

Bromierung von Anilinderivaten

Reaktionstyp: Elektrophile Substitution

Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren

Geräte:

Standardgeräte

Chemikalien:

Teil 1:

- Anilin (9 mL)
- Eisessig (175 mL)
- Brom (15 mL)
- Natriumhydroxid (15 g)

Teil 2:

- Acetanilid (2.7 g)
- Eisessig (15 mL)
- Brom (1.1 mL)

Warnhinweise:

Anilin ist giftig. Es wird besonders leicht durch die Haut resorbiert. Dies gilt auch für die Dämpfe, die derart leicht durch die Haut resorbierbar sind, dass es zu akuten Vergiftungserscheinungen kommen kann. Benetzte Körperteile sind sofort mit Polyethylenglycol (ROTICLEAN), falls nicht sofort erreichbar, dann auch zunächst mit Wasser und Seife gründlichst zu reinigen. Benetzte Kleidung ist sofort auszuziehen. Jeglicher Hautkontakt ist strikt zu meiden. Die zur Verfügung stehenden Schutzhandschuhe werden von der Substanz binnen Minuten durchdrungen. Deshalb sind benetzte Schutzhandschuhe zu verwerfen auch wenn sie äußerlich unversehrt aussehen. Ziehen Sie unter die Handschuhe dünne Einmal-Latexhandschuhe. Sie verdoppeln so die Schutzbarrieren. Kontaminierte Gefäße und Geräte sind noch im Abzug mit Lösungsmittel zu reinigen. Jeglicher offener Umgang außerhalb der Abzüge ist strikt zu meiden.

Das Lösemittel wird in diesem Fall nicht recycelt, sondern in den Lösungsmittelabfall gegeben.

Brom ist ein sehr starkes Ätz- und Atemgift. Da Brom sehr schwer ist und einen hohen Dampfdruck hat, kann es nicht pipettiert werden. Verwenden Sie für den Versuchsteil 1 einen fest eingespannten Messzylinder mit aufgesetzten Trichter! Wenn Sie sich unsicher sind, füllen Sie aus der vollen, sehr schweren Bromflasche die ungefähre benötigte Menge in ein Becherglas ab!

Überschüssiges Brom dürfen Sie in diesem Fall ausnahmsweise in die Vorratsflasche zurückgießen. Ansonsten wird überschüssiges Brom sofort mit einer wässrigen reduzierenden Lösung (z.B. *Natriumsulfit-Lösung*) vernichtet.

Lösungsmittel siehe Skripte „Allgemeine Gefahrstoffliste“. Führen Sie alle Operationen unter dem Abzug aus!

Ausführung:

Teil 1: Bromierung von Anilin

Hinweis:

Ein 500-mL-Dreihalskolben wird mit Tropftrichter, Rückflusskühler mit aufgesetzten Calciumchlorid-Trockenrohr mit einfach durchbohrten Stopfen mit Glasrohr, an dem über einen Schlauch zwei Gaswaschflaschen verbunden sind, bei dem die zweite Gaswaschflasche ca. zur Hälfte mit 10%iger Natriumhydroxid-Lösung gefüllt ist, dessen Schlauch in den Abzug führt und KPG-Rührer versehen.

In dem Kolben wird Anilin (9 mL) in Eisessig (150 mL) gelöst und unter Rühren mit dem KPG-Rührer und Eiskühlung (Beachten Sie, dass Eisessig bei 8 °C gefriert!) tropfenweise mit einer Lösung von Brom (15 mL) in Eisessig (25 mL) versetzt (*Was beobachten Sie?*).

Nach beendeter Zugabe werden noch 5 min gerührt und anschließend auf Eis gegossen. Der Niederschlag wird abgesaugt und gründlich mit Wasser gewaschen.

Ausbeute (roh): g

Das Produkt kann aus Toluol oder Ethanol umkristallisiert werden.

Ausbeute (rein): g Schmp.: °C

Umkristallisiert aus:

Die Substanz wird zu einem späteren Zeitpunkt von Ihnen weiterverwendet.

Teil 2: Bromierung von Acetanilid

Acetanilid (2.7 g) in Eisessig (10 mL) wird, wie voranstehend beschrieben mit einer Lösung von Brom (1.1 mL) in Eisessig (5 mL) umgesetzt. Wegen des kleineren Ansatzes verwenden Sie zweckmäßig hier einen 100-mL-Dreihalskolben und rühren mit dem Magnetrührer.

Ausbeute (roh): g

Ausbeute (rein): g Schmp.: °C

Umkristallisiert aus:

Fragen vor Ausführung des Versuchs:

1. Geben Sie Reaktionsgleichungen und Mechanismen der durchzuführenden Reaktionen an!
2. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit und zu deren Struktursicherung! Wählen Sie Methoden aus, die eine Bestimmung des Substitutionstyps gestatten!
3. Welche Unterschiede fallen Ihnen nach deiner Struktursicherung zwischen Edukt und Produkt auf?
4. Wie reagiert Anilin mit Brom im Neutralen? Womit ist zu rechnen, wenn die Reaktion in Gegenwart von Eisessig durchgeführt wird?
5. Berechnen Sie die zu benötigte Menge an einer 2 M Natriumthiosulfat-Lösung, die zur Vernichtung von 1.1 mL Brom benötigt werden.

Aufgaben nach Ausführung des Versuchs:

6. Sichern Sie Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanz entsprechend Frage 2!

Literatur:

--