

4.2.2. Phenylhexylether

Phenylhexylether ist eine Stufe eines Zweistufenpräparates:

1. Stufe: 1-Bromhexan (4.1.3.)
2. Stufe: Phenylhexylether (4.2.2.)

Reaktion:



Ansatz: 19,7 g Phenol
35,7 g 1-Bromhexan
34,5 g Kaliumcarbonat
20 mL Aceton
Petrolether (50 - 70°C), Natriumhydroxid, Natriumsulfat

Vorschrift Zunächst werden Phenol, Aceton, Bromhexan und Kaliumcarbonat mit Hilfe eines KPG-Rührers zu einem dicken Brei gemischt, der anschließend sechs Stunden unter Rückfluß zum Sieden erhitzt wird. Das Reaktionsgemisch wird abgekühlt und mit jeweils 50 mL Wasser und Petrolether versetzt. Es schließt sich die Abtrennung der wässrigen Phase im Scheidetrichter an sowie anschließend nacheinander eine Extraktion der organischen Phase dreimal mit je 20 mL verdünnter Natronlauge und zweimal mit je 20 mL Wasser. Nach dem Trocknen über Natriumsulfat wird der Petrolether abgetrennt und das Produkt fraktioniert destilliert.

Bemerkungen:

- (1) Passen Sie die Ansatzgröße dem aus 4.1.3. erhaltenen 1-Bromhexan an!
- (2) Die Verwendung eines KPG-Rührers ist auf Grund der Konsistenz der Reaktionslösung erforderlich. Ein Magnetrührer ist nicht in der Lage die notwendige Durchmischung zu erzielen.
- (3) Die Reaktion soll dünn-schicht-chromatographisch verfolgt werden, um die Reaktionsdauer zu bestimmen!
Bedingungen: Silicagelfolien; Laufmittel: Petrolether (50 - 70°C): Essigester (4:1); Detektion: UV-Licht bzw. Jodkammer. Der R_f -Wert des Produktes liegt bei 0,8, der des Phenols bei 0,3. Gegebenenfalls kann die Reaktionszeit verlängert werden. Die DCs sind ins Laborjournal einzukleben!
- (4) Vom Produkt soll ein NMR-Spektrum angefertigt werden!
- (5) Die Ansatzgröße kann auch halbiert werden.
- (6) Sdp.: 244,5 °C (130 °C/29 mbar) bedeutet nicht, dass Sie am Controller ein Vakuum von 29 mbar einstellen müssen. Das ist die Literaturangabe! Wenn Sie bei geringerem Druck destillieren, können Sie die Siedetemperatur weiter reduzieren! Benutzen Sie zur Umrechnung der Siedetemperatur das Nomogramm aus der Vorlesung!
- (7) Nach der gleichen Vorschrift lassen sich herstellen:
Octylphenylether: Sdp.: 285 °C; η = 1,4890 (20°C)
Decylphenylether: Sdp.: 178 °C bei 15 Torr
Dodecylphenylether: Sdp.: 167 °C bei 4 Torr; Schmp.: 25-26 °C.

Mechanismus: Nukleophile Substitution am gesättigten Kohlenstoffatom - Williamson-Veretherung

Produkt: Phenylhexylether: Sdp.: 244,5 °C (130 °C/29 mbar)

Literatur: nach: L. Claisen et al., *Liebigs Ann. Chem.* 401 1913, 29

Gefährdung: Phenol ist giftig (T), jeglichen Kontakt sowie Einatmen der Dämpfe vermeiden. Kaliumcarbonat ist gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Aceton und Petrolether sind leicht entzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten. Natrium-hydroxid wirkt ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden.

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). Natronlauge in Sammelbehälter für Laugen und Laugengemische. Natriumsulfat in Behälter für Filter- und Aufsaugmaschinen. Destillationsvorlauf und -rückstand in Sammelbehälter für halogenhaltige, organische Lösungsmittel. Aceton und Petrolether 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
Phenylhexylether	178,28		240			
1-Bromhexan	165,07	-85	155,3	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
Aceton	58,08	-96	56,2	F, Xi	EUH066, H225, H319, H336	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P264, P280, P303+P361+P353, P305+P351+P338, P337+P313, P370+P378, P403+P235, P501
Phenol	94,11	39,5-41,5	181,8	T, C	H301, H311, H314, H331, H341, H373	P201, P202, P260, P264, P280, P281, P301+P310, P301+P330+P331, P302+P352, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P308+P313, P321, P403+P233, P405, P501
Kaliumcarbonat	138,21	891		Xn	H302, H315, H319, H335	P261, P264, P280, P301+P312, P302+P352, P304+P340, P305+P351+P338, P321, P330, P332+P313, P337+P313, P362, P403+P233, P405, 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
Natriumhydroxid	40,0	318	1390	C	H314	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P405, P501
Natriumsulfat	142,04	888				

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
Phenylhexylether							
1-Bromhexan	D	BK	WK	W	L	WE	PCSch
Phenol	ADLT Lichtschutz	BHK	WKF	WA	LA	WKA	WSch
Aceton	DLK	BK	WK	WA	L	WAK	PSch
Kaliumcarbonat	DT	B	WK	WA	L	WE	
Petrolether	ADL	BHK	WK	WA	LA	A	PSch
Natriumhydroxid	TD	BHK	WFK	WA	LA	WA	CPSch
Natriumsulfat	AD	BK	W	W	L		

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	Frischluft 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