

2.1

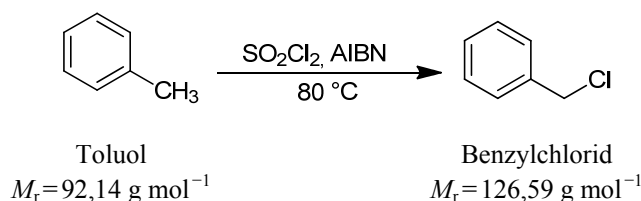
Herstellung von Benzylchlorid

Chemikalien

22 g (0,24 mol) Toluol	R: 11, 22 S: 16, 25, 29, 33	$K_p = 111\text{ °C}$
27 g (0,20 mol) Sulfurylchlorid	R: 14, 34, 37 S: 26, 45	$K_p = 69\text{-}70\text{ °C}$
0,25 g Azobisisobutyronitril (AIBN)	R: 2, 11, 20, 22 S: 39, 41, 47.4	

R 2:	Durch Schlag, Reibung, Feuer oder anderer Zündquellen explosionsgefährlich
R 11:	Leichtentzündlich
R 14:	Reagiert heftig mit Wasser
R 20:	Gesundheitsschädlich beim Einatmen
R 22:	Gesundheitsschädlich beim Verschlucken
R 34:	Verursacht Verätzungen
R 37:	Reizt die Atmungsorgane
S 16:	Von Zündquellen fernhalten – Nicht rauchen
S 25:	Berührung mit den Augen vermeiden
S 26:	Bei Berührung mit den Augen gründlich mit Wasser ausspülen und Arzt konsultieren
S 29:	Nicht in die Kanalisation gelangen lassen
S 33:	Maßnahmen gegen elektrostatische Aufladung treffen
S 39:	Schutzbrille/Gesichtsschutz tragen
S 41:	Explosions- und Brandgase nicht Einatmen
S 45:	Bei Unfall oder Unwohlsein sofort Arzt hinzuziehen
S 47.4:	Nicht bei Temperaturen über 40 °C aufbewahren

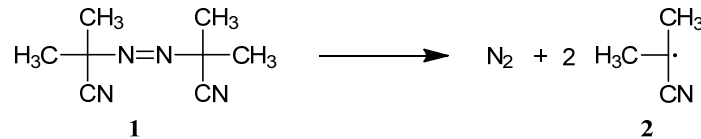
Reaktionsgleichung



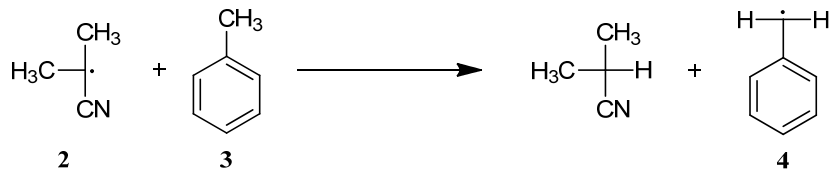
Reaktionsmechanismus

Bei dieser Reaktion handelt es sich um eine radikalische Kettenreaktion, bei der Azobisisobutyronitril (AIBN) als Radikalstarter fungiert. Zunächst wird das AIBN **1** bei etwa 80 °C thermisch zersetzt, wobei zwei C-N-Bindungen homolytisch gespalten werden. Die Energie zur Bindungsspaltung, etwa 132 kJ mol⁻¹, wird teilweise durch die Bildung eines Stickstoffmoleküls geliefert. Das ebenfalls entstehende relativ stabile tertiäre Kohlenstoff-Radikal **2** greift unter eigener Absättigung das Toluol **3** an. Das dabei entstehende Benzyl-Radikal **4** ist mesomeriestabilisiert und greift seinerseits das Sulfonylchlorid **5** an. Das Sulfonylchlorid-Radikal **6** zerfällt in das stabile Schwefeldioxid und ein Chlor-Radikal. Dieses greift Toluol **3** an, so dass mit der Entstehung von Chlorwasserstoff und einem neuen Benzyl-Radikal **4** der Kreis der radikalischen Kettenreaktion geschlossen ist. Zum Abbruch der Kettenreaktion kommt es u. a. durch Rekombination zweier Radikale.

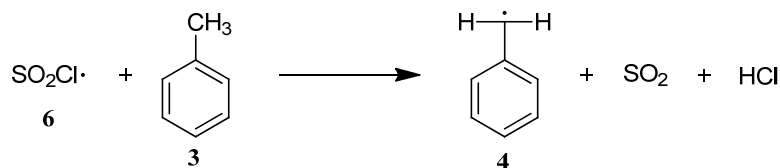
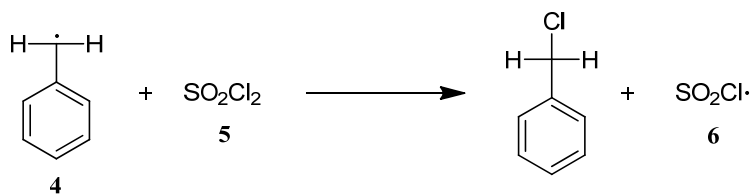
– Radikalerzeugung durch thermische Spaltung von AIBN:



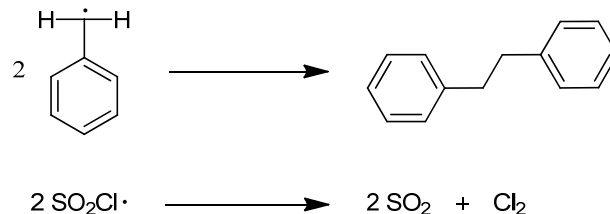
– Kettenstart:



– Kettenfortpflanzung:



– Kettenabbruchreaktionen:



Durchführung

In einem 100 mL Kolben wurden 22 g Toluol mit 27 g Sulfurylchlorid und 0,25 g AIBN versetzt. Das Gemisch wurde etwa 10 min. bei 80 °C Badtemperatur unter Rückfluss erhitzt. Daraufhin setzte die Reaktion ein, erkenntlich an der auftretenden Gasentwicklung. Nach etwa 40 min. konnte das Reaktionsende durch fehlende Gasentwicklung festgestellt werden.

Die entstehenden Gase, Schwefeldioxid und Chlorwasserstoff, wurden in eine mit Natronlauge gefüllte Waschflasche eingeleitet, so dass der Reaktionsverlauf sichtbar wurde. Die Natronlauge überführt das Chlorwasserstoffgas in Natriumchlorid und Wasser, sowie das Schwefeldioxid in Natriumhydrogensulfid.

Noch vorhandenes Toluol wurde im schwachen Vakuum bei etwa 70-80 °C abdestilliert; es konnten 3,7 g fast reines Toluol, der Brechungsindex lag bei $n_D^{20}=1,495$, erhalten werden. Anschließend wurde nach einem starken Temperaturanstieg bei 110-130 °C die verbliebene Flüssigkeit destilliert. Es konnten 22,36 g Produkt mit einem Brechungsindex von $n_D^{20}=1,529$ erhalten werden. Da in einer groben Näherung ein linearer Zusammenhang zwischen dem Brechungsindex und der Zusammensetzung eines binären Systems angenommen werden kann, konnte die Reinheit des Destillats in etwa abgeschätzt werden. Somit lag der Gehalt an Benzylchlorid bei etwa 79% und es wurde eine Produktausbeute von fast 70% der Theorie erreicht. Der hohe Gehalt an Toluol von 21% im Destillat kann unter der Annahme erklärt werden, dass das Vakuum nicht annähernd 16 mbar betrug, da

erst bei etwa 110 °C eine wesentliche Menge Flüssigkeit siedete, und somit keine klare Trennung von Toluol und Benzylchlorid erreicht werden konnte. Ebenso ist bei der Betrachtung ein erheblicher Fehler in der Bestimmung des Brechungsindex zu vermuten.

Auswertung

Einwaage an Sulforylchlorid:	27,00 g (0,20 mol)
theoretische Ausbeute an Benzylchlorid:	25,32 g
Literaturausbeute [1]:	17,72-20,26 g (70-80 % der Theorie)
experimentelle Ausbeute:	17,66 g (0,139 mol; 69,7% der Theorie, 87,2-99,7% der Literatur)

Brechungsindizes (n_D^{20}):

Toluol:	1,497
Benzylchlorid:	1,539
Produkt:	1,529 ± 0,005

Literatur

[1] M. S. Kharasch, H. C. Brown, *J. Am. Chem. Soc.* **1939**, *61*(8), 2142-2150.