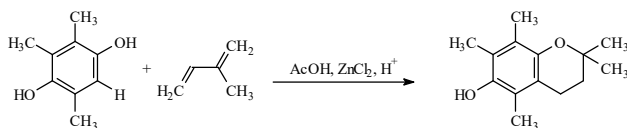


6.5.5. Pentamethylchromanol

Reaktion:



Ansatz:

7,5 g 2,3,5-Trimethylhydrochinon

7,5 g (10 mL) Isopren;

75 mL Eisessig;

0,75 g Zinkchlorid;

35 mL Petrolether, konz. Schwefelsäure

Vorschrift: Nachdem 2,3,5-Trimethylhydrochinon und Zinkchlorid unter Erwärmen auf 100 °C in Eisessig gelöst wurde, werden zu diesem Gemisch langsam 10 mL Isopren innerhalb von 30-45 min hinzugeetropt, wobei sich die Lösung dunkelgelb färbt. Die Reaktionslösung wird eine weitere Stunde gerührt, wobei das Ölbad entfernt werden soll. Anschließend wird eine Stunde unter Rückfluß gekocht, dann ein Tropfen konz. Schwefelsäure hinzugefügt, wobei die Lösung braunrot wird, und noch eine weitere Stunde unter Rückfluß erhitzt. Die abgekühlte Reaktionslösung wird in ein Becherglas, das ungefähr 350 mL kaltes Wasser enthält, gegossen. Auf der Oberfläche scheidet sich ein schwer abzutrennendes braunrotes öliges Nebenprodukt ab, das mit Watte schnell vor dem Aufsteigen der weißen Produktkristalle zu entfernen ist. Danach wird der weiße Niederschlag saugfiltriert und aus Petrolether umkristallisiert..

Bemerkungen:

(1) 2,3,5-Trimethylhydrochinon löst sich erst bei 80-100°C.

(2) Das Isopren ist im Kühlschrank aufzubewahren und erst kurz vor Beginn der Zugabe aus dem Kühlschrank zu holen.

Der Tropftrichter muß unbedingt auf dem mittleren Hals aufgesetzt werden, damit Isopren beim Zugeben direkt in die Reaktionslösung tropfen kann. Dieser Apparaturaufbau verhindert eine Polymerisation des Isoprens. Beim Zutropfen dürfen sich nur kurzzeitig leichte Nebel bilden!

(3) Das braunrote Nebenprodukt muß unbedingt zügig entfernt werden, damit der Verlust beim Umkristallisieren nicht zu groß wird.

Mechanismus: elektrophile Substitution an Aromaten - Friedel-Crafts-Alkylierung mit anschließender intramolekularer Etherbildung (elektrophile Addition von Alkoholen an Olefine entsprechend der Markovnikov-Regel)

Produkt: Pentamethylchromanol: Schmp.: 94-94,5 °C

Literatur: nach L.I.Smith; H.E.Ungnade; H.H.Hoehn; S.Wawzonek *J. Org. Chem.* 4, **1939**, S. 311-317

Gefährdung: Schwefelsäure, Zinkchlorid und Eisessig wirken ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Augen, Haut und Kleidung vermeiden. 2,3,5-Trimethylhydrochinon wirkt reizend (Xi), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Augen und Haut vermeiden. Petrolether und Isopren sind leichtentzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

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

Entsorgung: Petrolether in Sammelbehälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel. Reaktionslösung in Sammelbehälter für anorganische Säuren.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
Pentamethylchromanol	230,31	89-91		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
2,3,5-Trimethylhydrochinon	152,19	169-172		Xn, N	H315, H317, H318, H332, H335, H410	P261, P264, P273, P280, P302+P352, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P333+P313, P362, P391, P403+P233, P405, P501
Zinkchlorid	136,28	290	730	C, N	H302, H314, H410	P260, P264, P273, P280, P301+P312, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P391, P405, P501
Isopren	68,12	-147	34	F+, T	H224, H341, H350, H412	P201, P202, P210, P233, P240, P241, P242, P243, P273, P280, P281, P303+P361+P353, P308+P313, P370+P378, P403+P235, P405, P501
Essigsäure	60,05	15-16	118	C	H226, 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
Petrolether	>-80	50 - 70		F, Xn, N	H225, H304, H315, H336, H361f, H373, H411	P201, P202, P210, P233, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P273, P280, P281, P301+P310, P302+P352, P303+P361+P353, P308+P313, P321, P331, P332+P313, P370+P378, P391, P403+P235, P405, P501
Schwefelsäure, konz.	98,08	3	290	C	H314	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P405, 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
Pentamethylchromanol							
2,3,5-Trimethylhydrochinon							
Isopren	DLK	BK	WK	WA	L	WA	CP
Zinkchlorid	TDLK	BK	WFK	WA	LA	WA	
Essigsäure	ADL	BK	WK	WA	LA	WA	WCSchP
Petrolether	ADL	BHK	WK	WA	LA	A	PSch
Schwefelsäure, konz.	ADL	BHK	WA	WA	LA	WA	Nicht Wasser

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