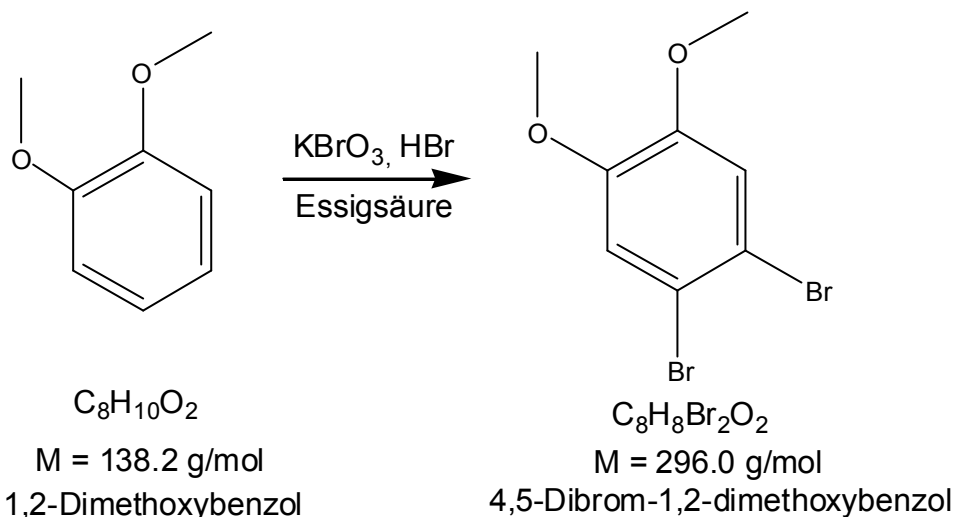


Darstellung von 4,5-Dibrom-1,2-dimethoxybenzol
Präparat 3

1. **Reaktionstyp:** elektrophile aromatische Substitution
2. **Reaktionsgleichung:**



3. **Durchführung der Reaktion:**

3.1 **Berechnung des Ansatzes:**

Es wurde der Literaturansatz für 30 mmol verwendet. Die Literaturausbeute^[1] beträgt 61 %.

	1,2-Dimethoxybenzol	Kaliumbromat	Bromwasserstoffsäure	konz. Essigsäure
Literatur ^[1] = eigener Ansatz	4.15 g (30 mmol)	3.34 g (20 mmol)	12 ml (105 mmol)	40 ml (0.71 mol)

3.2 **Durchführung:**

In einem 250 ml Zweihalsrundkolben mit Thermometer und Magnetührstab wurden 4.15 g (30 mmol) 1,2-Dimethoxybenzol in 40 ml Essigsäure gelöst. Zu dieser Lösung wurden 3.34 g (20 mmol) Kaliumbromat gegeben. Anschließend wurde bei Raumtemperatur 12 ml (105 mmol) Bromwasserstoffsäure zugetropft, dabei wurde mit einem Eisbad gekühlt, sodass die Temperatur 45°C nicht überstieg. Nach 30 min. wurde die Reaktionsmischung in ein Eisbad gegeben und wiederum 15 min gerührt.

Der entstandene Niederschlag wurde abfiltriert und mit 0.2 M Natriumdisulfidlösung und anschließend mit Wasser gewaschen.

Dieses Rohprodukt wurde aus ca. 10 ml Ethanol umkristallisiert und im Exikator bis zur Massenkonstanz getrocknet.

Ausbeute:

8.85 g = 100 %

6.91 g = 78 % (Literatur^[1] 65 %)

4. Physikalische Daten des Produktes

4,5-Dibrom-1,2-dimethoxybenzol:

Schmelzpunkt (Fp):

Lit.^[3]: 91°C

Exp.: 89°C - 91°C

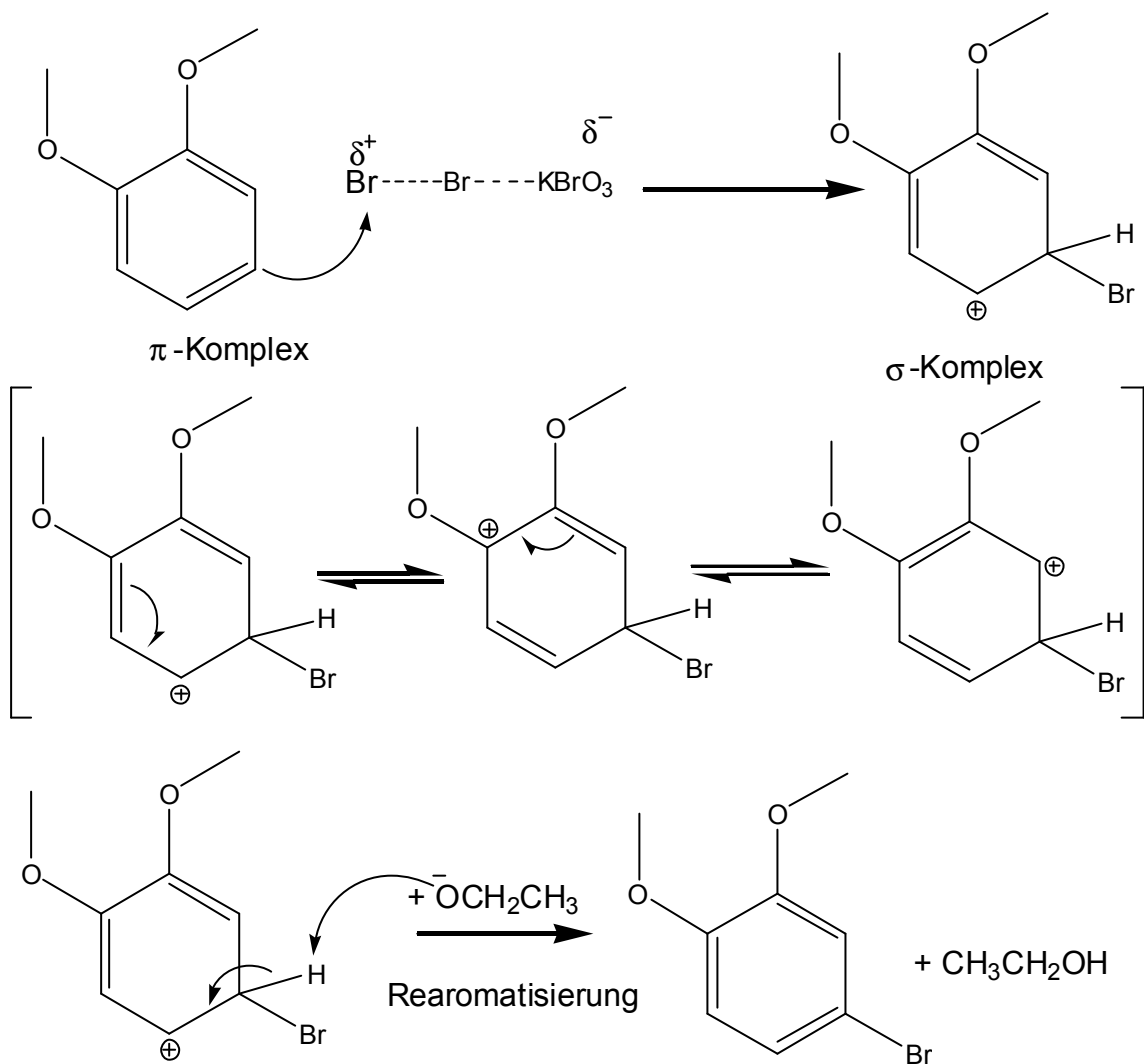
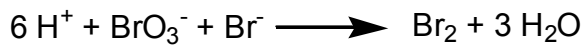
5. Spektrenauswertung:

IR-Spektrum (KBr, fest):

Exp. Wellenzahl [cm ⁻¹]	Lit. ^[2] Wellenzahl [cm ⁻¹]	Schwingungstyp ^[2]
2999.64	3100-3000	=C-H-Valenz
2903.24	2960-2870	-CH ₃ -Valenz
2832.6	2830-2815	-O-CH ₃ -Valenz
1587.13	1610-1590	aromatische Ringschwingung
1436.01	1470-1400	-CH ₃ -Deformation
1248.2	1300-1020	-C-O-C-Valenz
1019.04	1150-1020	-C-O-C-Valenz (aliph.)
839.34	800-500	-C-Hal-Valenz
647.95	670	=C-H-Deformation

6. Mechanismus:

Das Bromid Ion wird mit Hilfe des Kaliumbromats aktiviert und es bildet sich intermediär ein Brommolekül. Dieses greift nun elektrophil wie unten gezeigt den aromatischen Ring an. Dabei bildet sich ein p-Komplex der zu einem s-Komplex mit einem, über fünf C-Atomen, delokalisierten Elektronensystem reagiert. Zur Stabilisierung findet durch Protonenabspaltung eine Rearomatisierung statt. Das Brom wird von den beiden Methoxysubstituenten in meta- Stellung dirigiert. Der unten gezeigte Mechanismus wird zweimal durchlaufen, um das disubstituierte Produkt zu erhalten.



7. Abfallentsorgung:

Waschflüssigkeit (Natriumdisulfid Lösung)	Wässriger Abfall
Mutterlauge von der Umkristallisation	Halogenhaltige KW's

Literatur:

- [1] Hausvorschrift H005, Bromierung von 1,2-Dimethoxybenzol zu 4,5-Dibrom-1,2-dimethoxybenzol
- [2] Autorenkollektiv, *Organikum*, Wiley-VCH-Verlag, Weinheim, **2000**, 21. Auflage S.92-94.
- [3] Cousin, *Ann. Chim.* **1903**, 7, 29, 649.