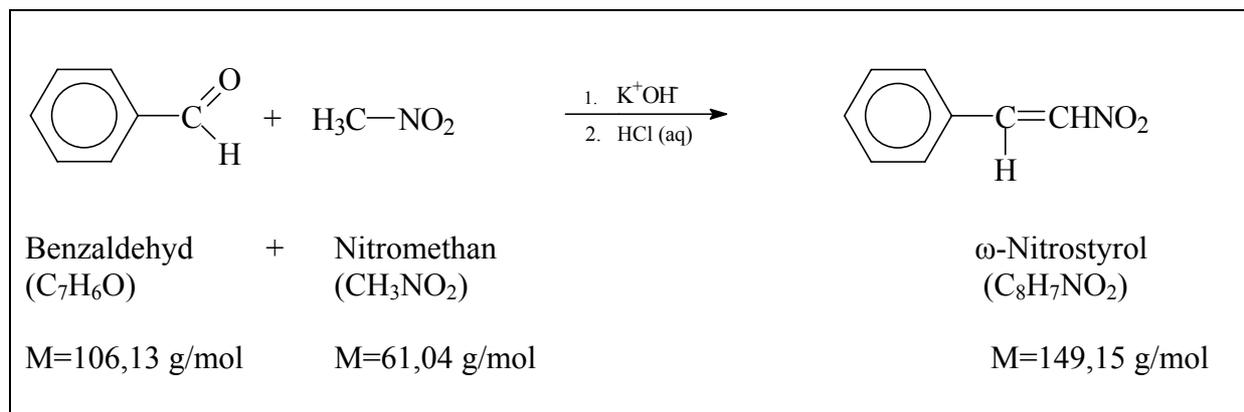


Präparat Nr. 1: Darstellung von ω -Nitrostyrol



1. Ansatz

Es sollen 10 g des Produkts hergestellt werden.

Literaturausbeute [1]: 80 %

$$10 \text{ g} \triangleq 80 \%$$

$$x \triangleq 100 \% \rightarrow x = 12,5 \text{ g}$$

	Benzaldehyd	Nitromethan	Methanol	Kalilauge 15%ig	HCl (aq) 20%ig	Produkt
Literatur	1 mol	1 mol	200 ml	1 mol	2 mol	1 mol
Ansatz	0,0838 mol	0,0838 mol	\approx 20 ml	0,0838 mol	0,1676 mol	0,0838 mol
Eingesetzt	8,89 g	5,12 g	20 ml	31,34 g	30,56 g	

2. Durchführung und Beobachtungen:

8,89 g frisch destillierter Benzaldehyd (\triangleq 8,5 ml) und 5,12 g Nitromethan (\triangleq 4,5 ml) wurden in einem 250-ml-Dreihalskolben mit Thermometer, Tropftrichter, Rückflusskühler und Magnetrührer in 20 ml Methanol als Lösungsmittel vorgelegt und mithilfe einer Eis-Kochsalz-Kältemischung auf 0 °C gekühlt.

Zu dieser farblosen, klaren Lösung wurden 31,34 g 15%-ige Kalilauge (\triangleq 31,2 ml) unter gutem Rühren so langsam zugetropft, dass die Temperatur nicht über +5°C stieg. Es wurde bei relativ konstanter Temperatur gearbeitet (+2°C). Nach ca. einer halben Stunde war die Zugabe

der KOH -Lösung beendet, dann wurde noch 30 Minuten bei konstanter Temperatur (+2°C) gerührt. Die weiterhin klare, farblose Flüssigkeit wurde dann langsam unter Rühren zu 30,56 g (\cong 30,5 ml) 20 %-iger eiskalter Salzsäure gegeben. Dabei fiel sofort ein sehr feinkristalliner, gelber Feststoff aus.

Der Feststoff wurde abgesaugt, mit eiskaltem n-Hexan gewaschen und anschließend aus Ethanol umkristallisiert. Beim Absaugen fiel auf, dass der Feststoff zu einem geringen Teil als sirupöses Öl den Filter passierte. Diese organische Phase wurde im Scheidetrichter von der sauren, wässrigen Phase abgetrennt. Zu dem Öl wurde ein wenig Ethanol gegeben. Im Kühlschrank fiel nach einiger Zeit das gewünschte Produkt aus. Dieses wurde ebenfalls abgesaugt, sehr gründlich mit n-Hexan gewaschen und zweimal umkristallisiert.

Das Produkt wurde über Nacht im Exsikkator getrocknet. Nach Überprüfung der Schmelzpunkte wurden die beiden gewonnenen Feststoffe vereinigt; das Produkt lag kristallin in sehr schönen Nadeln gelber Farbe vor.

3. Ausbeute:

Es wurden 3,1 g ω -Nitrostyrol gewonnen (25 %), Literaturausbeute [1]: 80 %.

4. Charakterisierung:

a) Schmelzpunktbestimmung:

Literaturwert [1]: 58 °C
Gemessener Wert: 57,5 °C – 58 °C (Schmelzbereich)

b) IR-Spektrum:

Feststoff-IR in KBr

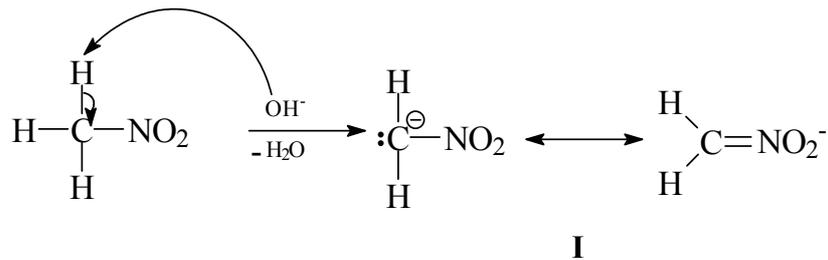
<i>Wellenzahl [1/cm]</i>	<i>Schwingungstyp</i>	<i>Verbindungen</i>
3100	=C – H -Valenz	Aromaten, Olefine
1640	-C=C-Valenz	Aromaten, Olefine
1540	-NO ₂ -Valenz	Nitroalkane, aromatische Nitroverbindungen
1580, 1500	Ringschwingung	Aromaten

5. Mechanismus:

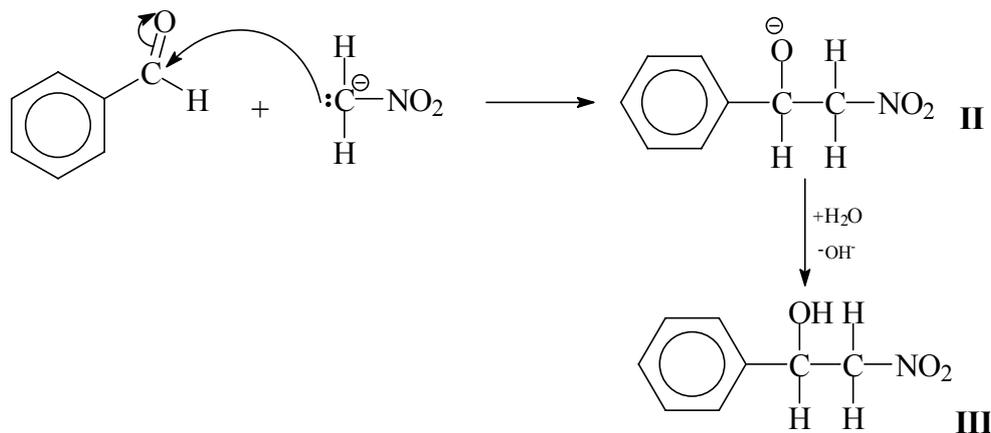
Die basenkatalysierte Reaktion von Benzaldehyd mit Nitromethan kann im weiteren Sinne zu den *Aldolreaktionen* gezählt werden, auch wenn man gewöhnlich unter einer Aldolreaktion die Umsetzung von Aldehyden/Ketonen mit sich selbst oder anderen Aldehyden/Ketonen

versteht. Nitromethan übernimmt hier die Funktion der CH-aciden Verbindung, der Mechanismus verläuft analog zur Aldolreaktion:

Zunächst bildet das Nitromethan, bei dem es sich um eine CH-acide Verbindung handelt, mit der Base OH^- ein Carbanion, wobei die Mesomeriestabilisierung des Carbanions der Grund für die CH-Acidität des Nitromethans ist:

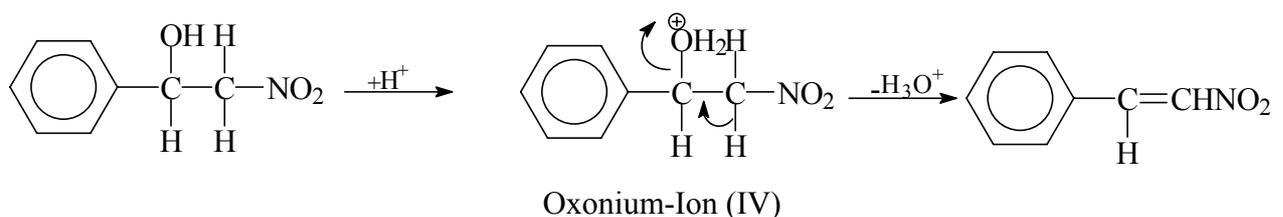


Das Carbanion I greift nun den Benzaldehyd nukleophil an, wobei das gebildete Alkoholat-Ion II sofort mit Wasser in einer Säure-Base-Reaktion weiterreagiert:



Die Base OH^- , die im ersten Reaktionsschritt zur Abstraktion des Protons aus der CH-aciden Verbindung eingesetzt wurde, wird in diesem Reaktionsschritt wieder frei.

Die Verbindung III ist gegen Einwirkung von Säure nicht beständig und reagiert nach Protonierung der Hydroxylgruppe über das Oxonium-Ion IV unter Eliminierung von Wasser zu ω -Nitrostyrol:



6. Literatur:

[1] Organikum: Organisch-Chemisches Grundpraktikum, 20. bearb. und erw. Aufl. (korr. Nachdruck), Weinheim, New York: Wiley VCH 1999, S. 493-495.

[2] Sadtler Research Laboratories: Standard grating spectra, Philadelphia, PA.: Sadtler, 1976, IR-Spektrum Nr. 42410 P.

Anhang:

- IR-Spektrum von ω -Nitrostyrol
- Vergleichs-IR-Spektrum von ω -Nitrostyrol [2]