

Addition/ Eliminierungsreaktionen an Styrol

Arbeitstechniken und Methoden:

Standardmethoden

Geräte:

Standardgeräte, KPG-Rührer

Chemikalien:

Teil 1:

- Styrol (24 mL)
- Brom (10 mL)
- Petrolether (100 mL)
- 90%iges Ethanol

Teil 2:

- Kaliumhydroxid (24 g)
- Methanol (24 g)
- Diethylether (150 mL)
- Natriumsulfat

Warnhinweise:

Brom ist ein starkes Ätz- und Atemgift! Das Arbeiten in einem gut ziehenden Abzug und das Tragen von Gummihandschuhen sind obligatorisch! Substanz direkt am Arbeitsplatz abmessen! Keinesfalls in offenen Gefäßen umhertragen! Styrol ist ein Reizstoff. Das Einatmen der Dämpfe ist zu vermeiden, daher nur unter dem Abzug einwiegen (entweder in einem verschließbaren Gefäß oder aber direkt am Arbeitsplatz).

Das Produkt der ersten Stufe ist hautreizend. Das Endprodukt ist leicht entzündlich und mäßig tränenreizend.

Ausführung:

Teil 1: Umsetzung von Styrol mit Brom

In einem 250-mL-Dreihalskolben wird eine Lösung aus Styrol (24 mL) in Petrolether (80 mL) in Eis/Wasser-Bad auf 0 °C gekühlt. Unter Rühren mit einem KPG-Rührer (kein Rührfisch verwenden! *Warum?*) wird die Mischung aus einem aufgesetzten Tropftrichter tropfenweise mit einer Lösung von Brom (10 mL) in Petrolether (20 mL) versetzt (*Was beobachten Sie?*).

Vermeiden Sie einen Bromüberschuss nach Abschluss der Umsetzung! Nach beendeter Zugabe wird noch 5 min gerührt, in einen tarierten Kolben überführt und das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer abgezogen.

Ausbeute (roh): g Schmp.: °C

Durch Umkristallisieren des Rohprodukts in 90%igem Ethanol wird die Substanz rein erhalten.

Ausbeute (rein): g Schmp.: °C

Nach erfolgter Struktursicherung und Vorzeigen beim Assistenten setzen Sie die erhaltene Substanz weiter um! Rechnen Sie dazu den nachfolgenden Reaktionsansatz entsprechend um!

Teil 2: Umsetzung von Substanz aus Teil 1 mit methanolischer Kalilauge

In einem Dreihalskolben mit Rückflusskühler wird Kaliumhydroxid (24 g) in heißem Methanol (24 mL) gelöst. Unter kräftigem Rühren mit KPG-Rührer wird die siedende Reaktionslösung in kleinen Portionen mit der Substanz aus Teil 1 (24 g) versetzt. Nach beendeter Zugabe wird für weitere 30 min zum Sieden erhitzt. Nach dem Abkühlen wird Wasser (100 mL) zugegeben. Die organische Phase (*Welche ist das?*) wird abgetrennt, die wässrige einmal mit Ether (150 mL) ausgeschüttelt.

Die vereinigten organischen Phasen werden mit Natriumsulfat getrocknet. In einer evakuierbaren Destillationsapparatur mit *Vigreux*-Kolonnen wird zunächst der Ether bei Normaldruck abdestilliert (überführen Sie die Reaktionsmischung sobald wie möglich in einen kleinen Kolben - mit wenig Ether nachspülen!) und der Rückstand im Membranpumpenvakuum destilliert. Führen Sie ein genaues Destillationsprotokoll. Das Produkt siedet ungefähr bei 60 °C/50 mbar (Informieren Sie sich vor Beginn der Destillation über den genauen Siedepunkt! Verwenden Sie keine kleineren Drücke als angegeben! *Warum?*).

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

Fragen vor der Ausführung des Versuchs:

1. Geben Sie Reaktionsgleichung und Mechanismus der durchzuführenden Reaktion an! Skizzieren Sie für den ersten Versuchsteil alle mechanistisch möglichen Reaktionswege und schätzen Sie die Wahrscheinlichkeit ihres Ablaufs ab! Geben Sie an, ob Sie ein einheitliches Produkt erwarten! Verwenden Sie zur Darstellung der Strukturen eine gängige perspektivische Darstellung (Sägebock-, Newman-Projektion)!
2. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit der Produkte und zu deren Struktursicherung! Welche Unterschiede sind im IR zwischen Produkt und Edukt zu erwarten? Wie verändert sich voraussichtlich die Polarität der Produkte auf dem DC?
3. Berechnen Sie die Menge an Natriumthiosulfat, die zur Vernichtung von 10 mL Brom benötigt werden.

Aufgaben nach der Durchführung des Versuchs:

4. Sichern Sie Einheitlichkeit und Strukturen der erhaltenen Substanzen entsprechend Frage 2! Prüfen Sie dazu als erstes in entsprechenden gängigen Handversuchen auf hydrolysierbares Halogen und auf ungesättigten Charakter! Protokollieren Sie die erhaltenen Ergebnisse! Geben Sie eine Erklärung für nicht erwartete Ergebnisse der Handversuche!

Literatur:

Gattermann/Wieland, *Die Praxis des organischen Chemikers*, deGruyter.