

Friedel-Crafts-Acylierung

Reaktionstyp: Friedel-Crafts-Acylierung, elektrophile Substitution

Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren

Geräte:

Tropftrichter und Gasableitungsrohr (zum Schnüffelvakuum), Scheidetrichter
Innenthermometer, Vakuumdestillationsapparatur, 250-mL-Dreihalskolben

Chemikalien:

- Brombenzol (10.0 g)
- Acetylchlorid (5.6 g)
- AlCl_3 (wasserfrei) (10.14 g)
- konz. Salzsäure (8.5 mL)
- Toluol (70 mL)
- Natriumcarbonat
- Natriumsulfat zum Trocknen

Warnhinweise:

Brombenzol ist entzündlich und reizt die Haut. Es ist giftig für Wasserorganismen.

Acetylchlorid ist leichtentzündlich und führt zu Verätzungen. Es reagiert heftig mit Wasser.

AlCl_3 führt zu Verätzungen.

Über das Gefährdungspotential von Toluol und konz. Salzsäure erkundigen Sie sich bitte in einem geeigneten Lehrbuch oder der „Allgemeinen Gefahrenstoffliste für das Grundpraktikum“.

Das Produkt wirkt reizend auf die Atemorgane, die Haut und die Augen. Es besteht die Gefahr der Hautresorption.

Wichtiger Hinweis:

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

Ausführung:

Im Reaktionsgefäß werden 10.14 g AlCl_3 und 10.00 g Brombenzol vorgelegt. Dann wird im Verlauf von etwa 20 min die 5.6 g Acetylchlorid unter Rühren

zugetropft (Temperatur durch Kühlen mit Eis unter 30 °C halten). Nachdem der Tropftrichter gegen ein Innenthermometer ausgetauscht wurde, wird noch eine Stunde lang auf 60 °C erhitzt (Langsam aufheizen, damit die Reaktion nicht zu heftig wird).

Aufarbeitung:

Der Kolbeninhalt wird noch warm in ein Becherglas gegossen, das 43.7 g Eis, 8.51 mL konz. Salzsäure und 30 mL Toluol enthält. Die organische Phase wird im Scheidetrichter (ohne zu Schütteln) abgetrennt und die wässrige Phase noch zweimal mit je 20 mL Toluol extrahiert. Die vereinigten organischen Extrakte werden mit Wasser, Natriumbicarbonat-Lösung und wiederum mit Wasser säurefrei gewaschen und mit Natriumsulfat getrocknet.

Nach Abdestillieren des Toluols wird 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?*).

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 5!

Literatur:

Organikum, 21. Aufl. S. 380 (abgeänderte Vorschrift).
Eur. J. Org. Chem., **2012**, 35, 6841.