

# Darstellung eines Triphenylmethanfarbstoffes (Kristallviolett)

## Arbeitstechniken und Methoden:

Aussalzen

## Geräte:

Standardgeräte

## Chemikalien:

- (N,N)-Dimethylanilin (*steht im Verdacht Krebs zu erzeugen*) (3.03 g)
- 4,4'-Bis-dimethyl-aminobenzophenon (*Michlers Keton*) (1.35 g)
- Phosphoroxychlorid (1.43 g)
- Salzsäure
- Natronlauge

## Warnhinweise:

- (N,N)-Dimethylanilin ist giftig, hautreizend und möglicherweise carcinogen. (GefStoffV Gruppe 3)
- Michlers Keton ist hautreizend und möglicherweise carcinogen. (GefStoffV Gruppe 3)
- Phosphoroxychlorid ist ätzend.
- Das Produkt ist gesundheitsschädlich und umweltgefährdend (für Wasserorganismen). Es besitzt eine überaus starke Farbwirkung. Farbflecken auf Arbeitsplatz, Kleidung etc. müssen durch peinlich sauberes Arbeiten vermieden werden. Die Färbung hat eine so starke Warnwirkung, dass das gesundheitsgefährdende Potential praktisch belanglos ist.

## Hinweis:

Wenn Sie das Phosphoroxychlorid nicht bei den Chemikalien finden, bedenken Sie, dass es auch einen anderen gebräuchlichen Namen hat! (*Welcher ist das?*).

## Entsorgungshinweis:

Stark gefärbte wässrige Lösungen des herzustellenden Farbstoffes sollten Sie nicht einfach wegschütten. Eine auch im technischen Maßstab gebräuchliche Methode ist die Adsorption des Farbstoffes an Aktivkohle. Versetzen Sie dazu mit etwas Aktivkohle und verrühren oder schütteln Sie kurze Zeit kräftig durch! (*Auch das Erwärmen ist vorteilhaft*). Nach dem Filtrieren kommt der Rückstand zu den Feststoffabfällen und das Filtrat in den Abfall.

## Ausführung:

In einen kleinen trockenen Rundkolben werden 3.03 g (N,N)-Dimethylanilin, 1.35 g 4,4'-Bis-dimethylaminobenzophenon (*Michlers Keton*) und 1.43 g Phosphoroxychlorid gegeben. Nach Aufsetzen eines Gasableitungsrohres mit einem direkt in den Abzugsschacht hineinragenden PVC-Schlauch wird der Kolben 2 h lang unter Rühren im PEG-Bad auf ca. 100-110 °C erhitzt.

Nach dem Abkühlen (die Schmelze muss vorher durch Umschwenken in dünner Schicht auf der Kolbenwand verteilt werden) werden 25 mL Wasser und 15 mL Chloroform zugefügt. Durch kräftiges Schütteln (mit Stopfen!) wird die Schmelze vollständig gelöst. Das tiefviolette zweiphasige Gemisch wird in einem Scheidetrichter überführt und der Reaktionskolben nochmals mit 10 mL Wasser und 10 mL Chloroform ausgespült. Der Scheidetrichter wird kräftig durchgeschüttelt und die organische Phase (*Welche?*) in einen Schliffkolben abgelassen.

(Anmerkung: Die Phasengrenze ist leichter im Gegenlicht zu sehen, evtl. Phasenmenge abmessen, falls die Grenze nicht zu sehen ist).

Die wässrige Phase wird noch dreimal mit je 10 mL Chloroform extrahiert.

Die vereinigten organischen Extrakte werden mit CaCl<sub>2</sub> getrocknet, abfiltriert und im Vakuum auf etwa 20 mL eingengt.

(Arbeiten Sie mit äußerster Vorsicht am Rotationsverdampfer, um ein Überspritzen und damit Verschmutzen desselben zu verhindern!  
Füllen Sie den Kolben niemals höher als bis zur Hälfte!)

Die aufkonzentrierte Lösung wird langsam mit dem gleichem Volumen Ether versetzt, wobei der Farbstoff ausfällt. Absaugen und mit Chloroform/Ether 1/1 (v/v) waschen. Das grünliche Rohprodukt wird anschließend aus Wasser umkristallisiert.

Ausbeute (Rohprodukt) ..... g

Zur Umkristallisation wird Wasser (5 mL pro g Rohprodukt) in einem kleinen Erlenmeyerkolben zum Sieden erhitzt und das Kristallviolett portionsweise eingetragen, um ein zu starkes Aufschäumen evtl. enthaltener Lösungsmittelreste zu vermeiden. Dann wird unter Rühren und Kühlen kristallisiert. Anschließend wird abermals erwärmt, bis fast alles wieder gelöst ist. Die heiße Lösung wird nun langsam und erschütterungsfrei abkühlen gelassen.

Die bronzeglänzenden Kristalle werden am nächsten Tag abgesaugt.

Ausbeute (Reinprodukt) ..... g

Fragen vor Ausführung des Versuchs:

1. Nennen Sie Reaktionsgleichungen und Reaktionsmechanismus!  
Wozu dient das Phosphoroxychlorid?
2. Der von Ihnen darzustellende Stoff hat ein sehr breites Anwendungsgebiet.  
Geben Sie einige Beispiele!

*Hinweis:*

*Es besteht die Möglichkeit, einige Anwendungsmöglichkeiten im Praktikum auszuprobieren.*

3. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Struktursicherung!
4. Wie unterscheiden sich Edukt(e) und Produkt im IR und  $^1\text{H}$ -NMR (messbar in welchem LM)?

Aufgaben nach Ausführung des Versuchs:

5. Sichern Sie die Struktur der Verbindung entsprechend Frage 3!
6. Lösen Sie eine Spatelspitze der Verbindung in Wasser auf und verteilen Sie die Lösung auf zwei Reagenzgläser!  
Zum ersten fügen Sie tropfenweise konz. Salzsäure, zum zweiten konz. Natronlauge hinzu.  
Erklären Sie Ihre Beobachtungen (Reaktionsgleichungen formulieren!)

Literatur:

*Chem. Ber.* **1950**, 83, 438-445.

*J. Am. Chem. Soc.* **1914**, 36, 1462.