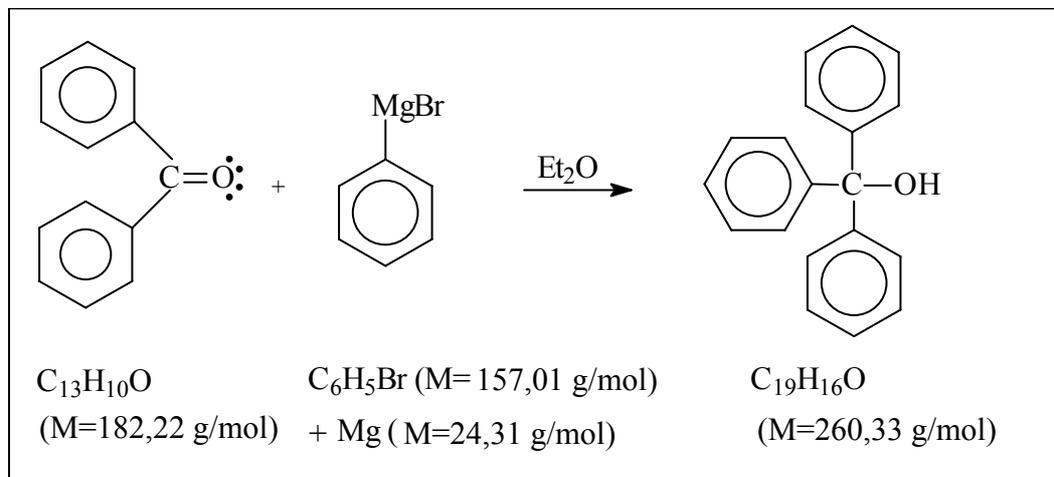


## Präparat 5: Darstellung von Triphenylmethanol

-Reaktion der Carbonylfunktion mit Kohlenstoff-Nukleophilen (Grignard-Verbindungen)-



### 1. Ansatz

Es sollen 10 g Produkt hergestellt werden.  
Literaturausbeute [1]: 77 %

$$10g = 77\% \\ x = 100\% \rightarrow x = 12,98 \text{ g}$$

$$12,98 \text{ g Produkt entsprechen } n = \frac{m}{M} = \frac{12,98}{260,33} \text{ mol} = 0,049866 \text{ mol.}$$

	Mg	Brombenzol	Diethylether	Benzophenon	Produkt
Literatur	0,1 mol	0,1 mol	50 ml	0,08 mol	0,08 mol
Ansatz	0,0623 mol	0,0623 mol	32,0 ml	0,049866 mol	0,049866 mol
Eingesetzte Masse [g]	1,51 g	9,78 g		9,09 g	
$\rho$ [g/ml]		1,494 g/ml			
Eingesetztes Volumen [ml]		6,55 ml			

### 2. Durchführung:

#### Schritt 1: Herstellung der Grignard-Verbindung

In einer trockenen Reaktionsapparatur – 500-ml-Dreihalskolben mit Rührer, Tropftrichter und Rückflusskühler mit Trockenrohr – wurden 1,5 g Magnesiumspäne mit 30 ml getrocknetem Diethylether überschichtet. 6,55 ml des frisch destillierten Brombenzols wurden mit 60 ml Diethylether vermischt und in den Tropftrichter überführt. Ohne Rühren wurden nun auf einmal etwa 1/10 der etherischen Brombenzol-Lösung zu den mit Ether überschichteten

Magnesium-Spänen gegeben. Da sich der Start der Reaktion nicht einstellte, wurden einige Iodkristalle hinzugesetzt, und der Reaktionskolben mithilfe eines Heißluftföns und eines Ölbad es erwärmt.

Nach dem Anspringen der Grignard-Bildung, die durch eine milchig-braune Trübung der zuvor klaren Lösung und Siedebölschen gekennzeichnet war, wurde die restliche etherische Brombenzol-Lösung unter leichtem Röhren langsam zugetropft, sodass die Reaktionslösung kontinuierlich schwach siedete. Nach Zugabe des gesamten Brombenzols wurde 15 min. bei Raumtemperatur geröhrt und anschließend 20 min. unter Rückfluss gekocht.

Das elementare Magnesium war vollständig abreagiert und nicht mehr als solches im Reaktionskolben zu finden.

### Schritt 2: Reaktion von Benzophenon mit Phenylmagnesiumbromid

Im zweiten Schritt wurde unter Röhren und Kühlung im Eisbad eine Lösung von 9,1 g Benzophenon in 30 ml trockenem Diethylether zugetropft. Dabei färbte sich die Lösung nach Zugabe der ersten Tropfen der etherischen Benzophenon-Lösung karminrot. Nach vollständiger Zugabe der Lösung von Benzophenon folgte ein 15 minütiges Erhitzen unter Rückfluss. Dabei änderte sich Farbe und Konsistenz des Reaktionsgemisches erneut, die Färbung wurde heller, fast pink und es bildeten sich kleine weiße Feststoffpartikel.

Zur Isolierung und Reinigung wurden unter Eiskühlung etwa 12 g zerstoßenes Eis und darauf folgend tropfenweise 11 ml eiskalte, halbkonzentrierte HCl zum Reaktionsgemisch gegeben. Bei Zugabe des Eises fiel ein weißer Feststoff aus. Die Lösung klarte bei der Zugabe der HCl wieder auf. Es bildeten sich zwei Phasen. Im Scheidetrichter wurde die dunkelgelbe Etherphase abgetrennt und die wässrige Phase dreimal mit jeweils etwa 30 ml Methyl-tert-butylether extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen wurden anschließend einmal mit ca. 12 ml gesättigter NaHCO<sub>3</sub>-Lösung und zweimal mit ca. 10 ml Wasser gewaschen. Nach dem Trocknen über Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> wurde das Lösemittel am Rotationsverdampfer unter Vakuum abgezogen und der Reaktionskolben, in dem erste Kristallbildung zu beobachten war, in den Kühlschrank gestellt.

Das auskristallisierte Produkt wurde abgesaugt, gewaschen und im Exsikkator getrocknet.

### **3. Ausbeute:**

6,8 g Triphenylmethanol (52 %);  
Literaturausbeute [1]: 77 %

### **4. Charakterisierung:**

#### a) Schmelztemperatur

Literaturwert [2]: 164 °C  
Gemessener Wert: 163 °C

#### b) IR- Spektrum

Feststoff-IR in KBr

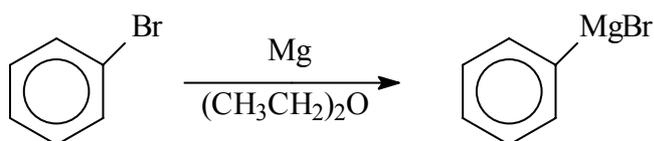
Wellenzahl [ $\text{cm}^{-1}$ ]	Schwingungstyp	Verbindungen
3430	-O-H-Valenz (assoziiert)	Alkohole
3060, 3000	=C-H-Valenz	Aromaten
1585, 1470	Ringschwingung	Aromaten
1150	-C-O-Valenz	tertiäre Alkohole

### 5. Mechanismus:

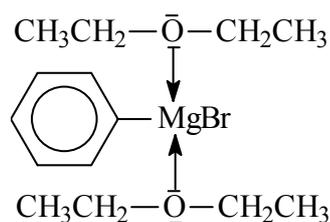
Bei der Synthese von Triphenyl-methanol aus Benzophenon und einer Grignard-Verbindung handelt es sich mechanistisch um eine „ionische“ *Additionsreaktion an die Carbonylgruppe*.

#### Schritt 1: Herstellung der Grignard-Verbindung

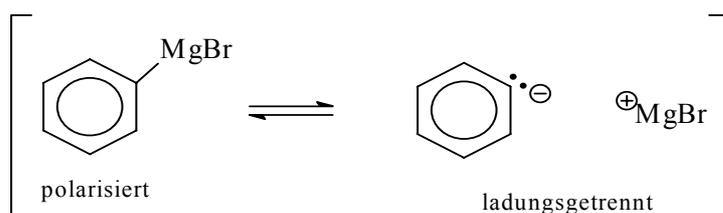
Organometallische Verbindungen von Magnesium (Grignard-Verbindungen) stellt man durch direkte Reaktion eines Halogenalkans mit dem in Diethylether suspendierten Magnesium dar:



Das Brombenzol entzieht praktisch der Metalloberfläche ein Mg-Atom und fügt es zwischen die Phenyl-Br-Bindung ein. Im so gebildeten Phenyl-Mg-Br-Molekül ist die Valenz des zweiwertigen Magnesiums abgesättigt; um sein Elektronenoktett zu vervollständigen, ist es jedoch noch an zwei Ethermoleküle koordiniert:



Die C-Mg-Bindung ist zwar kovalent, jedoch durch das elektropositive Magnesium stark polarisiert, sogar ionisch:

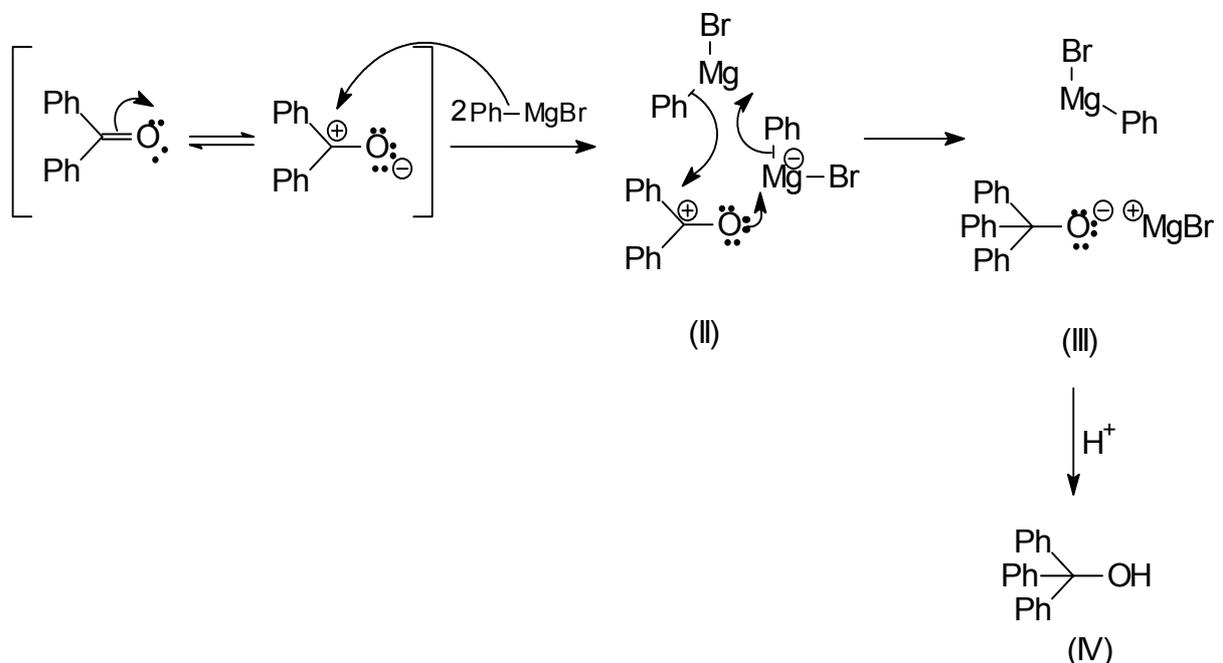


Durch die sog. Umpolung innerhalb der Grignard-Verbindung entsteht ein partial negativ geladenes C-Atom. Das chemische Verhalten eines solchen C-Atoms entspricht dem eines Carbanions; es greift als Nukleophil partial positiv geladene C-Atome an:

### Schritt 2: Reaktion der Carbonylfunktion mit der Grignard-Verbindung

Grignard-Verbindungen addieren an Ketone unter Bildung tertiärer Alkohole. Dabei bildet sich eine neue C-C-Bindung heraus.

Bei der Reaktion mit der Carbonyl-Gruppe sind zwei Moleküle des Grignard-Reagenz an der Addition beteiligt. Ein Molekül wirkt als Lewis-Säure gegenüber dem Sauerstoff-Atom der Carbonyl-Gruppe. Hierdurch wird der positive Charakter des Carbonyl-C-Atoms verstärkt und damit der Angriff des nukleophilen, an das Magnesium gebundenen C-Atoms eines zweiten Moleküls des Grignard-Reagenz auf dieses C-Atom begünstigt. Es greift das Carbonyl-C-Atom mit dem bindungselektronenpaar nukleophil an (I). Die Reaktion verläuft über einen cyclischen Übergangszustand (II), aus dem sich ein tertiäres Metallalkoholat-Ion (III) bildet, welches unter Zugabe von verdünnter Säure zu einem tertiären Alkohol (IV) hydrolysiert wird:



## **6. Literatur:**

- [1] Hünig/ Merkel/ Sauer: Integriertes Organisches Praktikum. Weinheim; New York: Verlag Chemie 1979, S. 303-313
- [2] Falbe, J./ Regitz, M.: CD Römpp Chemie Lexikon auf CD-Rom, Version 1.0.. 9. korrigierte und verbesserte Aufl.. Stuttgart; New York: Georg Thieme Verlag, 1995

## **7. Anhang**

- 1) IR-Spektrum der Synthesesubstanz
- 2) Vergleichs-IR-Spektrum