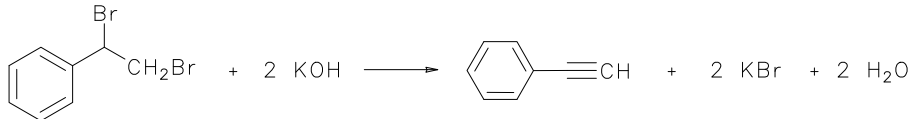


### 3.3. Phenylacetylen

Phenylacetylen ist Teil eines Zweistufenpräparates:

1. Stufe: 1,2-Dibromphenylethan (2.1.4.)
2. Stufe: Phenylacetylen

Reaktion:



Ansatz:

Evtl. muss die Ansatzgröße aufgrund der Produktmenge des vorangegangenen Präparates verkleinert werden.

40,0 g (0,15 mol) 1,2-Dibrom-1-phenylethan;

42,0 g (0,75 mol) KOH;

180 mL Triglycol

Diethylether, Natriumsulfat

Vorschrift: In einer Destillationsapparatur <sup>(1,2)</sup> wird das Kaliumhydroxid in Triglycol unter Erwärmen auf etwa 100°C gelöst, wobei sich die Lösung braun färbt. Nach kurzer/ gelinder Abkühlung erfolgt die Zugabe des 1,2-Dibrom-1-phenylethans. Die Lösung wird danach langsam auf 200°C Badtemperatur erhitzt. Dabei werden das Eliminierungsprodukt und Wasser abdestilliert <sup>(3,4,5)</sup>. Das Reaktionsprodukt wird vom Wasser abgetrennt und die wässrige Phase dreimal mit je 30 mL Diethylether extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden über Natriumsulfat getrocknet. Nach der Abtrennung des Diethylethers wird fraktioniert destilliert.

Bemerkungen:

- (1) Da während der Reaktion das Glas durch die heiße Alkalilösung sehr stark angegriffen wird, soll ein Ätzkolben aus dem Glaslager entliehen werden. Dessen Fassungsvermögen soll mindestens doppelt so groß sein wie das Volumen des Reaktionsgemisches.
- (2) Es soll kein Innenthermometer verwendet werden.
- (3) Ein Anspringen der Reaktion ist zu erkennen, wenn das Eliminierungsprodukt abdestilliert.
- (4) Die Reaktion kann plötzlich und unter Schäumen eintreten, deshalb soll langsam auf 180-200 °C geheizt werden.
- (5) Nach ca. 30 min ist die Reaktion in der Regel beendet.

Mechanismus: Eliminierung unter Bildung von C-C-Mehrfachbindungen

Produkt: Phenylacetylen: Sdp.: 143°C (43-45°C/ 16 mbar)

Literatur: H.G.O. Becker u.a., *Organikum*, 24. Auflage, Wiley-VCH, Weinheim, **2015**, S. 283

Gefährdung: Kaliumhydroxid wirkt ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Augen, Haut und Kleidung vermeiden. Diethylether ist hochentzündlich (F+), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

Heizbad entfernen, Stecker ziehen, evtl. Notausschalter bedienen, abkühlen lassen  
Abzug schließen, bei Kontakt mit Lauge mit viel Wasser spülen

Entsorgung: Reaktionslösung (nach Neutralisation) und Destillationsrückstand in Sammelbehälter für halogenhaltige, organische Lösungsmittel. Diethylether in Sammelbehälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel. Natriumsulfat in Behälter für Filter- und Aufsaugmassen.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
Kaliumhydroxid	56,11	361	1320	C	H302, H314	P260, P264, P280, P301+P312, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P405, P501
Natriumsulfat	142,04	888				
Diethylether	74,12	-116	34	F+, Xn	EUH019, EUH066, H224, H302, H336	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P264, P280, P301+P312, P303+P361+P353, P330, P370+P378, P403+P235, P501
1,2-Dibromphenylethan	263,96	70-74	133 (19)	C	H314	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P405, P501
Phenylacetylen	102,13	-45	142-144	Xn	H226, H304, H315, H319, H335, H351	P201, P202, P210, P240, P241, P242, P243, P261, P264, P280, P281, P301+P310, P302+P352, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P308+P313, P321, P331, P332+P313, P337+P313, P370+P378, P403+P233, P403+P235, P405, P501
Triethylenglycol (Triglycol)	150,17	-7	285	Xi	H315, H319, H335	P261, P264, P280, P302+P352, P304+P340, P305+P351+P338, P312, P321, P332+P313, P337+P313, P362, P403+P233, P405, P501
Methanol	32,04	-98	64,5	T, F	H225, H301, H311, H331, H370	P210, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P280, P301+P310, P302+P352, P303+P361+P353, P304+P340, P307+P311, P321, P330, P370+P378, P403+P233, P403+P235, P405, P501

## 2. Schutzmaßnahmen sowie Anweisungen zur Ersten Hilfe und Verhaltensregeln bei kleinen Unfällen

Substanz	Schutzmaßnahmen allgemein	Schutzmaßnahmen Körper	Anweisungen zur ersten Hilfe Haut	Anweisungen zur ersten Hilfe Augen	Anweisungen zur ersten Hilfe Inhalation	Anweisungen zur ersten Hilfe Verschlucken	Störverhalten bei kleinen Unfällen
Phenylacetylen	D	BK	WK	W	L	WE	PCSch
Kaliumhydroxid	TD	BHK	WK	WA	LA	WA	
Natriumsulfat	AD	BK	W	W	L		
Methanol	ADL	BHK	WK	WA	LB	EFA	PSch
Diethylether	ADL	BHK	WK	WA	LB	FA	PSch
1,2-Dibromphenylethan							
Triethylenglycol (Triglycol)	D	BHK	WK	WA	LA	WEA	WCP

### Kürzel

Allgemeine Schutzmaßnahmen		Körperschutzmaßnahmen		Störverhalten/ Maßnahmen bei kleinen Unfällen	
A	Arbeiten nur unter dem Abzug	A	Atemschutzmaske mit Filter	T	Trockenlöscher verwenden
D	Behälter dicht verschlossen halten	B	Schutzbrille	W	mit Wasser löschen
K	Behälter kühl aufbewahren	G	Gesichtsschutzschirm	F	mit flüssigkeitsbindendem Mittel aufnehmen
L	Aufbewahrung und Verarbeitung an gut belüfteten Ort	H	Schutzhandschuhe	C	CO <sub>2</sub> -Löscher verwenden
S	Sichern mit Schutzscheibe	K	Schutzkittel oder Schürze	S	Mit Sand löschen
T	Behälter trocken halten			Sch	Schaumlöscher
G	Behälter im Gefrierschrank lagern			P	Pulverlöscher

Anweisungen zur Ersten Hilfe							
bei Hautkontakt		bei Augenkontakt		bei Inhalation		bei Verschlucken	
K	Kontaminierte Kleidung sofort entfernen	T	gesondert aufgeführte Augentropfen benutzen	L	Frischlucht zuführen	F	gesondert aufgeführte Flüssigkeit trinken
F	mit gesondert aufgeführter Flüssigkeit waschen oder spülen	F	mit gesondert aufgeführter Flüssigkeit waschen oder spülen	B	Atmung kontrollieren, künstliche Beatmung	W	Wasser trinken
W	mit Wasser spülen, waschen oder duschen	W	mit Wasser spülen	A	Arzt aufsuchen	A	Arzt aufsuchen
V	Verband als Infektionsschutz erforderlich	V	Augenverband erforderlich	D	Dexamethason-Spray anwenden	E	Erbrechen auslösen
A	Arzt aufsuchen	A	Augenarzt aufsuchen			K	Aktivkohleschlammung trinken