

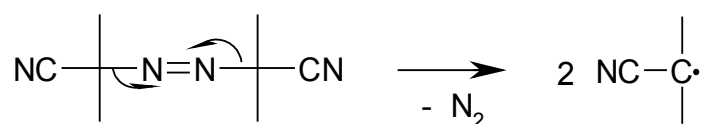
S_R

p-Chlorbenzylchlorid

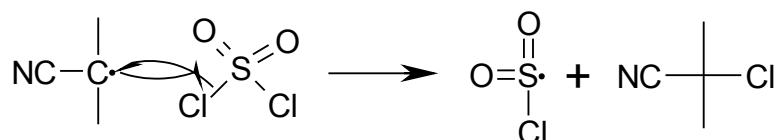


Zur Darstellung von p-Chlorbenzylchlorid wird p-Chlortoluol in einer radikalischen Substitution mit Sulfurylchlorid umgesetzt. Bei radikalischen Halogenierungen wird prinzipiell in einer Kettenreaktion ein Wasserstoff durch ein Halogen ersetzt. Aufgrund der sehr unterschiedlichen Reaktivität der Halogenen ist nur die Chlorierung und Bromierung von praktischer Bedeutung. Bei der Chlorierung besitzt hauptsächlich die Chlorierung von Alkylaromaten in der Seitenkette präparative Bedeutung, da die Reaktivität der α -C-H-Bindung wesentlich größer ist, als die der C-H-Bindung im Phenylrest.

Mechanismus der Reaktion

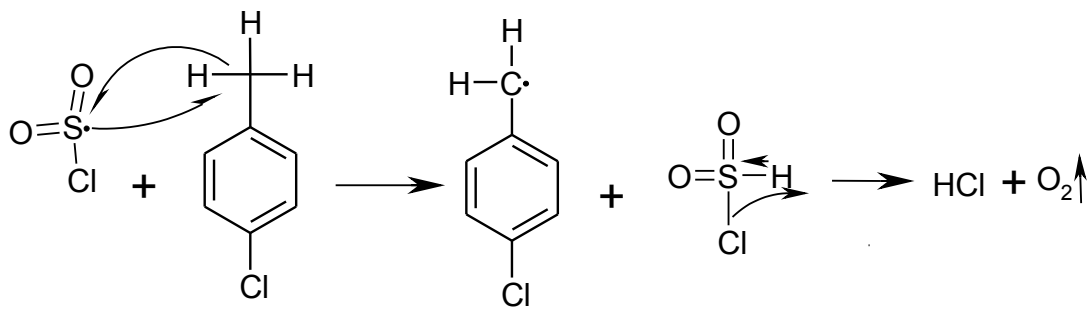


Der Kettenstart wird durch Azobisisobutyronitril (AIBN) initiiert, indem AIBN durch thermische Zersetzung in zwei Radikale und elementarem Stickstoff zerfällt.

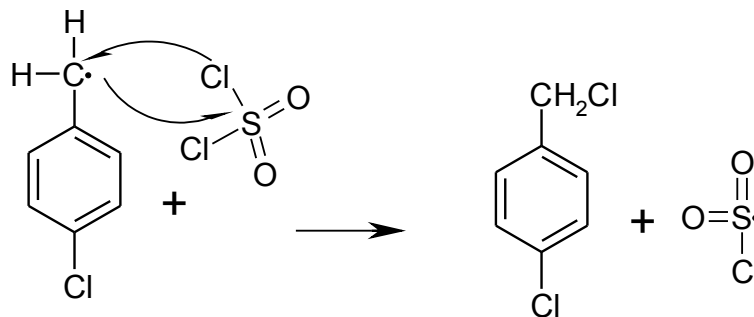


Diese Radikale reagieren mit Sulfurylchlorid unter Bildung eines weiteren Radikals.

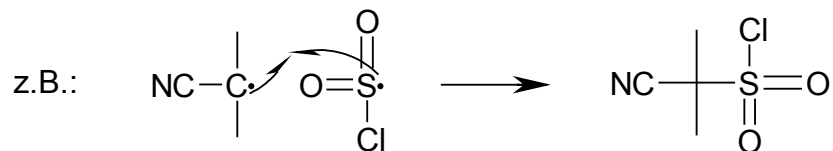
p-Chlorbenzylchlorid



Das Schwefelradikal abstrahiert ein Wasserstoffatom der Methylgruppe am p-Chlortoluol und zerfällt anschließend in Chlorwasserstoff und elementarem Sauerstoff. Dabei wird ein Benzylradikal gebildet.



Das Benzylradikal abstrahiert im letzten Schritt ein Chloratom des Sulfurylchlorids. Es bildet sich p-Chlorbenzylchlorid und ein weiteres Schwefelradikal, wodurch die Kettenreaktion aufrecht erhalten wird.



Reagieren zwei Radikale miteinander, so kommt es zu einer Kettenabbruchreaktion.

Versuchsdurchführung

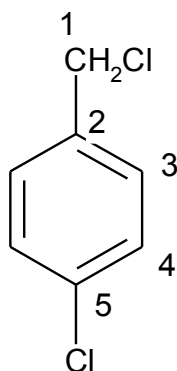
In einem Rundkolben mit Rückflußkühler wurde p-Chlorbenzylchlorid (11,2 g, 0,09 mol) mit Sulfurylchlorid (14,6g/0,1mol) und einer Spatelspitze AIBN unter Rühren zum Sieden erhitzt. Jede Stunde weiteres AIBN hinzugefügt. Insgesamt wurde zehn Stunden unter Rückfluss erhitzt. Anschließend wurde abgekühlt, der Kolbeninhalt im Scheidetrichter mit Wasser gewaschen, die organische Phase abgetrennt und mit Magnesiumsulfat getrocknet. Abschließend wird das Magnesiumsulfat abfiltriert und mit Chloroform nachgespült. Das Chloroform im Filtrat wurde anschließend am Rotationsverdampfer entfernt. Fraktionierte Destillation des Rohproduktes im Vakuum (92 °C, 1,3 mbar) ergab das gewünschte Produkt (2,6 g, 0,02 mol) als farblose Kristalle.

Analytik

Ausbeute: 2,6g /0,02mol p-Chlorbenzylchlorid entspricht 22% (Literatur: 70%)

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 , 25 °C) : δ (ppm) = 7,33 (s, 4H, H_{arom}) ; 4,55 (s, 2H, H_{methy})

$^{13}\text{C-NMR}$ (CDCl_3 , 25 °C) : δ (ppm) = 135,92 (C5) ; 134,28 (C2) ; 129,91 (C4) ;
128,90 (C3) ; 45,33 (C1)



Ausdruck der NMR-Spektren im Anhang.

Die Spektren belegen, dass p-Chlortoluol mit sehr geringen Verunreinigungen entstanden ist.

Fehlerdiskussion

Obwohl die Synthesevorschrift möglichst genau eingehalten wurde, konnte das Produkt nur in sehr geringer Ausbeute isoliert werden. Dies kann nicht durch Verluste beim filtrieren oder destillieren erklärt werden. Da die Leistung der Heizplatte nicht ausreichte um das Reaktionsgemisch zum kochen zu bringen ist hierbei der Fehler zu vermuten.

Literatur

Organikum S.200