



# PROTOKOLL ORGANISCHE CHEMIE III

## Addition von Brom an Styrol zu 1,2-Dibrom-1-phenylethan

### Teilnehmer:

Roman-Luca Zank

<b>Protokollführer:</b>	Roman-Luca Zank
<b>Datum der Versuchsdurchführung:</b>	24.03.2021
<b>Abgabe:</b>	17.03.2021

Merseburg den 17.03.2021

# 1 Einleitung und Versuchsziel

Im folgenden Versuch wird aus Styrol und Brom in Anwesenheit von Cyclohexan 1,2-Dibrom-1-phenylethan dargestellt. Hauptsächlich wird in diesem Versuch die arbeitsmethodische Kenntnis zum Umkristallisieren benötigt. Das entsprechende Produkt wird mittels Schmelzpunkt untersucht und so die einzelnen Fraktionen miteinander verglichen. Weiterhin erfolgt in diesem Protokoll die Diskussion, wie sich weitere denkbare Reaktionsprodukte mittels spektroskopischer Daten und einfachen Versuchen ausschließen lassen.

Nachfolgend ist der Mechanismus, der Reaktion zu 1,2-Dibrom-1-phenylethan dargestellt.

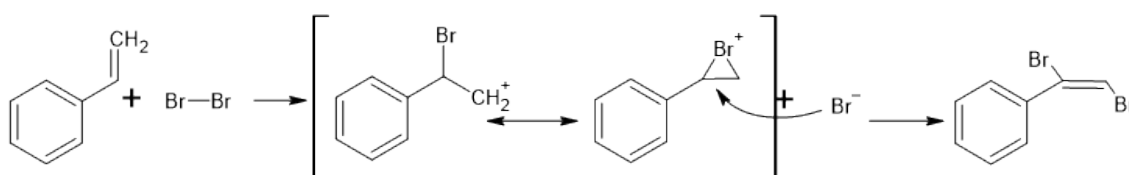


Abb. 1: Mechanismus der Addition von Brom an Styrol

## 2 Geräte und Chemikalien

### Geräte:

- Magnetrührer mit Heizplatte und Rührfisch
- 250 mL-Einhalskolben
- Tropftrichter
- BÜCHNER-Trichter
- Tonteller

### Proben/Chemikalien:

- 11,5 mL frisch destilliertes Styrol
- 150 mL Cyclohexan
- kaltes Wasserbad
- 5 mL Brom
- Wasser
- Ethanol
- Essigsäureethylester

# 3 Versuchsdurchführung

## Durchführung:

Zu Beginn wurde in einem 250 mL mit Magnetrührer 11,5 mL frisch destilliertes Styrol in 100 mL Cyclohexan vorgelegt. Die Mischung wurde 10 min unter Rühren in einem 8-10 °C kalten Wasserbad gekühlt. Danach tropft man eine Mischung aus 50 mL Cyclohexan und 5 mL Brom dazu. Durch die Reaktion des Broms an die Doppelbindung des Styrols ist ein Verschwinden des rotbraunen Bromdampfes zu beobachten. Die Lösung verfärbt sich dabei mit der Zeit hellbraun. Zuletzt wurde die Mischung weitere 15 min bei Raumtemperatur gerührt und ein Feststoff fällt als Produkt aus.

## Isolierung und Reinigung:

Das ausgefallene Produkt wurde mit einem BÜCHNER-Trichter abgesaugt. Der Rückstand wird ausgepresst und stellt die erste Produktfraktion dar. Für die zweite Produktfraktion wurde aus dem Filtrat das Lösemittel mit Hilfe eines Rotationsverdampfers bei verminderten Druck abdestilliert.

Danach wurden beide Fraktionen auf einem Tonteller unter einem Abzug für eine Stunde getrocknet. Nach der Trocknung wurden die Fraktionen ausgewogen und die Schmelzpunkte bestimmt. Beide Fraktionen sind danach zu einem Rohprodukt zusammengeführt worden.

Es folgte die Prüfung der Löslichkeit des Rohprodukts. Hierfür werden je 500 mg des Rohproduktes in 1 mL Lösungsmittel (Wasser, Ethanol, Essigsäureethylester) gelöst.

Zur Aufreinigung des Rohproduktes schloss sich der Löslichkeitsprüfung eine Umkristallisation an. Hierfür wurde zunächst ein Gemisch von Ethanol und Wasser im Verhältnis 7:3 hergestellt. Für die eigentliche Umkristallisation wurde 1 g des Rohproduktes und 7 mL des Ethanol-Wasser-Gemisches in einen 50 mL Kolben gegeben. Der Inhalt des Kolbens wurde unter Rückfluss erhitzt bis sich der Kolbeninhalt gelöst hatte. Die Lösung wurde danach zuerst auf Raumtemperatur und dann im 8-10 °C kalten Wasser abgekühlt. Das auskristallisierte, gereinigte Produkt ist dann mit einem HIRSCH-Trichter abgesaugt worden. Zum Schluss wurde mit kaltem Ethanol-Wasser-Gemisch nachgespült. Das Produkt ist danach ausgewogen worden.

## Entsorgung

Alle mit Brom verunreinigten Geräte wurden unter dem Abzug liegen gelassen, um das restliche Brom abdampfen zu lassen. Die wasserfreie Mutterlauge, welche bei der Umkristallisation und den Löslichkeitsprüfungen entstanden, wurden im Behälter für halogenhaltige Abfälle entsorgt. Das Lösemittel, welches mittels Rotationsverdampfer getrennt wurde, ist dem Recycling zugeführt worden.

# 4 Ergebnisse

## Schmelzpunkt

## Löslichkeitsprüfung

## Ausbeute

Die zu Beginn des Versuches abgemessenen 11,5 mL frisch destilliertes Styrol und 5,0 mL Brom entsprachen Stoffmengen von jeweils 0,1 mol. Die Massen der jeweiligen Produktfraktionen wurden eingewogen und sind in Tabelle 1 aufgeführt. Molare Massen möglicher Nebenprodukte (siehe Abb. ??) und des Hauptproduktes (1,2-Dibrom-1-phenylethan) sind mit  $182 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$  und  $262 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$  bestimmt worden.

Tab. 1: Massen der Produktfraktionen für die Bromierung von Styrol

Fraktion	Masse	Stoffmenge	Notiz
Ansatz	-	0,1 mol	-
Produktfraktion 1			
Produktfraktion 2			
Rohprodukt			Summe aus Fraktion 1+2
Produkt			aus 1 g Rohprodukt
theoretisches Produkt			theoretisch, mögliches, reines Produkt

Aus diesen Angaben ergeben sich die folgenden Berechnungen zur Ausbeuteberechnung:

## Berechnung der Masse des Rohproduktes

→ analoge Berechnung für die Stoffmenge

$$\begin{aligned} m_{RP} &= m_{F1} + m_{F2} \\ &= \\ &= \end{aligned} \quad (1)$$

## Berechnung des Umsatzgrades in Rohprodukt

$$\begin{aligned} \eta_{F1} &= \frac{n_{F1}}{n_{\text{Br}_2}} = \\ \eta_{F2} &= \frac{n_{F2}}{n_{\text{Br}_2}} = \\ \eta_{RP} &= \frac{n_{F1} + n_{F2}}{n_{\text{Br}_2}} = \end{aligned} \quad (2)$$

## Berechnung des Verunreinigungsgrades

$$\begin{aligned}\eta_V &= \frac{m_P(1\text{ g})}{m_{RP}(1\text{ g})} \\ &= \\ &= \end{aligned} \quad (3)$$

## Berechnung des theoretischen Hauptproduktes im Rohprodukt

$$\begin{aligned}n_P &= \frac{\eta_V \cdot m_{RP}}{M_P} \\ &= \\ &= \end{aligned} \quad (4)$$

## Berechnung des theoretisch möglichen Umsatzgrades für das Hauptprodukt nach einer Umkristallisation

$$\begin{aligned}\eta &= \frac{n_P}{n_{\text{Br}_2}} \\ &= \end{aligned} \quad (5)$$

$$\begin{aligned}\eta &= \frac{n_{\text{Ester}}}{n_{\text{n-Hexanol}}} = \frac{m_{\text{Ester}}}{n_{\text{n-Hexanol}} \cdot M_{\text{Ester}}} \\ &= \frac{112,98\text{ g}}{1,00\text{ mol} \cdot 144,21\frac{\text{g}}{\text{mol}}} \\ &= \underline{78,3\%} \end{aligned} \quad (6)$$

# 5 Diskussion der Ergebnisse

Löslichkeitsdiskussion

Schmelzpunktdiskussion

Die Ausbeute von 78,3 % wird vermutlich hauptsächlich durch Rückstände in den jeweiligen Messgeräten und Apparaturen zu erklären sein.

Diskussion von verschiedenen Produkten

Lösemittelabhängigkeit für die Addition

# Literatur

- [1] MERCK: *Sicherheitsdatenblatt Hexalacetat*. [https://www.merckmillipore.com/INTERSHOP/web/WFS/Merck-DE-Site/de\\_DE/-/EUR/ShowDocument-File?ProductSKU=MDA\\_CHEM-820555&DocumentId=820555\\_SDS\\_DE\\_DE.PDF&DocumentType=MSD&Language=DE&Country=DE](https://www.merckmillipore.com/INTERSHOP/web/WFS/Merck-DE-Site/de_DE/-/EUR/ShowDocument-File?ProductSKU=MDA_CHEM-820555&DocumentId=820555_SDS_DE_DE.PDF&DocumentType=MSD&Language=DE&Country=DE), Abruf: 2020-12-09