



Präparat 4: *n*-Butylethylether (Williamsonsche Ethersynthese)

Allgemeine Arbeitsvorschrift Arbeitsvorschrift zur Veretherung von Alkoholen mit Alkylhalogeniden (Williamson-Synthese), Variante A

Literatur: H. G. O. Becker et al., *Organikum*, Wiley-VCH, Weinheim, 23. Auflage, 2009, S. 242-243.

Zur Darstellung der aliphatischen Ether stellt man zunächst in einem Dreihalskolben mit Rührer und Rückflusskühler eine Alkoholatlösung aus 0.25 mol Natrium und 1.2 mol des betreffenden abs. Alkohols her. Dazu wird das Ethanol vorgelegt und portionsweise mit den Natriumstücken versetzt (zunächst starke Gasentwicklung!). Nach der Zugabe wird im Ölbad erhitzt (110°C). Falls sich nicht alles Natrium gelöst hat, wird langsam weiteres Ethanol in Portionen zugegeben. Nachdem sich das Natrium vollständig gelöst hat, gibt man 0.2 mol Alkylbromid und eine Spatelspitze Kaliumiodid (warum?) zu und erhitzt unter Feuchtigkeitsausschluss und Rühren 5 Stunden unter Rückfluss. Nach dem Abkühlen wird die Mischung in 200 ml Wasser gegossen, mit ges. Natriumchloridlösung gewaschen und anschließend fraktioniert destilliert.

Ausgangsverbindungen: Ethanol, *n*-Butylbromid.

Produkt: *n*-Butylethylether; Ausbeute: 80 %; Sdp. 92°C; $n_D^{20} = 1.3818$.

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
<i>n</i> -Butylbromid (1-Brombutan)	225 315 319 335 411	210 273 280 337+313 391 403+235	 Gefahr
<i>n</i> -Butylethylether	225 302	210	 Gefahr
Calciumchlorid	319	305+351+338	 Achtung
Ethanol	225 319	210 280 305+351+338 337+313 403+235	 Gefahr
Kaliumiodid	302 315 319	305+351+338	 Achtung
Natrium	260 314 EU014	223 231+232 280 305+351+338 370+378 422	 Gefahr
Natriumchlorid	–	–	–

2. Gefahren für Mensch und Umwelt

eingesetzte Stoffe	Anmerkungen
<i>n</i> -Butylbromid (1-Brombutan)	Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar. Verursacht Hautreizungen. Verursacht schwere Augenreizung. Kann die Atemwege reizen. Giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.
<i>n</i> -Butylethylether	Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar. Gesundheitsschädlich beim Verschlucken.
Calciumchlorid	Verursacht schwere Augenreizung.
Ethanol	Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar. Verursacht schwere Augenreizung.
Kaliumiodid	Gesundheitsschädlich bei Verschlucken. Verursacht Hautreizungen. Verursacht schwere Augenreizung.
Natrium	In Berührung mit Wasser entstehen entzündbare Gase, die sich spontan entzünden können. Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden. Reagiert heftig mit Wasser.
Natriumchlorid	–

3. Schutzmaßnahmen und Verhaltensregeln

eingesetzte Stoffe	Anmerkungen
<i>n</i> -Butylbromid (1-Brombutan)	Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen und anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen. Freisetzung in die Umwelt vermeiden. Augenschutz/Gesichtsschutz tragen. Bei anhaltender Augenreizung: Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen. Verschüttete Mengen aufnehmen. Kühl an einem gut belüfteten Ort aufbewahren.
<i>n</i> -Butylethylether	Von Hitze/Funken/offener Flamme/heißen Oberflächen fernhalten. Nicht rauchen.
Calciumchlorid	BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Vorhandenen Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.
Ethanol	Von Hitze/Funken/offener Flamme/heißen Oberflächen fernhalten. Nicht rauchen. Augenschutz/Gesichtsschutz tragen. BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Vorhandenen Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen. Bei anhaltender Augenreizung: Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen. Kühl an einem gut belüfteten Ort aufbewahren.

Kaliumiodid	BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Vorhandenen Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.
Natrium	Keinen Kontakt mit Wasser zulassen. Unter inertem Gas handhaben. Vor Feuchtigkeit schützen. Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen. BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Vorhandenen Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen. Bei Brand: Trockensand, Löschpulver oder alkoholbeständigen Schaum zum Löschen verwenden. Inhalt in/unter inertem Gas aufbewahren.
Natriumchlorid	–

4. Verhalten im Gefahrfall

Verschüttetes *n*-Butylbromid (1-Brombutan), Ethanol und verschütteter *n*-Butylethylether 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 Kohlendioxidlöscher verwenden.

Verschüttete Natriumstückchen und Natriumreste werden vorsichtig in einem mit ausreichendem Überschuss an Ethanol (oder Isopropanol) gefülltem Becherglas langsam eingetragen (Wasserstoffbildung!). Behälterinnenwand auf Natriumreste kontrollieren. Erst wenn sichergestellt ist, dass alles Natrium abreagiert hat, kann durch vorsichtige tropfenweise Zugabe von Wasser das entstandene Alkoholat zerstört werden. Die stark alkalische Lösung ist vor dem Entsorgen im vorgesehenen Behälter mit verdünnter Salzsäure zu neutralisieren. Papier (o.ä.), das beim Zerschneiden und Entkrusten von Natrium oder zum Entfernen von den am Natrium haftenden Flüssigkeitsresten benutzt wurde, muss vor der Entsorgung in die entsprechenden Behälter, ebenfalls in ein mit Ethanol (oder Isopropanol) gefülltem Becherglas eingetragen werden, um anhaftende Natriumreste zu vernichten. Siehe auch Checkliste „Vernichtung von Natriumresten im Labor“.

Verschüttetes Kaliumiodid und Natriumchlorid mit einem Lappen (o.ä.) aufnehmen und im vorgesehenen Behälter entsorgen.

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

5. Erste Hilfe-Maßnahmen

***n*-Butylbromid (1-Brombutan)**

Nach Hautkontakt: Mit Seife und Wasser abwaschen. Arzt konsultieren.

Nach Augenkontakt: Mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen (mindestens 15 Minuten). Ggf. Augenarzt hinzuziehen.

Nach Verschlucken: KEIN Erbrechen herbeiführen. Mund mit Wasser spülen. Arzt konsultieren.

Nach Inhalation: Frischluft. Evtl. Arzt konsultieren.

***n*-Butylethylether**

Nach Hautkontakt: Mit Seife und viel Wasser abwaschen. Arzt konsultieren.

Nach Augenkontakt: Mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen (mindestens 15 Minuten). Ggf. Augenarzt hinzuziehen.

Nach Verschlucken: KEIN Erbrechen herbeiführen. Mund mit Wasser ausspülen. Arzt konsultieren.

Nach Inhalation: Frischluft. Ggf. Arzt konsultieren.

Calciumchlorid
Nach Hautkontakt: Mit Seife und viel Wasser abwaschen. Arzt konsultieren. Nach Augenkontakt: Mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen (mindestens 15 Minuten). Ggf. Augenarzt hinzuziehen. Nach Verschlucken: Mund mit Wasser ausspülen. Arzt konsultieren. Nach Inhalation: Frischluft. Ggf. Arzt konsultieren.
Ethanol
Nach Hautkontakt: Mit Seife und viel Wasser abwaschen. Arzt konsultieren. Nach Augenkontakt: Mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen (mindestens 15 Minuten). Ggf. Augenarzt hinzuziehen. Nach Verschlucken: KEIN Erbrechen herbeiführen. Mund mit Wasser ausspülen. Arzt konsultieren. Nach Inhalation: Frischluft. Arzt konsultieren.
Kaliumiodid
Nach Hautkontakt: Mit Seife und Wasser abwaschen. Arzt konsultieren. Nach Augenkontakt: Mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen (mindestens 15 Minuten). Augenarzt hinzuziehen. Nach Verschlucken: Mund mit Wasser ausspülen. Arzt konsultieren. Nach Inhalation: Frischluft. Arzt konsultieren.
Natrium
Nach Hautkontakt: Kontaminierte Kleidung sofort ausziehen. Mit Seife und Wasser abwaschen. Arzt konsultieren. Nach Augenkontakt: Mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen (mindestens 15 Minuten). Augenarzt hinzuziehen. Nach Verschlucken: KEIN Erbrechen herbeiführen. Mund mit Wasser ausspülen. Arzt konsultieren. Nach Inhalation: Frischluft. Arzt konsultieren.
Natriumchlorid
Nach Hautkontakt: Mit Seife und Wasser abwaschen. Nach Augenkontakt: Mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen. Nach Verschlucken: Mund mit Wasser ausspülen. Nach Inhalation: Frischluft.

6. Entsorgung

Alle halogenhaltigen, organischen Lösungen (nur organische Halogenide, z.B. Chloroform, Brombenzol, *n*-Butylbromid; keine anorganischen Salze, wie z.B. NaCl, KI, CaCl₂) werden in den Behälter für **Lösemittel und Lösemittelgemische halogenhaltig** gegeben.

Alle halogenfreien, organischen Lösungen werden in den Behälter für **Lösemittel und Lösemittelgemische halogenfrei** gegeben.

Alle wässrigen Lösungen (pH-Wert sollte zwischen 6 und 8 liegen) werden in den Behälter für **Sonstige Konzentrate schwermetalhaltig, organisch** gegeben. Dies gilt auch für wässrige Lösungen bzw. Phasen, die in Kontakt mit organischen Halogeniden waren!

Aufsaug- und Filterpapiermaterial, Lappen, Wischtücher und Schutzkleidung die mit Gefahrstoffen verunreinigt sind, werden in den Behälter für **Chemisch verunreinigte Betriebsmittel, Aufsaug- und Filtermaterialien** gegeben.