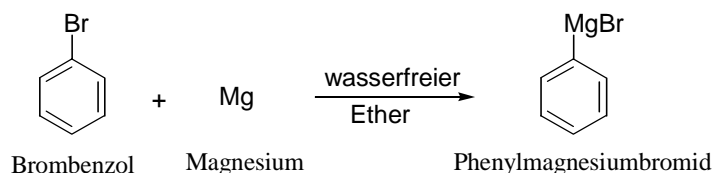


1. Phenylmagnesiumbromid



Ether
absolutieren

Grignard-Rk.

Umkristall.

Chemikalien:

Diethylether

Magnesiumspäne: 2.0 g

Iod: 1 kleiner Kristall

Kaliumhydroxid fest

Brombenzol: 13.5 g

Trocknen von Diethylether:

Diethylether wird mit festem Kaliumhydroxid über Nacht vorgetrocknet. Dann wird der Ether in einen Rundkolben abdekantiert, Natriumdraht eingepresst, der Kolben mit einem Trockenrohr verschlossen und über Nacht stehen gelassen. Am nächsten Tag wird der Ether aus dem Kolben mit Natriumdraht unter Ausschluß von Luftfeuchtigkeit in einen trockenen Vorlagekolben destilliert (Ether sollte nie bis zur Trockene destilliert werden) und dieser Kolben dann luftdicht verschlossen. Es werden 55 ml absoluter Ether benötigt. Der im Kolben zurückgebliebene Natriumdraht wird durch Zutropfen von n-Butanol (später evtl. mit Ethanol verdünnen) vollständig aufgelöst.

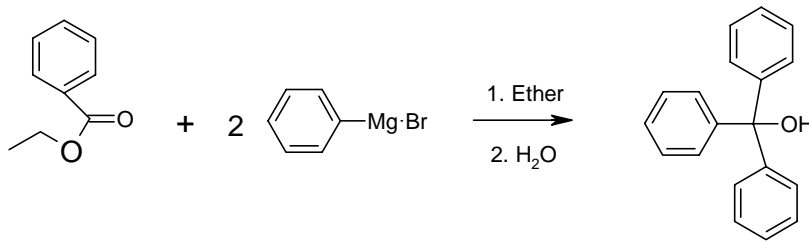
Durchführung der Reaktion:

Die verwendeten Glasgeräte und das Magnesium müssen zunächst im Ofen bei 110 °C getrocknet werden.

In einem trockenen 100 ml Zweihalskolben mit Tropftrichter, Rückflußkühler mit Trockenrohr (mit Calciumchlorid gefüllt) und Magnetrührstab werden 2.0 g (82 mmol) Magnesium vorgelegt. In den Tropftrichter wird eine Lösung aus 13.5 g (86 mmol) Brombenzol in 15 ml Diethylether eingefüllt. Nun werden ca. 3 ml dieser Lösung zugegeben und die Reaktionsmischung beobachtet. Wenn die Reaktion nach einigen Minuten nicht gestartet ist (die Etherphase wird trübe), gibt man ohne zu rühren 1 kleinen Iodkristall zu. Eine lokal hohe Iodkonzentration soll das Magnesium aktivieren. Ist die Reaktion gestartet, wird die Lösung im Tropftrichter mit nochmals 25 ml trockenem Diethylether verdünnt und die Lösung unter Rühren so zugetropft, daß der Diethylether konstant siedet. Nach beendeter Zugabe wird die Reaktionslösung solange unter Rückfluß erwärmt und gerührt, bis nur noch geringe Mengen an Magnesium zu erkennen sind.

Die Grignardlösung muß bald weiterverwendet werden - siehe nächstes Blatt!

2. Triphenylmethanol



Chemikalien:

Benzoessäureethylester: 5.6 g

Salzsäure: 3 M

Pentan

Natriumchlorid-Lösung

Calciumchlorid

Isopropanol

Durchführung der Reaktion:

Anschließend wird eine Lösung aus 5.6 g (37.3 mmol) Benzoessäureethylester in 15 ml trockenem Ether so langsam zugetropft, daß das Reaktionsgemisch ständig sanft siedet. Nach beendeter Zugabe wird die Reaktionsmischung noch 30 min zum Sieden erhitzt

Isolierung und Reinigung

Nach beendeter Reaktion wird die Reaktionslösung langsam unter Eiskühlung und ständigem Rühren in einen 250 ml Erlenmeyerkolben mit 50 ml 1 M Schwefelsäure und 25 g Eis gegossen; den Reaktionskolben spült man mit 1 M Schwefelsäure und etwas Ether nach. Evt. vorhandener Niederschlag wird durch Zugabe von Diethylether gelöst und man erhält zwei klare Phasen. Die Phasen werden getrennt und die organische Phase erst mit einer 1 M Schwefelsäure und anschließend mit einer gesättigten Natriumchlorid-Lösung gewaschen. Nach dem Abtrennen der Phasen wird die organische Phase mit Calciumchlorid getrocknet und danach das Trockenmittel abfiltriert; wie üblich wird das Trockenmittel mit etwas Ether nachgespült. Zur etherischen Lösung werden 25 ml Hexan zugegeben und langsam der Ether im Abzug in einem Wasserbad verdampft bis sich erste Kristalle des Triphenylcarbinols bilden. Dann wird zunächst bei Raumtemperatur und anschließend bei 0 °C der Rest des Produktes auskristallisiert. Das Produkt sollte farblos sein und nicht tiefer als bei 160 °C schmelzen. Das Filtrat (Mutterlauge) wird eingeengt und wieder abgekühlt, um eine weitere Fraktion des Produkts zu erhalten. Man bestimmt Ausbeute und Schmelzpunkt dieser zweiten Fraktion.

Literaturausbeute: 5.0 g

Lit.-Smp: 163 - 165 °C