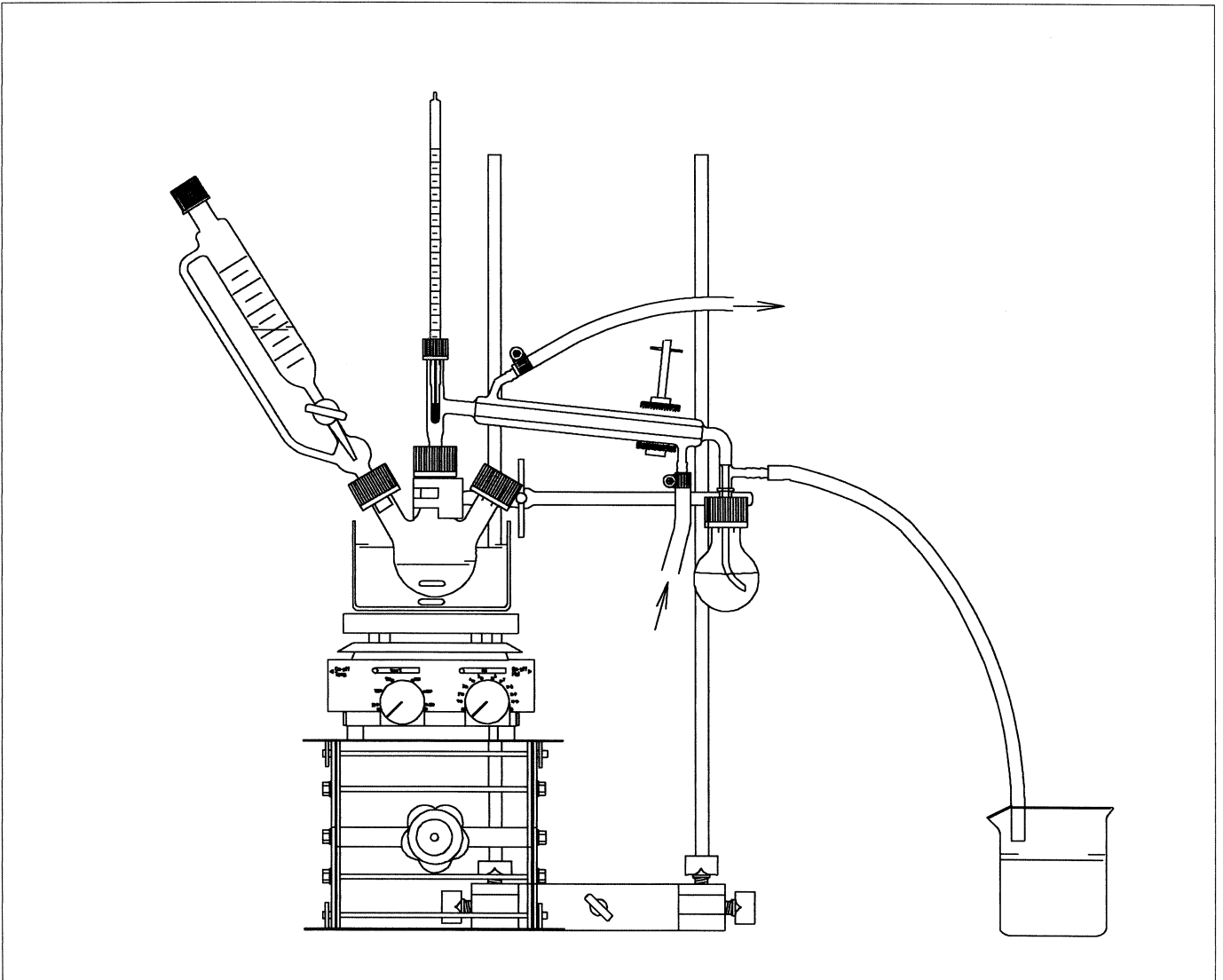


Material

H-Fuß "PASS"	02009.55	1	Entfernungsstab für Rührstäbchen	35680.03	1
Stativstange, $l = 600$ mm	02037.00	2	Meßzylinder, 25 ml	36627.00	2
Bunsenstativ, $h = 750$ mm	37694.00	1	Becherglas, 400 ml, niedrige Form	36014.00	1
Doppelmuffe	37697.00	3	Sicherheitsflasche mit Manometer	34170.88	1
Universalklemme	37715.00	3	Wasserstrahlpumpe, Kunststoff	02728.00	1
Labor-Hebebühne, 200 x 230 mm	02074.01	1	Trichter, $d_o = 55$ mm	34457.00	1
Rundkolben, 100 ml, 3-Hals, GL	35677.15	1	Reagenzgläser 16/160 mm, 2 aus	37656.10	1
Verschlußkappen GL 25, 2 aus	41221.03	1	Reagenzglasgestell	37686.00	1
Liebigkühler mit Aufsatz, GL 18/8	35817.15	1	Pasteurpipetten, 2 aus	36590.00	1
Tropftrichter, 50 ml, GL 18	35853.15	1	Gummihütchen, 2 aus	39275.03	1
Rundkolben, 50 ml, GL 25/12	35840.15	5	Bromfüller	45100.00	1
Destilliervorlage für 4 Kolben, GL 25/12	35869.15	1	Gummihandschuhe, Gr. 10, 1 Paar	39324.00	1
Kristallisierschale, 500 ml	36245.00	1	Teclubrenner für Erdgas	32171.05	1
Laborthermometer mit Tauchschaft, $-10...250^{\circ}\text{C}$	38061.01	1	Sicherheitsgasschlauch	39281.10	1
Magnetrührer mit Heizplatte und Thermometeranschluß	35711.93	1	Anzünder für Erd- und Flüssiggas	38874.00	1
Magnetrührstäbchen, 2 aus	35680.02	1	Schlauschellen, $d = 12...20$ mm	40995.00	2
			Schlauschellen, $d = 8...12$ mm, 2 St.	40996.00	2
			Löffel mit Spatelstiel, Edelstahl	33398.00	1
			Glasstäbe, $l = 300$ mm, 1 aus	64869.03	1

Abb. 1



Spritzflasche, 500 ml	33931.00	1
Gummischlauch, $d_i = 6$ mm	39282.00	3
Gummischlauch (Vakuum), $d_i = 6$ mm	39286.00	2
Siliconöl für Heizbad, 500 ml	31849.50	1
Dichlormethan, 250 ml	31255.25	1
Toluol, 250 ml	30236.25	1
Brom, 50 ml	30046.10	1
Zinkchlorid, trocken, 250 g	31983.25	1
Silbernitrat, 15 g	30222.00	1
Salpetersäure 65%ig, 1000 ml	30213.70	1
Kupfer, Blech, 0,1 mm dick, 100 g	30117.10	1
Wasser, dest., 5 l	31246.81	1
Aluminium-Haushaltsfolie		

Erste Hilfe: Betroffene Haut sofort mit viel Wasser und Ethanol (auch Petroleum, Petroleumbenzin o.ä. möglich) spülen. Nach dem Einatmen: Frischluft. Konzentrierte Säuren sind stark ätzend. Sie zerstören Haut und Textilien. Beim Verdünnen erst das Wasser, dann die Säure (Schutzbrille, Laborkittel, Handschuhe).

Erste Hilfe: Betroffene Haut, Augen bei gut geöffnetem Lidspalt mit viel Wasser gründlich spülen.

Entsorgung: Lösungen mit Wasser verdünnen, neutralisieren (pH 6 - 8) und wegspülen.

Dichlormethan (Methylenchlorid) ist eine farblose, wenig wasserlösliche Flüssigkeit, die sich an offenen Flammen und heißen Oberflächen ($\geq 120^\circ\text{C}$) unter Bildung reizender, korrosiver Stoffe zersetzt. Entfettung der Haut. Wirkt bei Aufnahme in niedriger Konzentration durch die Erhöhung des Kohlenstoffmonoxidspiegels im Blut.

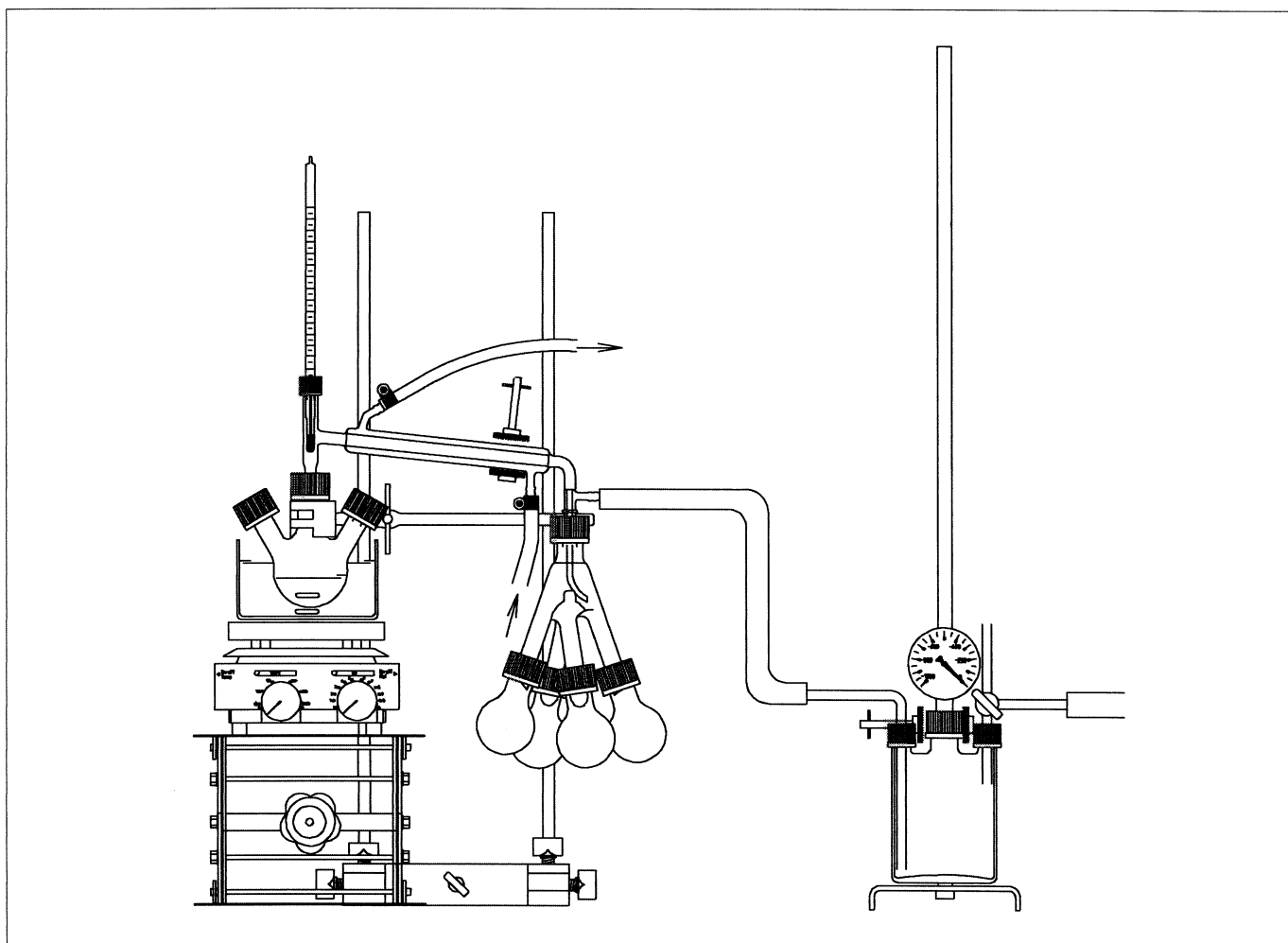
Erste Hilfe: Betroffene Haut mit Wasser und Seife gründlich waschen. Spritzer in die Augen bei gut geöffnetem Lidspalt verdunsten lassen (vorsichtig Blasen) und dann mit Wasser spülen.

Sicherheitshinweis

Experimente mit Brom sind stets unter dem Abzug durchzuführen. Bromdämpfe reizen die Schleimhäute und rufen Entzündungen hervor. Flüssiges Brom ätzt die Haut.

Brom ist unter Verschluss aufzubewahren. Beim Umfüllen von Brom Handschuhe tragen.

Abb. 2



Nach dem Einatmen: Frischluft.

Entsorgung: Halogenhaltige Verbindungen und Lösungen werden getrennt von anderen organischen Substanzen in einem eigenen, gekennzeichneten Behälter gesammelt.

Lösungen, die Schwermetallionen enthalten, in einem Behälter für Schwermetallsalzlösungen sammeln. Feste Rückstände, die Schwermetalle bzw. deren Ionen enthalten, werden ebenfalls in diesem Behälter gesammelt.

Silberhaltige Lösungen und Feststoffe werden in einem eigenen Behälter gesammelt (Aufarbeitung des Silbers zu Silbernitrat).

Durchführung

Um die Reaktion unter Lichtausschluß verlaufen zu lassen, wird der Destillationskolben, soweit er nicht in das Heizbad eintaucht und der Tropftrichter mit Aluminiumhaushaltsfolie umwickelt. Der Destillatkolben wird zu zwei Dritteln mit Dichlormethan gefüllt. Von der Olive des Vakuumvorstoßes führt ein Gummischlauch bis zum Rand eines zu drei Vierteln mit Wasser gefüllten Becherglases.

In den Dreihalskolben füllt man dann etwa 40 ml Toluol und eine Spatelspitze wasserfreies Zinkchlorid. Der Tropftrichter wird mit einer Lösung aus 10 ml Brom und 10 ml Toluol beschickt und der dritte Hals am Kolben mit einer Verschlusskappe GL25 versehen. Unter Rühren tropft man die Bromlösung langsam zum Kolbeninhalt. Nach dem Einsetzen der Reaktion strömt ein Gas durch die Apparatur, das vom Dichlormethan in der Vorlage gewaschen und vom Wasser im Becherglas absorbiert wird.

Sobald die Reaktion beendet ist, entfernt man den Tropftrichter vom Dreihalskolben und verschließt diesen Hals ebenfalls mit einer Verschlusskappe. Den 50-ml-Rundkolben wechselt man gegen einen Vorstoß mit vier 50-ml-Rundkolben und destilliert das Reaktionsgemisch im Wasserstrahlpumpenvakuum.

Einige Tropfen des Destillates werden auf ein ausgeglühtes Stück Kupferblech gegeben und über einer entleuchteten Brennerflamme erhitzt.

Einen Teil der wäßrigen Lösung des Becherglases säuert man in einem Reagenzglas mit verdünnter Salpetersäure an und versetzt diesen mit einer wäßrigen Silbernitratlösung.

Zur Kontrolle wird eine Probe Toluol in einem Reagenzglas mit etwas Brom versetzt und durchgeschüttelt.

Ergebnis

Bereits nach kurzer Zeit setzt eine immer stärker werdende Reaktion ein. Das entstehende Gas löst sich unter Schlierenbildung im Wasser des Becherglases. Aus der angesäuerten Probe fällt mit Silbernitratlösung ein gelblicher Niederschlag aus.

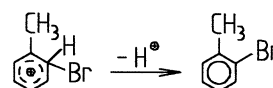
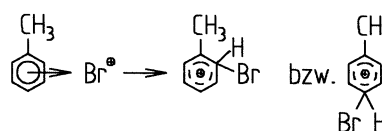
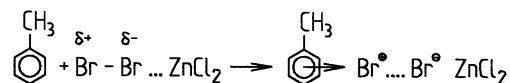
Die bei der Gasentwicklung eventuell mitgerissenen Bromdämpfe werden im Dichlormethan gelöst.

Im Wasserstrahlpumpenvakuum (ca. 20 hPa) destilliert eine Flüssigkeit bei 60°C über, deren Beilsteinprobe positiv ausfällt.

Das mit Brom versetzte Toluol entfärbt sich mit der Zeit ebenfalls. Die Reaktion erfolgt jedoch vergleichsweise sehr langsam.

Deutung

Brom wird durch die Lewisäure Zinkchlorid polarisiert und damit aktiviert. Es kann sich über verschiedene komplexe Zwischenstufen ionisch an den Toluolkern anlagern. Unter Abspaltung von Bromwasserstoff entsteht so ein Bromtoluol, das Produkt einer Kernbromierung.



In Abwesenheit eines Katalysators und unter Lichteinfluß erfolgt dagegen über radikalische Zwischenstufen eine Seitenketten Bromierung. Über eine Veränderung der Reaktionsbedingungen kann die Reaktion gezielt gesteuert werden.

Merkspruch:

Kälte, Katalysator → Kern (KKK)

Siedehitze, Sonnenlicht → Seitenkette (SSS)

**CT
35.3**

Kernbromierung von Toluol



Raum für Notizen