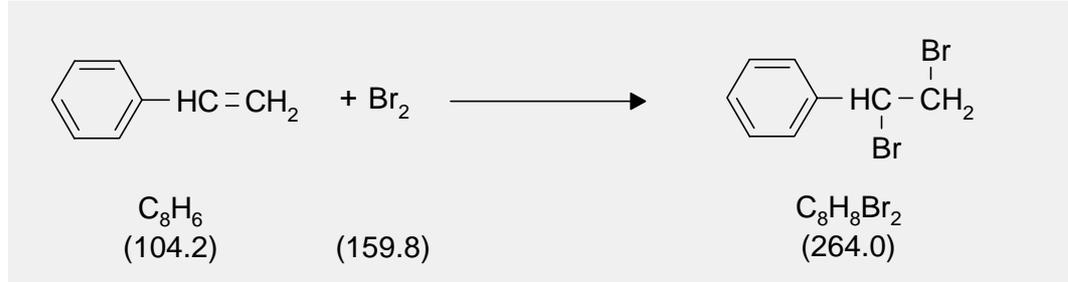


1. Additionen an die Kohlenstoff-Kohlenstoff-Doppelbindung

1.1 Addition von Brom an Styrol zu 1,2-Dibrom-1-phenylethan



Arbeitsmethoden: 3-Halskolben-Reaktionsapparat, Umkristallisation

Chemikalien

Styrol: R: 10-20-36/38; S: 23; Sdp. 145 °C; 38-48 °C/16 hPa; d = 0.91; $n_D^{20} = 1.5458$; Dampfdruck bei 20 °C : 6 hPa; Explosionsgrenze 1.1-8 Vol-%.

Achtung: Styrol polymerisiert bereits beim Stehen an Licht bei Raumtemperatur zu Polystyrol, es sollte daher unmittelbar vor der Umsetzung frisch destilliert werden. Zur Stabilisierung des frisch destillierten Styrols gibt man zur Destillationsvorlage eine Spatelspitze Hydrochinon als Radikalfänger, das die radikalische Polymerisation unterbindet. Frisch destilliertes Styrol kann einige Tage im Kühlschrank im Dunklen aufbewahrt werden. Die Reinigung muss nicht durchgeführt werden, wenn das Styrol eine klare, leichtbewegliche Flüssigkeit ist.

Brom: R 26-35-50; S 7/9-26-45-61; Schmp. -7 °C; Sdp. 58 °C; d = 3.12; Dampfdruck bei 21 °C: 233 hPa. Wird als 2 M Lösung in Eisessig eingesetzt.

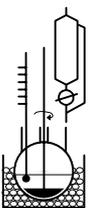
Brom wirkt stark ätzend, es bildet auf der Haut Blasen und schmerzhafte, tiefgehende Verbrennungen. Die Dämpfe greifen die Atemwege und die Augen an und führen zu gefährlichen Verätzungen. Mit Brom muss unbedingt im Abzug gearbeitet werden, nicht abwägen, sondern Mit Pipette und Peleusball abmessen, Einweghandschuhe tragen! Erste Hilfe: Haut sofort mit Ethanol, verdünnter Sodalösung und viel Wasser waschen! An die frische Luft gehen!

Eisessig: R: 10-35; S: 23-26-45; Schmp. 17 °C, Sdp. 118 °C; d = 1.05; $n_D^{20} = 1.3716$; Dampfdruck bei 20 °C: 16 hPa; Flammpunkt 37 °C; Explosionsgrenze 4-20 Vol %.

Achtung: Heißer Eisessig wirkt stark ätzend und blasenziehend auf der Haut!

Ethanol: R 11; S 7-16; Sdp. 78 °C; d = 0.79; Dampfdruck bei 20 °C: 59 hPa, Flammpunkt 12 °C.

Durchführung der Reaktion



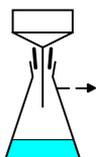
Betriebsanweisung beachten, Versuchsdurchführung im Abzug!

In einer 250 ml-Dreihalskolbenreaktionsapparat mit KPG-Rührer, Tropftrichter, und Innenthermometer werden 5.8 ml (5.21 g, 50 mmol) Styrol in 50 ml Eisessig gelöst.

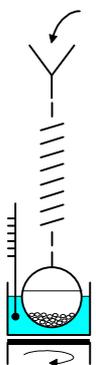
Unter Rühren im Eisbad kühlt man die Lösung auf 10 °C und tropft dann unter kräftigem Rühren und Kühlen 25.0 ml einer 2 molaren Bromlösung in Eisessig

(50 mmol Brom) so zu, dass sich die Innentemperatur bei 10-15 °C hält und keine größere Konzentration an unverbrauchtem Brom (die rotbraune Farbe muss nach Zugabe des Broms schnell verschwinden) auftritt. Nach einigen Minuten beginnt das Reaktionsprodukt auszufallen. Nach beendeter Bromzugabe rührt man noch 15 Minuten und versetzt dann unter Rühren mit 20 ml Wasser ($\rightarrow E_1$).

Isolierung und Reinigung



Das ausgefallene 1,2-Dibrom-1-phenylethan wird auf einem Büchnertrichter abgesaugt, zum Vortrocknen wird der Niederschlag auf dem Trichter mit einem Glasstöpsel fest angedrückt und noch ca. 10 min Luft durchgesaugt ($\rightarrow E_2$). Anschließend überführt man den Niederschlag in eine tarierte Porzellanschale und trocknet – am besten über Nacht – im Exsikkator über Kieselgel mit Feuchtigkeitsindikator („Orangeegel“). Bestimmen Sie die Rohausbeute. Es werden ca. 10.0 g rohes 1,2-Dibrom-1-phenylethan erwartet, 76-80 %.



Zur Umkristallisierung wird das Rohprodukt mit Hilfe eines Pulvertrichters in einen 50 ml Rundkolben überführt und aus siedendem Ethanol (etwa 15-20 ml) umkristallisiert. Zur vollständigen Kristallisation lässt man den verschlossenen Kolben mehrere Stunden im Kühlschrank stehen. Das auskristallisierte reine 1,2-Dibrom-1-phenylethan wird auf einem Büchnertrichter abgesaugt ($\rightarrow E_3$) und im Exsikkator im Vakuum getrocknet.

Ausbeute: 7.5-8.5 g (57-64 % d. Th.) Schmp. 73-74 °C, farblose Kristalle.

Hinweise zur Entsorgung (E), Redestillation (R) der Lösungsmittel

- E₁:** Alle mit Brom verunreinigten Geräte werden mit ca. 5%iger, wässriger Natriumsulfit-Lösung bis zum Verschwinden der Bromfärbung gespült. Die Waschlösung kann in das Abwasser gegeben werden.
- E₂:** Filtrat in den halogenhaltigen wässrigen org. Sonderabfall **B₁** geben, Filterpapier in den organischen Sonderabfall für Feststoffe **F₂**.
- E₃:** Mutterlauge in den halogenhaltigen organischen Sonderabfall **A₁**, Filterpapier in den organischen Sonderabfall für Feststoffe **F₂** geben.

IR-Spektrum von Dibromstyrol *nicht aussagekräftig!*

Versuchsergebnis und Schlussfolgerung

- Styrol reagiert bereits unter milden Reaktionsbedingungen (10 - 15 °C) glatt unter Bromaddition an die CC-Doppelbindung.
- Versuche im Dunkeln und in Gegenwart von Radikalfängern beweisen, dass diese Addition nach einem ionischen Reaktionsmechanismus erfolgt. Es ist – entsprechend der hohen π -Elektronendichte an der CC-Doppelbindung – im 1. Reaktionsschritt eine elektrophile Addition von Br^{\oplus} , das Produkt gibt keinen Aufschluss über die Stereochemie der Bromaddition.