mengen an Lewis-Säure erforderlich?
6. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit der Produkte und deren Struktursicherung.

Aufgaben nach der Durchführung des Versuchs:

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

Literatur:

Organikum D. 5.1.8.1. Friedel-Crafts-Acylierung (Tabelle 5.51).
Eur. J. Org. Chem., **2012**, 35, 6841.