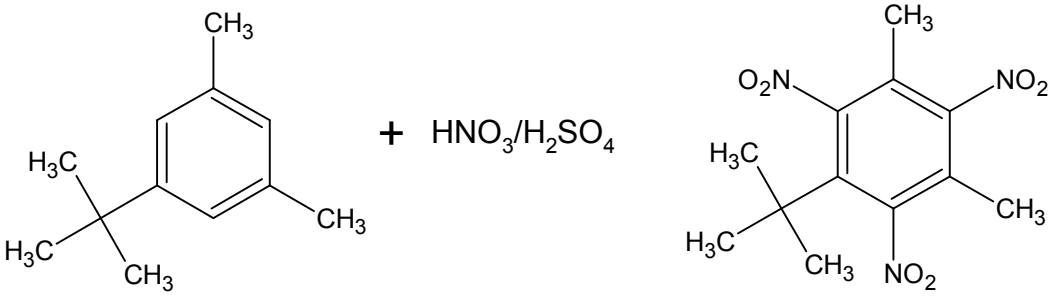
Schulversuch-Protokoll

26.12.2007 Jan gr. Austing

1) Versuchsbezeichnung:

Nitrierung von 4-tert.-Butyl-m-Xylol zu Xylolmoschus

2) Reaktionsgleichung:



3) Chemikalien:

Stoffbezeichnung	Smp./Sdp. [°C]	Gefahren-symbole	R- und S-Sätze	Menge
4-*tert*.-Butyl-*m*-Xylol			R: S:	
konz. Salpetersäure w = 0,65		C, O	R: 8-35 S:1/2-23-26-36-45	25 mL
konz. Schwefelsäure, w = 0,97-0,99		C	R: 35 S: 26-30-36/37/39-45	25 mL

4) Geräte:

- 400 mL- Erlenmeyerkolben
- Magnetrührer mit Hebebühne und Rührfisch
- 600 mL- Becherglas
- Pasteur- Pipette

5) Versuchsskizze/Foto(s):

Reaktionsgemisch nach Nitrierung

Filter mit Xylolmoschus

6) Versuchsdurchführung/ Beobachtungen:

Zunächst wird die Nitriersäure hergestellt. Dazu wird in einem 400 mL- Erlenmeyerkolben, der in einem Eisbad steht, 25 mL konz. Salpetersäure vorgekühlt. Langsam werden nun 25 mL konz. Schwefelsäure hinzugefügt.

Unter schwachem Rühren wird nun langsam 4-*tert*.-Butyl-*m*-Xylol zugetropft, welches z.B. in dem Reaktionsgemisch der Friedel-Crafts-Alkylierung von m-Xylol mit Isobuten vorliegt (siehe Praxis der Naturwissenschaften 3/51, 2002, S.6-10). Es ist wichtig, dass das Zutropfen langsam in kleinen Portionen erfolgt, die nach dem Zutropfen sich bräunende Lösung muss immer wieder nach kurzer Zeit eine gelbliche Farbe annehmen. Geschieht die Zugabe zu schnell, so erfolgt eine keine Farbänderung mehr nach gelb, die Lösung bleibt braun (so auch bei mir, siehe Foto), es entstehen hauptsächlich die mono- und dinitrierten Derivate.

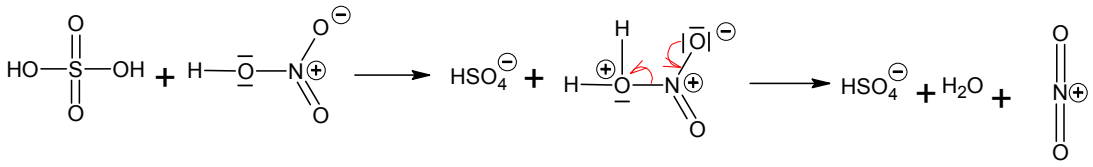
Nachdem die Reaktion beendet ist, wird der Kolbeninhalt in ein mit Eiswasser gefülltes Becherglas gegossen. Der ausgefallene gelbe Feststoff wird abgesaugt, er sollte einen angenehmen, intensiven Geruch haben.

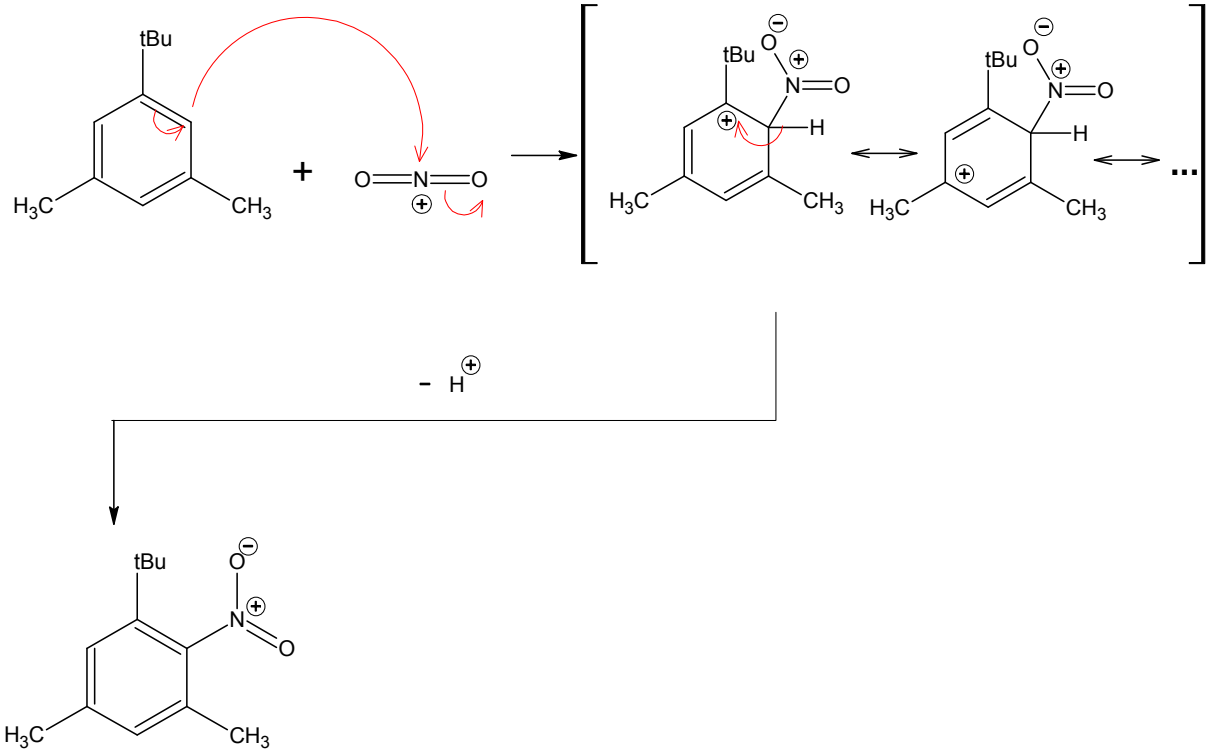
7) Entsorgung:

Die Reaktionslösungen werden neutral (!) in die organischen Lösungsmittelabfälle gegeben.

8) Auswertung der Versuchsergebnisse (fachlich):

Die Nitrierung am (aktivierten) 4-*tert*.-Butyl-*m*-Xylol ist eine elektrophile aromatische Substitution und verläuft nach folgendem Mechanismus (exemplarisch die erste Nitrierungsstufe):





9) <u>Methodisch-didaktische Analyse:</u>

Zeitaufwand (wenn 4-*tert*.-Butyl-*m*-Xylol bereits vorhanden): Vorbereitung 10 min, Durchführung 15 min, Nachbereitung 10 min.

Geräte und Chemikalien sollten in einer normalen Schule zu finden sein.

Anhand des intensiven Geruchs des Moschus kann der neue Stoff gut identifiziert werden.

Wenn man das 4-*tert*.-Butyl-*m*-Xylol nur langsam hinzutropft, sollte der Versuch gelingen, leider hatte ich nicht die Geduld und habe zu schnell zugetropft, sodass sich die braune Lösung nicht mehr entfärbte und somit kein gelber Feststoff ausfiel. Trotzdem konnte ein besonderer Duft wahrgenommen werden, auch war der Filter leicht gefärbt.

Im Rahmen der Reaktionen an Aromaten kann durch diesen Versuch (und den vorherigen Versuch, die Darstellung des 4-*tert*.-Butyl-*m*-Xylol, siehe Praxis der Naturwissenschaften 3/51, 2002, S.6-10) die elektrophile Substitution am Aromaten anhand einer Nitrierung nachvollzogen werden. Das neue Produkt kann anhand des Geruches erkannt werden. Der Xylolmoschus hat (bzw. hatte) auch große technische Bedeutung als Parfümierstoff, dadurch ist ein Praxisbezug hergestellt.
Aufgrund der Notwendigkeit, dass man das 4-*tert*.-Butyl-*m*-Xylol nur langsam zutropfen lassen darf, damit der Versuch erfolgreich verläuft, würde ich diesen Versuch als Lehrerversuch durchführen.

10) Literatur:

- Praxis der Naturwissenschaften 3/51, 2002, S.6-10