

Reduktion einiger Carbonylverbindungen

Reaktionstyp: Reduktion mit komplexen Hydriden

Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren

Geräte:

Standardgeräte

Chemikalien:

- 4-Methyl-4'-nitro-benzophenon (2.0 g) [aus Versuch 09-02]
- Toluol techn. (20 mL)
- Natriumborhydrid (1.0 g)
- Ethanol (20 mL)
- Diethylether (120 mL)
- Natriumsulfat

Warnhinweise:

Natriumborhydrid ist leicht entzündlich und giftig.

Für das Produkt sind keine Sicherheitshinweise verfügbar, es ist daher als gesundheitsschädlich einzustufen.

Hinweis:

Verwenden Sie das in Versuch 09-02 hergestellte Produkt.

Seien Sie misstrauisch gegenüber dem *Natriumborhydrid*, da dieses bei unsachgemäßer Aufbewahrung leicht verdirbt. Leider wird dadurch das Aussehen nicht unbedingt verändert. Verdächtig sind insbesondere verklumpte Pulver. Geben Sie eine Spatelspitze in etwas Wasser und rühren Sie um, weil das Pulver dazu neigt, auf der Oberfläche zu schwimmen. Sie sollten dabei ein schwaches bis mäßiges Aufschäumen beobachten.

Wenn Sie unsicher sind Fragen Sie Ihren Assistenten!

Durchführung:

Zu einer Lösung von 4-Methyl-4'-nitro-benzophenon (2.0 g) in 20 mL Toluol wird unter Rühren eine Suspension von 1.0 g Natriumborhydrid in 20 mL Ethanol (*Warum kann die Reaktion in EtOH durchgeführt werden?*) gegeben und die Mischung eine Stunde lang gerührt. Danach wird in einen Scheidetrichter mit Wasser (80 mL) gegossen und dreimal mit Ether (je 40 mL) extrahiert. Die Etherextrakte werden neutral gewaschen, mit Natriumsulfat getrocknet und abgedampft.

Rohausbeute: g

Der Rückstand wird aus Ethanol/Wasser umkristallisiert. Bestimmen Sie Ausbeute und Schmelzpunkt!

Ausbeute (rein): g Schmelzpunkt.: °C

Fragen vor der Ausführung des Versuchs:

1. Skizzieren Sie kurz die Selektivität von Reduktionen mit einigen gängigen komplexen Metallhydriden!
2. Geben Sie die stöchiometrischen Bruttoreaktionsgleichungen und Mechanismen der durchzuführenden Reaktionen an!
3. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit der Produkte und deren Struktursicherung.
4. Wie unterscheiden sich Edukt und Produkt im ^1H -NMR und IR?

Aufgaben nach der Durchführung des Versuchs:

5. Sichern Sie Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanz entsprechend Frage 3!

Literatur:

Carey/Sundberg: Kap. 18, S. 956 ff.