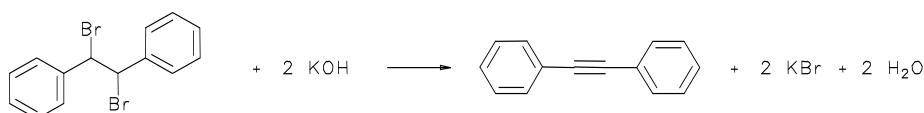


3.4. Diphenylacetylen

Diphenylacetylen ist die vierte Stufe eines Vierstufenpräparates:

1. Stufe: 1,2-Diphenylethanol (8.2.4.) ; 2. Stufe: *trans*-Stilben (3.6),
3. Stufe: 1,2-Dibrom-1,2-diphenylethan (2.1.3.); 4. Stufe: Diphenylacetylen

Reaktion:



Ansatz: 10,0 g 1,2-Dibrom-1,2-diphenylethan;
13,0 g KOH;
25 mL abs. Ethanol
Ethanol, Calciumchlorid

Vorschrift: In einem 250-mL-Dreihalskolben wird das Kaliumhydroxid in 25 mL absolutem Ethanol in der Siedehitze (Ölbadtemperatur 130°C) vollständig gelöst. Nach Abkühlung erfolgt die Zugabe von 1,2-Dibrom-1,2-diphenylethan in kleinen Portionen und unter Rühren. Anschließend wird 24 h unter Rückfluß erhitzt. Nachdem die heiße Mischung in 200 mL kaltes Wasser gegossen wurde, wird das Produkt abgetrennt, mit 30 mL kaltem Wasser gewaschen und dann sorgfältig saugfiltriert. Es wird aus 95%-igem Ethanol umkristallisiert (1g auf 1,5 mL Ethanol).

Bemerkungen:

- (1) Da während der Reaktion das Glas durch die heiße Alkalilösung sehr stark angegriffen wird, soll ein Ätzkolben aus dem Glaslager entliehen werden.
- (2) Die Zugabe von 1,2-Dibrom-1,2-diphenylethan erfolgt in kleinen Portionen, da es sonst zu einer heftigen Reaktion kommen kann. Dennoch soll zügig zugegeben werden.
- (3) Zu empfehlen ist die Reaktion (24 h kochen) über Nacht im Nachtlabor durchzuführen. Leihen Sie sich dazu einen sogenannten Wasserwächter aus. Fangen Sie rechtzeitig an die Apparatur aufzubauen. Sie muss auf jeden Fall von einem Assi, nicht dem Saalassi, begutachtet werden.
- (4) Das leicht gelbliche kristalline Rohprodukt schmilzt bei 58-60°C.

Mechanismus: Eliminierung unter Bildung von C-C-Mehrfachbindungen

Produkt: Diphenylacetylen (Tolan): Schmp.: 60-61°C

Literatur: nach: L. I. Smith, M. M. Falkhof, *Org. Synth. Coll. Vol. III*, Verlag J.Wiley, **1955**, 350

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

Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

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

Entsorgung: Reaktionslösung und Waschwasser in Sammelbehälter für Spül- und Waschwasser (neutral). Ethanol in Sammelbehälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel.

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
1,2-Dibrom-1,2-diphenylethan	340,05	241		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
Ethanol	46,07	-114	78,2	F	H225	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P280, P303+P361+P353, P370+P378, P403+P235, P501
Calciumchlorid	110,98	772	>1600	Xi	H319	P264, P280, P305+P351+P338, P337+P313
Diphenylacetylen	178,23	60-62	299-301 170 (19)			

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
Kaliumhydroxid	TD	BHK	WK	WA	LA	WA	
1,2-Dibrom-1,2-diphenylethan							
Diphenylacetylen							
Ethanol	DKL	BHK	WK	WA	L	WA	CSchP
Calciumchlorid	ADL	BHK	WA	WA	L	WEA	
Diphenylacetylen	DK	BK	WK	W	L	WE	WCSchP

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 ₂ -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