



## Präparat 1: *p*-Bromnitrobenzol (Aromatennitrierung)

### Allgemeine Arbeitsvorschrift zur Nitrierung von Aromaten

*Literatur:* H. G. O. Becker et al., *Organikum*, Wiley-VCH, Weinheim, 23. Auflage, **2009**, S. 362-363.

*Achtung!* Vorsicht beim Arbeiten mit Salpeter- und Schwefelsäure, Schutzbrille, Schutzhandschuhe, Abzug! Di- und Polynitroverbindungen dürfen nicht destilliert werden, da hierbei Explosionen möglich sind!

Zur Herstellung der Nitriersäure legt man in einem Erlenmeyerkolben 17 ml (0.24 mol) 65%ige Salpetersäure ( $d = 1.4 \text{ g/ml}$ ) vor und fügt unter Eiskühlung und Rühren langsam 14 ml konz. Schwefelsäure zu (Die Zusammensetzung der Nitriersäure richtet sich dabei nach der Reaktivität des zu nitrierenden Aromaten). In einem 250-ml-Dreihalskolben mit Rührer, Tropftrichter und Innenthermometer (Lüftung lassen!) legt man 0.1 mol Aromat vor. Dann gibt man unter gutem Rühren und Kühlen die vorher auf mindestens  $10^\circ\text{C}$  gekühlte Nitriersäure langsam aus dem Tropftrichter zu, wobei man die Temperatur auf 5 bis  $10^\circ\text{C}$  hält (Eisbad). Nach beendeter Zugabe wird 2 bis 3 Stunden bei Zimmertemperatur gerührt. Danach gießt man die Reaktionsmischung vorsichtig in etwa 300 ml Eiswasser und rührt gut durch. Das feste Nitroprodukt wird abgesaugt und neutral gewaschen (pH-Wert des Waschwassers prüfen!); größere Brocken des Produkts müssen vorsichtig zerstoßen werden. Anschließend wird aus Ethanol umkristallisiert, wobei darauf geachtet werden muss, dass der entstehende Kristallbrei wiederum gut zerstoßen wird. Anschließend wird abgesaugt und im Exsikkator getrocknet.

Ausgangsverbindung: Brombenzol.

Produkt: *p*-Bromnitrobenzol; Ausbeute: 80 %; Smp.  $126^\circ\text{C}$  (Ethanol).

## Betriebsanweisung (nach § 14 GefStoffV (Gefahrstoffverordnung) vom 26.11.2010, geändert durch Artikel 2 der Verordnung vom 03.02.2015)

### 1. Verwendete Chemikalien

Bezeichnung	H-Sätze	P-Sätze	Gefahrenpiktogramme + Signalwort
Brombenzol	226 315 411	273 210 302+352	 Achtung
<i>p</i> -Bromnitrobenzol	302	–	 Achtung
Ethanol	225	210 233 240 403+235	 Gefahr
Salpetersäure (65%)	272 290 314	280 301+330+331 305+351+338 309+310	 Gefahr
Schwefelsäure (96%)	290 314	280 301+330+331 305+351+338 309+310	 Gefahr

### 2. Gefahren für Mensch und Umwelt

eingesetzte Stoffe	Anmerkungen
Brombenzol	Flüssigkeit und Dampf entzündbar. Verursacht Hautreizungen. Giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.
<i>p</i> -Bromnitrobenzol	Gesundheitsschädlich beim Verschlucken.
Ethanol	Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.
Salpetersäure (65%)	Kann Brand verstärken; Oxidationsmittel. Kann gegenüber Metallen korrosiv sein. Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.
Schwefelsäure (96%)	Kann gegenüber Metallen korrosiv sein. Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.

**3. Schutzmaßnahmen und Verhaltensregeln**

eingesetzte Stoffe	Anmerkungen
Brombenzol	Freisetzung in die Umwelt vermeiden. Vor Hitze schützen. BEI KONTAKT MIT DER HAUT: Mit viel Wasser und Seife waschen.
<i>p</i> -Bromnitrobenzol	–
Ethanol	Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen, sowie anderen Zündquellenarten fernhalten. Nicht rauchen. Behälter dicht verschlossen halten. Behälter und zu befüllende Anlage erden. Kühl an einem gut belüfteten Ort aufbewahren.
Salpetersäure (65%)	Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen. BEI VERSCHLUCKEN: Mund ausspülen. KEIN Erbrechen herbeiführen. BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Vorhandenen Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen. BEI Exposition und Unwohlsein: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
Schwefelsäure (96%)	Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen. BEI VERSCHLUCKEN: Mund ausspülen. KEIN Erbrechen herbeiführen. BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Vorhandenen Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen. BEI Exposition und Unwohlsein: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

**4. Verhalten im Gefahrfall**

Verschüttetes Brombenzol, *p*-Bromnitrobenzol und Ethanol vorsichtig mit einem Lappen (o.ä.) aufnehmen (Schutzhandschuhe!) und im vorgesehenen Behälter entsorgen. Dabei sollte Einatmung vermieden werden. Zündquellen sind fernzuhalten. Im Brandfall Pulver- oder Kohlendioxidlöcher verwenden.

Verschüttete Salpetersäure (65%) und Schwefelsäure (96%) vorsichtig (!) mit Wasser verdünnen, mit Natriumhydrogencarbonat- oder Natriumcarbonat-Lösung neutralisieren und anschließend mit einem Lappen (o.ä.) aufnehmen und im vorgesehenen Behälter entsorgen (Schutzhandschuhe!).

Nach dem Verschütten von Substanzen ist die Laboraufsicht/der Assistent zu benachrichtigen!

## 5. Erste Hilfe-Maßnahmen

<b>Brombenzol</b>
<p>Nach Hautkontakt: Mit reichlich Wasser abwaschen abspülen. Kontaminierte Kleidung entfernen.</p> <p>Nach Augenkontakt: Mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen (mindestens 15 Minuten). Ggf. Augenarzt hinzuziehen.</p> <p>Nach Verschlucken: Vorsicht bei Erbrechen. Aspirationsgefahr! Atemwege freihalten. Lungenversagen nach Aspiration von Erbrochenem möglich. Sofort Arzt hinzuziehen.</p> <p>Nach Inhalation: Frischluft.</p>
<b><i>p</i>-Bromnitrobenzol</b>
<p>Nach Hautkontakt: Mit Seife und viel Wasser abwaschen. Arzt konsultieren.</p> <p>Nach Augenkontakt: Mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen (mindestens 15 Minuten). Ggf. Augenarzt hinzuziehen.</p> <p>Nach Verschlucken: Mund mit Wasser ausspülen. Arzt konsultieren.</p> <p>Nach Inhalation: Frischluft. Ggf. Arzt konsultieren.</p>
<b>Ethanol</b>
<p>Nach Hautkontakt: Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen.</p> <p>Nach Augenkontakt: Mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen (mindestens 15 Minuten). Ggf. Augenarzt hinzuziehen.</p> <p>Nach Verschlucken: Sofort Wasser trinken lassen (maximal 2 Trinkgläser). Bei Beschwerden Arzt konsultieren.</p> <p>Nach Inhalation: Frischluft.</p>
<b>Salpetersäure (65%)</b>
<p>Nach Hautkontakt: Mit reichlich Wasser waschen. Kontaminierte Kleidung sofort entfernen. Wenn vorhanden, mit Polyethylenglykol 400 abtupfen. Sofort Arzt hinzuziehen.</p> <p>Nach Augenkontakt: Mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen (mindestens 15 Minuten). Sofort Augenarzt hinzuziehen.</p> <p>Nach Verschlucken: Wasser trinken lassen (maximal 2 Trinkgläser), Erbrechen vermeiden (Perforationsgefahr). Arzt sofort hinzuziehen. Keine Neutralisationsversuche.</p> <p>Nach Inhalation: Frischluft. Arzt hinzuziehen.</p>
<b>Schwefelsäure (96%)</b>
<p>Nach Hautkontakt: Mit reichlich Wasser waschen. Kontaminierte Kleidung sofort entfernen. Wenn vorhanden, mit Polyethylenglykol 400 abtupfen. Sofort Arzt hinzuziehen.</p> <p>Nach Augenkontakt: Mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen (mindestens 15 Minuten). Ggf. Augenarzt hinzuziehen.</p> <p>Nach Verschlucken: Wasser trinken lassen (maximal 2 Trinkgläser), Erbrechen vermeiden (Perforationsgefahr). Arzt sofort hinzuziehen. Keine Neutralisationsversuche.</p> <p>Nach Inhalation: Frischluft. Arzt hinzuziehen.</p>

## 6. Entsorgung

<p>Alle <u>halogenhaltigen</u>, <u>organischen</u> Lösungen (nur organische Halogenide, z.B. Chloroform, Brombenzol; keine anorganischen Salze, wie z.B. NaCl, KI, CaCl<sub>2</sub>) werden in den Behälter für <b>Lösemittel und Lösemittelgemische halogenhaltig</b> gegeben.</p> <p>Alle <u>halogenfreien</u>, <u>organischen</u> Lösungen werden in den Behälter für <b>Lösemittel und Lösemittelgemische halogenfrei</b> gegeben.</p> <p>Alle <u>wässrigen</u> Lösungen (pH-Wert sollte zwischen 6 und 8 liegen) werden in den Behälter für <b>Sonstige Konzentrate schwermetallhaltig, organisch</b> gegeben. Dies gilt auch für wässrige Lösungen bzw. Phasen, die in Kontakt mit organischen Halogeniden waren!</p> <p>Aufsaug- und Filterpapiermaterial, Lappen, Wischtücher und Schutzkleidung die mit Gefahrstoffen verunreinigt sind, werden in den Behälter für <b>Chemisch verunreinigte Betriebsmittel, Aufsaug- und Filtermaterialien</b> gegeben.</p>
--