8.1.9. Essigsäurebutylester

Reaktion:

$$H_3C$$
 OH + H_3C OH H_3C OCH H_3C OCH H_3C OCH H_3C

Ansatz:

18,5 mL Essigsäure

17,6 mL Butanol

1,25g konz. Schwefelsäure

45 mL Chloroform

50 mL gesättigte Natriumhydrogencarbonatlösung

Vorschrift: In einem 100-mL-Rundkolben mit Magnetrührer, Rückflußkühler und Wasserabscheider, in dem ca. 10-20 mL von der Gesamtmenge Chloroform gefüllt werden, werden Essigsäure, Butanol, konz.Schwefelsäure und das restliche Chloroform zum Sieden erhitzt. 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 Überschäumen zu vermeiden. Nach Abklingen der Gasentwicklung wird die organische Phase abgetrennt, dann zweimal mit 40 mL Wasser gewaschen und destilliert.

Bemerkungen:

- (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: Essigsäurebutylester (Butylacetat): Sdp.: 126 °C

Literatur:

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

<u>Gefährdung</u>: Chloroform und Butanol 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. Butanol und Essigsäurebutylester 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

<u>Entsorgung</u>: 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

	Molmasse	Schmelz-	Siede-	Gefahrstoff-		
Substanz	g/mol	punkt °C	punkt °C	symbol	H-Sätze	P-Sätze
Essigsäurebutyl- ester	116,16	-76	124-127		EUH066, H225, H319, H336	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P264, P280, P303+P361+P353, P305+P351+P338, P337+P313, P370+P378, P403+P235, P501
Essigsäure	60,05	10	118	С	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
Butanol	74,12	-89	118	Xn	H226, H302, H315, H318, H335, H336	P210, P240, P241, P242, P243, P261, P264, P280, P301+P312, P302+P352, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P330, P332+P313, P370+P378, P403+P233, P403+P235, P405, P501
Schwefelsäure, konz.	98,08	-15	310	С	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
Natriumhydrogen- carbonat	84,10	270				

2. Schutzmaßnahmen sowie Anweisungen zur Ersten Hilfe und Verhaltensregeln bei kleinen Unfällen

		•			•		
Substanz	Schutzma	Schutzm	Anweisun	Anweisun	Anweisun	Anweisungen	Störverhalten bei
	ßnahmen	aßnahme	gen zur	gen zur	gen zur	zur ersten	kleinen Unfällen
	allgemein	n	ersten	ersten	ersten	Hilfe	
		Körper	Hilfe	Hilfe	Hilfe	Verschlucken	
			Haut	Augen	Inhalation		
Essigsäurebutylester	DL	BK	WK	WA	L	KAF	CSchP
Essigsäure	ADL	BK	WK	WA	LA	WA	WCSchP
Butanol	ADL	BK	WK	WA	L	AW	WCSchP
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		
Α	Arbeiten nur unter dem Abzug		Atemschutzmaske mit Filter	Т	Trockenlöscher verwenden		
D	Behälter dicht verschlossen halten	В	Schutzbrille	W	mit Wasser löschen		
K	Behälter kühl aufbewahren	G	Gesichtsschutzschirm	F	mit flüssigkeitsbindendem Mittel aufnehmen		
L	Aufbewahrung und Verarbeitung an gut belüfteten Ort	Н	Schutzhandschuhe	С	CO ₂ -Löscher verwenden		
S	Sichern mit Schutzscheibe	K	Schutzkittel oder Schürze	S	Mit Sand löschen		
Т	Behälter trocken halten			Sch	Schaumlöscher		
G	Behälter im Gefrierschrank lagern			Р	Pulverlöscher		

Anweisungen zur Ersten Hilfe								
bei Hautkontakt		bei Augenkontakt			nalation	bei Verschlucken		
K	Kontaminierte Kleidung sofort entfernen	Т	gesondert aufgeführte Augentropfen benutzen		Frischluft zuführen	F	gesondert aufgeführte Flüssigkeit trinken	
F	mit gesondert aufgeführter Flüssigkeit waschen oder spülen	F	mit gesondert aufgeführter Flüssigkeit waschen oder spülen		Atmung kontrollieren, künstliche Beatmung	W	Wasser trinken	
W	mit Wasser spülen, waschen oder duschen	W	mit Wasser spülen	Α	Arzt aufsuchen	Α	Arzt aufsuchen	
٧	Verband als Infektionsschutz erforderlich	٧	Augenverband erforderlich	D	Dexamethason-Spray anwenden	E	Erbrechen auslösen	
Α	Arzt aufsuchen	Α	Augenarzt aufsuchen			K	Aktivkohleschläm-mung trinken	