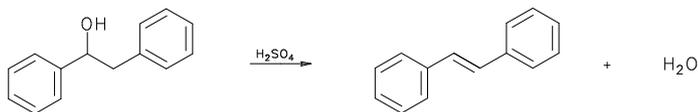


3.6. *trans*-Stilben

2-Brom-1,2-diphenylethanol ist die zweite Stufe eines Vierstufenpräparates:

1,2-Diphenylethanol (8.2.4.) → *trans*-Stilben → 1,2-Dibrom-1,2-diphenylethan (2.1.3.) → Diphenylacetylen (3.4.)

Reaktion:



<u>Ansatz:</u>	falls nur 1.+2. Stufe 8.2.4. → <u>2.1.1.</u>	falls Stufe 1-3 oder 1-4 ⁽¹⁾ 8.2.4. → <u>2.1.1.</u> → 2.1.3. → 3.4.
	3,5 g 1,2-Diphenylethanol; 13 mL konz. Schwefelsäure Ethanol	17,5 g 1,2-Diphenylethanol; 65 mL konz. Schwefelsäure Ethanol

Vorschrift: 1,2-Diphenylethanol wird mit 50 mL verdünnter Schwefelsäure (konz. Schwefelsäure : Wasser – 1 mL : 4 mL) versetzt. Anschließend wird das Reaktionsgemisch unter ständigem Rühren drei Stunden auf dem Ölbad bei mindestens 180°C erhitzt. In der Regel sublimiert dabei das Produkt in den Rückflußkühler. Zur Produktgewinnung wird der Feststoff mit Aceton aus dem Kühler gelöst und anschließend durch Abtrennung des Acetons isoliert und getrocknet.⁽³⁾ Außerdem wird zur weiteren Produktgewinnung die Reaktionslösung nach Abkühlung über Nacht im Kühlschrank stehengelassen. Der abgeschiedene Kristallbrei wird abfiltriert und der Niederschlag durch Sublimation gereinigt.

Bemerkungen:

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

(2) Die Umsetzung und Reinigung soll dünnschichtchromatographisch verfolgt werden: Silicagelfolie; Laufmittel: Dichlormethan oder ein Gemisch aus Petroether und Essigsäureethylester im Verhältnis 20 : 1; Detektion: UV-Licht oder Jodkammer; R_f -Werte: *trans*-Stilben = 0,5; 1,2-Diphenylethanol = 0,25. Die DCs sind ins Laborjournal einzukleben!

(3) Der Teil des Produktes, welcher durch Sublimation gewonnen wurde, muss nicht gereinigt werden! Der andere Teil soll auch durch Sublimation gereinigt werden. (Das macht Spaß!) Leihen Sie sich dazu eine Sublimationsapparatur aus. Die gibt es im Glaslager oder bei Dr. Werner. Sie können aber auch einen eigenen Aufbau verwenden. Z.B. Kolben mit Substanz im Ölbad erwärmen. Darüber eine Schale oder einen Kolben in denen sich Eis befindet zum Abscheiden.

(4) Bei Weiterverwendung des Produktes im Folgepräparat soll ein eventueller Überschuss abgegeben werden!

Mechanismus: Eliminierung unter Bildung von C-C-Mehrfachbindungen

Produkt: *trans*-Stilben: Schmp.: 123-125°C

Literatur: H. Lim-Pricht, H. Sschwanert, *Annalen der Chemie und Pharmacie* **1870**, 155, 59-69

Gefährdung: Schwefelsäure wirkt ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Augen, Haut und Kleidung vermeiden. *trans*-Stilben ist gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Ethanol ist leichtentzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

Z:\Daten_Rechner2020\bwerner\Präparate\Präparate überarbeitet August2021\3.6_transStilben.doc, 31.08.21

Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

Heizbad entfernen, Stecker ziehen, evtl. Notausschalter bedienen, abkühlen lassen

Abzug schließen

Entsorgung: Reaktionslösung in Sammelbehälter anorganische Säuren. 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
<i>trans</i> -Stilben	180,24	122-124	306-307	Xn, N	H302, H319, H411	P264, P273, P280, P301+P312, P305+P351+P338, P330, P337+P313, P391, P501
1,2-Diphenylethanol	198,27	63				
Schwefelsäure, halbkonzentriert			> 119	C	H314	P260, P303+P361+P353, P305+P351+P338, P310
Schwefelsäure, konz.	98,08	3	290	C	H314	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, 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

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
<i>trans</i> -Stilben	ADL	BK	WK	W	L	WE	CSchP
1,2-Diphenylethanol	D	BK					
Ethanol	DKL	BHK	WK	WA	L	WA	CSchP
Schwefelsäure, konz.	ADL	BHK	WA	WA	LA	WA	Nicht Wasser
Schwefelsäure, verd.	ADL	BHK	WA	WA	LA	WA	W

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