

Herstellung von 1,2-Dimethoxy-4-nitrobenzene

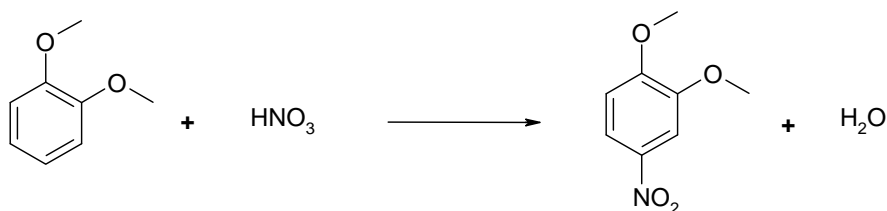
1. Aufgabe

- Herstellung von 1,2-Dimethoxy-4-nitrobenzene (4-Nitroveratrol)
- Reinprodukt abgefüllt und beschriftet (Gefäss mit Etikette liegt auf)
- Synthese-Protokoll mit Roh- und Reinausbeute in g und %
- Schmelzpunkt des Reinproduktes (Literatur 95 bis 98 °C; Literatur: Alfa Aesar)
- Dünnschichtchromatographie vom Roh- und Reinprodukt

2. Methode

Für die präparative Chemie ist die elektrophile Nitrierung von aromatischen Verbindungen von grosser Bedeutung. Da das 1,4-Dimethoxybenzene (Veratrol) sich sehr leicht nitrieren lässt, kann die Nitrierung bereits mit einer verdünnten Salpetersäure durchgeführt werden.

3. Reaktion



4. Chemikalien und Reagenzien (liegt auf)

1,2-Dimethoxybenzene (Veratrol)	Aldrich 140155	Cyclohexan	MERCK 109666
Salpetersäure w (HNO ₃) = 65 %	MERCK 100456	Ethylacetat	MERCK 109623
Ethanol (wasserfrei)	MERCK 100983		

5. Geräte und Materialien

- Glaswaren aus Praktikumsinventar
- Magnetrührwerk mit Kontaktthermometer, Wasserbad (Umsetzung) und Ölbad (Reinigung)
- Rotationsverdampfer
- Schmelzpunktbestimmungsapparat

6. Sicherheit / Ökologie

Vorsicht beim Arbeiten mit der Salpetersäure. Damit die Nitrierung jederzeit kontrolliert verläuft sind die Temperaturvorgaben bei der Umsetzung einzuhalten. Die Umsetzung und die Extraktion sind in der Kapelle durchzuführen.

7. Ansatz

1,2-Dimethoxybenzene	0.1 mol
Salpetersäure w (HNO ₃) = 65 %	Theorie + 87 % Überschuss
Wasser	20 mL

8. Ausführung

In einer geeigneten Apparatur wird das Wasser vorgelegt und die Salpetersäure vorsichtig zugefügt. Unter gutem Rühren wird innert 30 Minuten die Hälfte des berechneten 1,2-Dimethoxybenzens zugetropft. Die Temperatur wird dabei zwischen 25 bis 30 °C gehalten. Anschliessend wird der Rest des Eduktes innert 30 Minuten bei einer Temperatur von 30 bis 35 °C zugetropft. Nach beendeter Zugabe wird die Suspension auf 40 bis 45 °C erwärmt und für 30 Minuten bei dieser Temperatur ausgerührt.

Das auf Raumtemperatur abgekühlte Reaktionsgemisch wird langsam mit 40 mL Eiswasser versetzt. Die Suspension wird abgenutscht und der Filterkuchen mit Eiswasser gespült.

Das Rohprodukt wird am Rotavapor (max. 60 °C) getrocknet und mit 150 mL Ethanol umkristallisiert. Die Reinheit des gereinigten Produktes wird mittels Schmelzpunkt und Dünnschichtchromatographie bestimmt.

9. DC-Parameter

DC-Folie	: Kieselgel 60F 254
Fliessmittel	: Cyclohexan / Ethylacetat (5 : 1 Volumenanteile)
Konzentration	: 10 mg / mL Ethanol
Auftragsvolumen	: 2 bis 4 µL
Nachweis	: UV 254 nm

10. Entsorgung

Die organischen Lösungsmittel werden in den Lösungsmittelabfallbehälter gegeben und die wässrigen Phasen können kanalisiert werden.

Herstellung von 1,2-Dimethoxy-4-nitrobenzene (Expertenblatt)

Bewertungskriterien

Nicht erfüllte Punkte hervorheben oder spezielle Beobachtungen unter Bemerkung festhalten. Die Bewertung und Notengebung muss in jedem Falle nachvollziehbar (Notizen) sein.

Kriterium	Note	Bemerkungen
Umsetzung	6	<ul style="list-style-type: none"> • Dosierung der Salpetersäure und des Eduktes • Temp.-Fühler taucht ein, Temp. ablesbar • Einhalten Temp. bis 30, bis 35, bis 45 °C (± 4 °C) • Einhalten Zeit jeweils zwischen 15 bis 30 Minuten
	5	Ein Punkt von 6 nicht erfüllt
	4	Zwei Punkte von 6 nicht erfüllt
	3	Mehr als zwei Punkte von 6 nicht erfüllt
	2 / 1	Arbeitsweise unbrauchbar / Nicht durchgeführt
Aufarbeitung	6	<ul style="list-style-type: none"> • bei < 25 °C, 40 mL Eiswasser langsam zugeben • mind. 2 x mit Eiswasser waschen • Rohprod. vor Rotavapor trocken saugen, pressen
	5	Ein Punkt von 6 nicht erfüllt
	4	Zwei Punkte von 6 nicht erfüllt
	3	Mehr als zwei Punkte von 6 nicht erfüllt
	2 / 1	Arbeitsweise unbrauchbar / Nicht durchgeführt
Reinigung und Analytik	6	<ul style="list-style-type: none"> • Umk.-Apparatur mit Thermometer und Trockenrohr • langsam auf RT abkühlen lassen, ohne Eis • mit ML auf Nutsche • mit kaltem Ethanol mind. 2 x waschen • Handhabung Smp-App., schnell auf ca. 85 °C, langsam auf Smp
	5	Ein Punkt von 6 nicht erfüllt
	4	Zwei Punkte von 6 nicht erfüllt
	3	Mehr als zwei Punkte von 6 nicht erfüllt
	2 / 1	Arbeitsweise unbrauchbar / Nicht durchgeführt
Sicherheit & Methodik	6	<ul style="list-style-type: none"> • Einhaltung von Sicherheitsvorschriften, inkl. Verwendung PSA (Brille, Schurz, ev. Handschuhe) • Ordnung & Sauberkeit, inkl. korrekte Beschriftung • Verbrauch Lösungsmittel für DC • laufende Protokollierung (keine Notizzettel)
	5	Ein Punkt von 6 nicht erfüllt
	4	Zwei Punkte von 6 nicht erfüllt
	3	Mehr als zwei Punkte von 6 nicht erfüllt oder Nichteinhaltung von Sicherheitsvorschriften
	2 / 1	Arbeitsweise unbrauchbar / Nicht durchgeführt
Ansatzberechnung korrekt ?	<input type="checkbox"/> ja <input type="checkbox"/> nein 13.8 g / 12.75 mL 1,2-Dimethoxybenzene <input type="checkbox"/> ja <input type="checkbox"/> nein 11.8 g / 13.0 mL HNO ₃ 65% mit 87% Ü.	Der Notenabzug erfolgt erst durch das für die Aufgabe zuständige Expertenteam
Materialnachbezug ?	<input type="checkbox"/> ja <input type="checkbox"/> nein	Der Notenabzug erfolgt erst durch das für die Aufgabe zuständige Expertenteam

Gesamteindruck / Notizen	

Notengewichtung

Arbeitstechnik: 40 % / Resultat: 30 % / Protokoll: 30 %

Arbeitszeit: 4 ½ bis max. 5 h

Weitere Informationen

- Damit die Nitrierung kontrolliert verläuft, müssen die Temperaturen eingehalten werden.
- Produkt fällt sofort aus, zuerst orange, klebrige Suspension → gelbe Suspension, gegen Ende der Reaktion ist die Suspension fast nicht mehr rührbar (Magnetrührer).
- Theoretische Ausbeute (0.10 mol / 100 %) = 18.3 g / ca. 17 g (93 %) Rohprodukt und > 14 g (77 %) Reinprodukt wird erwartet, gelbe Kristalle
- Schmelzpunkt vom Reinprodukt 95 – 98 °C (Literatur: Alfa Aesar)
- DC wird nur im Protokoll bewertet (Aufteilung, mit Roh-,Reinprodukt und Referenzen)

Materialliste

Chemikalien, Reagenzien, Geräte und Materialien für 18 Kandidatinnen und Kandidaten.

Beschreibung	Menge	Bemerkung
1,2-Dimethoxybenzene Aldrich140155, abfüllen in 4 x 125 mL in 250 mL Glasflaschen	500 mL	
Salpetersäure 65 % MERCK 100456, abfüllen in 4 x 250 mL PE-Flaschen	1000 mL	
Ethanol MERCK 100983	6 x 1 L	
Cyclohexan MERCK 109666, abfüllen in 2 x 500 mL Glasflasche	1 L	
Ethylacetat, MERCK 109623 abfüllen in 2 x 500 mL Glasflasche	1 L	
Calciumchlorid gekörnt 2 - 6 mm MERCK 102391, für Trockenrohr, abfüllen in 2 x 500 mL Behälter	1 kg	
Glaswaren aus Praktikumsinventar	18	
Magnetrührwerk mit Wasser- und Ölbad, Kontaktthermometer	18	
20 /10 mL Stabpipette	18 / 36	
Rotationsverdampfer	9	
Porzellannutsche mind. 5 cm mit Rundfilter für Filtration	18	
Oberschalenwaage / Analysenwaage	4 / 4	
DC Alu-Folie Silicagel 60 F254, max. 8 cm Höhe	40 Stück	
2 mL Fläschchen für DC-Lösungen	100 Stück	
UV-Kabinett	2	
Smp-Apparatur	2	
Eis		