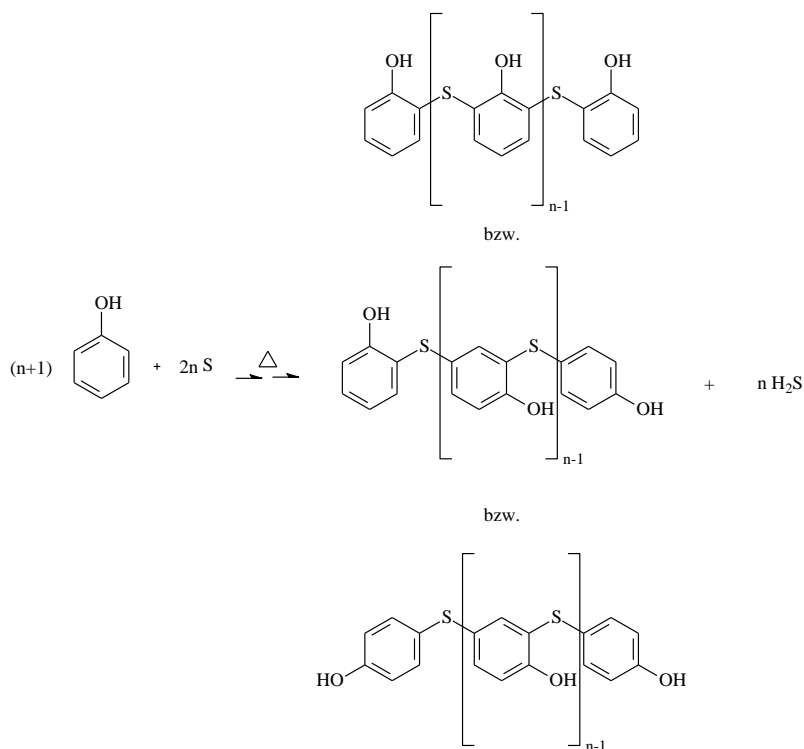


Darstellung von Pleurax

(ausschließlich für Personen mit Sachkenntnis + geeigneter Laborausstattung!)



bzw. auch andere verzweigte *o*-, *p*-substituierte Produkte

Durchführung:

36.7 g (390 mmol) Phenol werden im 500 ml Dreihalskolben im Metallbad bei 60-80 °C geschmolzen und unter Rühren werden 13.33 g (416 mmol) sublimierter Schwefel zugegeben. Die Temperatur wird langsam auf 150°C erhöht, 21 mg wasserfreies Na₂CO₃ zugefügt und bei 220 °C 6 h mit einem aufgesetzten NS 29 Luftkühler gerührt. Nach beendeter Reaktion wird überschüssiges Phenol aus dem offenen Kolben bei 220 °C für 2 h abgedampft, die Temperatur auf 100 °C abgesenkt, 17 ml wasserfreies IPA hinzugefügt und ca. 15 min weiter bei dieser Temperatur gerührt. Das warme Harz wird in ein Probengläschen umgefüllt und bei Raumtemperatur gelagert. Zur Einstellung einer passenden Viskosität werden ca. 12 ml wasserfreies IPA zugegeben. Sollte nach Tagen noch nicht-umgesetzter Schwefel enthalten sein, setzt sich dieser ab und kann durch Dekantieren entfernt werden.

Bemerkung:

Die Farbe des Schwefels ändert sich bei Temperaturerhöhung von einer leuchtend gelben Suspension in eine klare rötliche Lösung. Zur Minderung von Wärmeverlusten wird der Reaktionskolben mit 6-8 Lagen Alufolie umwickelt. Die H₂S-Entwicklung setzt intensiv nach 20 min für ca. 1.5 h ein und im

Anschluss klingt sie langsam ab. Phenol kondensiert im Steigrohr des Luftkühlers und wird von Zeit zu Zeit mit einem Heißluftfön geschmolzen. Festsitzende Schliffteile werden so ebenfalls wieder gelockert. Wenn nach 4 h Phenol im Steigrohr kondensiert, ist der Schwefel komplett umgesetzt und auf eine Löslichkeitsprobe in IPA oder Methanol kann verzichtet werden.

Durch die Wahl einer erhöhten Temperatur und einer geringeren Katalysatormenge werden längerkettige Moleküle erhalten, die weniger instabile Disulfidbrücken enthalten.

Ausbeute: ca. 44 ml gebrauchsfertiges Harz mit gelblich-braunem Farbton

$n_D^{20} = 1.714$ nach mehreren Tagen bei ca. 60°C

Literatur:

Rosenfeldt, G., [Hochbrechende Einschlussmittel \(PLEURAX / NAPHRAX / ZRAX\)](#)

Wegler, R., Kondensation aromatischer Verbindungen unter Einbau von Schwefel zu öligen bzw. harzartigen Produkten, *Houben-Weyl XIV-2* (1963)

