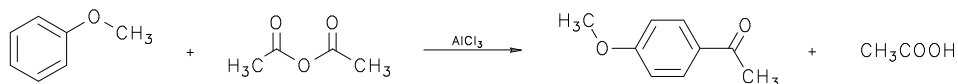


6.2.1. 4-Methoxyacetophenon

4-Methoxyacetophenon ist eine Stufe eines Zweistufenpräparates:

1. Stufe: 4-Methoxyacetophenon
2. Stufe: 4-Methoxybenzoesäure (7.3.1.)

Reaktion:



Ansatz:

- 13,5 g Anisol
- 13,0 g Acetanhydrid
- 36,5 g wasserfreies Aluminiumchlorid
- 70 mL Trichlorethylen (trocken)
- konz. Salzsäure, Natriumhydroxid, Natriumsulfat

Vorschrift: Zu einem Gemisch aus Anisol, Trichlorethylen und Aluminiumchlorid wird unter kräftigem Rühren innerhalb von 15 min das Acetanhydrid getropft, wobei sich das Gemisch erhitzt und Chlorwasserstoff entsteht. Es wird bis zum Aufhören der Gasentwicklung im siedenden Wasserbad erhitzt und nach Abkühlung zur Hydrolyse des Keton-Aluminiumchlorid-Komplexes vorsichtig auf ca. 250 g Eis gegossen und eventuell ausgeschiedenes Aluminiumhydroxid mit wenig konz. Salzsäure in Lösung gebracht. Die organische Phase wird abgetrennt und die wäßrige Phase noch zweimal mit je 30 mL Trichlorethylen extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden zweimal mit je 40 mL Wasser, danach zweimal mit je 40 mL 2%-iger Natronlauge und zum Schluß wieder zweimal mit je 40 mL Wasser gewaschen und über Natriumsulfat getrocknet. Nach Abtrennung des Trichlorethylens wird das Rohprodukt durch Destillation gereinigt. Es sind Maßnahmen zu treffen, dass das Produkt nicht im Kühler auskristallisiert. Die farblose Flüssigkeit erstarrt beim Abkühlen, eventuell auch erst bei Kühlung im Eisbad

Bemerkungen

- (1) Bedenken Sie beim Aufbau der Apparatur, dass bei der Reaktion HCl-Gas entsteht.
- (2) Die Reaktion dauert ca. 30 Minuten. Prüfen Sie aber, ob die Gasentwicklung beendet ist!
- (3) Beachten Sie bei der Destillation, dass das Produkt bei 38 °C fest wird. Es soll nicht im Kühler auskristallisieren.

Mechanismus: elektrophile Substitution an Aromaten - Friedel-Crafts-Acylierung

Produkt: 4-Methoxyacetophenon: Sdp.: 265 °C (139 °C/15 Torr); Schmp.: 38-39 °C

Literatur:

- [1] Eicher, Tietze, *Organisch-chemisches Grundpraktikum*, **1993**, Georg Thieme Verlag Stuttgart, 1. Auflage, 123-126;
- [2] Autorenkollektiv, *Organikum*, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften der DDR, **1999**, 20. Auflage, 361

Gefährdung: Acetanhydrid, Aluminiumchlorid, Natriumhydroxid und Chlorwasserstoff wirken ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Anisol wirkt reizend (Xi), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Augen und Haut vermeiden. Trichlorethylen und 4-Methoxyaceto-phenon sind gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden.

Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

Heizbad entfernen, Stecker ziehen, evtl. Notausschalter bedienen, abkühlen lassen, Abzug schließen, bei Kontakt mit Säure mit viel Wasser spülen

Entsorgung: Destillationsvorlauf und -rückstand sowie Trichlorethylen in Sammelbehälter für halogenhaltige, organische Lösungsmittel. Reaktionslösung in Sammelbehälter für anorganische Säuren. Natron- und Kalilauge in Sammelbehälter für Laugen und Laugengemische. Waschwasser in Sammelbehälter für Spül- und Waschwasser (neutral). Natriumsulfat in Behälter für Filter- und Aufsaugmassen.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
4-Methoxyacetophenon	150,18	36-38	258	Xn	H302, H315	P264, P280, P301+P312, P302+P352, P321, P330, P332+P313, P362, P501
Anisol	108,14	-37	153,7		H226	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P280, P303+P361+P353, P370+P378, P403+P235, P501
Aluminiumchlorid	133,34	180-181		C	H314	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P405, P501
Trichlorethylen	131,79	-86	87	Xn	H315, H319, H336, H341, H350, H412	P201, P308+P313
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
Salzsäure, >25 %		-70	107	C	H314, H335	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P403+P233, 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
4-Methoxyacetophenon	KD	BK	WK	W	L	WEA	WCSchP
Anisol	DL	BHK	WK	WA	LA	WA	PSch
Trichlorethylen	ADLK	BK	WK	WA	L	FKA	
Aluminiumchlorid	TD	BK	WFK	WA	LA	WA	
Essigsäureanhydrid	AD	BHK	WK	WA	LA	WA	P
Salzsäure > 25 %	ADL	BHK	WFK	WA	LA	WA	
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	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