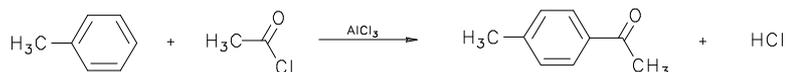


6.2.2. 4-Methylacetophenon

4-Methylacetophenon ist eine Stufe eines Zweistufenpräparates:

1. Stufe: 4-Methylacetophenon
2. Stufe: Methylbenzoesäure (7.3.2.)

Reaktion:



Ansatz:

19,0 g Toluol
16,5 g Acetylchlorid
35,0 g wasserfreies Aluminiumtrichlorid
100 mL absolutiertes Chloroform
konz. Salzsäure, Natriumhydroxid, Natriumsulfat, 60 mL Chloroform

Vorschrift: Nachdem zunächst zur Lösung von 35 g Aluminiumtrichlorid in 100 mL absolutiertem Chloroform unter kräftigem Rühren und Kühlen mit Eiswasser 16,5 g Acetylchlorid getropft wurden, werden 19 g Toluol so zugegeben, dass die Innentemperatur stets bei ca. 20°C bleibt. Es wird eine Stunde gerührt und über Nacht stengelassen. Zur Hydrolyse des Keton-Aluminiumchlorid-Komplexes wird vorsichtig auf ca. 250 g Eis gegossen und eventuell ausgeschiedenes Aluminiumhydroxid mit wenig konz. Salzsäure in Lösung gebracht. Nach Abtrennung der organischen Phase wird die wässrige zweimal mit je 30 mL Chloroform extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden dann zweimal mit je 40 mL Wasser, 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 Chloroforms wird das Rohprodukt durch Destillation gereinigt.

Bemerkungen

- (1) Hinweise zum Trocknen von Chloroform finden Sie im Script „Hinweise zu den Labortechniken“
- (2) Bedenken Sie beim Aufbau der Apparatur, dass bei der Reaktion HCl-Gas entsteht.
- (4) Beachten Sie bei der Destillation, dass das Produkt bei 22 °C fest wird. Es soll nicht im Kühler auskristallisieren.

Literatur: Autorenkollektiv, *Organikum*, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften der DDR, **1999**, 20. Auflage, 361

Produkt: 4-Methylacetophenon: Schmp.: 22-24 °C; Sdp.: 226 °C (110 °C/14 Torr)

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

Gefährdung: Acetylchlorid, Aluminiumchlorid, Natriumhydroxid und Chlorwasserstoff wirken ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Toluol, Chloroform und 4-Methylacetophenon sind gesundheitsgefährdend (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Acetylchlorid ist leichtentzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

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

Entsorgung: Destillationsvorlauf und -rückstand sowie Chloroform in Sammelbehälter für halogenhaltige, organische Lösungsmittel. Reaktionslösung in Sammelbehälter für anorganische Säuren. Kali- und Natronlauge 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-Methylacetophenon	134,18	22	226	Xn	H302	P264, P301+P312, P330, P501
Toluol	92,14	-95	110,6	Xn, F	H225, H304, H315, H336, H361d, H373	P201, P202, P210, P233, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P280, P281, P301+P310, P302+P352, P303+P361+P353, P308+P313, P321, P331, P332+P313, P370+P378, P403+P235, P405, 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
Chloroform	119,38	-64	61,1	Xn	H302, H315, H350, H373	P201, P202, P260, P264, P280, P281, P301+P312, P302+P352, P308+P313, P321, P330, P332+P313, P362, P405, P501
Acetylchlorid	78,75	-112	50,7	F, C	EUH014, H225, 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
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	318		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-Methylacetophenon	D	BK	WK	W	L	WEA	PCSch
Toluol	ADKL	BHK	WK	W	LA	A	PSch
Chloroform	ADKL	BHK	WK	WA	LBA	FKA	
Aluminiumchlorid	TD	BK	WFK	WA	LA	WA	
Acetylchlorid	ADL	BHK	WA	WA	LA	WA	CP
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