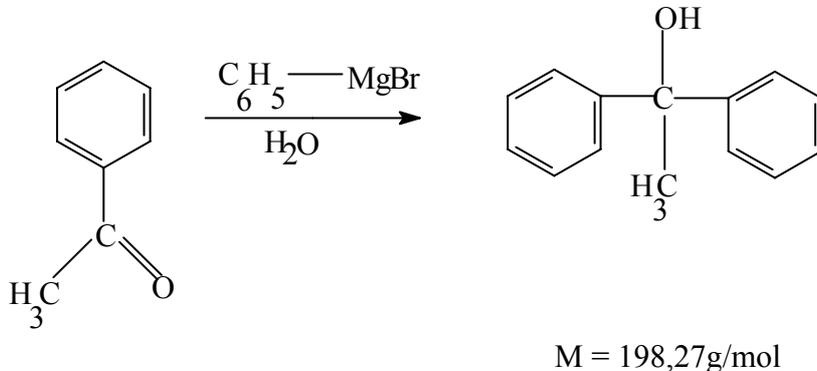


Darstellung von 1,1-Diphenyl-ethan-1-ol

Reaktion:



Ansatz: 9,88g (63mmol) Brombenzol ($M = 156,9\text{g/mol}$)
 1,53g (63mmol) Mg-Späne ($M = 24,3\text{g/mol}$)
 6,05g (50mmol) Acetophenon ($M = 120\text{g/mol}$)

Versuchsdurchführung: (Lit. [1])

1. Darstellung der Grignard-Verbindung

Die Glasgeräte (500ml-Dreihalskolben und zwei Tropftrichter) wurden im Trockenschrank erwärmt und dann schnell zusammengebaut. Durch Einleiten von Argon wurde die Apparatur sauerstoff- und feuchtigkeitsfrei gehalten.

Es wurden nun 1,53g Mg-Späne eingewogen und mit trockenem Ether bedeckt. Dann wurde ein Tropftrichter mit 1/10 der Gesamtmenge des Brombenzols und der andere mit dem Rest von 9,88g Brombenzol, verdünnt in 16ml Ether gefüllt. Ein bis zwei Körner Iod wurden zum Starten der Reaktion zugegeben. Das Zutropfen des unverdünnten Benzols führte zum Start der Reaktion, die durch kontinuierliches Zutropfen des verdünnten Brombenzols in Gang gehalten wurde. Danach wurde noch solange erhitzt bis sich nahezu alles Magnesium gelöst hatte.

2. Darstellung des tertiären Alkohols

Zur Grignard-Verbindung wurden nun 6,05g Acetophenon, das mit äquivalentem Volumen an Ether verdünnt wurde, zuge tropft. Die Reaktion verlief stark exotherm unter Bildung eines gelben Feststoffs. Dieser wurde nun 2 Stunden erhitzt, so dass der verbliebene Ether siedete. Schließlich folgte die Hydrolyse, bei der mit Eis von außen gekühlt und Wasser zugetropft wurde. Mit etwas zusätzlichem Wasser und Ether löste sich schließlich der gesamte Feststoff wieder. So erhielt man zwei Phasen: Die wäßrige Phase wurde zweimal mit 20ml Ether extrahiert, die organische zweimal mit 20ml Natriumhydrogencarbonat-Lösung gewaschen. Dann wurde über $MgSO_4$ getrocknet und nach einer Stunde das Salz wieder abfiltriert. Aus der gelblichen organischen Phase wurde der Ether abdestilliert. Ein blaßgelber Feststoff blieb zurück. Um das Produkt zu reinigen wurde aus Ether umkristallisiert.

Auswertung:

Ausbeute: 2,8g (14 mmol) \cong 22,4% (Lit.[1]: 80%)

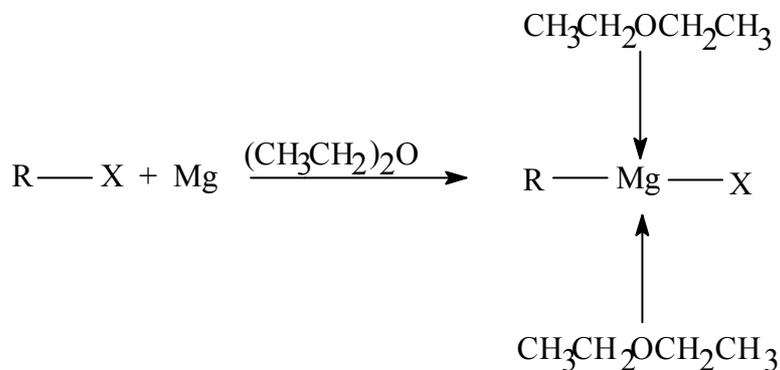
F.: 92°C (Lit.[1]: 90°C)

IR: $\nu = 3200-3600\text{ cm}^{-1}$ (OH-Valenz (s, b)), $3000-3100\text{ cm}^{-1}$ (=C-H – Valenz (m)),
 2960 cm^{-1} (CH_3 -Valenz (m)), $1370-1390\text{ cm}^{-1}$ (CH_3 -Deform. (s)), $1150-1200\text{ cm}^{-1}$ (C-O-
Valenz tertiärer Alkohole (s)), $710-730\text{ cm}^{-1}$ (=C-H-Deform. (s))

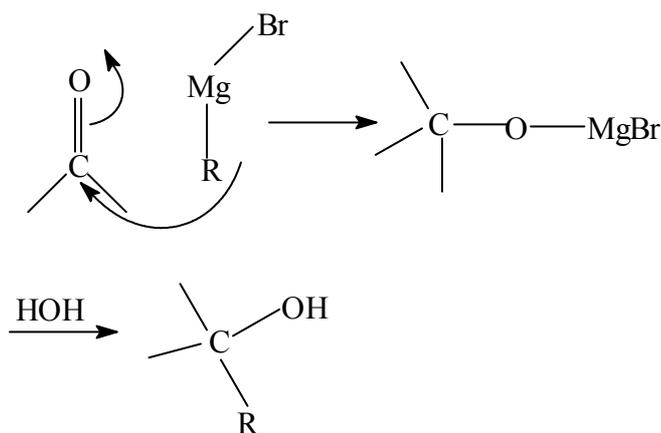
Reaktionsmechanismus: Synthese von Alkoholen über Grignard-Verbindungen

1. Herstellung der Grignard-Verbindung :

Grignard-Verbindungen sind an Lösungsmittelmoleküle koordiniert.



2. Umsetzung der Carbonyl- mit der Grignard-Verbindung : Formaldehyd führt zur Bildung primärer , andere Aldehyde zur Bildung sekundärer und Ketone zur Bildung tertiärer Alkohole.



Literatur:

[1] Autorenkollektiv Organikum, Wiley-VCH-Verlag, Weinheim, 1999, 20. Auflage S. 93-95; 543-544

[2] K. Peter C. Vollhardt, Neil E. Schore, Organische Chemie, VCH-Verlag, Weinheim, 1995, 2. Auflage S. 271, 274

[3] J. Martens, Grundvorlesung zur organischen Chemie, WS 99/00