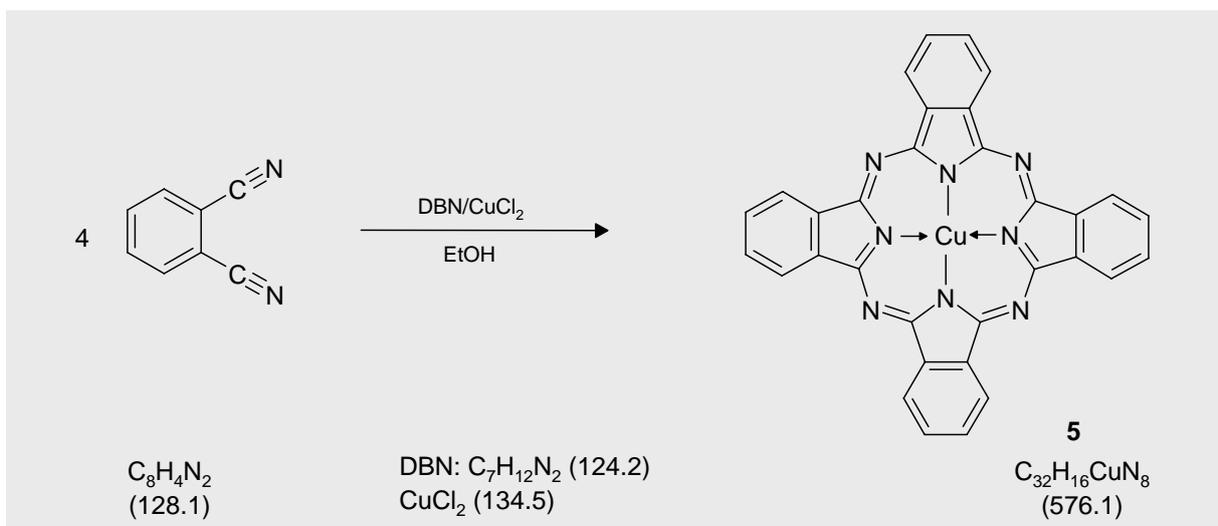


### 7.3.5 Umsetzung von Phthalsäuredinitril zu Kupfer-Phthalocyanin (5)



#### Arbeitsmethoden:

##### Chemikalien

Phthalsäuredinitril	Schmp. 138–141 °C. <b>Giftig.</b>
Kupfer(II)-chlorid	Wasserfrei.
Diazabicyclo[4.3.0]non-5-en (DBN)	Sdp. 110 °C/20 hPa, $d = 1.04$ g/ml. Verursacht <b>Verätzungen</b> . Sofort mit viel Wasser abspülen.
Ethanol	Sdp. 78 °C, $d = 0.79$ g/ml, Dampfdruck bei 20 °C: 59 hPa.

#### Durchführung

Vor Beginn **Betriebsanweisung** erstellen.

In einem 250-ml-Dreihalskolben mit KPG-Rührer und Rückflusskühler werden 20.0 mmol (2.56 g) Phthalsäuredinitril, 5.90 mmol (0.80 g) Kupfer(II)-chlorid und 50 mmol (6.24 g, 6.0 ml) DBN in 100 ml Ethanol vorgelegt und 24 h zum Sieden erhitzt.

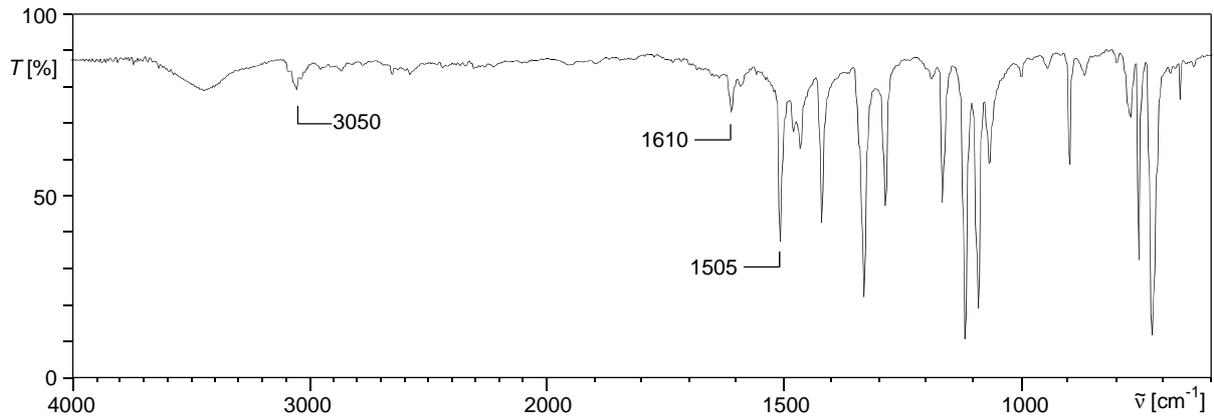
#### Isolierung und Reinigung

Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur wird das ausgefallene, blaue Produkt auf einem kleinen Büchnertrichter abgesaugt und fünfmal mit je 5 ml Ethanol gewaschen ( $\rightarrow \text{E}_1$ ) und im Vakuumexsikkator über Silicagel bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.

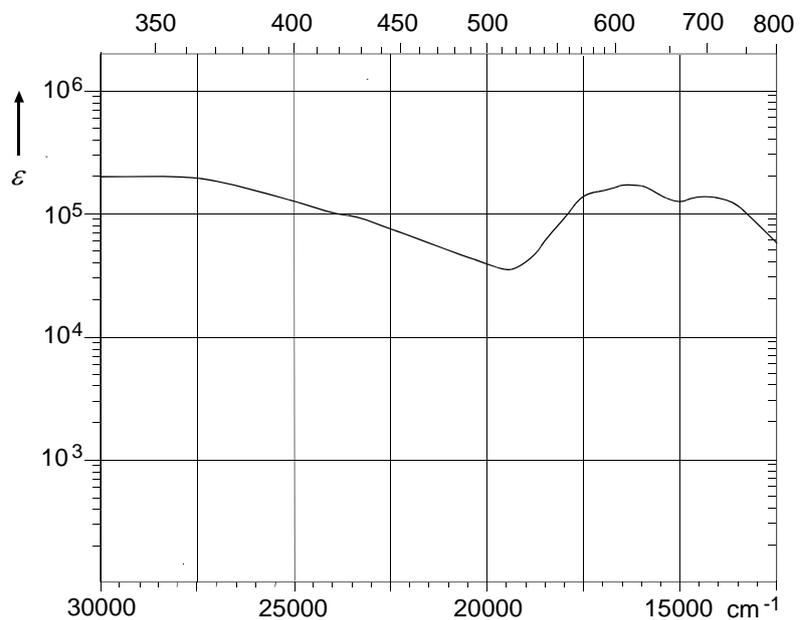
Eine weitere Reinigung ist nicht notwendig. Ausbeute an **5**: 60–70%, tiefblau, rot changierend, Schmp. > 200 °C.

#### Hinweise zur Entsorgung (E)

$\text{E}_1$ : Filtrat  $\rightarrow$  Entsorgung (RH).

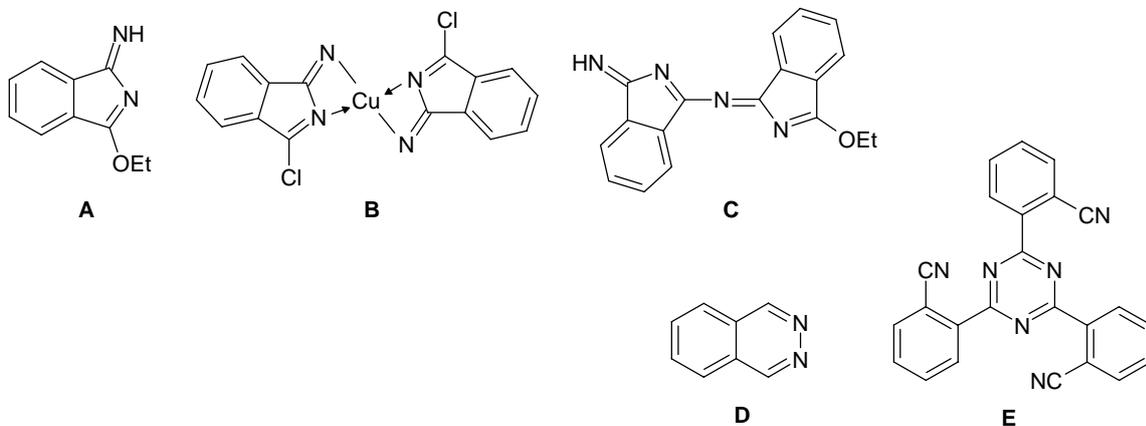
**Auswertung des Versuchs****IR-Spektrum von 5 (KBr):****UV-Spektrum von 5 (CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>):**

$\lambda_{\text{max}} (\epsilon) = 615 \text{ nm} (171000),$   
 $698 (142000).$



\* Formulieren Sie den zu **5** führenden Reaktionsmechanismus.

\* Informieren Sie sich über die UV/Vis-Spektren der Phthalocyanine.

**Weitere denkbare Reaktionsprodukte:**

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

\* Diskutieren Sie die denkbaren Reaktionsmechanismen. Welche Funktion hat das CuCl<sub>2</sub> bei der Bildung des Phthalocyanins?

### Literatur, allgemeine Anwendbarkeit der Methode

Diese Methode ist zur Synthese einer großen Palette von Phthalocyanin-Metallkomplexen geeignet.<sup>[1]</sup> Die metallfreien Phthalocyanine können durch Umsetzung mit konz. Schwefelsäure erhalten werden. Phthalonitrile sind die wichtigsten Edukte für die Synthese von Phthalocyaninen. Wichtig ist auch die Synthese aus Phthalsäureanhydrid, Harnstoff und Metallsalz.<sup>[2]</sup> Beide Edukte (Phthalogene) eignen sich hervorragend für die Darstellung der Phthalocyanin-Metallkomplexe im Mikrowellensystem.<sup>[3]</sup>

[1] H. Comoda, S. Saito, S. Ogawa, S. Shiraishi, *Org. Lett.* **1980**, 1277–1280.

[2] N.B. McKeown, *Phthalocyanine Materials: Synthesis, Structure, and Function*, Cambridge University Press, Cambridge **1998**.

[3] A. Burczyk, A. Loupy, D. Bogdal, A. Petit, *Tetrahedron* **2004**, *61*, 179–188.