

4.2.3. Phenyloctylether

Phenyloctylether ist eine Stufe eines Zweistufenpräparates:

1. Stufe: 1-Bromooctan (4.1.5.)
2. Stufe: Phenyloctylether (4.2.3.)

Reaktion:



Ansatz 19,7 g Phenol
40,5 g 1-Bromooctan
34,5 g Kaliumcarbonat
20 mL Aceton
Petrolether (50 – 70 °C), Natriumhydroxyd, Natriumsulfat

Vorschrift: Zunächst werden Phenol, Aceton, Bromooctan und Kaliumcarbonat mit Hilfe eines KPG-Rührers zu einem dicken Brei gemischt, der anschließend sechs Stunden unter Rückfluß zum Sieden erhitzt wird. Nach dem Abkühlen wird das Reaktionsgemisch mit je 50 mL Wasser und Petrolether versetzt. Danach wird die organische Phase dreimal mit je 20 mL verdünnter Natronlauge und zweimal mit je 20 mL Wasser gewaschen, anschließend mittels Natriumsulfat und destilliert.

Bemerkungen:

Passen Sie die Ansatzgröße Ihrer Ausbeute aus 4.1.5. an!

(1) 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.

(2) Die Reaktion wird dünnschicht-chromatographisch verfolgt, um die Reaktionsdauer zu bestimmen. Gegebenfalls Bedingungen: Silicagelfolien; Laufmittel: Petrolether (50 - 70°C): Essigester (4:1); Detektion: UV-Licht bzw. Jodkammer . Der R_f -Wert des Ethers liegt bei 0,7, der des Phenols bei 0,3. Gegebenenfalls kann die Reaktionszeit verlängert werden. Die DCs sind ins Laborjournal einzukleben!

(3) Vom Produkt soll ein NMR-Spektrum angefertigt werden!

(4) Die Ansatzgröße kann auch halbiert werden.

(5) Nach der gleichen Vorschrift lassen sich herstellen: Decylphenylether: Sdp.: 178 °C bei 15 Torr und Dodecylphenylether: Sdp.: 167 °C bei 4 Torr; Schmp.: 25-26 °C.

Mechanismus: Nucleophile Substitution am gesättigten Kohlenstoffatom - Williamson-Veretherung

Produkt: Phenyloctylether: Sdp.: 285 °C

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. Natriumhydroxyd 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). Natron-lauge in Sammelbehälter für Laugen und Laugengemische. Natriumsulfat in Behälter für Filter- und Aufsaugmassen. 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
Phenylloctylether	206,28		285			
Bromoctan	193,13	-55	201-202	N	H400	P273
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	324	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
Phenylloctylether							
Bromoctan	ADL	BK	WK	W	L	WE	PCSch
Phenol	ADL 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

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