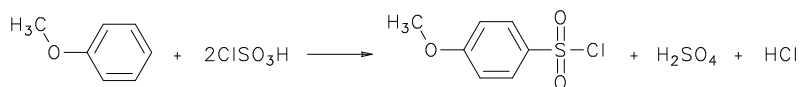


## 6.5.2. 4-Methoxy-benzensulfochlorid

### Reaktion:



### Ansatz:

9 g Anisol

19,3 g Chlorsulfonsäure

90 mL, davon 40 mL trockenes Chloroform

Kaliumhydroxid, Natriumsulfat, Toluol, Aceton

### Vorschrift:

Zu einer auf ca.  $-10^{\circ}\text{C}$  gekühlten Mischung von Anisol in 40 mL absolutiertem Chloroform wird Chlorsulfonsäure möglichst rasch, innerhalb von ungefähr 10 Minuten, und unter gutem Rühren getropft. Dabei soll die Innentemperatur  $0^{\circ}\text{C}$  betragen. (1) Es wird bei dieser Temperatur so lange weiter gerührt, wie sich Chlorwasserstoff entwickelt. Dann wird das Gemisch auf Zimmertemperatur erwärmt und bis zur Beendigung der Chlorwasserstoffentwicklung gerührt. Die Reaktionsmischung wird anschließend sehr vorsichtig unter intensiven Rühren in ein Becherglas gegeben, in dem sich 100 g zerstoßenes Eis und soviel Wasser befindet, dass ein leichtes Rühren möglich ist. Nach Zugabe von 50 mL Chloroform wird die Chloroformschicht abgetrennt. Sie wird dreimal mit wenig Eiswasser gewaschen und mit Natriumsulfat getrocknet. Nach Abtrennung des Chloroforms und Abkühlung sowie Anreiben kristallisiert der zunächst ölige, leicht gelbliche Rückstand. Zur Reinigung wird das getrocknete Produkt aus Toluol oder Petrolether umkristallisiert.

### Bemerkungen:

Achtung: Chlorsulfonsäure gibt es nicht im Lager!

(1) Der entstehende Chlorwasserstoff darf nicht in die Umwelt gelangen! Treffen Sie die entsprechenden Maßnahmen.

(2) Das Produkt kann auch bei Eingießen der Reaktionsmischung in die Eis-Wasser-Mischung sofort kristallin ausfallen.

In diesem Fall kann auf die Extraktion mit Chloroform verzichtet werden. Das Produkt wird zur Reinigung sofort umkristallisiert.

### Literatur:

[1] I.G.Farben-Patent: F.P. 872771 **1941**

[2] Autorenkollektiv, *Organikum*, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften der DDR, **1999**, 20. Auflage, 346 - 347

Produkt: 4-Methoxy-benzensulfochlorid (p-Anisylsulfochlorid): Schmp.:  $41-42^{\circ}\text{C}$

Mechanismus: Elektrophile Substitution an Aromaten - Chlorsulfonierung

Gefährdung: Vorsicht! Chlorsulfonsäure ist sehr stark ätzend. Augen vor Dämpfen schützen. Chlorsulfonsäure und 4-Methoxy-benzensulfochlorid wirken ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Toluol und Chloroform sind gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Anisol wirkt reizend (Xi), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Augen und Haut vermeiden. Toluol ist leichtentzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

### Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

Stecker ziehen, evtl. Notausschalter bedienen, Abzug schließen

Entsorgung: Reaktionslösung in Sammelbehälter für anorganische Säuren. Waschwasser in Sammelbehälter für Spül- und Waschwasser (neutral). Chloroform und Toluol (Mutterlauge) in Sammelbehälter für halogenhaltige, organische Lösungsmittel. 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-Methoxybenzensulfochlorid	206,65	41-42				
Chlorsulfonsäure	116,52	-80	152 (Z)	C	EUH01, H314, H335	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P403+P233, P405, P501
Anisol	108,14	-37	153,7		H226	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P280, P303+P361+P353, P370+P378, P403+P235, 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
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
Natriumsulfat	142,04	888				
Toluol	92,14	-93	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
Aceton	58,08	-96	56	F, Xi	EUH06, H225, H319, H336	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P264, P280, P303+P361+P353, P305+P351+P338, P337+P313, P370+P378, P403+P235, P501

## 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-Methoxybenzensulfochlorid							
Chlorsulfonsäure	DK	BK	WFK	WA	LA	WA	
Anisol	DL	BHK	WK	WA	LA	WA	PSch
Chloroform	ADKL	BHK	WK	WA	LBA	FKA	
Kaliumhydroxid	TD	BHK	WK	WA	LA	WA	
Natriumsulfat	AD	BK	W	W	L		
Toluol	ADKL	BHK	WK	W	LA	A	PSch

### 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 <sub>2</sub> -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	Frischluff 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