

Synthese von Isopropylbenzol (Cumol)

Präparat 2

1. Reaktionstyp: Friedel-Crafts-Alkylierung am Aromaten

2. Reaktionsgleichung:

Benzol	Isopropylchlorid	Cumol	Chlorwasserstoff
78,1 g/mol	78,5 g/mol	120,2 g/mol	36,5 g/mol

3. Durchführung der Reaktion:

3.1. Berechnung des Ansatzes

Da die im Tietze-Eicher gegebene Reaktionsvorschrift die bei diesem Versuch zu erzielende Ausbeute von 74% schon berücksichtigt, muß der dort angegebene Ansatz nur über einfachen Dreisatz auf eine Produktausbeute von 10 g umgerechnet werden.

Es ergeben sich folgende einzusetzende Massen:

- Benzol: 44,4 g (bei einer Dichte des Benzols von $d_{20} = 0,88 \text{ g/ml}$ entspricht dies 50,5 ml)
- Isopropylchlorid: 8,8 g
- AlCl_3 als Kat: 1,5 g

Das Molverhältnis der Edukte beträgt damit:

Benzol	Isopropylchlorid	Katalysator AlCl_3
5	1	0,1

3.2. Durchführung

In einem 250-ml-Dreihalskolben mit Innenthermometer, Rückflußkühler, Tropftrichter und Rührer wurden 50,5 ml Benzol und 2 g Aluminiumchlorid (auf Rat des Assistenten mehr als die laut Vorschrift benötigten 1,5 g AlCl_3 eingesetzt) vorgelegt. Unter Rühren wurden 9,1 g Isopropylchlorid zugetropft. Mit Hilfe eines Eisbades wurde die Temperatur im Kolben dabei unter 20°C gehalten. Über das Wochenende wurde bei Raumtemperatur weitergerührt.

Das Reaktionsgemisch wurde auf Eis gegossen, die wässrige Phase abgetrennt und die organische im Scheidetrichter nacheinander mit 200 ml Wasser, 200 ml 10 prozentiger Na₂CO₃-Lösung und 200 ml Wasser gewaschen. Über einigen Gramm MgSO₄ wurde getrocknet und nach Abdestillieren des überschüssigen Benzols der Rückstand bei Normaldruck ohne Vigreux-Kolonne fraktioniert. Cumol wurde bei einer Siedetemperatur knapp über 150° C aufgefangen.

4. Physikalische Daten des Produktes:

Cumol	Kp. in °C	
	Literaturwert	150-153
	exp. erm. Wert	150
	n ₂₀	
	Literaturwert	1,4912
	exp. erm. Wert	1,49

5. Spektrenauswertung:

Da die Probe bis zur Aufnahme des IR-Spektrums über vier Wochen aufbewahrt werden mußte, kann sie in dieser Zeit verunreinigt worden sein. Die breite Bande im Bereich um 3400 cm⁻¹, die Wasserstoffbrückenbindungen in der gemessenen Probe anzeigt, ist nicht anders zu erklären, als damit, daß die Probe während ihrer Lagerung Wasser „gezogen“ hat. Die Synthese von Cumol fand unter wasserfreien Bedingungen statt.

Im Folgenden werden die wichtigsten Banden des Spektrums genannt:

Nr.	Wellenzahl in cm ⁻¹	Zuordnung	Schwingungsart
1	3020	Ar-H	Valenzschwingung
2	2940	-CH ₃	Valenzschwingung
3	2860	CH	Valenzschwingung
4	1600	aromatische C-C Doppelbindungen	Valenzschwingung
5	1500	aromatische C-C Doppelbindungen	Valenzschwingung
6	1450	-CH ₃	Deformationsschwingung

7	1370	C(CH ₃) ₂	
8	700	5 benachbarte aromatische CH-Bindungen	Deformationsschwingung (out of plane)

6. Mechanismus:

7. Abfallentsorgung:

8. Literatur:

(1) L.F. Tietze/Th. Eicher