## Einleitung

## Prinzip

## Schlüsselwörter

Alkan, dimere Strukturen, Grignard Verbindungen, Halogenalkane, Magnesium, Nucleophilie, Wasser

## Lernziel


PHYWE Systeme GmbH & Co. KG © All rights reserved

## Material

| | | |
|---|---|---|
| 1 | H-Fuß "PASS" | 02009-55 |
| 2 | Stativstange, *l* = 600 mm | 02037-00 |
| 1 | Bunsenstativ, *h* = 750 mm | 37694-00 |
| 6 | Doppelmuffe | 37697-00 |
| 6 | Universalklemme | 37715-00 |
| 1 | Rundkolben, 100 ml, 3-Hals, GL | 35677-15 |
| 1 | Rundkolben, 100 ml, GL25/12 | 35841-15 |
| 1 | Tropftrichter, 50 ml, GL 18 | 35853-15 |
| 1 | Trichter für Gleichdruckgasentwickler, GL 18 | 35854-15 |
| 1 | Dimroth-Kühler, GL 25/12 | 35816-15 |
| 1 | Dichtungen für Verbindungskappen GL25/8, 1 aus | 41242-03 |
| 2 | Trockenrohr, gerade, 1 Kugel, SB 19 | 36941-00 |
| 1 | Dreiweghahn, T-förmig | 36731-00 |
| 1 | Gasometer, 1000 ml | 40461-00 |
| 1 | Plastikbeutel mit Schlauch, 1 aus | 40469-00 |
| 1 | Schlauchklemme, b = 15 mm | 43631-15 |
| 1 | Meßzylinder, 100 ml | 36629-00 |
| 1 | Magnetrührer, mini, regelbar | 35712-93 |
| 1 | Magnetrührstäbchen, 2 aus | 35680-02 |
| 1 | Entfernungsstab für Rührstäbchen | 35680-03 |
| 1 | Laborthermometer, - 10 ... 100°C | 38056-00 |
| 1 | Digitales Barometer | 03099-00 |
| 1 | Laborwaage mit Datenausgang, 620g | 45023-93 |
| 3 | Gummmischlauch, '" = 6 mm | 39282-00 |
| 2 | Schlauchschellen, d = 8 ... 12 mm, 2 St. | 40996-00 |
| 1 | Filterstativ für 2 Trichter | 33401-88 |
| 1 | Trichter, *do* = 80 mm | 34459-00 |
| 1 | Rundfilter, *d* = 150 mm, 1 aus | 32977-06 |
| 1 | Pulvertrichter, do = 65 mm | 34472-00 |
| 1 | Löffel mit Spatelstiel, Edelstahl | 33398-00 |
| 1 | Mikrospatellöffel, Edelstahl | 33393-00 |
| 1 | Spritzflasche, 500 ml | 33931-00 |
| 1 | Gummistopfen 22125, 1 Bohrung 7 mm | 39255-01 |
| 1 | Quarzglaswolle, 10g | 31773-03 |
| 1 | Calciumchlorid, wasserfrei, 250g | 31173-25 |
| 1 | 1-Brompropan, 250 ml | 31756-25 |
| 1 | Tetrahydrofuran, 1000 ml | 37883-70 |
| 1 | Kaliumhydroxid, Plätzchen, 500g | 30103-50 |
| 1 | Magnesium, Späne, 50g | 30134-05 |

## Sicherheitshinweis


PHYWE Systeme GmbH & Co. KG © All rights reserved

**Handschuhe und Schutzbrille tragen!**

Tetrahydrofuran ist eine leichtentzündliche, mit Wasser mischbare Flüssigkeit, deren Dämpfe mit Luft explosionsfähige Gemische bilden können. THF reizt Haut, Augen und Atemwege. Systemische Vergiftungen sind nicht bekannt.

1-Brompropan wirkt reizend auf Haut und Augen. Vergiftungsgefahr beim Einatmen.

Wasserfreies Kaliumhydroxid wirkt stark ätzend auf Haut, Augen und Schleimhäute. Stäube und Nebel reizen die Atemorgane. Bei Verätzungen Gewebezerstörungen mit starken Schmerzen.

*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.

Nach dem Einatmen: Frischluft.

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

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

## Aufbau und Durchführung

Zur Trocknung von Tetrahydrofuran füllt man dieses in eine Flasche und gibt soviel Kaliumhydroxidplätzchen dazu, daß der Boden etwa 1 bis 2 cm hoch bedeckt ist, verschließt die Flasche und schüttelt gut durch. Während des Schüttelns sollte man den Verschluss gelegentlich öffnen, um möglichen Überdruck zu vermeiden. Die Kaliumhydroxidplätzchen können in der Flasche verbleiben. (Man kann die Kaliumhydroxidplätzchen auch in die Originalflasche füllen und hat dann immer getrocknetes THF).

Die Trockenrohre beschickt man mit wasserfreiem Calciumchlorid, das durch Quarzglaswolle gesichert ist.

In den Dreihalskolben mit Tropftrichter und Dimrothkühler fügt man zu 50 ml trockenem Tetrahydrofuran etwa 3,6 g Magnesiumspäne hinzu.

Das Kühlwasser wird angestellt und man tropft unter Rühren 1 ,23 g 1-Brompropan aus dem Tropftrichter vorsichtig in den Dreihalskolben. Sollte die Reaktion nach den ersten Tropfen nicht anspringen (Tetrahydrofuran beginnt zu sieden), unterbricht man das Zutropfen und gibt in die Reaktionsmischung ein Plättchen kristallines Iod. Nach dem Einsetzen der Reaktion wird dann das restliche 1-Brompropan langsam zugetropft. Man läßt erkalten und filtriert die Lösung rasch von den übriggebliebenen Magnesiumspänen in einen 10Q-ml-Rundkolben ab. Dieser Rundkolben wird sofort mit dem Gleichdruckgasentwicklertrichter verbunden, aus dem man anschließend unter Rühren vorsichtig Wasser zur Grignard-Lösung tropft. Das entweichende Gas wird, nachdem die Luft aus der Apparatur verdrängt ist, im Gasometer aufgefangen.


PHYWE Systeme GmbH & Co. KG © All rights reserved

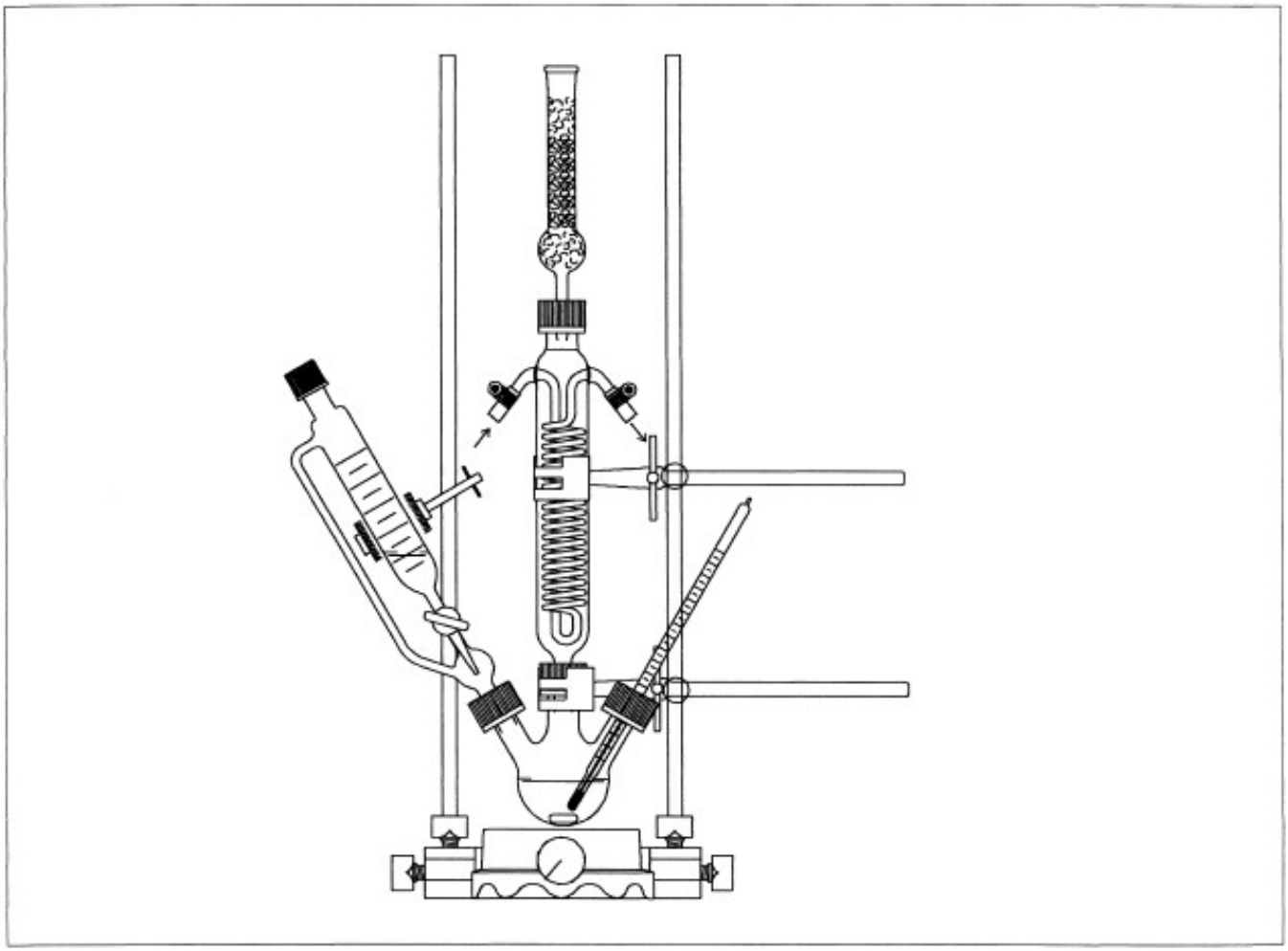

Abb. 1

Soll die molare Masse des Gases bestimmt werden, empfiehlt es sich, vor Versuchsbeginn am Gasometer gemäß der Bedienungsanleitung ein Volumen einzustellen, das unter Standardbedingungen genau einem Liter entspricht (vergl. Versuch CT 34.1). Dieses genormte Volumen des unbekannten Gases wird in den Plastikbeutel (Schlauch am Beutel auf etwa 10 cm Länge kürzen) gedrückt. Man verschließt das Zuführungsschlauchstück mit einer Schlauchklemme und wiegt den gefüllten Plastikbeutel. Aus der Differenz dieser Masse zur bekannten Masse des leeren Beutels (Masse der Schlauchklemme nicht vergessen) erhält man bei Berücksichtigung des Auftriebs die Litermasse des Gases. Die Umrechnung auf das molare Volumen eines idealen Gases ergibt in guter Näherung die molare Masse des Gases.


PHYWE Systeme GmbH & Co. KG © All rights reserved

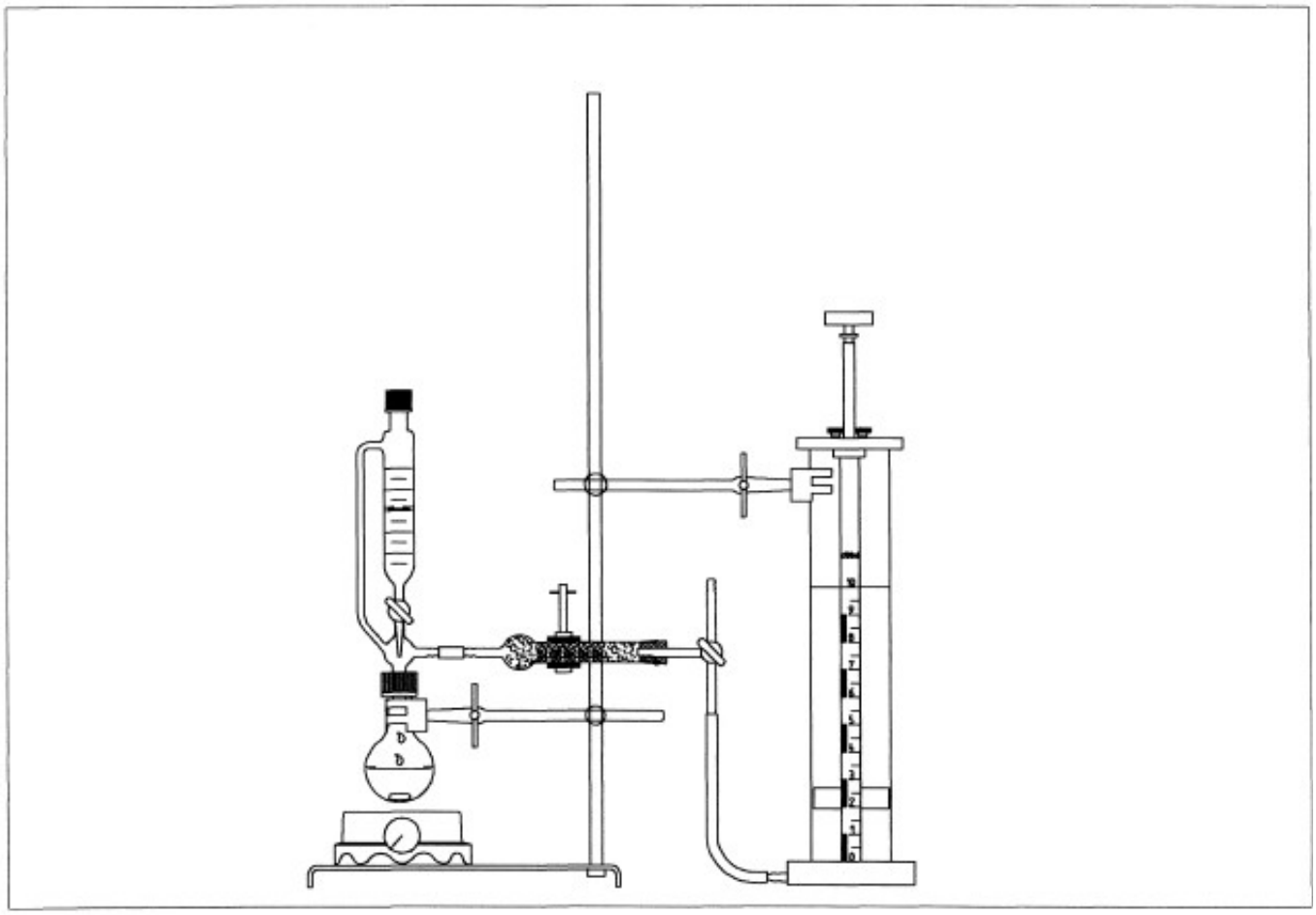

Abb. 2

## Beobachtung und Auswertung

### Beobachtung

Tropft man 1-Brompropan zum Gemisch aus Tetrahydrofuran und Magnesiumspänen, so erwärmt sich das Lösungsmittel bis zum Sieden.

Die Bestimmung der molaren Masse des Gases ergibt aus den Wägungen beispielsweise eine Massendifferenz von 0,711 g. Da ein Liter Luft unter Normalbedingungen 1 ,293 g wiegt, beträgt die Masse des Gases 2,004 g. Die Umrechnung auf molare Größen ergibt daraus 44,9 g/mol.

### Auswertung

Halogenalkane reagieren mit Magnesium zu sogenannten Grignard-Reagenzien der allgemeinen Formel RMgX. Mit X = Bromid oder Iodid verläuft die Reaktion am besten.

Chloride sind in der Regel reaktionsträge und erfordern für die Umsetzung höhere Temperaturen und längere Reaktionszeiten. Die von Victor Grignard entdeckten Verbindungen

liegen wahrscheinlich als dimere Strukturen vor. Der Einfachheit halber wird die Schreibweise RmgX beibehalten. Die Kohlenstoff-Magnesiumbindung in den Grignardreagenzien ist stark polarisiert, wobei das Kohlenstoffatom eine negative Partialladung trägt. Dies bedingt eine große Reaktivität gegenüber positiv polarisierten Zentren in anderen Molekülen (Nucleophilie). Mit Wasser entsteht in einem irreversiblen Schritt ein Alkan.


PHYWE Systeme GmbH & Co. KG © All rights reserved

$$RMgX + H_2O \longrightarrow RH + Mg(OH)X$$

Die Reaktionsfolge des Versuches wäre somit

$$n\text{-}C_3H_7Br + Mg \longrightarrow n\text{-}C_3H_7MgBr$$

$$n\text{-}C_3H_7MgBr + H_2O \longrightarrow C_3H_8 + Mg(OH)Br \quad .$$

**Daten**

| | |
|---|---|
| Litermasse Luft: | 1,293 g/l |
| molares Gasvolumen: | 22,414 l/mol |
| Molmasse Propan: | 44,10 g/mol |


PHYWE Systeme GmbH & Co. KG © All rights reserved