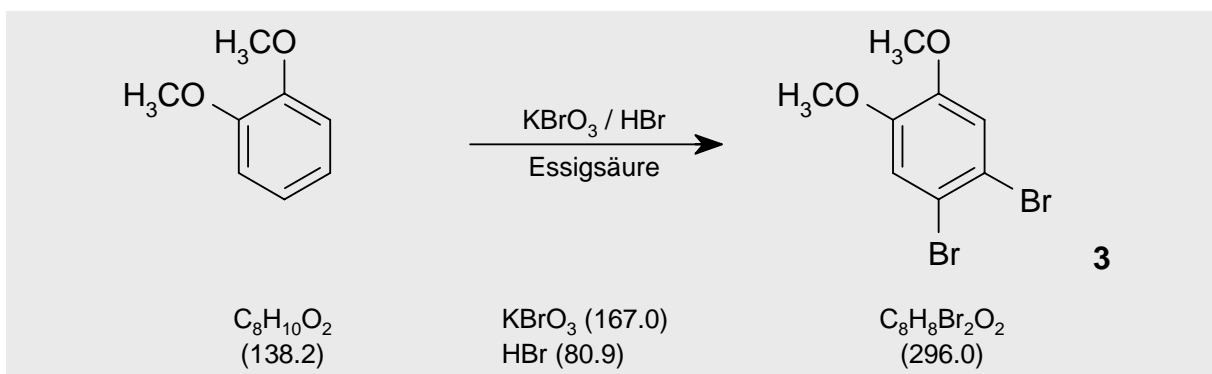


### 7.1.3 Bromierung von 1,2-Dimethoxybenzol zu 4,5-Dibrom-1,2-dimethoxybenzol (3)



**Arbeitsmethoden:** Umkristallisation

#### Chemikalien

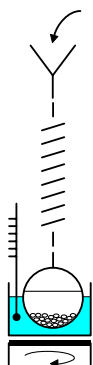
1,2-Dimethoxybenzol Schmp. 15 °C, Sdp. 205–206 °C,  $d = 1.08$  g/ml.

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 30.0 mmol (4.15 g) 1,2-Dimethoxybenzol in 40 ml Essigsäure, 20.0 mmol (3.34 g) Kaliumbromat und 105 mmol (17.6 g, 12.0 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) ( $\rightarrow \text{E}_3$ )
- Essigsäureethylester (Sdp. 77 °C, DK 6.0) ( $\rightarrow \text{E}_3$ )
- Ethanol (Sdp. 78 °C, DK 24.3) ( $\rightarrow \text{E}_3$ )

Das Rohprodukt wird aus Ethanol umkristallisiert (Mutterlauge  $\rightarrow \text{E}_3$ ) und im Vakuumexsikkator über Silicagel getrocknet. Man bestimme Ausbeute und Schmelzpunkt der reinen Verbindung. Ausbeute an **3**: 80–90%, Schmp. 88–89 °C.

#### Hinweise zur Entsorgung (E)

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

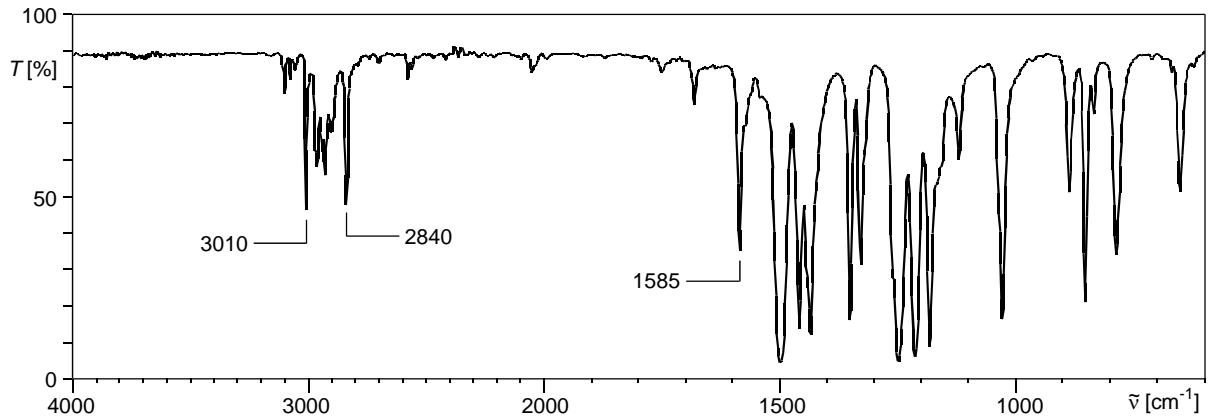
**E**<sub>3</sub>: Mutterlauge  $\rightarrow$  Entsorgung (RHal).

## Auswertung des Versuchs

$^1\text{H-NMR}$ -Spektrum von **3** (250 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta = 3.85$  (s, 6 H), 7.06 (s, 2 H).

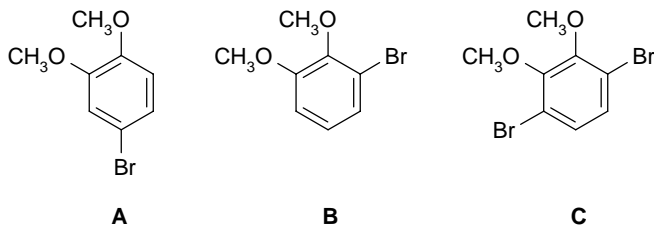
$^{13}\text{C-NMR}$  Spektrum von **3** (62.9 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta = 56.33$  ( $\text{CH}_3$ ), 114.86 (C), 116.25 (CH), 149.09 (C).

IR-Spektrum von **3** (KBr):



\* Formulieren Sie den zu **3** führenden Reaktionsmechanismus.

Weitere denkbare Reaktionsprodukte:



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

\* Diskutieren Sie die denkbaren Reaktionsmechanismen.

## Literatur, allgemeine Anwendbarkeit der Methode

Die glatte Halogenierung von aktivierten Aromaten ist generell, sie erfolgt in o- und p-Stellung zu den aktivierenden Substituenten. Bei zwei verschiedenen aktivierenden Substituenten setzen sich  $-\text{O-Alkyl}$ -Substituenten gegenüber  $-\text{NR}_2$ -Substituenten durch.

Bei veränderter Stöchiometrie der eingesetzten Reagenzien kann, wie das Beispiel dieser Reaktion zeigt, auch eine Zweifachbromierung des Aromaten erreicht werden.