

**Name:** Kathrin Barbian

**Semester:** 5H

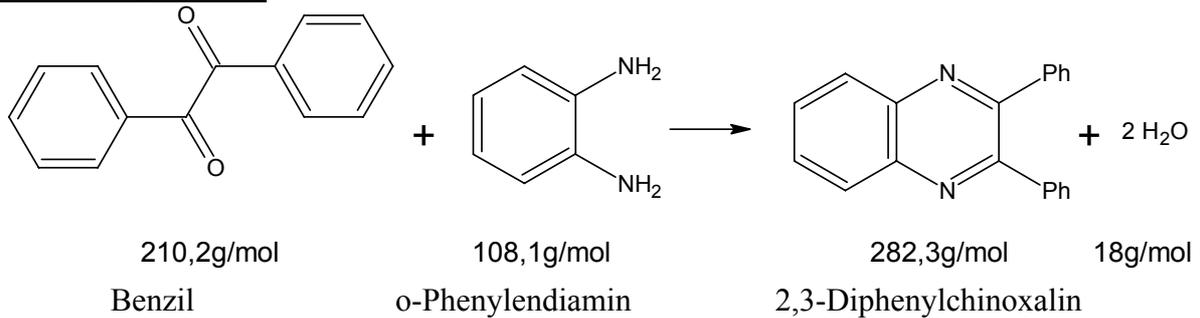
**Datum:** 15./22.10.2002

## Präparat: 2,3-Diphenylchinoxalin

**Literatur:** Vogel's, 5. Auflage, S.1190  
Vollhardt, 3. Auflage, S.308

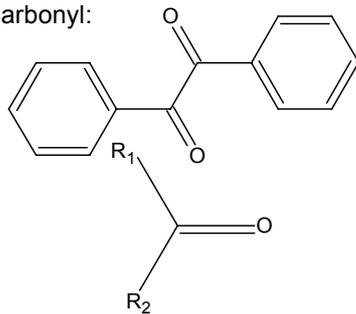
**Reaktionstyp:** Ionische Addition an Carbonylen  
(Iminbildung durch Kondensation von primären Aminen und Carbonylen)

**Reaktionsgleichung:**

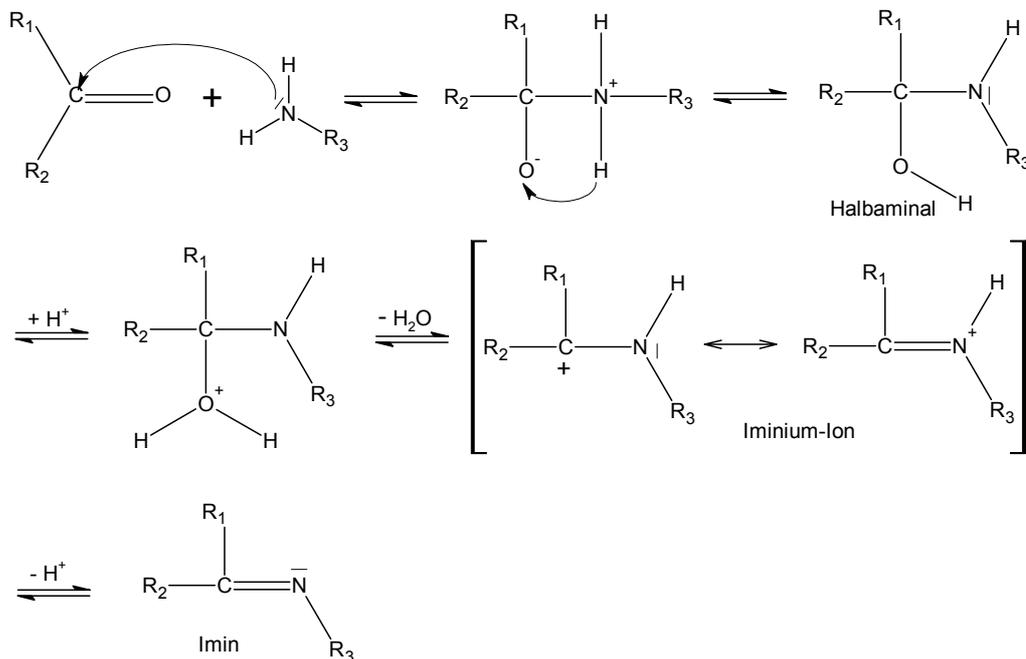
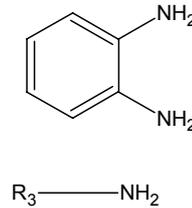


**Reaktionsmechanismus:**

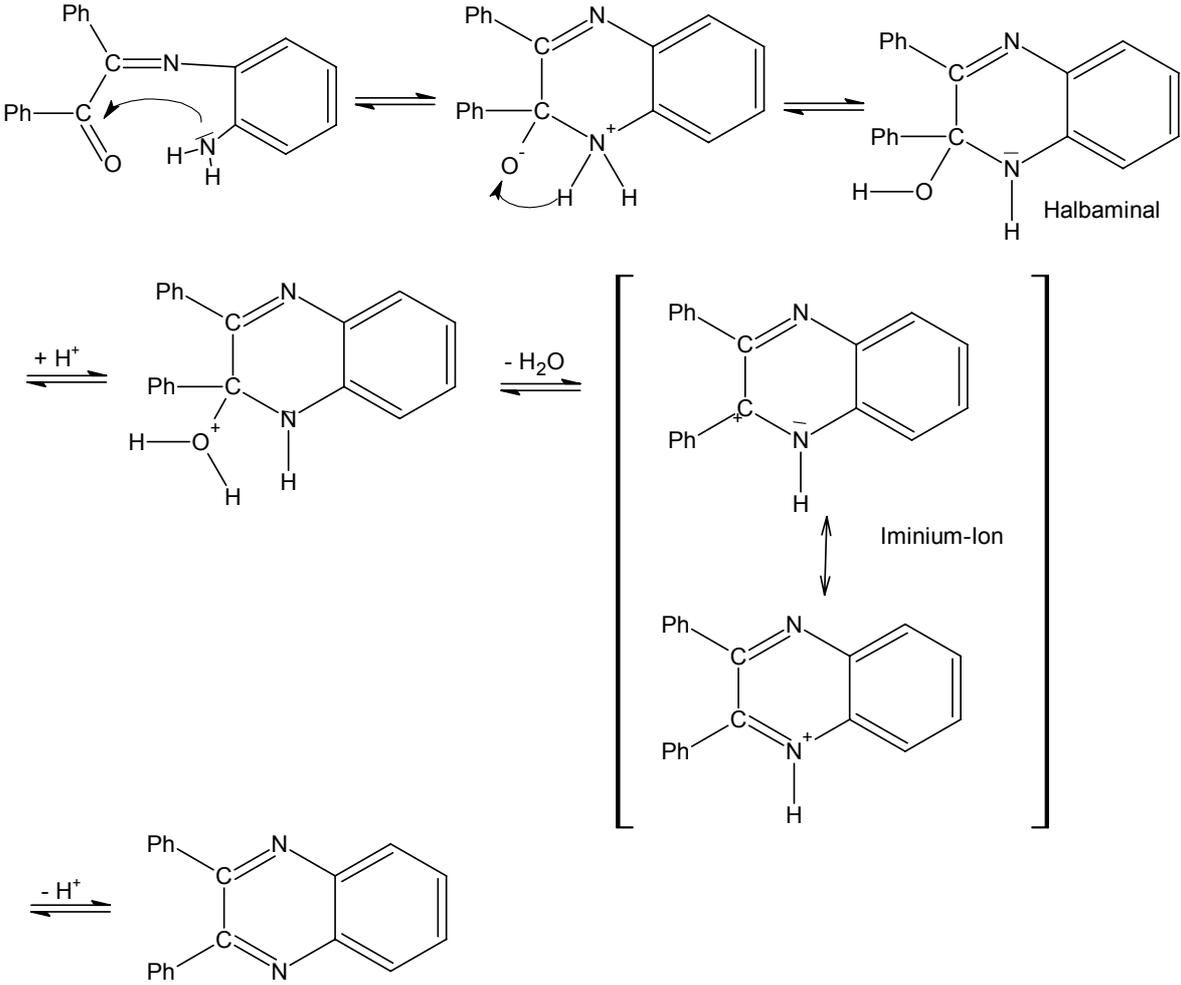
I. Carbonyl:



primäres Amin:



II. intramolekulare Iminbildung



2,3-Diphenylchinoxalin (Schiffsche Base = Imin)

### Ansatz:

	Volumen (ml)	Masse (g)	Stoffmenge (mol)
<b>Benzil</b>	-	16,8	0,08
<b>o-Phenylendiamin</b>	-	8,8	0,08
<b>Ethanol</b>	128	ca. 104	2,25

Stoffdaten siehe „Versuchsbezogene Betriebsanweisung“.

### Durchführung:

In diesem Versuch wurde gemäß der Literaturvorschrift in einer Dreihalskolbenapparatur 2,3-Diphenylchinoxalin aus Benzil und 1,2-Phenylendiamin hergestellt.

Zunächst wurde Benzil im Kolben in 64ml Ethanol vorlegt und erwärmt. Dann wurde 1,2-Phenylendiamin in 64ml Ethanol gelöst und in den Kolben gegeben.

Die Mischung (tiefbraune, klare Lösung) wurde 30min bei etwa 60-65°C erwärmt. Anschließend wurde Wasser zugegeben, bis eine schwache Trübung entstand. Man ließ die Lösung abkühlen, wobei immer mehr Produkt ausfiel, das nach dem Abkühlen abgesaugt wurde.

### **Beschreibung des Produkts:**

Aussehen: hellbrauner Feststoff

Smp, gef.: 127,6°C                      Smp., Lit: 126,2°C

Aufgrund der Abweichung des Schmelzpunktes vom Literaturwert wurde noch unkristallisiert. Dazu wurden etwa 250ml Ethanol und 100ml Wasser benötigt. Die heiße Lösung war dunkelbraun gefärbt. Die Lösung wurde eine Woche zum Auskristallisieren stehen gelassen. Schon nach ein paar Minuten wurden allerdings erste Nadeln sichtbar.

Am nächsten Labortag wurde das Produkt abgesaugt.

### Beschreibung des Endprodukts:

Aussehen: hellgraue Nadeln

**Ausbeute:**                      13,1g = 58% der Theorie      (theoretische Ausbeute: 22,58g)

Literaturausbeute: 51% (entspricht 11,52g)

### **Stoffdaten:**

Smp, gef.: 127,6°C                      Smp., Lit: 126,2°C

### **IR-Spektrum**

Es wurde eine gute Übereinstimmung mit dem Referenzspektrum gefunden. Besonders im Fingerprint-Bereich stimmen die Spektren sehr gut überein.

Nur die Bande  $2361\text{cm}^{-1}$  ist nicht in der Referenz zu finden. Sie könnte von  $\text{CO}_2$  stammen (laut Hesse/Meier/Zeeh:  $2349\text{cm}^{-1}$ ).

### Anhang

- IR-Spektrum
- IR-Referenz (Quelle: <http://www.aist.go.jp/RIODB/SDBS/menu-e.html>)
- Betriebsanweisung