

## Darstellung von Phenylnitromethan

Reaktionstyp: Nukleophile Substitution am gesättigten C-Atom

### Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren und Vakuumdestillation, (eventuell Säulenchromatographie)

### Geräte:

Standardgeräte und Ölpumpenvakuum

### Chemikalien:

- Benzylbromid (3.5 mL)
- Natriumnitrit (3.45 g)
- Harnstoff (3.0 g)
- DMF (50 mL)

### Warnhinweise:

Benzylbromid ist **stark tränenreizend** und reizt zudem Atmungsorgane und Haut. Daher nur im Abzug verwenden!

Natriumnitrit wirkt brandfördernd und ist giftig beim Verschlucken. Es darf nicht ins Abwasser gelangen, da es sehr giftig auf Wasserorganismen wirkt.

Dimethylformamid (DMF) ist gesundheitsschädlich beim Einatmen und bei Berührung mit der Haut. Es kann das Kind im Mutterleib schädigen!

### Ausführung:

3.0 g Harnstoff und 3.45 g Natriumnitrit werden in 50 mL abs. DMF gelöst und die Mischung auf  $-20^{\circ}\text{C}$  gekühlt (*Wie?*). Anschließend werden 3.5 mL Benzylbromid hinzugegeben (*Was beobachten Sie?*). Das Gemisch wird 4.5 h bei  $-20^{\circ}\text{C}$  gerührt.

### Aufarbeitung:

Die Reaktionslösung wird in 150 mL Eiswasser gegossen und anschließend viermal mit je 50 mL Diethylether extrahiert. Die vereinten organischen Phasen werden über  $\text{MgSO}_4$  getrocknet und das Lösemittel am ROTI abdestilliert.

Nachdem Sie die Rohausbeute bestimmt haben, wird das Rohprodukt im Hochvakuum destilliert. Informieren Sie sich vorher über den genauen Siedepunkt des Produkts.

Fertigen Sie ein genaues Destillationsprotokoll an.

Fraktion	1	2	3
Siedepunkt ( $^{\circ}\text{C}$ )			
Druck (mbar)			
Badtemp. ( $^{\circ}\text{C}$ )			
Menge (g)			
Brechungsindex			

### Hinweis:

Sollte die Destillation kein reines Produkt ergeben, so muss das Produkt mittels einer Säulenchromatographie isoliert werden. Dazu fertigen Sie im ersten Schritt ein DC von der Substanzmischung in einem geeigneten Fließmittelgemisch an. Die Frage nach der Säulendicke und Kieselgelmenge sollten Sie mit Ihrem Assistenten diskutieren. Die Anzahl der Fraktionen und die dazugehörigen Dünnschichtchromatogramme werden im Protokoll dokumentiert.

Da sich das Produkt langsam zersetzt, soll es im Kühlschrank gelagert werden.

### Fragen vor Ausführung des Versuchs:

1. Geben Sie Reaktionsgleichung und Mechanismus der durchzuführenden Reaktion im Detail an.
2. Welche Nebenprodukte können entstehen und wie kann deren Bildung vermieden werden? Geben Sie weitere Beispiele ambidenter Nukleophile!
3. Wie kann das Reaktionsende festgestellt werden?
4. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit der Produkte und deren Struktursicherung. Welchen Unterschied zeigt das IR von Produkt und Edukt?

### Aufgaben nach Durchführung des Versuchs:

5. Sichern Sie Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanz entsprechend Frage 4!

### Literatur:

*Organikum*, 21. Aufl., S. 254.