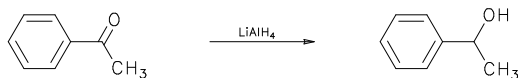


7.5.2. α -Phenylethanol

Reaktion:



Ansatz

12,0 g Acetophenon

1,5 g LiAlH₄

110 mL abs. Diethylether

Calciumchlorid, Essigsäureethylester, Schwefelsäure, Natriumchlorid, Natriumsulfat,

Vorschrift: Die Durchführung der Reaktion muss unter Feuchtigkeitsausschluss erfolgen! Zu Lithiumaluminiumhydrid in 70 mL abs. Diethylether wird unter Rühren Acetophenon in 40 mL abs. Diethylether so zugetropft, dass der Diethylether mäßig siedet. Danach wird weitere zwei Stunden unter Rückfluß zum Sieden erhitzt. Anschließend wird auf 0 °C abgekühlt und überschüssiges Lithiumaluminiumhydrid unter Rühren durch vorsichtige Zugabe von 10 mL Essigsäureethylester zersetzt. Nachdem weitere 10 Minuten gerührt worden, werden vorsichtig 10 mL Wasser dazugegeben, zu Beginn tropfenweise für den Fall, dass noch immer unzersetztes LiAlH₄ vorhanden ist. Anschließend wird der gebildete Aluminiumhydroxidniederschlag mit so viel 10 %-iger Schwefelsäure aufgelöst, wie dafür erforderlich sind. Die organische Phase wird abgetrennt und die wässrige dreimal mit je 25 mL Diethylether extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden mit gesättigter Natriumchloridlösung gewaschen, über Natriumsulfat getrocknet und nach Abtrennung des Lösungsmittels destilliert.

Bemerkungen:

- (1) Die Durchführung der Reaktion muss unter Feuchtigkeitsausschluss erfolgen! Es ist auf absolute Trockenheit aller Chemikalien und Geräte zu achten.
- (2) LiAlH₄ ist äußerst feuchtigkeitsempfindlich und an der Luft selbstentzündlich: Deshalb, Vorsicht beim Zerkleinern. Temperaturverlauf der Reaktion kontrollieren. Bei der Zersetzung von überschüssigem Hydrid unter dem Abzug arbeiten und die Arbeitsvorschrift exakt einhalten. Es besteht die Gefahr einer stürmischen Wasserstoffentwicklung.
- (3) Vom Produkt ist ein NMR-Spektren anzufertigen!

Mechanismus: Reduktion einer Carbonylverbindung durch ein komplexes Hydrid

Produkt: α -Phenyl-ethanol: Schmp.: 20 °C; Sdp.: 95 °C/ 12 mm

Literatur: Autorenkollektiv, *Organikum*, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften der DDR, 1999, 20. Auflage, 537-538

Gefährdung: Lithiumaluminiumhydrid ist feuchtigkeitsempfindlich und leichtentzündlich (F), Kontakte mit Feuchtigkeit oder Wasser vermeiden. Acetophenon und α -Phenylethanol sind gesundheitsschädlich (Xn), Einatmen der Dämpfe und Kontakt mit dem menschlichen Körper vermeiden. Schwefelsäure wirkt ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Diethylether ist hochentzündlich (F+), Essigsäureethylester 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. Waschlösungen in Sammelbehälter für Spül- und Waschwasser (neutral). Natriumsulfat in Behälter für Filter- und Aufsaugmassen. Diethylether sowie Destillationsvorlauf und -rückstand in Sammelbehälter für organische halogenfreie Lösungsmittel. Lithiumaluminiumhydrid

wird zur Entsorgung in Ether aufgeschlämmt. Dazu wird vorsichtig und unter Rühren eine Mischung von Ethylacetat und Ether im Verhältnis 1:4 getropft. Anschließend wird in den Sammelbehälter „org. halogenfreie Lösungsmittel“ entsorgt.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
α -Phenyl-ethanol	122,17	-27	218,	Xn	H302, H312, H315, H319	P264, P280, P301+P312, P302+P352, P305+P351+P338, P321, P330, P332+P313, P337+P313, P362, P501
Acetophenon	120,17	19-20	202	Xn	H302, H319	P264, P280, P301+P312, P305+P351+P338, P330, P337+P313, P501
LiAlH_4	37,95	125 (Z)		F, C	H260, H314	P223, P231+P232, P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P335+P334, P370+P378, P402+P404, P405, P501
Diethylether	74,12	-116	34	F+, Xn	EUH019, EUH066, H224, H302, H336	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P264, P280, P301+P312, P303+P361+P353, P330, P370+P378, P403+P235, P501
Ethylacetat (Essigester)	88,10	-83	77	F, Xi	H225, H319+E, UH066, H336	P210, P241, P243, P280, P303+P361+P353, P305+P351+P338, P405, P501
Calciumchlorid	110,99	772	>1600	Xi	H319	P264, P280, P305+P351+P338, P337+P313
Schwefelsäure, halbkonzentriert			> 119	C	H314	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P405, P501
Natriumchlorid	58,45	801	1461			
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
α -Phenyl-ethanol	DL	BK	WK	WA	L	WEA	WCSchP
Acetophenon	DL	BK	WK	WA	L	WEA	WCSchP
LiAlH_4	TD	BK	WK	WA	L	WEA	PSandZement
Diethylether	ADL	BHK	WK	WA	LB	FA	PSch
Ethylacetat	ADL	BKH	WK	WA	LB	WKFA	PSch
Calciumchlorid	ADL	BHK	WA	WA	L	WEA	
Schwefelsäure, verd.	ADL	BHK	WA	WA	LA	WA	W
Natriumchlorid	AD	BK	W	W	L	A	

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	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	Aktivkohleschlammung trinken