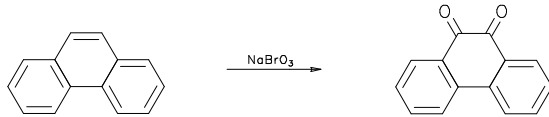


7.2.3. 9,10-Phenanthrenchinon

9,10-Phenanthrenchinon ist eine Stufe eines Zweistufenpräparates:

1. Stufe: 9,10-Phenanthrenchinon
2. Stufe: 9-Hydroxy-fluoren-9-carbonsäure (11.3.)

Reaktion:



Ansatz:

8,9 g Phenanthren
15,1 g Natriumbromat;
120 mL Eisessig,
Natriumhydroxid, Natriumhydrogensulfit, Natriumcarbonat, Toluol

Vorschrift: Phenanthren und Natriumbromat werden in 120 mL Eisessig gelöst und unter Rühren 1,5 Stunden zum Sieden erhitzt. (2) Es wird anschließend die orangefarbene Reaktionslösung abgekühlt und, falls vorhanden, vom überschüssigen Bromat abdekantiert und danach in 250 mL kaltes Wasser gegossen. Nachdem der ausgefällte orangefarbene Niederschlag saugfiltriert und 3 mal mit je 50 mL kaltem sowie 3 mal mit je 30 mL kochendem Wasser gewaschen wurde, wird belüftet, die Saugflasche gewechselt und der Niederschlag mit 30 mL heißer 40%-iger NaHSO₃-Lösung übergossen, vorsichtig aufgeschlämmt und saugfiltriert. Das Saugfiltrieren mit je 30 mL heißer 40 %-iger NaHSO₃-Lösung wird danach dreimal wiederholt. Nach Abkühlung des Filtrats auf 5 °C fällt das Bisulfit-Addukt aus. Dies kann einige Zeit dauern. Der Niederschlag wird saugfiltriert, in 30 mL Wasser aufgeschlämmt und mit 50 mL gesättigter Na₂CO₃-Lösung versetzt. (3) Der pH-Wert ist zu kontrollieren. Hierbei fällt das orangefarbene Phenanthrenchinon aus, das abgetrennt und zweimal mit Wasser gewaschen wird. Das Rohprodukt soll sehr sorgfältig getrocknet werden, da sonst Verluste beim Umkristallisieren auftreten, was aus Toluol bzw. Tetralin erfolgt.

Literatur nach A. Banerjee et al., *J.Indian Chem.Soc.* 60, **1983**, S.275

Produkt: 9,10-Phenanthrenchinon: Schmp.: max. 197 °C

Mechanismus: Oxidation eines Aromaten zum Chinon

Bemerkungen:

- (1) Die Ansatzgröße kann evtl. verkleinert werden!
- (2) Beachten Sie, dass bei der Reaktion Brom entsteht, welches nicht in den Abzug bzw. in die Abluft gelangen darf. Ergreifen Sie die entsprechenden Maßnahmen!
- (3) Vorsicht, es kann stark schäumen.
- (4) Die Abtrennung über das Bisulfitaddukt muß sorgfältig erfolgen, da ansonsten große Verluste auftreten können. Es ist gründlich mit heißer NaHSO₃-Lösung zu extrahieren. 40%ige Natriumhydrogensulfitlösung wird aus Natriumdisulfit (Na₂S₂O₅;) durch Lösen in Wasser hergestellt. Bedenken Sie, dass Sie aus 1 mol Na₂S₂O₅ 2 mol NaHSO₃ erhalten.
- (5) Für die Freisetzung des 9,10-Phenanthrenchinons ist ein deutlich alkalische Reaktion der Lösung erforderlich (pH-Wert = 10 - 11). Unter Umständen ist verdünnte Natronlauge zuzugeben.
- (6) Das Produkt kann auch aus Eisessig umkristallisiert werden.
- (7) Die Reaktion soll dünnstichtchromatographisch verfolgt werden: Bedingungen: Silicagelfolien; Laufmittel: Dichlormethan; Detektion: UV-Licht bzw. Jodkammer; R_F-Werte: Phenanthren 0,78, 9,10-Phenanthrenchinon: 0,32. Nehmen Sie im Abstand von jeweils einer halben Stunde Proben. Die DCs sind ins Laborjournal einzukleben!

Gefährdung: Brom ist sehr giftig (T+), jeglichen Kontakt mit dem menschlichen Körper sowie Einatmen der Dämpfe vermeiden. Essigsäure und Brom wirken ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Natriumbromat ist brandfördernd (O), jeden Kontakt mit brennbaren Stoffen vermeiden. Natriumcarbonat und Natriumbromat wirken reizend (Xi), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut und Augen vermeiden. Phenanthren, Natriumhydrogensulfit und Toluol sind gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Toluol ist leichtentzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

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

Abzug schließen

Entsorgung: Reaktionslösung in Sammelbehälter für anorganische Säuren. Natronlauge in Sammelbehälter für Laugen und Laugengemische. Reinigungs- und Waschlösungen in Sammelbehälter für Spül- und Waschwasser (neutral). Toluol in Sammelbehälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
9.10-Phenanthrenchinon	208,22	203-206	>360	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
Phenanthren	178,24	99-101	340	Xn, N	H302, H315, H319, H335, H400	P261, P264, P273, P280, P301+P312, P302+P352, P304+P340, P305+P351+P338, P321, P330, P332+P313, P337+P313, P362, P391, P403+P233, P405, P501
Natriumbromat	150,90	380		Xn, O	H302, H315, H319, H335	P261, P264, P280, P301+P312, P302+P352, P304+P340, P305+P351+P338, P321, P330, P332+P313, P337+P313, P362, P403+P233, 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
Natriumhydroxid	40,0	318	1390	C	H314	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P405, P501
Natriumdisulfit	190,10	150 (Z)		Xn	EUH031, H302, H318	P264, P280, P301+P312, P305+P351+P338, P310, P330, P501
Natriumhydrogensulfit- 39%-ig		-44	146	Xn	EUH031, H302	P264, P301+P312, P330, P501
Natriumcarbonat	165,99	851	1600	Xi	H319	P264, P280, P305+P351+P338, P337+P313
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

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
9.10-Phenanthrenchinon	D	BK	WK	WA	L	WEA	WCSchP
Phenanthrenchinon	DT	BK	WK	W	L	WEA	PWC
Natriumbromat	DT	BK	WK	WA	L	WEA	WCSchP
Essigsäure	ADL	BK	WK	WA	LA	WA	WCSchP
Natriumhydroxid	TD	BHK	WFK	WA	LA	WA	CPSch
Natriumdisulfit	ADT	BK	WK	WA	L	WEA	
Natriumhydrogensulfit-39%-ig	DL	BHK	WK	WA	L	WEA	
Natriumcarbonat	DT	BK	WK	WA	L	WEA	
Toluol	ADKL	BHK	WK	W	LA	A	PSch

Kürzel

Allgemeine Schutzmaßnahmen		Körperschutzmaßnahmen		Störverhalten/ Maßnahmen bei kleinen Unfällen	
A	Arbeiten nur unter dem Abzug	A	Atenschutzmaske 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	Frischlufzt 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