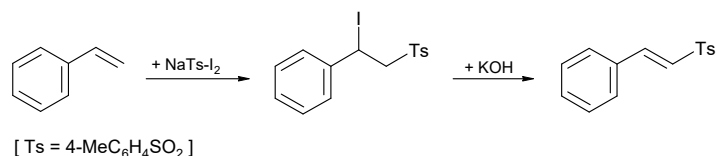


5.1.4. (E)- β -Tosylstyrol

Reaktion:



Ansatz:

2,75 g 4-Toluolsulfinsäure Natriumsalz
1,15 mL Styrol
2,55 g Jod
50 mL Methanol
16 mL Ethanol
10 mL einer 1N methanolischen Kalilauge
100 mL einer 1N Natriumdisulfitlösung
Ethylacetat, Natriumsulfat

Vorschrift: 2,75 g Natriumsalz der 4-Toluolsulfinsäure und 1,15 mL Styrol werden in Methanol gelöst. Nach Zugabe des Jods wird 45 min bei Raumtemperatur gerührt. Nachdem dann anschließend 10 mL einer 1N methanolische Kalilauge langsam zugetropft wurden, wird noch einmal 10 min bei Raumtemperatur gerührt. Das Reaktionsgemisch wird danach in 100 mL einer 1N Natriumdisulfitlösung gegossen, wobei ein weißer Niederschlag ausfällt. Durch vorsichtiges Einengen am Rotationsverdampfer wird das Methanol abdestilliert. Das verbleibende Reaktionsgemisch wird zweimal mit je 50 mL Ethylacetat extrahiert, wobei sich der entstandene Niederschlag vollständig auflöst. Die vereinigten organischen Phasen werden über Natriumsulfat getrocknet, das Ethylacetat vollständig abgetrennt und das Produkt aus Ethanol (ca. 16 mL) umkristallisiert.

Bemerkung:

- (1) Beim Abdestillieren des Methanols im Rotationsverdampfer kann es stark schäumen.
- (2) Die Reinheit des Produkts soll dünnschichtchromatographisch überprüft werden. Bedingungen: Silicagelfolien; Laufmittel: n-Hexan/Ethylacetat 4:1; Detektion: UV-Licht bzw. Jodkammer; R_f-Wert: 0,40. Fertigen Sie jeweils ein DC vom Rohprodukt und vom Reinprodukt an! Die DCs sind ins Laborjournal einzukleben!
- (3) Im Protokoll ist die Reaktion unter stereochemischen Gesichtspunkten zu diskutieren: Regioselektivität im 1. Schritt und Anti-Eliminierung im 2. Schritt.

Mechanismus: Radikalische Addition an die nicht aktivierte Doppelbindung mit nachfolgender Eliminierung zu einem α - β -ungesättigten Sulfon

Produkt: (E)- β -Tosylstyrol: Schmp.: 120-121°C

Literatur: nach C.Najera, J.M.Sansano, M.Yus, *J. Chem.Educ.* 72 (7), 1995, S.664-665

Gefährdung: Methanol ist giftig (T), jeglichen Kontakt mit dem menschlichen Körper sowie Einatmen der Dämpfe vermeiden. Styrol, Jod, (E)- β -Tosylstyrol und Natriumdisulfit sind gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Kaliumhydroxid wirkt ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Augen, Haut und Kleidung vermeiden. Styrol wirkt reizend (Xi), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Augen und Haut vermeiden. Ethylacetat, Methanol und Ethanol sind leichtentzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

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

Entsorgung: Methanol sowie die Kristallisationslauge in den Sammelbehälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel.. Die methanolische Reaktionslösung ist vor der Entsorgung zu neutralisieren, danach in den Sammelbehälter für halogenhaltige, organisches Lösungsmittel. Natriumsulfat kommt in den Behälter für Filter- und Aufsaugmassen.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
(E)- β -Tosylstyrol		120-121				
4-Toluolsulfinsäure, Natriumsalz	178,19	>300				
Styrol	104,15	-30,6	145	Xn	H226, H315, H319, H332	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P261, P264, P280, P302+P352, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P312, P321, P332+P313, P337+P313, P370+P378, P403+P235, P501
Iod	253,81	113-114	184,4	Xn, N	H312, H332, H400	P261, P273, P280, P302+P352, P304+P340, P312, P322, P363, P391, P501
Methanol	32,04	-98	64,6	T, F	H225, H301, H311, H331, H370	P210, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P280, P301+P310, P302+P352, P303+P361+P353, P304+P340, P307+P311, P321, P330, P370+P378, P403+P233, P403+P235, 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
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
Natriumdisulfit	190,10	150 (Z)		Xn	EUH031, H302, H318	P264, P280, P301+P312, P305+P351+P338, P310, P330, P501
Ethylacetat (Essigester)	88,10	-83	77	F, Xi	H225, H319+ EUH066, H336	P210, P241, P243, P280, P303+P361+P353, P305+P351+P338, 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
(E)- β -Tosylstyrol							
4-Toluolsulfonsäure, Natriumsalz							
Styrol	ADKLT	BHK	WK	WA	L	WEA	WCSchP
Iod	ADT	BHK	WKA	W	L	WFA	
Methanol	ADL	BHK	WK	WA	LB	EFA	PSch
Ethanol	DKL	BHK	WK	WA	L	WA	CSchP
Kaliumhydroxid	TD	BHK	WK	WA	LA	WA	
Natriumdisulfid	ADT	BK	WK	WA	L	WEA	
Ethylacetat	ADL	BKH	WK	WA	LB	WKFA	PSch
Natriumsulfat	AD	BK	W	W	L		

Kürzel

Allgemeine Schutzmaßnahmen		Körperschutzmaßnahmen		Störverhalten/ Maßnahmen bei kleinen Unfällen	
A	Arbeiten nur unter dem Abzug	A	Atenschutzmaske 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	Frischluf 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