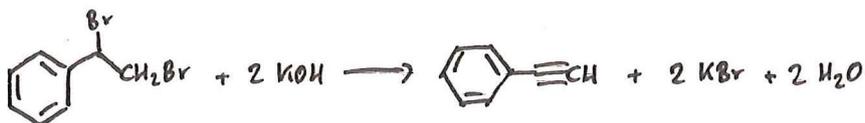


3.3. Phenylacetylen

Phenylacetylen ist Teil eines Zweistufenpräparates:

1,2-Dibromphenylethan (2.1.4.) → Phenylacetylen

Reaktion:



Ansatz: 40,0g 1,2-Dibrom-1-phenylethan;

42,0 g KOH;

180 mL Triglycol

Diethylether, Natriumsulfat

Vorschrift: In einer Destillationsapparatur wird das Kaliumhydroxid in Triglycol unter Erwärmen auf etwa 100°C gelöst, wobei sich die Lösung braun färbt. Nach gelinder Abkühlung gibt man das 1,2-Dibrom-1-phenylethan hinzu und erhitzt danach langsam auf 200°C Badtemperatur. Dabei destilliert das Eliminierungsprodukt und Wasser. Die Reaktion kann plötzlich und unter Schäumen eintreten, daher muß die Temperatur des Heizbades vorsichtig erhöht werden. Nach ca. 30 min ist die Reaktion in der Regel beendet. Das Reaktionsprodukt wird vom Wasser abgetrennt und die wässrige Schicht dreimal mit je 30 mL Diethylether ausgeschüttelt. Die vereinigten organischen Phasen werden mit Natriumsulfat getrocknet. Nach der Abtrennung des Diethylethers wird fraktioniert destilliert.

Literatur: nach *Organikum*, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften der DDR, 1999, 20. Auflage, 269

Produkt: Phenylacetylen: Sdp.: 143°C (43-45°C/ 12 Torr); $\eta = 1,5470$ (20°C)

Ausbeute: 5-10 %

Mechanismus: Eliminierung unter Bildung von C-C-Mehrfachbindungen

Bemerkungen: Man verwende kein Innenthermometer, da das Glas durch die heiße Alkalilösung sehr stark angegriffen wird! Aus dem selben Grund soll beim Assistenten ein Kolben ausgeliehen werden! ← ES

Als Heizbad soll entweder ein Sandbad oder ein Silikonölbäd, auszuleihen beim Assistenten, verwendet werden! Außerdem ist eine Dehydrohalogenierung in methanolischer KOH nach Hünig, Märkel, Sauer, *Integriertes organisches Praktikum*, Verlag Chemie 1979, 153 möglich. In diesem Fall wird zu der Mischung aus 1,2-Dibrom-1-phenylethan und festem Kaliumhydroxid in einem 500-mL-Rundkolben mit aufgesetztem Kühler langsam 50 mL Methanol gegeben. Es tritt eine heftige Reaktion ein, deshalb wird das Methanol in Portionen zugegeben. Unter Rühren wartet man ab, bis sich die Reaktion beruhigt hat und erhitzt danach noch 1 h unter Rückfluß. Zur abgekühlten Reaktionslösung gibt man 200 mL Wasser und schüttelt zweimal mit 100 mL Diethylether aus. Die weitere Aufarbeitung erfolgt wie beschrieben.

Gefährdung: Kaliumhydroxid wirkt ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Augen, Haut und Kleidung vermeiden. Diethylether ist hochentzündlich (F+), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

Phenylacetylen

Entsorgung: Reaktionslösung (nach Neutralisation) und Destillationsrückstand in Sammelbehälter für halogenhaltige, organische Lösungsmittel. Diethylether in Sammelbehälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel. Natriumsulfat in Behälter für Filter- und Aufsaugmassen.

Zeitaufwand: Apparaturaufbau: 1,0 h; Reaktionsdauer: 1,5 h; Aufarbeitung: 3,0 h

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	R-Sätze	S-Sätze
Kaliumhydroxid	56,11	360	1320	C	22-35	26-36/37/39-45
Natriumsulfat	142,04	888				
Diethylether	74,12	-116	34	F+, Xn	12-19-22-66	9-16-29-33
1,2-Dibromphenylethan	263,97	74	133 (19)		34	
Phenylacetylen	102,14		142-144		10	
Triethylenglycol (Triglycol)	150,18	-7	287			24/25
Methanol	32,04	-98	64,5	T, F	11-23/24/25-39/23/25	2-7-16-36/37-45

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
Phenylacetylen	D	BK	WK	W	L	WE	PCSch
Kaliumhydroxid	TD	BHK	WK	WA	LA	WA	
Natriumsulfat	AD	BK	W	W	L		
Methanol	ADL	BHK	WK	WA	LB	EFA	PSch
Diethylether	ADL	BHK	WK	WA	LB	FA	PSch
1,2-Dibromphenylethan							
Triethylenglycol (Triglycol)	D	BHK	WK	WA	LA	WEA	WCP