

Darstellung eines Pyridinderivats

Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren und Feststoffdestillation

Geräte:

Standardgeräte, Metallbad, Kugelrohrföfen

Chemikalien:

- 2-Chlorpyridin (5 mL)
- KOH (5.9 g)
- 25%ige HCl

Warnhinweise:

2-Chlorpyridin ist giftig beim Einatmen, Berühren mit der Haut und beim Verschlucken. Das Produkt ist hautreizend.

Für die übrigen Substanzen siehe Skripte „Allgemeine Gefahrstoffliste“.

Ausführung:

In einem 100-mL-Kolben werden 2-Chlorpyridin (5 mL), Kaliumhydroxid (5.9 g) und einige Siedesteine gegeben. Nach Aufsetzen eines Luftkühlers wird im Metallbad erhitzt, bis eine heftige Reaktion einsetzt. Nach dem Abklingen der Reaktion wird für weitere 15 min zum Sieden erhitzt. Nach dem Abkühlen wird die Masse in Wasser (75 mL) aufgenommen, mit etwas Aktivkohle versetzt und 5 min kräftig durchgerührt oder geschüttelt. Nach dem Abfiltrieren der Aktivkohle wird das Filtrat mit 25%iger Salzsäure auf pH 4 angesäuert, und am Rotationsverdampfer zur Trockene abgedampft. Der erhaltene Feststoff muss für die nachfolgende Operation völlig wasserfrei sein (*Warum?*) und wird daher i. V. über Calciumchlorid ausgiebig getrocknet.

Der gut getrocknete Feststoff wird im Ölpumpenvakuum destilliert. Da bei diesem Versuch nur eine relativ kleine Menge anfällt, wird diese Destillation vorteilhaft im Kugelrohr durchgeführt. Notieren Sie Druck und Siedepunkt!

Kp.: °C	bei:°mbar
Ausbeute: g	Schmp.: °C

Fragen vor der Ausführung des Versuchs:

1. Geben Sie Reaktionsgleichung und Mechanismus der durchzuführenden Reaktion an!
2. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit des Produkts und zu dessen Struktursicherung! Berücksichtigen Sie dabei mögliche tautomere Formen!
3. Schlagen Sie den Siedepunkt des 2-Chlorpyridins nach! Schätzen Sie danach das Inhalationsrisiko für diese giftige Substanz ab! Bedenken Sie, dass zur Einstufung mit H-331 („Giftig beim Einatmen“) bestimmte Atemluftkonzentrationen herangezogen werden, die für die Versuchstiere tödlich sind. Wie würden Sie die gleiche Frage bezüglich des Hautkontakts beantworten?
Die Substanz ist mit H-311 und H-315 gekennzeichnet. Bedenken Sie dabei, dass bei der Bestimmung der dermalen Toxizität ebenfalls bestimmte Mengen pro kg Körpergewicht des Versuchstieres aufgetragen werden. Schauen Sie sich an, in welchem Umfang Sie beim Versuch Umgang mit der Substanz haben und leiten Sie daraus Ihre Vorsichtsmaßnahmen ab!
4. Wie unterscheiden sich Edukt und Produkt im IR?

Aufgaben nach der Durchführung des Versuchs:

5. Sichern Sie Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanz entsprechend Frage 2!
6. Nennen Sie Methoden zur Bestimmung von Keto-Enol-Gleichgewichten!

Literatur:

Zur Bearbeitung der Aufgabe 5 im Falle des hier vorliegenden Produkts:

P. Beak; *Acc. Chem. Res.* 10, 186-192 (1977).

A. R. Katritzky, J. M. Lagowski; *Adv. Heterocycl. Chem.* 1, 311-437 (1963).