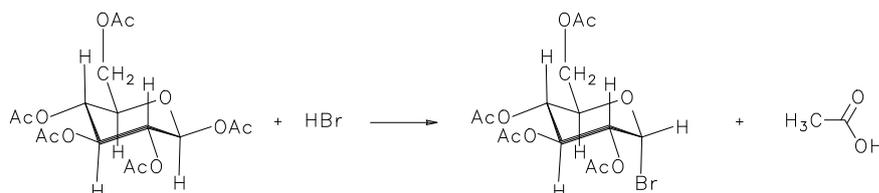


## 4.1.8. 2,3,4,6-Tetra-O-acetyl--D-galactopyranosylbromid (Acetobromgalactose)

Acetobromgalactose ist Teil eines Zweistufenpräparates:

1. Stufe: Galactosepentaacetat (8.1.15.)
2. Stufe: Acetobromgalactose

Reaktion:



Ansatz: 5,0 g Galactosepentaacetat;  
10 mL HBr/Eisessig 33%;  
2 mL Essigsäureanhydrid;  
2 mL Eisessig;  
75 mL Dichlormethan;  
100 mL Natriumhydrogencarbonatlösung, gesättigt  
Magnesiumsulfat, Diethylether, Petrolether

Vorschrift: Essigsäureanhydrid, Eisessig und HBr/Eisessig müssen vor Verwendung im Kühlschrank auf ca. 5°C gekühlt werden. Nachdem unter Kühlung (Eisbad) und Rühren das Galactosepentaacetat in Essigsäureanhydrid und Eisessig suspendiert wurde, werden innerhalb von 15 min 33%ige Eisessig-Bromwasserstoff-Lösung unter Rühren zugetropft. Nach Entfernen des Eisbades wird im geschlossenen Kolben ca. 2 h bei Raumtemperatur gerührt. Danach werden, auch unter Rühren, ca. 15 g klein gestoßene Eisstücke portionsweise zugefügt. Nachdem alles Eis geschmolzen ist, wird der Kolbeninhalt auf etwa 50 mL Wasser gegossen und dreimal mit je 25 mL Dichlormethan extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden durch mehrmaliges Schütteln mit jeweils 150 mL gesättigter Natriumhydrogencarbonatlösung (Vorsicht!) neutralisiert und anschließend mit 25 mL Wasser gewaschen. Nach Trocknung über Magnesiumsulfat wird das Dichlormethan abgetrennt und der erhaltene weiße Feststoff aus Diethylether umkristallisiert. Zugabe von Petrolether unterstützt bei Bedarf die Kristallisation.

Bemerkungen:

- (1) Die Reaktion soll dünnschichtchromatographisch verfolgt werden. Bedingungen: Silicagelfolien; Laufmittel: Petrolether (50-70°C): Essigester (1: 1) oder Toluol: Essigester (1: 1); Detektion: kurzes Tauchen in 10-%ige Schwefelsäure und Erwärmen mit dem Heißluftfön. Edukt färbt sich schwarzbraun, Produkt rotbraun. Probennahme nach 0,5, 1,0 und 1,5 h Reaktionsdauer. U.U. muss die Reaktionszeit verlängert werden. Achtung: Die DCs sind ins Laborjournal einzukleben.
- (2) Das Produkt ist hydrolyseempfindlich und muss im Kühlschrank aufbewahrt werden.

Literatur: B. Iselin, T. Reichstein, Helv. Chim. Acta **27** (1944), S. 1146

Produkt: 2,3,4,6-Tetra-O-acetyl-D-galactopyranosylbromid (Acetobromgalactose): Schmp.: 81 °C

Mechanismus: Nukleophile Substitution am gesättigten Kohlenstoffatom - Ersatz der Acetatgruppe durch anorganische Säurereste

Gefährdung: Essigsäureanhydrid, Eisessig und HBr/Eisessig wirken ätzend (C), Einatmen der Dämpfe und Kontakt mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden.

Dichlormethan ist gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden.

Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

Stecker ziehen, evtl. Notausschalter bedienen, Abzug schließen

Entsorgung: Waschlösungen in Sammelbehälter für Spül- und Waschwasser (neutral). Magnesiumsulfat in Behälter für Filter- und Aufsaugmassen. Dichlormethan in Sammelbehälter für halogenhaltige, organische Lösungsmittel.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
2,3,4,6-Tetra-O-acetyl- D-galactopyranosylbromid	411,28					
Galactosepentaacetat	390,35	139-142				
HBr in Eisessig, 33%ige			<200	C	H314, H335	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P403+P233, P405, P501
Dichlormethan	84,93	-97	40	Xn	H351	P201, P202, P281, P308+P313, P405, P501
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
Petrolether	>-80	50 - 70		F, Xn, N	H225, H304, H315, H336, H361f, H373, H411	P201, P202, P210, P233, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P273, P280, P281, P301+P310, P302+P352, P303+P361+P353, P308+P313, P321, P331, P332+P313, P370+P378, P391, P403+P235, P405, P501
Magnesiumsulfat	120,37	1224				
Natriumhydrogencarbonat	84,10	270				
Essigsäureanhydrid	102,09	-73	139,5	C	H226, H302, H314, H332	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P280, P301+P312, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P370+P378, P403+P235, P405, P501

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
Essigsäure	60,05	15-16	118	C	H226, H314	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P370+P378, 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
2,3,4,6-Tetra-O-acetyl- $\beta$ -D-galactopyranosylbromid	KD	BK	W	W			
Galactosepentaacetat							
Bromwasserstoffsäure/Eisessig, 33%	ADKL	BHK	WA	WA	LA	WA	CP
Diethylether	ADL	BHK	WK	WA	LB	FA	PSch
Petrolether	ADL	BHK	WK	WA	LA	A	PSch
Dichlormethan	ADKL	BHK	KW	WA	L	WKA	CSchP
Magnesiumsulfat	DT	BK	WK	W	L	A	
Natriumhydrogencarbonat	AD	BK	W	W	L		
Essigsäure	ADL	BK	WK	WA	LA	WA	WCSchP
Essigsäureanhydrid	AD	BHK	WK	WA	LA	WA	P

### 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