

6.4.1. 4-Bromanisol

4-Bromanisol ist eine Stufe eines Zweistufenpräparates oder eines Sechstufenpräparats:

1. Stufe: 4-Bromanisol, 2. Stufe: 4-Methoxybenzhydrol (8.2.3)

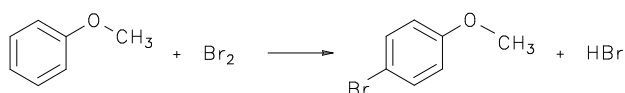
oder

1. Stufe: Benzoylchlorid (8.1.11), 2. Stufe: Benzoesäureethylester (8.1.3), 3. Stufe: 4-Bromanisol,

4. Stufe: 4,4'-Dimethoxytriphenylmethylcarbinol (8.2.5), 5. Stufe: 4,4'-Dimethoxytriphenylmethylchlorid (4.3.1)

6. Stufe: 5'-Dimethoxytritylthymidin (4.3.2)

Reaktion:



Ansatz:

16,2 g Anisol;

6,3 ml Brom;

70 ml Chloroform

Natriumhydrogensulfit, Natriumhydroxid, Natriumsulfat

Vorschrift: Nachdem 16,2 g Anisol in 55 mL Chloroform gelöst und auf 0°C abgekühlt wurden, werden unter intensivem Rühren 6,3 mL Brom in 15 ml Chloroform langsam so zugetropft, dass die Temperatur des Gemisches stets bei 0° bis 5°C bleibt. Anschließend soll zur Vervollständigung der Reaktion weitere zwei Stunden bei dieser Temperatur gerührt werden.

Nach Stehen über Nacht wird zweimal mit je 25 ml Wasser, das etwas Natriumhydrogensulfit enthält, einmal mit 25 ml 10%-iger Natronlauge und wiederum zweimal mit je 25 ml Wasser extrahiert. Es wird über Natriumsulfat getrocknet, das Chloroform abgetrennt und die verbliebene Reaktionslösung im Vakuum über eine kleine Destillationsbrücke mit kurzer Vigreux-Kolonnen destilliert.

Bemerkungen:

(1) Beachten Sie alle Regeln, die Sie zum Umgang mit Brom kennengelernt haben. Bedenken Sie auch, dass bei der Reaktion Bromwasserstoff entsteht, welcher nicht in die Umwelt gelangen darf.

(2) Hinweis bezüglich der Angabe: 108°C/20 Torr. Es handelt sich um die Angabe des Siedepunktes aus der Literatur. Selbstverständlich können Sie bei einem tieferen Druck destillieren. Benutzen Sie zum Umrechnen das Nomogramm aus der Labortechnikvorlesung.

Produkt: 4-Bromanisol: Schmp.: 11°C; Sdp.: 215°C (108°C/20 Torr);

Literatur: nach Autorenkollektiv, *Organikum*, 20. Auflage, **1999**, 351 – 352

Mechanismus: elektrophile Substitution an Aromaten - Halogenierung

Gefährdung: Brom ist sehr giftig (T+), jeglichen Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Brom wirkt ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Chloroform ist gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden.

Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

Natriumthiosulfatlösung verwenden um Brom (Abfälle, kontaminierte Geräte u.s.w.) zu vernichten, Stecker ziehen, evtl. Notausschalter bedienen, Abzug schließen

Entsorgung: Destillationsvorlauf- und -rückstand sowie Chloroform in Sammelbehälter für halogenhaltige, organische Lösungsmittel. Die Waschlösungen sind vor der Entsorgung zu neutralisieren.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
4-Bromanisol	187,04	9-10	215			
Anisol	108,14	-37	153,7		H226	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P280, P303+P361+P353, P370+P378, P403+P235, P501
Brom	159,82	-7	58,8	T+, C, N	H314, H330, H400	P260, P264, P273, P280, P284, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P320, P391, P403+P233, 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
Natriumhydroxid	40,00	324	1390	C	H314	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P405, P501
Bromwasserstoff, in Lösung, 47 %		-11	126	C	H314, H335	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P403+P233, P405, P501
Natriumhydrogensulfid-39%-ig		-44	146	Xn	EUH031, H302	P264, P301+P312, P330, P501
Natriumsulfit	126,04	>500				
Natriumsulfat	142,04	888				

2. Schutzmaßnahmen sowie Anweisungen zur Ersten Hilfe und Verhaltensregeln bei kleinen Unfällen

Substanzname	Schutzmaßnah.		Anweisungen zur Ersten Hilfe				Störfallverhalten/ kleine Unfälle
	allgem.	Körper	Haut	Augen	Inhalati.	Verschl	
4-Bromanisol	DL	BH	WK	W	L	WE	PSchFeuerl. PG u. K
Anisol	DL	BHK	WK	WA	LA	WA	PSch
Brom	ATDKL	BHK	WK*	WA	LA	WA	
Chloroform	ADKL	BHK	WK	WA	LBA	FKA	
Natriumhydroxid	TD	BHK	WFK	WA	LA	WA	CPSch
HBr in Wasser, 47 %	AD	BK	WK	WA	LA	WA	WSch
Natriumhydrogensulfid-39%-ig	DL	BHK	WK	WA	L	WEA	
Natriumsulfit	DL	BK	WK	WA	L	WEA	
Natriumsulfat	AD	BK	W	W	L		

* mit Natriumhydrogencarbonat-Lösung spülen

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	Frischlufte 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	Aktivkohleschlamm trinken