

8.1.4. Essigsäurephenylester

Reaktion:



Ansatz:

10,0 g Acetylchlorid, frisch destilliert

8,5,0 g Phenol

Kaliumhydroxid, Diethylether, Eisen(III)chlorid, Natriumsulfat

Vorschrift: Phenol und Acetylchlorid werden unter Rühren langsam bis zum Rückfluss erwärmt und ca. 60 Minuten unter leichtem Sieden gehalten. Nach Erkalten der klaren Reaktionslösung wird diese in 50 mL Eiswasser gegossen. Anschließend wird nach Abtrennung der organischen Phase die wässrige Phase dreimal mit je 15 mL Diethylether extrahiert. Danach werden die vereinigten organischen Phasen ausgeschüttelt - zweimal mit je 15 mL Wasser, zweimal mit jeweils 15 mL 5%-iger Kalilauge und abschließend wieder mit Wasser, bis das Waschwasser keine Rotfärbung mit Eisen(III)chlorid mehr zeigt. Die etherische Lösung wird über Natriumsulfat getrocknet und zur Abtrennung des Produktes destilliert.

Bemerkungen: Die Reaktion verläuft unter Entwicklung von Chlorwasserstoff, welcher nicht in den Abzug gelangen darf!

Mechanismus: Veresterung über die Alkohololyse eines Carbonsäurehalogenids

Produkt: Essigsäurephenylester: Sdp.: 196 °C (75 °C/ 8 Torr)

Literatur: Autorenkollektiv, *Organikum*, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften der DDR, 1999, 20. Auflage, S.442 – 443;

Gefährdung: Phenol ist giftig (T), jeglichen Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Essigsäurephenylester und Eisen(III)chlorid sind gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Acetylchlorid und Kaliumhydroxid wirken ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Diethylether ist hochentzündlich (F+), Acetylchlorid ist leichtentzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

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

Entsorgung: Reaktions- und Waschlösungen in Sammelbehälter für Spül- und Waschwasser (neutral). Kalilauge in Sammelbehälter für Laugen und Laugengemische. Natriumsulfat in Behälter für Filter- und Aufsaugmassen. Diethylether sowie Destillationsvorlauf und -rückstand 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
Essigsäurephenylester	136,15		196	N	H302	P264, P301+P312, P330, P501
Acetylchlorid	78,75	-112	52	F, C	EUH014, H225, 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
Phenol	94,11	40,8	181,8	T	H301, H311, H314, H331, H341, H373	P201, P202, P260, P264, P280, P281, P301+P310, P301+P330+P331, P302+P352, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P308+P313, P321, P403+P233, P405, P501
Kaliumhydroxid	56,11	360	1320	C	H302, H314	P260, P264, P280, P301+P312, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, 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
Eisen(III)chlorid, Hexahydrat	270,33	37		Xn	H302, H315, H318	P264, P280, P301+P312, P302+P352, P305+P351+P338, P310, P321, P330, P332+P313, P362, P501
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
Essigsäurephenylester	DL	BK	WK	WA	L	WEA	WCSchP
Acetylchlorid	ADL	BHK	WA	WA	LA	WA	CP
Phenol	ADLTLichschutz	BHK	WKF	WA	LA	WKA	WSch
Kaliumhydroxid	TD	BHK	WK	WA	LA	WA	
Diethylether	ADL	BHK	WK	WA	LB	FA	PSch
Eisen(III)chlorid, Hexahydrat	DT	BK	WK	WA	L	WEA	
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	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