

Reduktion einer Nitroverbindung

Reaktionstyp: Reduktion mit Zink als Reduktionsmittel

Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren

Geräte:

Standardgeräte

Chemikalien:

- NaOH (23.2 g)
- Ethanol (270 mL)
- Nitrobenzol (18.47 g)
- Zinkstaub (75%ig, 50-70 g)
- Natriumsulfit
- 25%ige Salzsäure

Warnhinweise:

Nitrobenzol ist giftig beim Einatmen, Verschlucken und Berührung mit der Haut. Verdacht auf krebserzeugende Wirkung und Beeinträchtigung der Fortpflanzungsfähigkeit. Es ist giftig für Wasserorganismen.

Zink ist entzündlich und bildet unter Wasserkontakt hochentzündliche Gase.

Über das Gefahrenpotential von NaOH, Ethanol und schwefliger Säure erkundigen Sie sich in einem geeigneten Lehrbuch oder der „Allgemeinen Gefahrenstoffliste für das Grundpraktikum“.

Das Produkt ist giftig und umweltgefährlich. Es reizt die Haut und die Schleimhäute, jeglicher Hautkontakt ist zu vermeiden. Verdacht der krebserzeugenden Wirkung. Es wirkt extrem toxisch auf Wasserorganismen und darf deshalb nicht ins Abwasser gelangen.

Durchführung:

In einem 500-mL-Dreihalskolben (mit Rührer, Rückflusskühler und Stopfen ([für den dritten Schliff, nicht den Rückflusskühler verschließen!!!] versehen) werden 23.2 g (0.58 mol) NaOH in 70 mL Wasser gelöst und 20 mL Ethanol mit 18.47 g Nitrobenzol zugefügt. Unter sehr kräftigem Rühren wird zuerst 3-4 g Zinkstaub zugesetzt, lässt die anfangs heftige Reaktion unter ständigem Rühren abklingen und erhält dann durch dauernde Zugabe von Zinkstaub das Reaktionsgemisch am Sieden.

Es wird darauf geachtet, dass die Umsetzung nicht allzu stürmisch wird, vermeiden Sie es aber, ihren Verlauf durch Kühlen zu unterbrechen. Außerdem ist darauf zu achten, dass kein Zinkstaub am Schliff des Kolbens hängen bleibt (*Pulvertrichter*). Der Kolbeninhalt färbt sich zuerst rot (*Azobenzol*), später gelb. Sollte die Reaktion vorzeitig zum Stillstand kommen, wird auf dem siedenden Wasser-/PEG-Bad erhitzt.

Nach Beendigung der Reaktion werden 230 mL Ethanol zu der Mischung hinzugefügt, sodass sich das ausgeschiedene Produkt in der Siedehitze löst. Siedend heiß wird abgesaugt, der Kolben mit 20 mL heißem Ethanol nachgespült.

Achtung:

Trockener Zinkstaub setzt sehr leicht z. B. Papiertücher in Brand. Deshalb Zinkreste in einem großen Becherglas sammeln und mit verdünnter Salzsäure vorsichtig vernichten.

Das Filtrat kühlt in einer Kältemischung ab, wird abgesaugt und gewaschen mit 50%igem Ethanol, dem etwas Natriumsulfit und 25%ige Salzsäure (schweflige Säure) zugesetzt ist, bis das Filtrat nicht mehr alkalisch reagiert. Umkristallisieren aus wenig Ethanol.

Hydrazobenzol ist leicht autoxidabel, deshalb unter N₂ oder CO₂ aufbewahren.

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. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit der Produkte und deren Struktursicherung.
4. Wie unterscheiden sich Edukt und Produkt im ¹H-NMR und IR?
5. Welches Produkt ist zu erwarten, wenn im Säuren reduziert wird?

Aufgaben nach der Durchführung des Versuchs:

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

Literatur:

Gattermann-Wieland, *Die Praxis des organischen Chemikers*, 43. Aufl. **1982** S. 523.