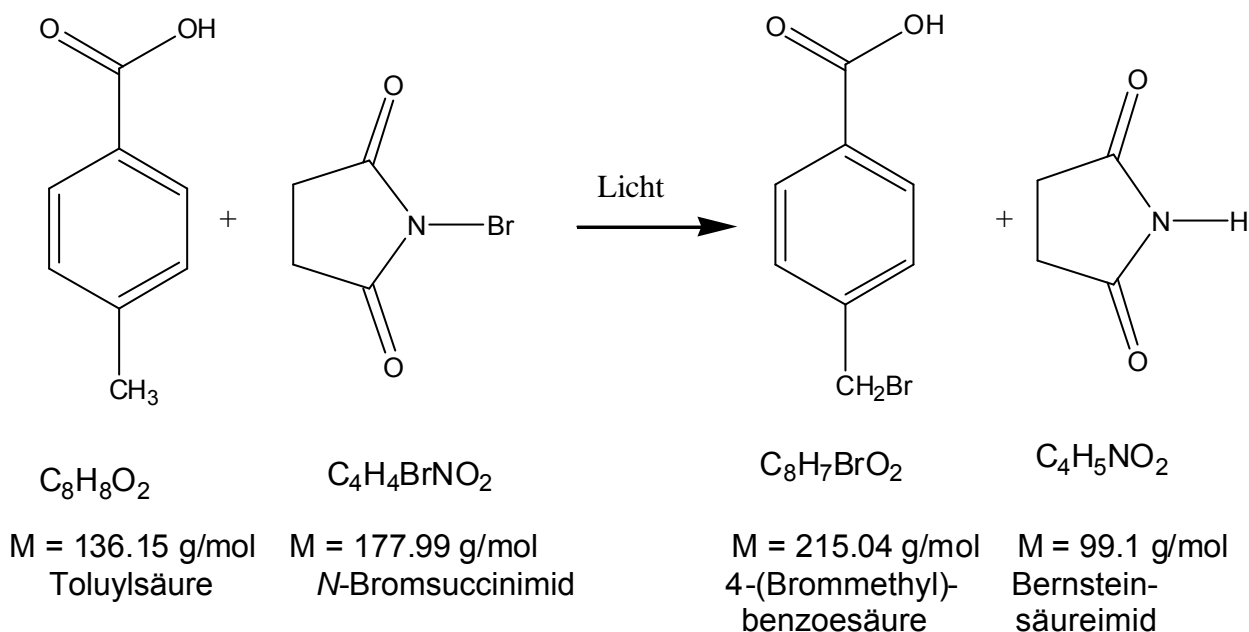


Darstellung von 4-(Brommethyl)benzoesäure Präparat 2

1. **Reaktionstyp:** radikalische Substitution
2. **Reaktionsgleichung:**



3. Durchführung der Reaktion:

3.1 Berechnung des Ansatzes:

Die Literaturausbeute^[1] ist mit 14.1 g angegeben. Deshalb werden alle Angaben auf eine Ausbeute von 10 g umgerechnet. Die Literaturausbeute^[1] beträgt 65 %.

	Toluylsäure	N-Bromsuccinimid (NBS)	Dimethylcarbonat (DMC)
Literatur ^[1]	13.6 g (100 mmol)	17.8 g (100 mmol)	150 ml
Eigener Ansatz	9.65 g (70.9 mmol)	12.62 g (70.9 mmol)	110 ml

3.2 Durchführung:

In einen 250 ml Zweihalsrundkolben mit Rückflusskühler wurden 9.65 g (70.9 mmol) Toluylsäure, 12.62 g (70.9 mmol) N-Bromsuccinimid und 110 ml Dimethylcarbonat eingewogen.

Das Reaktionsgemisch wurde nun 6 Std. unter Rückfluss und Bestrahlung mit einem 500W Strahler erhitzt und anschließend auf Raumtemperatur abgekühlt. Die entstandene Suspension wurde abgetrennt und mit DMC farblos gewaschen. Die Mutterlauge wurde am Rotationsverdampfer eingeeengt und es wurde die zweite Kristallfraktion abfiltriert. Beide Kristallfraktionen wurden über Nacht im Exikator getrocknet.

Ausbeute:

15.27 g = 100 %

8.18 g = 54 % (Literatur^[1] 65 %)**4. Physikalische Daten des Produktes**

4-(Brommethyl)benzoesäure:

Schmelzpunkt (Fp):Lit.^[1]: 224°C - 230°C

Exp.: 224°C - 225°C

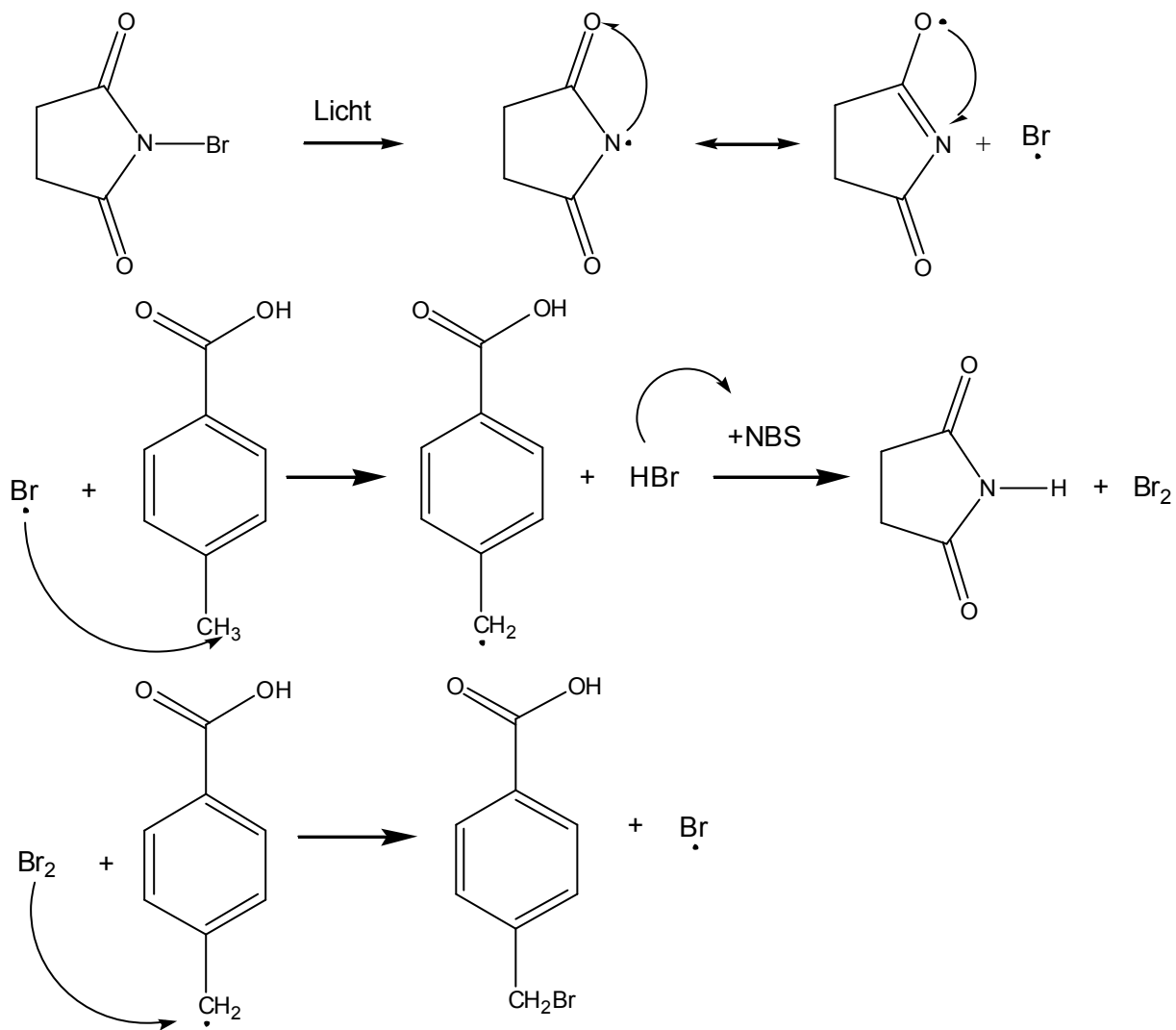
5. Spektrenauswertung:

IR-Spektrum (KBr, fest):

<u>Exp. Wellenzahl [cm⁻¹]</u>	<u>Lit.^[2] Wellenzahl [cm⁻¹]</u>	<u>Schwingungstyp^[2]</u>
2976.58	3100-3000	=C-H Valenz
2860	2925-2850	-CH ₂ - Valenz
2670.95	3200-2400	-O-H Valenz
1679.6	1690-1630	-C=O Valenz
1609.62	1610-1590	Ringschwingung
783.22	800-500	-C-Hal Valenz
703.43	670	=C-H Deformation

6. Mechanismus:

Durch einen geeigneten Radikalstarter (z.B. AIBN) oder durch Licht findet ein radikalischer Angriff auf das Sauerstoffatom des NBS statt. Durch Umklappen der Bindungen wie unten gezeigt, wird dadurch das Bromatom abgespalten. Dieses wiederum greift nun die Toluylsäure radikalisch an der Methyl Seitenkette an und abstrahiert das Wasserstoffatom. Der so entstandene Bromwasserstoff bildet mit einem weiteren Molekül NBS ein Brommolekül und Bernsteinsäureimid. Dieses Brommolekül greift nun an der Stelle des fehlenden Wasserstoffs der Toluylsäure an und bildet das Produkt 4-(Brommethyl)benzoesäure und ein weiteres Bromradikal das die Kettenreaktion fortsetzen kann. Durch den Einsatz des NBS wird die Konzentration von Brom sehr gering gehalten, dies ist wichtig, da bei einem Überschuss von Brom an der Doppelbindung eine Addition erfolgen würde.



7. Abfallentsorgung:

org. Waschflüssigkeit	halogenhaltige Kw's
-----------------------	---------------------

Literatur:

- [1] Hausvorschrift M011 Synthese von 4-(Brommethyl)benzoesäure.
- [2] Autorenkollektiv, *Organikum*, Wiley-VCH-Verlag, Weinheim, **2000**, 21. Auflage S.92-94.