

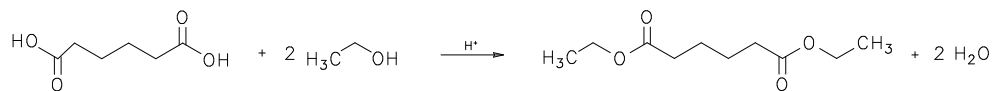
8.1.1. Adipinsäurediethylester

Adipinsäurediethylester ist eine Stufe eines Zweistufenpräparates:

1. Stufe: Adipinsäurediethylester

2. Stufe: Cyclopentan-2-on-carbonsäureethylester (9.1.1.)

Reaktion:



Ansatz:

14,5 g Adipinsäure

58 mL Ethanol (absolut)

2 mL konz. H₂SO₄

Calciumchlorid, Diethylether, Natriumhydrogencarbonat, Natriumsulfat

Vorschrift: Adipinsäure und Ethanol werden nach Zusatz der Schwefelsäure fünf Stunden unter Rückfluss und Feuchtigkeitsausschluss erhitzt. Danach wird die Hauptmenge des überschüssigen Ethanols schnell unter Unterdruck bei einer maximalen Wasserbadtemperatur von 30-50°C abgetrennt. Der Destillationsrückstand soll anschließend sofort in das fünffache Volumen Eiswasser gegossen werden. Die organische Schicht wird abgetrennt und die wässrige Lösung dreimal mit jeweils 30 mL Diethylether extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden dreimal mit je 30 mL gesättigter Natriumhydrogencarbonatlösung entsäuert, danach mit Wasser neutral gewaschen und anschließend über Natriumsulfat getrocknet. Anschließend wird destilliert.

Bemerkungen: Bei der Abdestillation des überschüssigen Ethanols Rückstand nicht überhitzen!

Literatur:

[1] Curtis, *J. prakt. Chemie* 91, **1915**, 4; Hünig, Märkel, Sauer;

[2] *Integriertes organisches Praktikum*, Verlag Chemie, **1979**, 260;

[3] Autorenkollektiv, *Organikum*, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften der DDR, **1999**, 20. Auflage, 442-443 Methode B.

Produkt: Adipinsäurediethylester: Sdp.: 240°C (138 °C/ 20 Torr)

Mechanismus: saure Veresterung in Gegenwart eines großen Alkoholüberschusses

Gefährdung: Schwefelsäure wirkt ätzend (C), Einatmen der Dämpfe sowie Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Diethylether ist hochentzündlich (F+), Ethanol ist leichtentzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten. Adipinsäure wirkt reizend (Xi), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Augen und Haut vermeiden.

Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

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

Abzug schließen, bei Kontakt mit der Säure mit viel Wasser spülen

Entsorgung: Reaktions- und Waschlösungen in Sammelbehälter für Spül- und Waschwasser (neutral). Natriumsulfat in Behälter für Filter- und Aufsaugmassen. Diethylether und Ethanol 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 |
|-------------------------|----------------|-----------------|-------------------|-------------------|--|--|
| Adipinsäurediethylester | 202,24 | -19,8 | 245 | | | |
| Adipinsäure | 146,14 | 152-154 | 265 (133), 330 | Xi | H319 | P264, P280, P305+P351+P338, P337+P313 |
| Ethanol | 46,07 | -114,5 | 78,3 | F | H225 | P210, P233, P240, P241, P242, P243, P280, P303+P361+P353, P370+P378, P403+P235, P501 |
| Schwefelsäure, konz. | 98,08 | -15 | 310 | C | H314 | P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P405, P501 |
| Calciumchlorid | 110,99 | 772 | >1600 | Xi | H319 | P264, P280, P305+P351+P338, P337+P313 |
| 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 |
| Natriumhydrogencarbonat | 84,10 | 270 | | | | |
| 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 |
|-------------------------|---------------------------|------------------------|-----------------------------------|------------------------------------|---|---|------------------------------------|
| Adipinsäurediethylether | D | BK | WK | W | L | WE | WCSchP |
| Adipinsäure | DT | BK | WK | WA | L | WEA | WCSchP |
| Ethanol | DKL | BHK | WK | WA | L | WA | CSchP |
| Schwefelsäure, konz. | ADL | BHK | WA | WA | LA | WA | Nicht Wasser |
| Calciumchlorid | ADL | BHK | WA | WA | L | WEA | |
| Diethylether | ADL | BHK | WK | WA | LB | FA | PSch |
| Natriumhydrogencarbonat | AD | BK | W | W | L | | |
| 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 | Frischlufzt 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 |