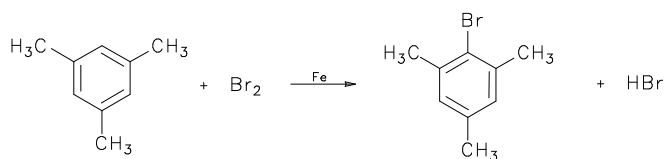


6.4.2. Brommesitylen

Reaktion:



Ansatz:

12,0 g Mesitylen

6,1 mL Brom

250 mg Eisenpulver

Natriumhydrogensulfid, Natriumhydroxid, Kaliumhydroxid, Chloroform, Natriumsulfat, Ethanol

Vorschrift: Zu 12 g Mesitylen und 250 mg Eisenpulver werden unter gutem Rühren bei Raumtemperatur 6,1 mL Brom zugetropft. Wenn nach Zugabe von wenig Brom und einer gewissen Induktionsperiode noch kein Bromwasserstoff entwickelt wird, kann vorsichtig auf 30 bis 40°C erwärmt werden. Ist die Reaktion angesprungen, wird bei Raumtemperatur weitergearbeitet! Nach Stehen über Nacht wird zweimal mit je 20 mL Wasser, das etwas Natriumhydrogensulfid enthält, einmal mit 20 mL 10 %-iger Natronlauge und wiederum zweimal mit je 20 mL Wasser extrahiert.(4)

Zur Hydrolyse des Broms in der Seitenkette wird danach drei Stunden mit 35 mL 10 %-iger alkoholischer Kalilauge unter Rückfluß erhitzt. Nach dem Abkühlen wird die Reaktionslösung in 150 mL Wasser gegossen, die organische Phase abgetrennt und die wäßrige Phase noch zweimal mit je 20 mL Chloroform extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden dann zweimal mit je 20 mL Wasser (mit Indikatorpapier auf Neutralpunkt prüfen) gewaschen und über Natriumsulfat getrocknet. Chloroform wird abgetrennt und anschließend das Produkt 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) Um eine Bromierung der Seitenkette zu vermeiden, wird der Reaktionskolben mit Alufolie verhüllt.

(3) Hinweis bezüglich der Angabe: 106°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.

(4) Vom Produkt und vom Rohprodukt soll ein NMR angefertigt werden!

Produkt: Brommesitylen: Schmp.: -1 - +1 °C; Sdp.: 106 °C/ 16 Torr)

Mechanismus: elektrophile Substitution an Aromaten - Halogenierung

Literatur:

[1] Hünig, Märkel, Sauer; *Integriertes organisches Praktikum*, Verlag Chemie, **1979**, S.172;

[2] Autorenkollektiv, *Organikum*, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften der DDR, **1999**, 20. Auflage, S.351-352

Gefährdung: Brom ist sehr giftig (T+), jeglichen Kontakt mit dem menschlichen Körper sowie Einatmen der Dämpfe vermeiden. Kaliumhydroxid und Brom wirken ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Mesitylen und Brommesitylen wirken reizend (Xi), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Augen und Haut vermeiden. Chloroform ist gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Ethanol ist leichtentzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

Natriumthiosulfatlösung verwenden um Brom (Abfälle, kontaminierte Geräte u.s.w.) zu vernichten

Heizbad entfernen, Stecker ziehen, evtl. Notausschalter bedienen, abkühlen lassen, Abzug schließen

Entsorgung: Destillationsvorlauf und -rückstand sowie Chloroform in Sammelbehälter für halogenhaltige, organische Lösungsmittel. Die Waschlösungen sind vor der Entsorgung zu neutralisieren. 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
Bromesitylen	199,10	2	225	Xi	H315, H319, H335	P261, P264, P280, P302+P352, P304+P340, P305+P351+P338, P312, P321, P332+P313, P337+P313, P362, P403+P233, P405, P501
Mesitylen	120,20	-45	164,7	Xi, N	H226, H335, H411	P210, P240, P241, P242, P243, P261, P273, P280, P303+P361+P353, P304+P340, P312, P370+P378, P391, P403+P233, P403+P235, P405, P501
Eisen	55,84	1535				
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
Ethanol	46,07	-114	78,2	F	H225	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P280, P303+P361+P353, P370+P378, P403+P235, P501
Natriumhydrogensulfid-39%-ig		-44	146	Xn	EUH031, H302	P264, P301+P312, P330, P501
Natriumdisulfid	190,10	150 (Z)		Xn	EUH031, H302, H318	P264, P280, P301+P312, P305+P351+P338, P310, P330, 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
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
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
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
Brommesitylen	DL	BK	WK	WA	L	WA	WC
Mesitylen	DLK	BK	WK	WA	L	WEA	WCSchP
Eisen	DT	BK	W	W	L	WE	Metallbrandpulver, trockener Sand
Brom	ATDKL	BHK	WK*	WA	LA	WA	
Ethanol	DKL	BHK	WK	WA	L	WA	CSchP
Natriumhydrogensulfid-39%-ig	DL	BHK	WK	WA	L	WEA	
Natriumdisulfid	ADT	BK	WK	WA	L	WEA	
Natriumhydroxid	TD	BHK	WFK	WA	LA	WA	CPSch
Kaliumhydroxid	TD	BHK	WK	WA	LA	WA	
Chloroform	ADKL	BHK	WK	WA	LBA	FKA	
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