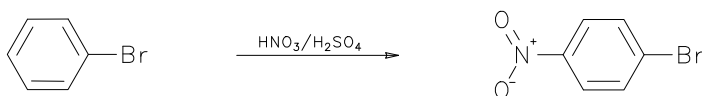


6.1.2. 1-Brom-4-nitrobenzol

Reaktion:



Ansatz:

8,0 g (5,5 mL) Brombenzol
10 mL 65%ige Salpetersäure
12 mL konz. Schwefelsäure
Ethanol

Vorschrift: Achtung! Nitrierungen gehören zu den gefährlichen chemischen Reaktionen. Sie sollen unter besonderen Schutzmaßnahmen durchgeführt werden. Die Zugabe der Nitriersäure muss bei geschlossenem Abzug erfolgen. Zu Brombenzol wird die auf 10°C gekühlte Nitriersäure, die vorher durch langsames Hinzufügen der Schwefelsäure zur Salpetersäure unter Kühlen und Rühren bereitete, langsam zugetropft. Dabei soll die Innentemperatur 10°C nicht übersteigen. Danach wird bei Zimmertemperatur noch 2,5 Stunden gerührt und anschließend das Reaktionsgemisch vorsichtig in 150 mL Eiswasser gegossen und der ausgefallene Niederschlag saugfiltriert und mit Wasser gewaschen. Zum Schluss erfolgt eine Umkristallisation mit Ethanol (pro 1,0 g etwa 10 mL) oder mit einem Gemisch Ethanol/Wasser (1:1).

Bemerkungen:

(1) Die Umkristallisation aus Ethanol dient vor allem der Abtrennung des gleichfalls entstandenen 1-Brom-2-nitrobenzol, das in Ethanol gut löslich ist. Bei Nichteinhaltung der Reaktionsbedingungen kann auch 1-Brom-2,4-dinitrobenzol entstehen. 1-Brom-2,4-dinitrobenzol bildet große gelbe Kristalle mit einem Schmelzpunkt von 74°C.

(2) Die Reaktion sowie die Reinigung des Produktes sollen dünnschichtchromatographisch verfolgt werden. Bedingungen: Silicagelfolien; Laufmittel: Diethylether/Petrolether/Chloroform (9: 6: 1); Detektion: UV-Licht bzw. Jodkammer; R_F-Werte: 1-Brom-2-nitrobenzol: 0,6; 1-Brom-3-nitrobenzol: 0,7; 1-Brom-4-nitrobenzol: 0,8; 1-Brom-2,4-dinitrobenzol: 0,62. Fertigen Sie DCs während des 2,5 stündigen Rührens an. Nehmen Sie Proben aller halben Stunden. Tragen Sie auch das Edukt auf. Fertigen Sie außerdem ein DC des Roh- und Reinproduktes an! Die DCs sind ins Laborjournal einzukleben.

Mechanismus: elektrophile Substitution an Aromaten - Nitrierung

Produkt: 1-Brom-4-nitrobenzol: Schmp.: 126 °C

Literatur:

[1] J.H.Coste und E.J. Parry, *Ber. dt. chem. Ges.*, **1896**, 29, 788-792

[2] Autorenkollektiv, *Organikum*, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften der DDR, **1999**, 20. Auflage, 340

Gefährdung: Nitriersäure, Schwefelsäure und Salpetersäure wirken ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Nitriersäure und Salpetersäure sind brandfördernd (O), jeden Kontakt mit brennbaren Stoffen vermeiden. 1-Brom-4-nitrobenzol ist giftig (T), jeglichen Kontakt mit dem menschlichen Körper sowie Einatmen der Dämpfe vermeiden. Brombenzol wirkt reizend (Xi), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Augen und Haut vermeiden. Ethanol ist leichtentzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

Stecker ziehen, evtl. Notausschalter bedienen, Abzug schließen, bei Kontakt mit Säure mit viel Wasser spülen

Entsorgung: Die Reaktionslösung vorsichtig in Eiswasser einrühren. Anschließend erfolgt eine Neutralisation mit Natronlauge. Dabei soll die Temperatur kontrolliert werden. Der pH-Wert ist zu prüfen. Die Entsorgung in den Sammelbehälter für organische halogenfreie Lösungsmittel (blau).

Waschwasser in Sammelbehälter für Spül- und Waschwasser (neutral). 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
1-Brom-4-nitrobenzol	202,01	125-127	256	Xn	H302	P264, P301+P312, P330, P501
Brombenzol	157,02	-31	156	Xi, N	H226, H315, H411	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P264, P273, P280, P302+P352, P303+P361+P353, P321, P332+P313, P370+P378, P391, P403+P235, P501
Salpetersäure 65 %		-42	121	C	H272, H314	P210, P220, P221, P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P370+P378, P405, P501
Schwefelsäure, konz.	98,08	3	290	C	H314	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P405, P501
Ethanol	46,07	-114	78,2	F	H225	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P280, P303+P361+P353, P370+P378, P403+P235, P501

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
1-Brom-4-nitrobenzol	ADL	BK	WK	W	L		
Brombenzol	DLK	BHK	WK	WA	L	WEA	WCSchP
Salpetersäure 65 %	DLK	BK	WFK	WA	LA	WA	WCSch
Schwefelsäure, konz.	ADL	BHK	WA	WA	LA	WA	Nicht Wasser
Ethanol	DKL	BHK	WK	WA	L	WA	CSchP

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		
K	Kontaminierte Kleidung sofort entfernen	T	gesondert aufgeführte Augentropfen benutzen	L	Frischlufzt zuführen	
F	mit gesondert aufgeführter Flüssigkeit waschen oder spülen	F	mit gesondert aufgeführter Flüssigkeit waschen oder spülen	B	Atmung kontrollieren, künstliche Beatmung	
W	mit Wasser spülen, waschen oder duschen	W	mit Wasser spülen	A	Arzt aufsuchen	
V	Verband als Infektionsschutz erforderlich	V	Augenverband erforderlich	D	Dexamethason-Spray anwenden	
A	Arzt aufsuchen	A	Augenarzt aufsuchen			
					E	Erbrechen auslösen
					K	Aktivkohleschlammung trinken