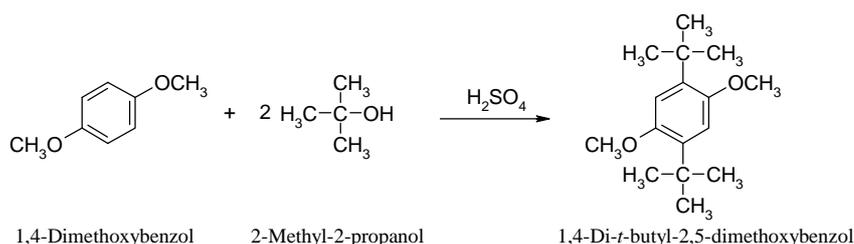


Alkylierung von Aromaten: **1,4-Di-t-butyl-2,5-dimethoxybenzol** *Macroscale*



Kühlen (Eis)
Umkristall.

Chemikalien:

1,4-Dimethoxybenzol: 3.0 g
 Essigsäure: 10.0 mL
 t-Butylalkohol: 5.0 mL
 konzentrierte Schwefelsäure: 15.0 mL
 Ethanol

Durchführung der Reaktion:

In einem 100-mL-Erlenmeyerkolben mit Magnetrührstab werden 3.0 g 1,4-Dimethoxybenzol (Hydrochinondimethylether) vorgelegt, 5.0 mL t-Butylalkohol und 10 mL Eisessig zugegeben und der Kolben in ein Eis-Wasser-Bad zum Kühlen gegeben. 15 mL konzentrierte Schwefelsäure werden ebenfalls im Eisbad, ordentlich befestigt, gekühlt. Um einen guten thermischen Kontakt zu gewährleisten, sollte das Eisbad eine Eis-Wasser-Mischung sein. Es wird ein kleiner Scheidetrichter über dem 100-mL-Erlenmeyerkolben befestigt. Wenn die Temperatur im Erlenmeyerkolben mit dem 1,4-Dimethoxybenzol in einem Bereich von 0 -3 °C ist, wird der Kolben mit der Schwefelsäure trockengewischt und die gekühlte Schwefelsäure in den Scheidetrichter gegeben. Während gut gerührt wird, wird die gekühlte Schwefelsäure in schnellen Tropfen innerhalb von 3 - 6 Minuten zugegeben. Danach sollte sich eine beträchtliche Menge eines festen Reaktionsproduktes abgeschieden haben und das Reaktionsgemisch eine Temperatur im Bereich von 15 bis 20 °C haben. Die Mischung wird solange gerührt, bis eine Temperatur von 20 – 25 °C für weitere 5 Minuten bestehen bleibt, dann wird sie im Eisbad gekühlt

Isolierung und Reinigung

Zum Verdünnen der Schwefelsäure wird Eis zu der Mischung gegeben und dann soviel Wasser zugefügt, bis der Kolben fast gefüllt ist, gekühlt, und das Produkt abgesaugt. Um zu vermeiden, dass das Filterpapier reißt (Schwächung aufgrund der starken Schwefelsäure-Lösung), sollte nur eine leichte Sogwirkung angewendet werden. Anschließend wird großzügig mit Wasser gewaschen und dann die Sogwirkung auf volle Kraft gestellt. Der Filterkuchen wird mit einem Spatel runtergedrückt und damit gut entwässert. Währenddessen wird eine 30-mL-Portion Ethanol-Wasser-Gemisch 80:20 zum Entfernen von wenig Öl und gelben Verunreinigungen gekühlt. Dazu wird die Sogwirkung abgestellt, der Filterkuchen mit einem Drittel des **gekühlten** Ethanol-Wasser-Gemischs bedeckt und dann die Sogwirkung wieder angestellt. Diese Prozedur wird ein zweites und ein drittes Mal wiederholt. Das feuchte Produkt wird in einem 100-mL-Kolben aus Ethanol umkristallisiert. Dazu werden ca. 30 notwendig sein. Die heiße Lösung wird langsam abgekühlt, dann im Eisbad gekühlt, und schlussendlich das Produkt im Büchner-Trichter gesammelt. Die Ausbeute der großen Platten an reinem 1,4-Di-t-butyl-2,5-dimethoxybenzol sollte zwischen 2 - 2.5 g liegen.

Literaturausbeute: 2 - 2.5 g
 Lit. Smp.: 103-104 °C