



# 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.

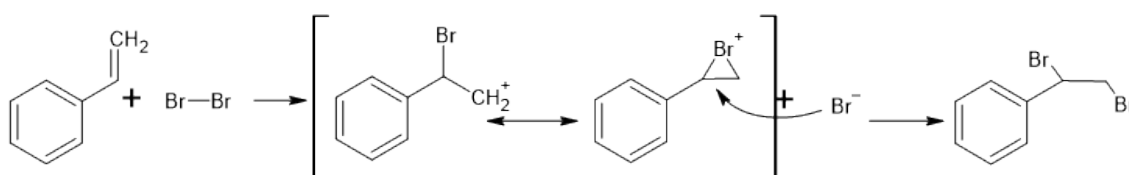


Abb. 1: Mechanismus der Addition von Brom an Styrol

## 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

Tab. 1: Schmelzpunkte der Produktfraktionen

Fraktion	Fraktion 1	Fraktion 2
Schmelzpunkt in [°C]		

## Löslichkeitsprüfung

Tab. 2: Löslichkeit des Rohproduktes in Wasser, Ethanol und Essigsäureethylester

Lösemittel	Wasser	Ethanol	Essigsäureethylester
Rohprodukt	nicht löslich	schwer löslich	löslich

## 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 3 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. 3: 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

$$\begin{aligned} \eta_{F1} &= \frac{n_{F1}}{n_{Br2}} = \\ \eta_{F2} &= \frac{n_{F2}}{n_{Br2}} = \\ \eta_{RP} &= \frac{n_{F1} + n_{F2}}{n_{Br2}} = \end{aligned} \quad (2)$$

## 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

$$\begin{aligned} \eta &= \frac{n_P}{n_{Br2}} \\ &= \end{aligned} \quad (5)$$

## 5 Diskussion der Ergebnisse

Beginnend mit den Versuchen zur Löslichkeit des Produktes ließ sich feststellen, dass sich das Produkt nicht in Wasser, zum Teil in Ethanol und vollständig in Essigsäureethylester löste. Grund hierfür werden die unterschiedlichen Polaritäten der Lösemittel sein. Da das Produkt selbst, durch seine aromatische Struktur (siehe Abb. 1) eher unpolar ist, neigt es dazu sich auch eher in unpolaren Lösemitteln zu lösen. Dies bestätigt sich mit der Tatsache, dass Essigsäureethylester das unpolarste Lösemittel ist und sich dort eine gute Löslichkeit verzeichnen lässt. Ebenso ist die umgekehrte Begründung wirksam, dass im vergleichsweise, polarsten Lösungsmittel sich das unpolare Produkt am schlechtesten lösen lässt.

**Lösemittelabhängigkeit für die Addition** ?cyclohexan: aprotisches Lösemittel → keine Abgabe von  $H^+$  → keine Reaktion mit  $Br^-$  ?wasser/Ethanol: protisch LM → Abgabe von  $H^+$  → Reaktion zu  $HBr$

### Schmelzpunktdiskussion

Höher bei mehr Halogenen, da mehr Dipol-Dipol Wechselwirkungen und höhere Van der Waals WW höhere Masse durch Halogene

### Diskussion von verschiedenen Produkten

An dieser Stelle wird das auftreten von Nebenprodukten in diesem Versuch diskutiert. Diese gelten als Verunreinigungen für das Hauptprodukt (1,2-Dibrom-1-phenylethan). In dieser Diskussion wird angenommen, dass in diesem Versuch neben der gewünschten Additionsreaktion ebenfalls eine Substitutionsreaktion auftritt. Diese kann auftreten, wenn die Reaktion bei hohen Temperaturen abläuft oder das Brom radikalisch durch Absorption von Photonenenergie zerfällt (Stichwort: radikalische Substitution). In Abb. ?? sind mögliche Nebenprodukte einer solchen Substitution dargestellt.

**Bilder für Nebenprodukte fehlen!** Unterscheiden lassen sich Haupt- und Nebenprodukt durch die unterschiedlichen Schmelzpunkte der Verbindungen. Diese unterscheiden sich stark siehe **Verweis !**. Somit könnte die Fraktionen allein durch die Schmelzpunkte einfach unterschieden werden.

Es gibt jedoch auch noch die Möglichkeit massenspektroskopisch die Verbindungen zu unterscheiden. Da die Nebenprodukte und das Hauptprodukt sich in einem Bromatom unterscheiden, würde sich in einer MS-Analyse ein Unterschied in den Molaren Massen der Proben ergeben. Das Hauptprodukt hätte hierbei die höhere molare Masse.

Die Ausbeute von **0,0 %** wird vermutlich hauptsächlich durch Rückstände in den jeweiligen Messgeräten und Apparaturen zu erklären sein. **unvollständiger Stoffumsatz ??**

# 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