

# Versuchsbezogene Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV & Versuchsauswertung

für chemische Laboratorien der Universität Heidelberg

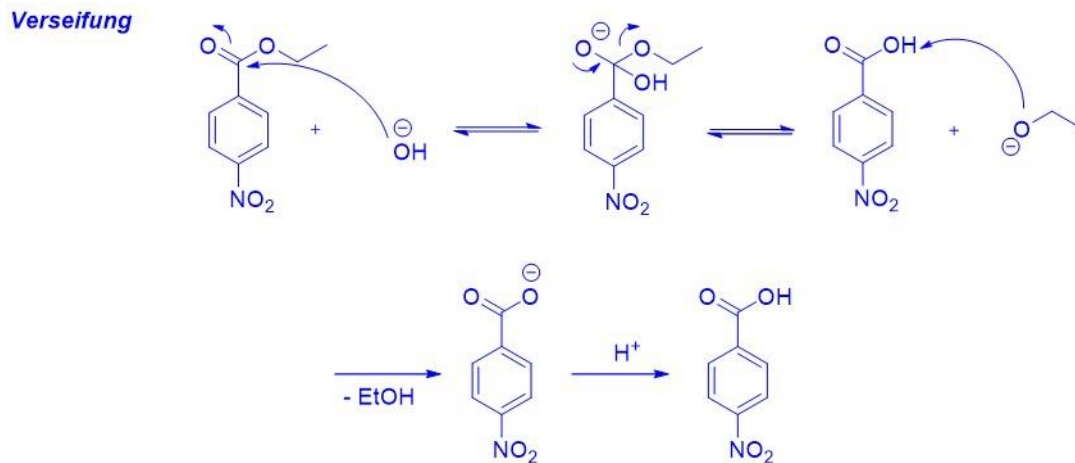


UNIVERSITÄT  
HEIDELBERG  
ZUKUNFT  
SEIT 1386

## - Organisches Praktikum (Modul OC\_B2) -

Name: <i>Mustermann</i>	Vorname: <i>Max</i>	Datum: <i>xx.xx.xxxx</i>	AssistentIn: <i>Erika Mustermann</i>
Gruppen + Versuchs-Nr. / Name Präparat: <i>A0 / p-Nitrobenzoesäure</i>		Literatur: <i>J. M. Khurana, S. Chauhan, G. Bansal Monatsheft für Chemie 2004, 135, 83-87. (oder: Organikum, 22. Auflage, Seite 405)</i>	Ansatzgröße (füllt AssistentIn aus): <i>5,12 mmol</i>
Reaktionsgleichung:			
<p style="text-align: center;"> <math>\text{C}_9\text{H}_9\text{NO}_4</math> <span style="margin-left: 150px;"><math>\text{C}_7\text{H}_5\text{NO}_4</math></span>  <math>M = 195,17 \text{ g/mol}</math> <span style="margin-left: 150px;"><math>M = 167,12 \text{ g/mol}</math></span> </p>			

Mechanismus:



wird in Schnellhefter / Ordner abgeheftet

Edukte, Lösungsmittel etc. und Produkt(e)	M [g/mol]	Smp./ Sdp. [°C]	Flamm- punkt [°C]	Gefahren- piktogramm (GHS-Nr.)	Nummern der Hazard- und Precautionary-Statements (H-/P-Sätze)	Dichte [g/mL]	Äquiva- lente	n	Masse/ Volumen
<i>Ethyl-p-nitrobenzoat</i>	195,17	Smp. 55-59	-	07	H: 319 P: 305+351+338	-	1,00	5,12	1,00 g mmol
<i>Kaliumhydroxid</i>	56,11	Smp. 361	-	05, 07	H: 290, 302, 314 P: 260, 280, 301+312, 301+330+331, 303+361+353, 304+340+310, 308+310, 305+351+338	-	2,00	10,2	575 mg mmol
<i>Methanol</i>	32,04	Sdp. 65	9	02, 06, 08	H: 225, 331, 311, 301, 370 P: 210, 233, 260, 280, 301+310, 303+361+353, 304+340+311	0,79	-	-	3 mL
Salzsäure	36,46	-	-	05, 07	H: 290, 314, 335 P: 261, 280, 305+351+338, 310, 303+361+353	-	-	-	-
<i>tert-Butylmethylether</i>	88,15	Sdp. 55	-33	02, 07	H: 225, 315 P: 210, 233, 240, 241, 242, 303+361+353	0,74	-	-	-
Natriumsulfat	142,04	Smp. 888	-	-	-	-	-	-	-
<i>p-Nitrobenzoesäure</i>	167,12	Smp. 243	-	07	H: 302, 318 P: 280, 305+351+338	-	1,00		
<i>Ethanol</i>	46,07	Sdp. 78	12	02, 07	H: 225, 319 P: 210, 403+233, 305+351+338	0,79	1,00		

Wortlaut der **wesentlichen** oben genannten H- und P-Sätze:

H314	Verursacht schwere <u>Verätzungen</u> der Haut und schwere Augenschäden.
H318	Verursacht schwere Augenschäden.
H225	Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.
H301, H311, H331	Giftig bei Verschlucken, Hautkontakt, Einatmen
P210	Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellenarten fernhalten. Nicht rauchen.
P260	Staub / Rauch / Gas / Nebel / Dampf / Aerosol nicht einatmen.
P304+340+310	Bei Einatmen: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. Sofort Giftinformationszentrum oder Arzt anrufen.
P305+351+338	Bei Kontakt mit den Augen: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

wird in Schnellhefter / Ordner abgeheftet

Entsorgung / Vernichtung anfallender Abfälle/Substanzen:

Edukt: Lösen in org. halogenfreien Lösungsmitteln → organisch halogenfreie Abfälle

KOH: vorsichtig in Wasser lösen & neutralisieren, ggf. unter Kühlung → wässrige Abfälle (sonstige Konzentrate)

Methanol: halogenfreie Abfälle

Salzsäure: Neutralisieren, z.B. mit gelöster KOH → wässrige Abfälle (sonstige Konzentrate)

Wässriger Rückstand aus Reaktion: Neutralisieren → wässrige Abfälle (org. belastet, sonstige Konzentrate)

tert-Butylmethylether, auch abrotiert: organisch halogenfreie Abfälle

Produkt: Produktreste mit verd. NaHCO<sub>3</sub>- oder Natron-/Kalilauge neutralisieren → wässrige Abfälle (org. belastet, sonstige Konzentrate)

Filter mit Natriumsulfatresten: im Abzug auslüften lassen → Feststofftonne: Filter- und Aufsaugmassen

Gefahren für Mensch und Umwelt, die von den Ausgangsmaterialien bzw. dem(n) Produkt(en) ausgehen, soweit sie nicht durch die oben genannten Angaben abgedeckt sind (z.B. krebserregend, fruchtschädigend, hautresorptiv):

Methanol: Hautresorptiv, Freisetzung in die Umwelt vermeiden, Augenschäden nach dermal/oraler Aufnahme, Vergiftungserscheinungen nach oraler Aufnahme. Deutlich wassergefährdend (WGK 2).

Ethanol: Reizung des Auges, Befindungsstörungen, bei oraler Aufnahme (hoher Dosen) Störung Zentralnervensystem und Schädigung verschiedener Organe, besonders die Leber (chronisch), WGK 1.

4-Nitrobenzoesäure: schwach wassergefährdend (WGK 1), krebserzeugend (Kat. 3).

Kaliumhydroxid: starke Ätzwirkung auf betroffene Schleimhäute/Haut, Achtung: Erblindungsgefahr (irreversible Augenschäden) nach Einwirkung auf die Augen, WGK 1.

Salzsäure: Exposition möglich durch Hautkontakt und Dampf-inhalation, Gefahr schwerer Lungen- und Augenschäden. WGK 1.

tert-Butylmethylester: Abfüllen größerer Mengen: Maßnahmen gegen elektrostatische Aufladung treffen. Dämpfe von MTBE können nach Einatmen Kopfschmerzen und Benommenheit bis zur Ohnmacht verursachen. Ähnliche Symptomatik nach intensivem Hautkontakt möglich. WGK 1.

Wiederholter Hautkontakt: Austrocknung und Entfettung der Haut. Dampf-Luft-Gemische sind explosionsfähig.

Ethyl-p-nitrobenzoat: Dermale und ggf. respiratorische (bei Stäuben) Resorption ist anzunehmen.

Schutzmaßnahmen und Verhaltensregeln:

Laborübliche Schutzmaßnahmen und Verhaltensregeln befolgen. Im Abzug und mit persönlicher Schutzausrüstung arbeiten.

Edukt: Bei Staubbildung für geeignete Entlüftung sorgen. Übliche Maßnahmen des vorbeugenden Brandschutzes.

KOH: Berührung mit den Augen und der Haut vermeiden. Staub- und Aerosolbildung vermeiden. Bei Staubbildung für geeignete Entlüftung sorgen.

Salzsäure: Berührung mit den Augen und der Haut vermeiden. Einatmen der Dämpfe oder Nebel vermeiden. Säureschutzhandschuhe verwenden.

Methanol: Berührung mit den Augen und der Haut vermeiden. Einatmen der Dämpfe oder Nebel vermeiden. Von Zündquellen fernhalten.

Maßnahmen gegen elektrostatisches Aufladen treffen.

Produkt: siehe KOH

tert-Butylmethylether: Berührung mit den Augen und der Haut vermeiden. Einatmen der Dämpfe oder Nebel vermeiden. Übliche Maßnahmen des vorbeugenden Brandschutzes. Von Zündquellen fernhalten. Maßnahmen gegen elektrostatisches Aufladen treffen.

Verhalten im Gefahrenfall, Erste-Hilfe-Maßnahmen (gegebenenfalls Kopie der entsprechenden Literaturstelle beiheften):

Detaillierte Informationen (Wirkungsweisen, Verhalten im Gefahrfall, Erste-Hilfe-Maßnahmen) zu den meisten im Praktikum verwendeten Stoffen können in der GESTIS-Stoffdatenbank (<https://gestis.dguv.de/>), dem Gefahrstoffinformationssystem der Deutschen Gesetzlichen Unfallversicherung, eingesehen werden – diese dient auch als hauptsächliche Quelle für die nachfolgend aufgeführten Maßnahmen. Achten Sie bei Erste-Hilfe-Maßnahmen und Löschversuchen stets auf Ihren Selbstschutz.

4-Nitrobenzoesäureethylester: Allgemeiner Hinweis: Arzt konsultieren, behandelndem Arzt Sicherheitsdatenblatt/Betriebsanweisung vorzeigen.

- Nach Einatmen: Frischluft, Arzt konsultieren.

- Nach Hautkontakt: Nach Entfernen betroffener Kleidungsstücke Haut mit Seife und viel Wasser abwaschen. Arzt konsultieren.

- Nach Verschlucken: Mund mit Wasser ausspülen, dabei nicht schlucken. Arzt konsultieren.

- Nach Augenkontakt: Insgesamt einige Minuten (ca. 10) lang behutsam mit Wasser (Augendusche) spülen, dabei Lieder spreizen und anderes, nicht betroffenes Auge schützen. Vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit und anfänglicher Spülung entfernen. Weiter spülen.

- Geeignete Löschmittel: CO<sub>2</sub>- oder Pulverlöscher

KOH: Allgemeiner Hinweis: Arzt konsultieren, behandelndem Arzt Sicherheitsdatenblatt/Betriebsanweisung vorzeigen.

- Nach Einatmen: Frischluft. Arzt konsultieren.

- Nach Hautkontakt: Beschmutzte Kleidung und Schuhe sofort ausziehen. Feststoffreste mit Einweghandtüchern schnell von Haut entfernen. Mit viel Wasser (ca. 20 Minuten) abwaschen. Arzt konsultieren.

- Nach Augenkontakt: Gefahr des Sehverlustes! Insgesamt min. 15 Minuten mit viel Wasser gründlich ausspülen, dabei Lieder spreizen und nicht betroffenes Auge schützen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit und anfänglicher Spülung entfernen. Weiter spülen. Arzt konsultieren.

- Nach Verschlucken. KEIN Erbrechen herbeiführen. Mund mit Wasser ausspülen. Arzt konsultieren.

- KOH ist nicht brennbar. Maßnahmen bei Bränden auf weitere betroffene Substanzen/Ausrüstung abstimmen.

Methanol: Allgemeiner Hinweis: Arzt konsultieren, behandelndem Arzt Sicherheitsdatenblatt/Betriebsanweisung vorzeigen.

wird in Schnellhefter / Ordner abgeheftet

- Nach Augenkontakt: Spülen des betroffenen Auges für eine Dauer von 10 Minuten unter Schutz des nicht betroffenen Auges, dabei Augenlider weit spreizen. Arzt konsultieren.
- Nach Hautkontakt: Betroffene Kleidung entfernen, mit Seife und viel Wasser abwaschen. Arzt konsultieren.
- Nach Einatmen: Frischluft. Arzt konsultieren
- Nach Verschlucken: Wasser trinken, Arzt konsultieren, Erblindungsgefahr!!!
- Geeignete Löschmittel: CO<sub>2</sub>- oder Pulverlöscher

Salzsäure: Allgemeiner Hinweis: Arzt konsultieren, behandelndem Arzt Sicherheitsdatenblatt/Betriebsanweisung vorzeigen.

- Nach Augenkontakt: Betroffenes Auge zehn Minuten ausspülen, dabei Augenlider mit der Hand weit öffnen. Nicht betroffenes Auge schützen. Arzt konsultieren. Hinweise zu Kontaktlinsen (s.o.) beachten.
- Nach Hautkontakt: Betroffene Kleidungsstücke ausziehen. Hautpartien mindestens 10 bis 20 Minuten mit Wasser abspülen. Bei großflächiger Benetzung Notdusche verwenden, dabei Säuredämpfe nicht einatmen. Arzt konsultieren.
- Nach Einatmen: An die frische Luft bringen. Betroffenen horizontal oder bei Atemnot halbsitzend lagern. Arzt konsultieren.
- Nach Verschlucken: Mund ausspülen, dabei Flüssigkeit ausspucken, wenn bei Bewusstsein. Anschließend 1 L Wasser langsam und vorsichtig trinken lassen. Kein Erbrechen herbeiführen. Auf keinen Fall eigene Neutralisationsversuche mit Lauge unternehmen. Arzt konsultieren.
- Salzsäure ist nicht brennbar. Maßnahmen bei Bränden auf weitere betroffene Substanzen/Ausrüstung abstimmen.

4-Nitrobenzoesäure: siehe 4-Nitrobenzoesäureethylester. Zusätzlich nach Verschlucken Wasser trinken.

MTBE: Allgemeiner Hinweis: Arzt konsultieren, behandelndem Arzt Sicherheitsdatenblatt/Betriebsanweisung vorzeigen.

- Nach Augenkontakt: Ausspülen des betroffenen Auges ca. 10 Minuten unter Schutz des anderen mit der Augendusche. Arzt konsultieren.
- Nach Hautkontakt: Betroffene Kleidungsstücke ausziehen, Haut mit viel Wasser und Seife reinigen. Arzt konsultieren.
- Nach Einatmen: Frischluft. Arzt konsultieren.
- Nach Verschlucken: Kein Erbrechen herbeiführen. Mund ausspülen, Flüssigkeit ausspucken. Arzt konsultieren.
- Geeignete Löschmittel: CO<sub>2</sub>- oder Pulverlöscher

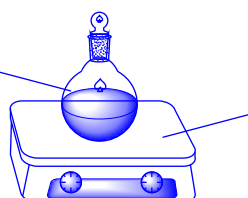
Ethanol: siehe 4-Nitrobenzoesäureethylester. Zusätzlich nach Verschlucken Wasser trinken. Nach Augenkontakt Arzt konsultieren.

geplante Versuchsdurchführung, stichpunktartig:

Ethyl-p-nitrobenzoat in Methanol lösen, Kaliumhydroxid zusetzen, die resultierende Mischung 10 Minuten bei Raumtemperatur rühren, zum Beenden der Reaktion Wasser zugeben, die wässrige Lösung anschließend mit 6 N Salzsäure auf pH 2 ansäuern, die Mischung mit tert-Butylmethylether (ersetzt Diethylether) extrahieren, die kombinierten Ether-Extrakte über Natriumsulfat trocknen, filtrieren und das Lösungsmittel unter vermindertem Druck entfernen.

detaillierter Reaktionsaufbau mit Beschriftung:

25 mL Rundkolben  
mit Stopfen und Rührfisch,  
Raumtemperatur



Magnetrührer

Hiermit verpflichte ich mich, den Versuch gemäß den in dieser Betriebsanweisung aufgeführten Sicherheitsvorschriften **und** Ansatzgrößen **selbstständig** durchzuführen.

**Präparat** zur Synthese mit den auf der Vorderseite berechneten Chemikalienmengen **freigegeben**, **Versuchsaufbau abgenommen** und kurzes **Sicherheitstestat** abgehalten.

Die Apparatur für dieses Präparat läuft.

Datum, Unterschrift Studierende/r

Datum, Unterschrift AssistentIn

Datum, Unterschrift AssistentIn

**Protokoll / Auswertung**

eigentliche Versuchsdurchführung mit Beobachtungen (zusammenhängender Text, ganze Sätze):

*Ethyl-p-nitrobenzoat (1,00 g, 5,12 mmol, 1,00 Äquiv.) wurde in Methanol (3 mL) suspendiert, bevor Kaliumhydroxid (575 mg, 10,2 mmol, 2,00 äquiv.) zugesetzt wurde. Nach wenigen Sekunden fiel ein farbloser Feststoff aus. Die resultierende Mischung wurde 10 Minuten bei Raumtemperatur gerührt, bevor zum Beenden der Reaktion Wasser (10 mL) zugegeben wurde. Der Niederschlag löste sich durch die Zugabe von Wasser. Die wässrige Lösung wurde anschließend mit 6 N Salzsäure auf pH 2 angesäuert, was zum erneuten Ausfallen eines farblosen Niederschlages führte. Die Mischung wurde mit tert-Butylmethylether extrahiert (3 x 30 mL). Die kombinierten etherischen Phasen wurden über Natriumsulfat getrocknet, filtriert und das Lösungsmittel des Filtrats unter vermindertem Druck entfernt. Nach Trocknung im Exsikkator wurde p-Nitrobenzoesäure als farbloser Feststoff gewonnen.*

Ausbeute:

$m(p\text{-Nitrobenzoesäure}) = 690 \text{ mg} \rightarrow n(p\text{-Nitrobenzoesäure}) = 4,13 \text{ mmol}$   
 $n(p\text{-Nitrobenzoesäure}) / n(\text{Ethyl-p-nitrobenzoat}) = 0,81$   
 $\rightarrow \text{Ausbeute} = 81\%$   
 (Lit.: 83%)

Produkteigenschaften:

*farbloser Feststoff*  
*Smp.: 242 °C (Lit.: 243 °C)*

Fehlerdiskussion (bei zur Literatur abweichenden Werten):

**NUR VOM ASSISTENTE / DER ASSISTENTIN AUSZUFÜLLEN:**

Datum Abgabe Protokoll:

Note Ausbeute:

Note Reinheit:

Note Protokoll:

Name + Unterschrift AssistentIn:

Bemerkung(en):