

Hofmann-Abbau

Reaktionstyp: Hofmann-Umlagerung

Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren

Geräte:

Standardgeräte

Chemikalien:

- Phthalimid (14.71 g)
- Brom (19.18 g)
- Natriumhydroxid (24.00 g)
- Natriumsulfit (2.00 g)
- Kalilauge (50%ig)
- Salzsäure
- Natriumsulfat

Produkt wird in 12-02 weiterverwendet – an Assistenten gesammelt abgeben

Warnhinweise:

Phthalimid reizt Augen, Atmungsorgane und Haut.

Das Produkt reizt die Augen und die Atmungsorgane. Es ist brennbar.

Über das Gefährdungspotential von Natriumhydroxid, Natriumsulfit, Brom, Kalilauge und Salzsäure erkundigen Sie sich in einem geeigneten Lehrbuch oder der „Allgemeinen Gefahrenstoffliste für das Grundpraktikum“.

Wie immer sollten Sie sich auch über die Gefährdung durch das Produkt informieren.

Durchführung:

Teil 1: Darstellung der Hypobromit-Lösung

Es werden bei 0 °C Brom (19.18 g) in eine Lösung von Natriumhydroxid (24.00 g) in Wasser (200 mL) getropft.

Teil 2: Vorschrift für den Hofmann-Abbau

In die frisch hergestellte Hypobromit-Lösung wird bei –5 °C unter Rühren das Phthalimid (14.71 g) gegeben. Sollte die Innentemperatur 40 °C übersteigen, wird gekühlt. Nach Rühren über Nacht wird mit Natriumsulfit (2.00 g) versetzt, säuert unter Kühlung auf pH 2 an (fängt nach einiger Zeit stark zu schäumen an), rührt weitere 15 min und macht erneut mit 50%iger wässriger Kalilauge alkalisch.

Aufarbeitung:

Die Reaktionslösung wird mit Salzsäure gegen Kongorot (pH 4) neutralisiert und das ausgefallene Produkt unter Zusatz von Aktivkohle aus Wasser umkristallisiert. Die Aktivkohle wird dabei heiß abfiltriert und das Produkt nochmals umkristallisiert.

Geben Sie möglichst reines Produkt ab, da dieses in Versuch 12-02 weiterverwendet wird.

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 Produkt und Edukt im IR, im ¹H-NMR? Nennen Sie charakteristische Banden bzw. Peaks.

Aufgaben nach der Durchführung des Versuchs:

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

Literatur:

Organikum, 21. Aufl. S. 670;
Christen, Vögtle, *Grundlagen der Organischen Chemie*, Otto Salle Verlag, Frankfurt am Main, 1989.