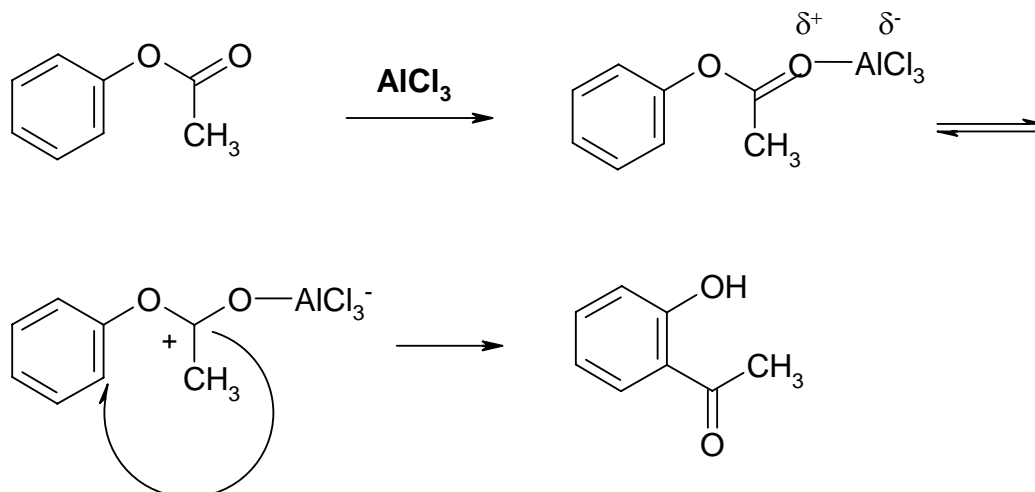


Mechanismus



Versuchsbeschreibung

31,2 g (0,23 mol) AlCl_3 (wasserfrei) und 35 ml Tetrachlorethylen werden in einen 250 ml Dreihalskolben mit Rückflußkühler, Tropftrichter und KPG-Rührer gegeben. Dazu werden innerhalb von 90 min 28,3 g (0,2 mol) Essigsäurephenylester getropft. Nach vollständiger Zugabe erwärmt man für 2 Stunden auf 120 °C bis die HCl-Entwicklung aufhört. Das gebildete HCl wird in verd. Natronlauge geleitet

Dann destilliert man das Lösungsmittel ab (Kp: 121 °C) und heizt noch weitere 3 h auf 150 °C. Das Gemisch verdickt sich immer mehr und wird schließlich zu einer braunen Masse, die sich nicht mehr rühren läßt. Nach dem Abkühlen wird der Aluminium-Komplex durch langsame Zugabe von 20 ml H_2O und 20 ml konz. HCl zerstört. Die Lösung wird in weiteren 30 ml H_2O aufgenommen. Dann wird mit überhitztem Wasserdampf solange destilliert, bis keine organische Phase mehr übergeht. Die Phasen des Destillats werden getrennt und die wäßrige Phase wird zweimal mit je 15 ml Ether ausgeschüttelt. Die vereinigten organischen Phasen werden mit Na_2SO_4 getrocknet und anschließend im Vakuum destilliert.

Ausbeute

Literaturdaten: 8.2 g, 0.06 mol (30 % der Theorie)
Tatsächliche Ausbeute: 7.1 g, 0.05 mol (87 % der Literatur)

Charakterisierung

Siedepunkt: $K_{p1.7}$: 101 - 102 °C (Literatur)
(in kPa) $K_{p2.4}$: 107 - 110 °C (gemessen)

Brechungsindex: n_D^{20} : 1,5584 (Literatur)
 n_D^{20} : 1,5575 (gemessen)

Literatur

Organic Syntheses II, Seite 543. Zum Mechanismus Organikum, 21. Auflage, S.379, Wiley-VCH Verlag GmbH, D-69469 Weinheim, 2001

Beispiel für ein Protokoll

Fachhochschule Emden/ Leer
Praktikum Organische Chemie

Name

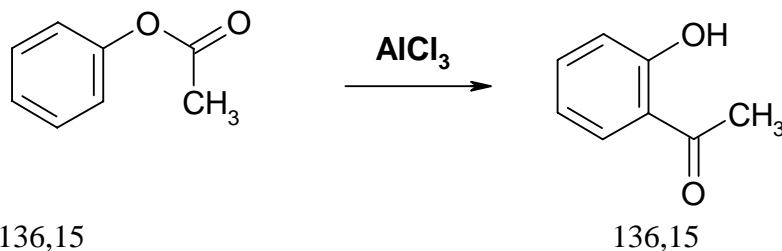
Protokoll

6.1.2005

Präparat: 2-Hydroxyacetophenon aus Essigsäurephenylester

Präparat Nr. 3

Reaktionsgleichung



Chemikalien

| | | |
|---|-------------------|------------------------|
| 28.3 g, 26.2 ml (0.2 mol) Essigsäurephenylester | R22 | |
| 31.2 g (0.23 mol) Aluminiumchlorid | R34 | S7/8-28.1-45 |
| 35 ml Tetrachlorethylen | R40 -51/53 | S23.2-36/37-61 |
| 25 ml Salzsäure (konz.) | R34-37 | S26-37/37/39-45 |
| 20 ml Diethylether | R12-19 | S9-16-29-33 |
| 5 g Natriumsulfat | | |
| 10 ml Natronlauge (verd.) | R35 | S26-36/37/39-45 |

Entsorgung

Lösungsmittel (Tetrachlorethylen, Ether)
Überschüssiges HCl-Gas, einleiten in verd. NaOH
Destillationsrückstand der Wasserdampfdestillation
Wäßrige Extraktionsphasen
Trockenmittel
Destillationsrückstand der letzten Destillation
und Spüllösungsmittel

Recycling
Neutralisationsanlage
Neutralisationsanlage
Neutralisationsanlage
Hausmüll

flüssiger, organische Abfälle

Theorie

Fries-Verschiebung: Umlagerung von Phenylester beim Erhitzen mit AlCl_3 (bei Temperaturen unter $100\text{ }^\circ\text{C}$ wandert der Acylrest vorwiegend in p-Stellung, bei Temperaturen über $150\text{ }^\circ\text{C}$ in die o-Stellung).