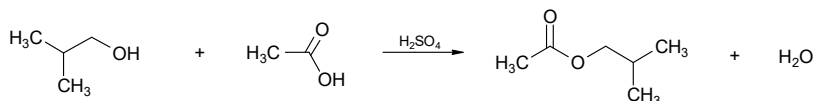


8.1.10. Essigsäureisobutylester

Reaktion:



Ansatz:

25 mL Essigsäure

23 mL Isobutanol

1,25 g konz. Schwefelsäure

45 mL Chloroform

50 mL gesättigte Natriumhydrogencarbonatlösung

Vorschrift: In einem 100-mL-Rundkolben mit Magnetrührer, Rückflußkühler und Wasserabscheider werden Essigsäure, Isobutanol, konz. Schwefelsäure und Chloroform zum Sieden erhitzt. Vor Beginn der Destillation wird der Wasserabscheider mit ca. 10-20 mL Chloroform gefüllt. Der Rückfluß wird auf 4-5 Tropfen pro Minute eingestellt. Die Reaktion ist beendet, wenn sich kein Wasser mehr abscheidet. Nach dem Abkühlen wird die Reaktionslösung in ein 250-mL-Becherglas überführt und unter Rühren so lange mit gesättigter Natriumhydrogencarbonatlösung versetzt wie eine Gasentwicklung erfolgt. Am Anfang wird die Natriumhydrogencarbonatlösung nur in kleinen Portionen zugegeben, um ein Übersäumen zu vermeiden. Nach Abklingen der Gasentwicklung wird die organische Phase abgetrennt, dann zweimal mit 40 mL Wasser gewaschen und destilliert.

Bemerkung:

- (1) Berechnen Sie die Menge an Wasser, die bei einer vollständigen Umsetzung entsteht.
- (2) Leihen Sie sich den richtigen Wasserabscheider aus den Glaslager aus und spannen Sie diesen ganz gerade in die Apparatur ein! Am Überlauf soll kein Chloroform austreten!
- (3) Eine Neutralisation durch Schütteln mit gesättigter Natriumhydrogencarbonatlösung im Scheidetrichter ist nicht erlaubt!

Mechanismus: Saure Veresterung unter Abzug des Wassers durch azeotrope Destillation mittels Schlepper

Produkt: Essigsäureisobutylester (Isobutylacetat): Sdp.: 118 °C

Literatur:

Autorenkollektiv, *Organikum*, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften der DDR, **1999**, 20. Auflage, 442-443

Gefährdung: Chloroform und Isobutanol sind gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Essigsäure und konz. Schwefelsäure wirken ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Augen, Haut und Kleidung vermeiden. Isobutanol und Essigsäureisobutylester sind leichtentzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

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

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

Entsorgung: Destillationsvorlauf und -rückstand sind vor der Entsorgung zu neutralisieren, danach in den Sammelbehälter für halogenhaltige, organisches Lösungsmittel. Waschwasser in Sammelbehälter für Spül- und Waschwasser (neutral).

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
Essigsäureisobutylester	116,16	-99	116-118	F	EUH066, H225	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P280, P303+P361+P353, P370+P378, P403+P235, P501
Essigsäure	60,05	10	118	C	H226, H314	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P370+P378, P403+P235, P405, P501
Isobutanol	74,12	-108	106-108	Xi	H226, H315, H318, H335, H336	P210, P240, P241, P242, P243, P261, P264, P280, P302+P352, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P332+P313, P370+P378, P403+P233, P403+P235, P405, 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
Chloroform	119,38	-63	61	Xn	H302, H315, H350, H373	P201, P202, P260, P264, P280, P281, P301+P312, P302+P352, P308+P313, P321, P330, P332+P313, P362, P405, P501
Natriumhydrogencarbonat	84,10	270				

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
Essigsäureisobutylester	DLK	BK	WK	WA	L	K	CSchP
Essigsäure	ADL	BK	WK	WA	LA	WA	WCSchP
Isobutanol	DL	BK	WK	WA	L	WEA	CschPFuerlöcher K,P
Schwefelsäure, konz.	ADL	BHK	WA	WA	LA	WA	Nicht Wasser
Chloroform	ADKL	BHK	WK	WA	LBA	FKA	
Natriumhydrogencarbonat	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	Frischluft 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	Aktivkohleschlamm trinken