



Präparat 5: D,L-Dibrombernsteinsäure (Bromaddition an Olefine)

Darstellung von D,L-Dibrombernsteinsäure

Literatur: Th. Eicher, L. F. Tietze, *Organisch-chemisches Grundpraktikum*, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, 1995, S. 73.

In einen mit Aluminiumfolie (Lichtausschluss!) umwickelten 250-ml-Kolben mit Magnetrührer, Innenthermometer und Trockenrohr werden 70 ml wasserfreier Ether im Eis-Kochsalz-Bad auf etwa -10°C abgekühlt. Man gibt dann unter kräftigem Rühren unmittelbar nacheinander jeweils auf einmal 55 mmol Brom (Abzug!) und danach sofort 50 mmol feingepulverte Maleinsäure zu. Hierauf entfernt man das Kältebad und lässt unter Rühren die Innentemperatur auf RT ansteigen. (Das Anspringen der Reaktion ist deutlich am raschen Temperaturanstieg zu erkennen). Nach 30 min bei Raumtemperatur erhitzt man noch 30 min unter Rückfluss. Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur wird die etherische Lösung einmal mit 15 ml Wasser, zweimal mit je 30 ml ges. Natriumhydrogensulfit-Lösung, zweimal mit je 15 ml Wasser und einmal mit 30 ml ges. Natriumchloridlösung gewaschen und mit Natriumsulfat getrocknet. Das Lösemittel wird entfernt (Rotationsverdampfer!) und der Rückstand in wenig Petrolether (40/60) suspendiert. Dann wird abgenutscht, trockengepresst und luftgetrocknet.

Ausgangsverbindung: Maleinsäure.

Produkt: D,L-Dibrombernsteinsäure; Ausbeute: 70 %; Smp. $166-167^{\circ}\text{C}$ (Petrolether).

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
Brom	314 330 400	260 273 280 284 305+351+338 310	 Gefahr
D,L-Dibrombernsteinsäure	314	280 305+351+338 310	 Gefahr
Diethylether	224 302 336 EU019 EU066	210 261	 Gefahr
Maleinsäure	302 315 317 319 335	261 280 305+351+338	 Achtung
Natriumchlorid	–	–	–
Natriumdisulfit	302 318 EU031	280 305+351+338 310 233 301+312	 Gefahr
Natriumsulfat	–	–	–
Petrolether (40/60)	225 302 304 315 336 411	210 261 273 301+310 331	 Gefahr

2. Gefahren für Mensch und Umwelt

eingesetzte Stoffe	Anmerkungen
Brom	Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden. Lebensgefahr bei Einatmen. Sehr giftig für Wasserorganismen.
D,L-Dibrombernsteinsäure	Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.
Diethylether	Flüssigkeit und Dampf extrem entzündbar. Gesundheitsschädlich bei Verschlucken. Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen. Kann explosionsfähige Peroxide bilden. Wiederholter Kontakt kann zu spröder oder rissiger Haut führen.
Maleinsäure	Gesundheitsschädlich bei Verschlucken. Verursacht Hautreizungen. Kann allergische Hautreaktionen verursachen. Verursacht schwere Augenreizung. Kann die Atemwege reizen.
Natriumchlorid	–
Natriumdisulfit	Gesundheitsschädlich bei Verschlucken. Verursacht schwere Augenschäden. Entwickelt bei Berührung mit Säure giftige Gase.
Natriumsulfat	–
Petrolether (40/60)	Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar. Gesundheitsschädlich beim Verschlucken. Kann bei Verschlucken und Eindringen in die Atemwege tödlich sein. Verursacht Hautreizungen. Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen. Giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.

3. Schutzmaßnahmen und Verhaltensregeln

eingesetzte Stoffe	Anmerkungen
Brom	Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol nicht einatmen. Freisetzung in die Umwelt vermeiden. Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen. Atemschutz tragen. BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Vorhandenen Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen. Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
D,L-Dibrombernsteinsäure	Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen. BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Vorhandenen Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen. Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
Diethylether	Von Hitze/Funken/offener Flamme/heißen Oberflächen fernhalten. Nicht rauchen. Einatmen von Dampf vermeiden. Freisetzung in die Umwelt vermeiden.
Maleinsäure	Einatmen von Staub vermeiden. Schutzhandschuhe tragen. BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Vorhandenen Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Natriumchlorid	–
Natriumdisulfit	Augen/Gesichtsschutz tragen. BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Vorhandenen Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen. Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen. Behälter dicht geschlossen halten. BEI VERSCHLUCKEN: Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
Natriumsulfat	–
Petrolether (40/60)	Von Hitze/Funken/offener Flamme/heißen Oberflächen fernhalten. Nicht rauchen. Einatmen von Dampf vermeiden. Freisetzung in die Umwelt vermeiden. BEI VERSCHLUCKEN: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen. KEIN Erbrechen herbeiführen.

4. Verhalten im Gefahrfall

Verschütteter Diethylether und Petrolether 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.

Verschüttetes Brom (Kleinstmengen!) mit Natriumdisulfit- oder Natriumthiosulfat-Lösung unschädlich machen (Schutzhandschuhe!). Ebenso müssen alle mit Brom oder bromhaltigen Reaktionsrückständen verunreinigten Geräte mit Natriumdisulfit- oder Natriumthiosulfat-Lösung gespült werden. Die Lösungen werden anschließend im vorgesehenen Behälter entsorgt.

Verschüttete D,L-Dibrombernsteinsäure und Maleinsäure mit einem Lappen (o.ä.) aufnehmen und im vorgesehenen Behälter entsorgen.

Verschüttetes Natriumchlorid, Natriumdisulfit und Natriumsulfat 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

Brom

Nach Hautkontakt: Kontaminierte Kleidung und Schuhe 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 spülen. Arzt konsultieren.

Nach Inhalation: Frischluft. Arzt konsultieren.

D,L-Dibrombernsteinsäure

Nach Hautkontakt: Kontaminierte Kleidung und Schuhe sofort ausziehen. Mit Seife und viel 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.

Diethylether
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.
Maleinsäure
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. 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.
Natriumdisulfit
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: KEIN Erbrechen herbeiführen. Mund mit Wasser ausspülen. Arzt konsultieren. Nach Inhalation: Frischluft. Arzt konsultieren.
Natriumsulfat
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.
Petrolether (40/60)
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 hinzuziehen.

6. Entsorgung

Alle halogenhaltigen, organischen Lösungen (nur organische Halogenide, z.B. Chloroform, Brombenzol; 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 schwermetallhaltig, 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.