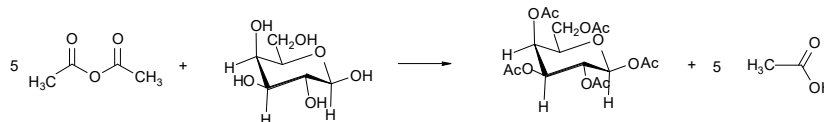


8.1.15 Galactosepentaacetat

Galactosepentaacetat ist Teil eines Zweistufenpräparates:

1. Stufe: Galactosepentaacetat
2. Stufe: Acetobromgalactose (4.1.8.)

Reaktion:



Ansatz:

- 22 ml Essigsäureanhydrid
- 0,4 g wasserfreies Natriumacetat
- 5,0 g D-Galactose (Monohydrat)
- 85 ml Dichlormethan
- Natriumhydrogencarbonat, Magnesiumsulfat

Vorschrift: In einem Dreihalskolben mit Thermometer und Rückflußkühler wird zu einer auf 120°C erhitzten Suspension aus Essigsäureanhydrid und Natriumacetat nach Entfernen des Heizbades die Galactose langsam und portionsweise zugegeben. Sobald die exotherme Reaktion nachläßt, wird zwei Stunden bei 120°C gerührt. Nach dem Abkühlen wird auf 125 ml Eiswasser gegossen, mit 40 ml Dichlormethan versetzt und über Nacht gerührt. Die wässrige Phase wird abgetrennt und dreimal mit je 15 ml Dichlormethan extrahiert. Dann werden die vereinigten organischen Phasen zweimal mit je 15 ml gesättigter Natriumhydrogencarbonatlösung neutral gewaschen und zweimal mit je 25 ml Wasser nachgewaschen sowie anschließend über Magnesiumsulfat getrocknet. Nach Abtrennung des Dichlormethans wird der Rückstand aus Ethanol umkristallisiert.

Bemerkungen:

- (1) Bei der Zugabe der Natriumhydrogencarbonatlösung besteht die Gefahr eines Überdrucks im Scheidetrichter. Deshalb muss die Lösung vorsichtig zugegeben und der Trichter vorm Verschließen geschwenkt werden. Alternativ kann die Mischung mit der Natriumhydrogencarbonatlösung zunächst in einem Becherglas erfolgen.
- (2) Die Reaktion soll mittels DC verfolgt werden: Silicagelfolien; Laufmittel: Chloroform/Methanol 4:1; Detektion: Jodkammer oder kurzes Tauchen in 10-%ige Schwefelsäure und Erwärmen mit dem Heißluftfön. Die DCs sind ins Laborjournal einzukleben. Entscheiden Sie selbst über eine sinnvolle Probenentnahme!
- (3) Vom Rohprodukt und Reinprodukt soll jeweils ein NMR angefertigt und ausgewertet werden! Werten Sie die Spektren auch hinsichtlich der Bildung von Pentaacetyl- α -D-galactose (Schmp.: 143-44 °C) aus!

Mechanismus: Veresterung mit einem Carbonsäureanhydrid unter Zusatz des entsprechenden Salzes

Produkt: Pentaacetyl- β -D-galactose: Schmp.: 139 – 142 °C

Literatur:

- [1] Autorenkollektiv, *Organikum*, 20. Auflage, **1999**, 444-445;
- [2] Gattermann, *Praxis des organischen Chemikers*, de Gruyter, **1982**,. Auflage, 43

Gefährdung: Methanol ist giftig (T), jeden Kontakt und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Essigsäureanhydrid wirkt ätzend (C), Einatmen der Dämpfe und Kontakt mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Dichlormethan ist gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Methanol und Ethanol sind 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). Magnesiumsulfat in Behälter für Filter- und Aufsaugmassen. Chloroform und Dichlormethan in Sammelbehälter für halogenhaltige, organische Lösungsmittel. Methanol und Ethanol 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
Galactosepentaacetat	390,35	139-142				
Essigsäureanhydrid	102,09	-73	138-40	C	H226, H302, H314, H332	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P280, P301+P312, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P370+P378, P403+P235, P405, P501
Galactose	180,20	163-69				
Dichlormethan	84,93	-95	40	Xn	H351	P201, P202, P281, P308+P313, P405, P501
Natriumacetat	82,035	324	>400 (Z)			
Natriumhydrogencarbonat	84,10	270				
Magnesiumsulfat	120,37	1224				

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
Galactosepentaacetat							
Galactose	ADL	BK	W	W	L	A	
Essigsäureanhydrid	AD	BHK	WK	WA	LA	WA	P
Natriumacetat	ADL	BK	W	W	L	A	
Dichlormethan	ADKL	BHK	KW	WA	L	WKA	CSchP
Natriumhydrogencarbonat	AD	BK	W	W	L		
Magnesiumsulfat	AD	BK	WK	W	L	A	

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