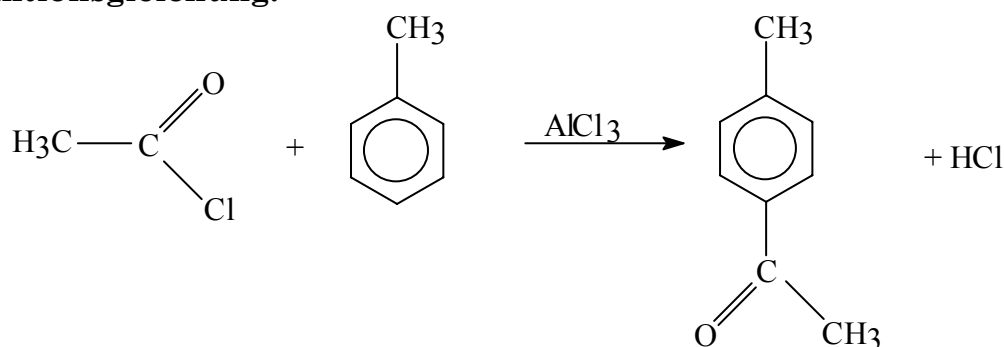


Darstellung von p – Methylacetophenon

1. Reaktionstyp: Die Darstellung von p – Methoxyacetophenon erfolgt durch eine Friedel – Crafts – Acylierung mit Säurechloriden.

2. Reaktionsgleichung:



Acetylchlorid + Toluol → p – Methylacetophenon

$M(\text{Acetylchlorid}) = 78,5 \text{ g/mol}$ $M(\text{Toluol}) = 92 \text{ g/mol}$ $M(\text{AlCl}_3) = 133 \text{ g/mol}$
 $M(\text{p – Methylacetophenon}) = 134 \text{ g/mol}$

3. Durchführung:

3.1 Berechnung des Ansatzes

In der Literaturⁱ ist der Ansatz zur Herstellung von 93,8g p – Methylacetophenon angegeben. Demnach kann der Ansatz berechnet werden, indem man die Mengen mit 9,38 zu dividieren. Es ergeben sich folgende Mengen:

$m(\text{Acetylchlorid}) = 8,73 \text{ g} = 0,11 \text{ mol}$

$m(\text{Toluol}) = 9,81 \text{ g} = 0,1 \text{ mol}$

$m(\text{Aluminiumchlorid}) = 17,08 \text{ g} = 0,13 \text{ mol}$

Die Edukte reagieren im Molverhältnis 1:1,05

3.2 Durchführung:

Ein 250ml – Dreihalskolben wird mit Magnetrührer, 2 Tropftrichter und Rückflußkühler mit Trockenrohr versehen. Der eine Tropftrichter wird mit der Acetylchlorid der andere mit Toluol gefüllt. Der Kolben wird mit 43 ml 1,2 – Dichlorethan und dem Aluminiumchlorid versetzt. Unter Rühren und Kühlen mit Eiswasser wird die Acetylchlorid zugetropft. Nun wird das Toluol vorsichtig unter Kühlung so zugetropft, dass die Temperatur bei etwa 20°C bleibt. Nach vollendeter Zugabe wird eine weitere Stunde weiter gerührt und dann über Nacht stengelassen.

Der entstandene Keton – Aluminiumchlorid – Komplex wird zerlegt, indem man ihn vorsichtig über 53,3 ml Eis gießt. Eventuell ausfallendes Aluminiumhydroxid wird mit etwas konz. Salzsäure in Lösung gebracht.

Die organische Phase wird abgetrennt und die wäßrige Phase wird zweimal mit Dichlorethan extrahiert. Nun wird die organische Phase mit Wasser, 2% - Natronlauge und wiederum mit Wasser gewaschen und anschließend über Kalium-

carbonat getrocknet. Das Lösungsmittel wird im Rotationsverdampfer entfernt und das p – Methylacetophenon destilliert.

4. Versuchsauswertung:

Ausbeute: 14,29g = 100%

5. Physikalische Daten des Produktes:

p – Methylacetophenon:

	Kp_{14}	n_D^{20}
Literatur ⁱ	110°C	1,5335
exp.	108°C	1,5325

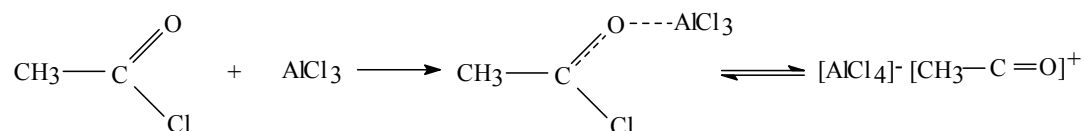
6. IR – Spektrumauswertung:

Literaturⁱⁱ - IR:

Wichtige Banden ⁱⁱⁱ [cm ⁻¹]	
2960	-CH ₃ – Valenz
1690	-C=O – Valenz
1380	-CH ₃ – Deformation
810	=C – H – Deformation

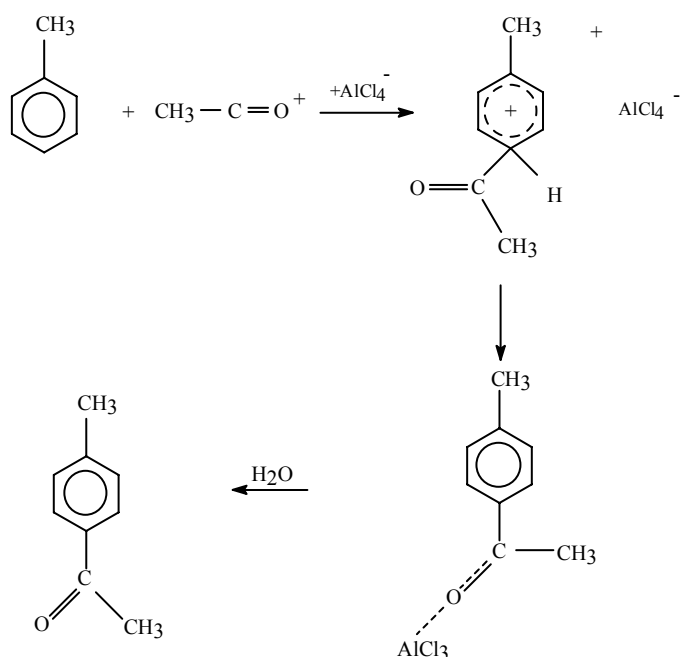
7. Mechanismus:

Der Reaktionsverlauf der Friedel – Crafts – Acylierung entspricht einer elektrophilen Substitution am aromatischen Kern. Bei Anwesenheit von Lewis – Säuren, hier das Aluminiumchlorid, entsteht ein Gleichgewicht zwischen einem Komplex aus dem Acetylchlorid mit dem Aluminiumchlorid und einem Acyl – Kation.



Das Acyl – Kation greift nun elektrophil am Toluol an. Der Ersts substituent am Toluol ist ein Methyl – Rest, also ein ortho- und para- dirigierend. Aus sterischen Gründen findet der Angriff an der para – Position am Kern statt. Es entsteht ein Carbeniumion, welches unter Protonenabgabe ein aromatisches System bildet. Der Keton – Aluminiumchlorid – Komplex wird durch Zugabe von Wasser

zerstört und es entsteht das gewünschte Keton.



8. Abfallentsorgung:

Abfälle	Entsorgung
1,2 Dichlorethan	Hal. – freie Kohlenwasserstoffe
wässrige Phase + Waschwasser + Natronlauge	OH- Schwermetalle
Filterpapier mit Kaliumcarbonat	Filterpapiertonne

Nachtrag und Korrektur zur Darstellung von p – Methylacetophenon

Zu 3.2 Versuchsdurchführung:

Ein 250 ml – Dreihalskolben wurde mit Magnetrührer, zwei Tropftrichtern und Rückflußkühler mit Trockenrohr versehen. Der eine Tropftrichter wurde mit 8,73 g (0,11 mol) Acetylchlorid, der andere mit 9,81 g (0,1 mol) Toluol gefüllt. Der Kolben wurde mit 43 ml 1,2 – Dichlorethan und mit 17,08 g (0,13 mol) Aluminiumchlorid versetzt. Unter Rühren und Kühlen mit Eiswasser wurde das Acetylchlorid zugetropft. Nun wurde das Toluol vorsichtig unter Kühlung so zuge- tropft, dass die Temperatur bei ca. 20°C blieb. Nach vollendeter Zugabe wurde eine weitere Stunde gerührt und dann über Nacht stehengelassen.

Der entstandene Keton – Aluminiumchlorid – Komplex wurde zerlegt, indem ich ihn vorsichtig über 53,3 ml Eis gießt. Ausfallendes Aluminiumhydroxid wurde mit etwas konz. Salzsäure in Lösung gebracht.

Die organische Phase wurde abgetrennt und die wässrige Phase wurde zweimal mit Dichlorethan extrahiert. Dann wurde die organische Phase mit Wasser, 2%ige Natronlauge und wiederum mit Wasser gewaschen und anschließend über

Kaliumcarbonat getrocknet. Das Lösungsmittel wurde im Rotationsverdampfer entfernt und das p – Methylacetophenon destilliert.

Zu 6: IR – Spektrum der hergestellten Substanz:

Beim Vergleich des IR – Spektrums der synthetisierten Substanz mit dem Literatur – IR sieht man große Übereinstimmungen.

Folgende wichtige Banden können im IR – Spektrum gefunden werden:

3100 – 3000	= C – H – Valenz
3000 – 2800	- C – H – Valenz
1670	- C = O – Valenz
1360	- CH ₃ – Deformation
810	= C – H – Deformation

Zu 8: 1,2 – Dichlorethan wird natürlich in den Abfallbehälter für halogenierte Kohlenwasserstoffe entsorgt.

ⁱ Organikum, DVW, Berlin 1984, S.404

ⁱⁱ Organikum, DVW, Berlin 1984, S. 121 – 123 + Beilage Tab. 168

ⁱⁱⁱ Sadtler Research Laboratories inc, 1966, IR – Gratings, Tafel 174K