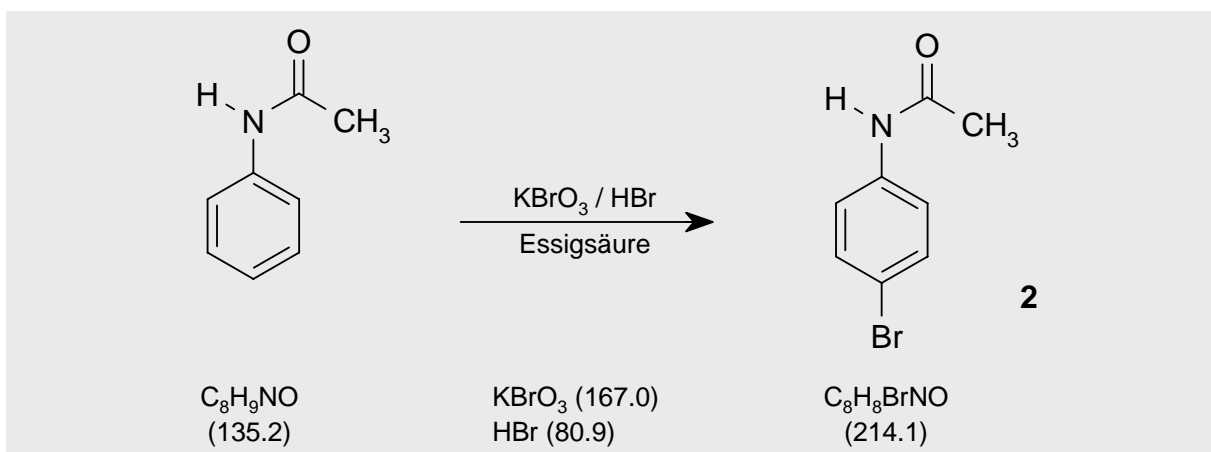


### 7.1.2 Bromierung von Acetanilid zu 4-Bromacetanilid (2)



**Arbeitsmethoden:** Umkristallisation

**Edukt für 7.1.5**

#### Chemikalien

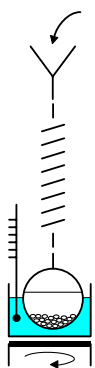
Acetanilid      Schmp. 113–115 °C.

Kaliumbromat, Bromwasserstoffsäure, Natriumdisulfit, Essigsäure, Ethanol: Siehe [allgemeine Arbeitsvorschrift 7.1.1.](#)

#### Durchführung

Vor Beginn **Betriebsanweisung** erstellen.

Man folgt der [allgemeinen Arbeitsvorschrift 7.1.1](#) und setzt 50.0 mmol (6.77 g) Acetanilid in 60 ml Essigsäure, 16.7 mmol (2.78 g) Kaliumbromat und 88.3 mmol (14.9 g, 10.0 ml) Bromwasserstoffsäure ein.



#### Isolierung und Reinigung

Man bestimme Ausbeute und Schmelzpunkt des Rohprodukts. Zur Umkristallisation prüfe man folgende Lösungsmittel und protokolliere die Löslichkeiten:

- Cyclohexan (Sdp. 80 °C, DK 2.0) (→ **E**<sub>3</sub>)
- Essigsäureethylester (Sdp. 77 °C, DK 6.0) (→ **E**<sub>3</sub>)
- Ethanol (Sdp. 78 °C, DK 24.3) (→ **E**<sub>3</sub>)

Das Rohprodukt wird aus Ethanol umkristallisiert (Mutterlauge → **E**<sub>3</sub>) und im Vakuumexsikkator über Silicagel getrocknet. Man bestimme Ausbeute und Schmelzpunkt der reinen Verbindung. Ausbeute an **2**: 70–80%, Schmp. 168 °C.

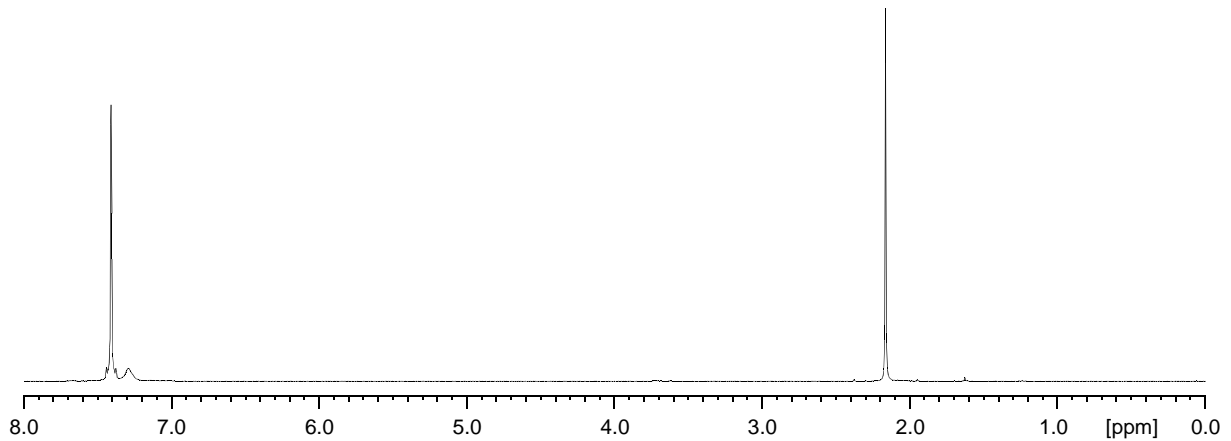
#### Hinweise zur Entsorgung (E)

**E**<sub>1</sub>, **E**<sub>2</sub>: Siehe [allgemeine Arbeitsvorschrift 7.1.1.](#)

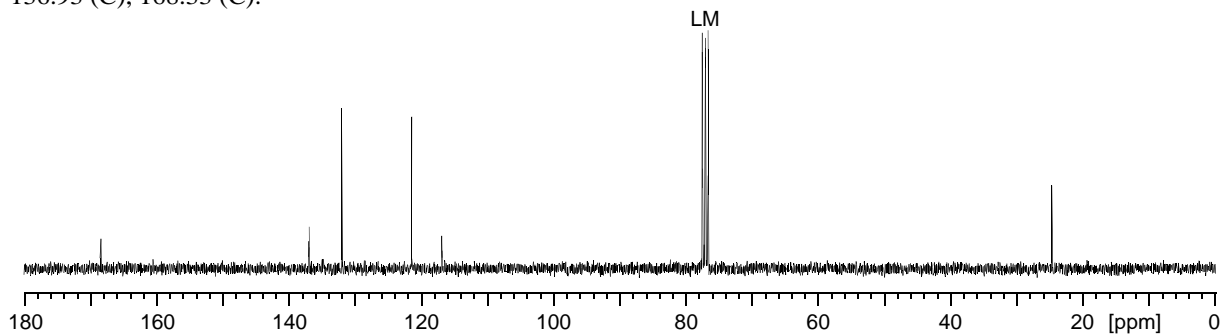
**E**<sub>3</sub>: Mutterlauge → Entsorgung (RHal).

## Auswertung des Versuchs

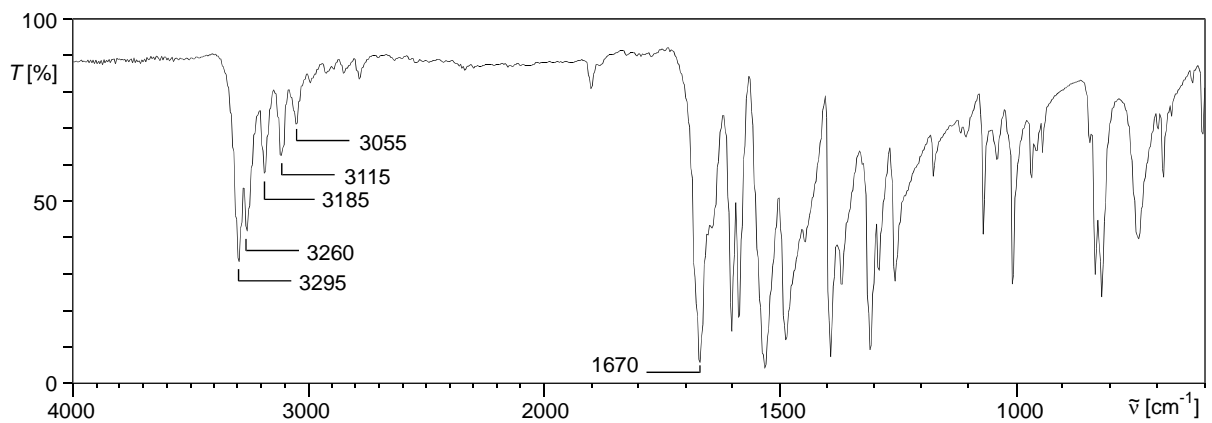
$^1\text{H-NMR}$ -Spektrum von **2** (300 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta = 2.17$  (3 H), 7.29 (1 H), 7.36–7.46 (4 H).



$^{13}\text{C-NMR}$  Spektrum von **2** (75.5 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta = 24.65$  ( $\text{CH}_3$ ), 116.89 (C), 121.38 (CH), 131.98 (CH), 136.93 (C), 168.33 (C).

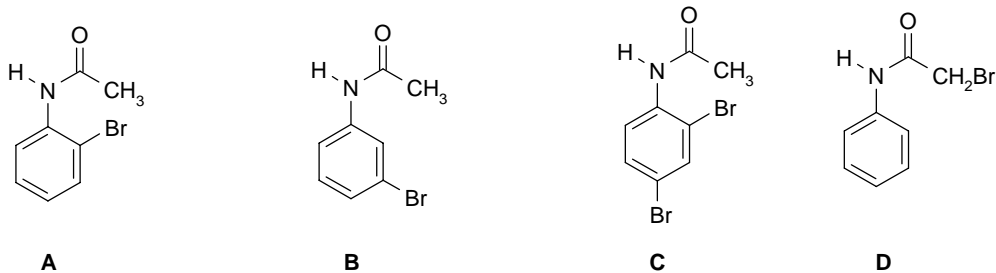


IR-Spektrum von **2** (KBr):



\* Formulieren Sie den zu **2** führenden Reaktionsmechanismus.

Weitere denkbare Reaktionsprodukte:



\* Mit welchen spektroskopischen Daten lassen sich **A–D** ausschließen?

\* Diskutieren Sie die denkbaren Reaktionsmechanismen.

**Literatur, allgemeine Anwendbarkeit der Methode**

Die Konstitution von **2** beweist, dass die Acetaminofunktion die *p*-Position stärker aktiviert als die *o*-Stellung, vermutlich aus elektronischen und sterischen Gründen. Die acylierte Aminogruppe führt ausschließlich zur Monobromierung, diese Reaktion ist generell.