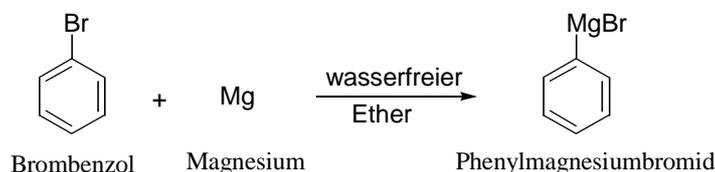


1. Phenylmagnesiumbromid



Ether
absolutieren

Grignard-Rk.

Umkristall.

Chemikalien:

Diethylether: 7 ml
Magnesiumspäne
Iod (Minikristall)

Aluminiumoxid N Akt. I
Brombenzol: 330 mg

Trocknen von Diethylether:

Alle verwendeten Geräte und Reagenzien müssen trocken sein. Glasgeräte (Kunststoffteile nicht!) werden im Ofen bei 110 °C getrocknet, während die Spritzen und das Septum im Exsikkator über einem Trockenmittel für mindestens 12 Stunden aufbewahrt werden.

Die kleine Chromatographiesäule mit Hahn wird 3-4 cm hoch mit Aluminiumoxid N Akt. I gefüllt und über den Thermometeradapter mit einem abgekühlten 5 ml Rundkolben verbunden. Dann werden ca. 5-7 ml Diethylether auf das Aluminiumoxid gegeben und durchlaufen lassen; sollte der Ether (aus Druckgründen) nicht in den Kolben tropfen, so läßt man Überdruck kurz aus dem Rundkolben entweichen; man fängt ca. 3 ml trockenen Ether auf und verschließt dann den Rundkolben mit einem Septum (Siliconkappe).

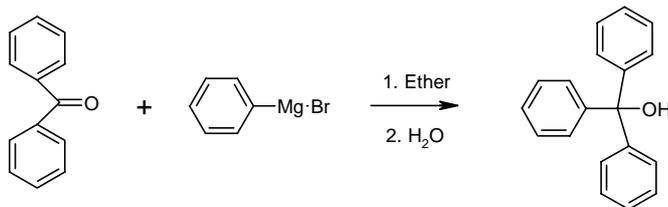
Durchführung der Reaktion:

Ein 10x100 mm Reaktionsrohr wird aus dem Ofen genommen und sofort mit einem Septum verschlossen. Nachdem es auf Raumtemperatur abgekühlt ist, werden 50 mg (2 mmol) Magnesiumspäne eingewogen, ein 3-4 mm langes *trockenes!* Stück Eisendraht als Magnetrührstab zugegeben (der Rührer soll - im Gegensatz zum teflonbeschichteten Rührer - scharfkantige Enden haben!) und anschließend mit einer trocknen Spritze 0.3 ml Diethylether (trocknen) durch das Septum zugegeben. In einem zweiten trockenen Reaktionsrohr werden 330 mg (2.1 mmol) Brombenzol (über Molekularsieb getrocknet) eingewogen, mit einer trocknen Spritze 0.9 ml Diethylether (trocknen) zugegeben und ohne die Spritze aus dem Septum zu ziehen die gesamte Lösung in die Spritze transferiert. Das leere Reaktionsrohr wird sofort verschlossen und für später aufbewahrt. In das Reaktionsgefäß werden nun 0.1 ml der Brombenzol-Ether-Lösung gegeben und die Mischung gerührt. In das Septum wird nun eine zweite Nadel gesteckt, um den entstehenden Druck auszugleichen. Wenn die Reaktion nicht in wenigen Minuten startet (die klare Lösung wird trübe), wird das Reaktionsrohr kurz geöffnet und 1 sehr kleiner Iodkristall zugegeben, der das Magnesium aktivieren soll. Danach wird das Rohr sofort wieder verschlossen. Nach dem Anspringen sollte zur Kühlung ein Pfeifenreiniger mit Wasser benetzt um das Reaktionsrohr gewickelt werden.



Zu der siedenden Mischung wird tropfenweise über einen Zeitraum von mehreren Minuten die restliche Lösung zugegeben. Nach beendeter Zugabe wird der Rührfisch (trocken) zugegeben und die Reaktionsmischung solange gerührt, bis nur noch geringe Mengen an Magnesium vorhanden sind. Dabei sollte darauf geachtet werden, daß das Volumen der Reaktionsmischung konstant gehalten wird. Die Grignard-Lösung muß bald weiterverwendet werden!

2. Triphenylmethanol



Chemikalien:

Benzophenon: 364 mg

Salzsäure: 3 M

Pentan

Natriumchlorid-Lösung

Calciumchlorid

Isopropanol

Durchführung der Reaktion:

In einem weiteren trockenen Reaktionsrohr wird nun wie oben beschrieben eine Lösung aus 0.364 g (2.0 mmol) Benzophenon in 1.0 ml trockenem Ether hergestellt und ebenfalls in eine trockene Spritze transferiert. Anschließend wird die so erhaltene Lösung unter ständigem Rühren tropfenweise zu dem oben hergestellten Grignard-Reagenz gegeben. Nach beendeter Zugabe wird die Reaktionsmischung weitergerührt. Die Reaktion ist beendet, wenn die rote Farbe verschwindet.

Isolierung und Reinigung

Nach beendeter Reaktion wird unter Eiskühlung und ständigem Rühren tropfenweise 2 ml 3 M Salzsäure zugegeben. Der erhaltenen Niederschlag wird durch Zugabe von Diethylether gelöst und man erhält zwei klare Phasen. Die Phasen werden getrennt und die organische Phase mit gesättigter Natriumchlorid-Lösung gewaschen. Nach dem Trennen der Phasen wird die organische Phase mit Calciumchlorid getrocknet (ca. 10 Minuten unter Rühren) und dann die Flüssigkeit mit einer Pipette in ein anderes tariertes Reaktionsrohr überführt; das Calciumchlorid wird mit etwas Ether nachgespült und diese Lösung zum Reaktionsrohr zugegeben. das Trockenmittel abfiltriert. Nach Entfernen des Ethers durch Verdampfen im Wasserbad im Abzug (Auffangen des LM nicht nötig) wird die Rohausbeute bestimmt. Anschließend wird das so erhaltene Rohprodukt zum Entfernen des Nebenproduktes Biphenyl unter Eiskühlung mit 0.5 ml Pentan versetzt, gut verrührt und dann das Pentan mit der Pipette entfernt. Der Rückstand wird in max. 2.0 ml 2-Propanol in der Siedehitze gelöst, die Lösung langsam auf Raumtemperatur abgekühlt und danach längere Zeit mit Eis gekühlt. Das feste Produkt wird im Vakuum abgesaugt, das Filtrat eingengt und abgekühlt und so eine zweite Fraktion von Kristallen erhalten.