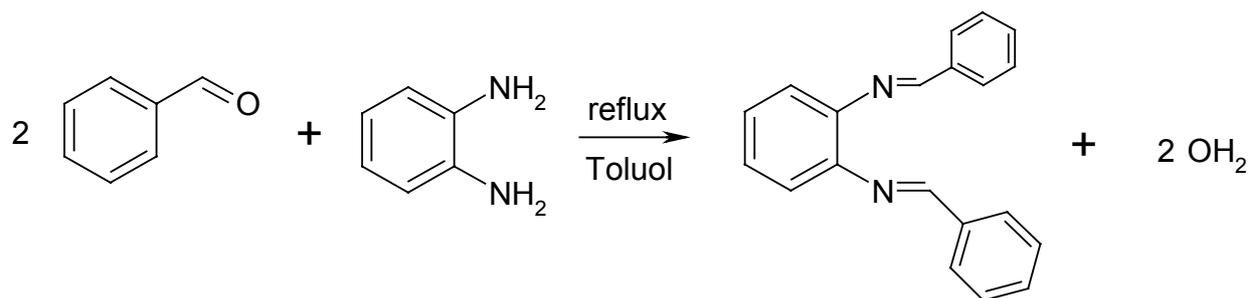


Dibenzyliden-o-phenyldiamin



Literatur:

Hinsberg, Koller; Chem. Ber. ;29;1896;1499

El-Samahy A.A.; Abdel-Mawgoud A.M.; Gharib, Abou E.A.; Ismail, N.M.; Bull. Soc. Chim. Fr.; EN;1;5-6;1984;175-179

Andrey; Tetrahedron;51;1995;12083

Assistent:

Hr. Kneisel F 2.064

Vorgabe; 80-100 mmol o-Phenyldiamin

M(o-Phenyldiamin)= 108,14 g/mol

M(Dibenzyliden-o-phenyldiamin)= 284,36 g/mol

M(Benzaldehyd)= 106,13 g/mol

d.h. eingesetzt werden:

10,814 g o-Phenyldiamin (100 mmol)

21,226 g oder 20,216 mL Benzaldehyd (200 mmol)

Gefahren

o-Phenyldiamin: giftig, sensibilisierend, umweltgefährlich, R23/24/25-43-50/53

Benzaldehyd: gesundheitsschädlich, R22

Durchführung

Der benötigte Benzaldehyd wurde frisch destilliert.

In einem 500 ml Rundkolben wurde o-Phenyldiamin in Toluol gelöst und anschließend mit Benzaldehyd versetzt. Anschließend wurde am Wasserabscheider für 13,5 Stunden refluxiert..

Nachdem sich 1mL H₂O abgeschieden hatte, konnte keine weitere Reaktion beobachtet werden.

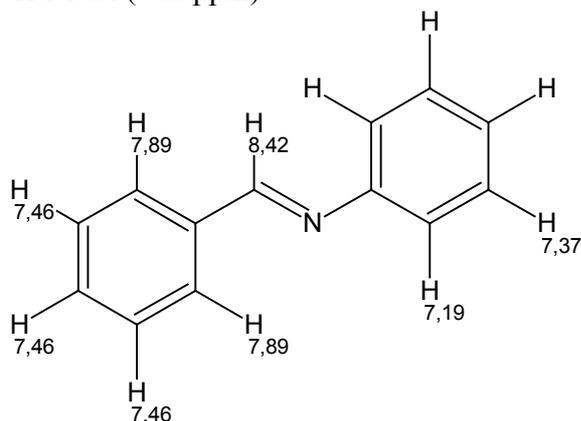
Überschüssiges Toluol wurde abdestilliert; es blieb eine sehr zähflüssige bräunliche Flüssigkeit zurück. Diese wurde versucht in frisch destilliertem n-Pentan zu lösen, jedoch schienen sich nur geringste Mengen als gelbliche Flüssigkeit zu lösen. Die überstehende Lösung wurde abdekantiert und der bräunliche Niederschlag an eine Hochvakuumpumpe zum trocken gehängt.

Beim Ausspülen des Kolbens mit Aceton schied sich eine geringe Menge eines weißen Niederschlags ab. Dieser konnte als das Produkt identifiziert werden (siehe Auswertung).

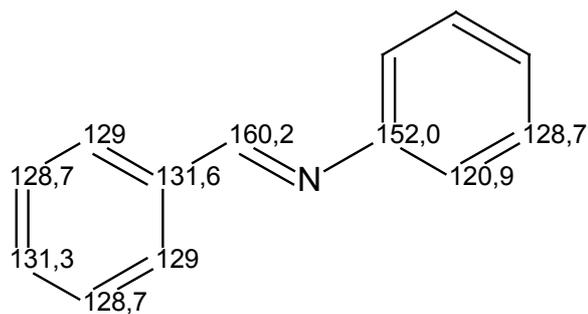
Auswertung

Als Referenz wurde die folgende Substanz gefunden

^1H NMR (δ in ppm)



^{13}C NMR (δ in ppm):



Der Vergleich mit dem NMR-Spektrum der isolierten Substanz ergab beim ^1H NMR eine annähernde Übereinstimmung der Verschiebungen, jedoch konnte ein Signal bei 5,5 ppm nicht zugeordnet werden und des weiteren stimmten die Integrale mit der Anzahl der H Atome nicht überein.

Das ^{13}C Spektrum der isolierten Substanz wies die vorausgesagten Signale auf, jedoch fehlte das der quartären C und dessen Nachbar-Cs.

Da das NMR die Struktur nicht bestätigen konnte, wurde ein Massenspektrum angefertigt. Die Fragmentierung stimmte größtenteils überein (siehe dort), aber das Molekülsignal war nicht sichtbar. Daraufhin wurde ein High Resolution Massenspektrum aufgenommen, in dem das Molekülsignal bei $M=284,2$ (tatsächlich $M=284,357$) gemessen wurde.

Somit scheint sichergestellt, dass es sich bei dem Produkt tatsächlich um die gewünschte Substanz handelt.