

Reduktion aromatischer Nitroverbindungen mit Zinn und Salzsäure

Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren

Geräte:

Standardgeräte, Apparatur zur Wasserdampfdestillation

Chemikalien:

- o-Chlornitrobenzol [aus V 06-12] (5.0 g)
- feingranuliertes Zinn (15.0 g)
- 18%ige Salzsäure (80 mL)
- Diethylether (ca. 650 mL)
- Natronlauge
- Natriumsulfat

Warnhinweise:

Die eingesetzte Nitroverbindung ist leicht entzündlich, hautreizend und giftig. Das erhaltene Produkt ist ebenfalls giftig und hautreizend.

Durchführung:

5.0 g der Nitroverbindung werden mit feingranuliertem Zinn (15.0 g) und halbkonzentrierter Salzsäure (18%) (80 mL) 90 min unter kräftigem Rühren zum Sieden erhitzt. Nach dem Abkühlen wird vom ungelösten Metall abgegossen, mit Wasser (50 mL) verdünnt und zweimal mit Ether (je ca. 100 mL) ausgeschüttelt (*Wozu dient diese Operation?*).

Die wässrige Phase wird in überschüssige Natronlauge gegossen und aus dieser Mischung das Produkt durch Wasserdampfdestillation extrahiert (*Wie erkennen Sie, wann die Destillation beendet ist? Entsorgen sie den Destillationsrückstand nach der unten angegebenen Vorschrift!*).

Das Destillat wird mit Natriumchlorid ("Viehsalz") (200 g/L) versetzt (*Wozu dient diese Operation?*) und ausgeethert (dreimal je 150 mL).

Die vereinigten organischen Phasen werden mit Natriumsulfat getrocknet und der Ether am Rotationsverdampfer abgezogen. Anschließend wird die Substanz im Membranpumpenvakuum destilliert.

Ausbeute (roh): g

Destillationsprotokoll:

Fraktion	1	2	3
Siedepunkt (°C)			
Druck (mbar)			
Badtemp. (°C)			
Menge (g)			
Brechungsindex			

Ausbeute (rein): g

Entsorgung des Destillationsrückstandes:

Der Destillationsrückstand wird schwach basisch eingestellt (pH ca. 7-9) und der erhaltene Niederschlag abfiltriert (*Worum handelt es sich?*) und in das ausstehende besondere Abfallgefäß gegeben.

(*Nicht in die Feststofftonne gegeben!*).

Fragen vor der Ausführung des Versuchs:

1. Formulieren sie den Reaktionsmechanismus unter Angabe der Oxidationszahlen in Einelektronenschritten!
2. Unterbreiten sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit des Produkts und zu dessen Struktursicherung! Wählen Sie hierzu Methoden aus, die eine Aussage darüber gestatten, ob ein monohalogeniertes Produkt vorliegt.
3. Wie unterscheiden sich Edukt und Produkt im ¹H-NMR und IR?

Aufgaben nach der Durchführung des Versuchs:

4. Sichern Sie Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanz entsprechend Frage 3!
5. Nennen Sie andere mögliche Reduktionsmittel für diese Reaktion!

Literatur:

Houben-Weyl, Bd. XI/1 (1957), S. 360-515.