



Präparat 6: Bromfumarsäure (Dehydrobromierung)

Darstellung von Bromfumarsäure

Literatur: Th. Eicher, L. F. Tietze, *Organisch-chemisches Grundpraktikum*, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, **1995**, S.98.

In einen 100 ml Rundkolben mit Rückflusskühler werden 20 mmol D,L-Dibrombernsteinsäure in 50 ml Wasser suspendiert und 3 h unter Rückfluss erhitzt. Nach dem Abkühlen extrahiert man die klare Lösung zweimal mit je 50 ml Ether, sättigt die wässrige Phase mit Natriumchlorid und extrahiert erneut mit 50 ml Ether. Die vereinigten Etherextrakte werden mit 50 ml ges. Natriumchloridlösung gewaschen und über Magnesiumsulfat getrocknet. Das Lösemittel wird entfernt (Rotationsverdampfer!), der farblose Rückstand aus Eisessig umkristallisiert und mit kaltem Petrolether (40/60) nachgewaschen. Anschließend wird im Exsikkator getrocknet.

Ausgangsverbindung: D,L-Dibrombernsteinsäure.

Produkt: Bromfumarsäure; Ausbeute: 80 %; Smp. 182-183°C (Eisessig).

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
Bromfumarsäure	–	–	–
D,L-Dibrombernsteinsäure	314	280 305+351+338 310	 Gefahr
Diethylether	224 302 336 EU019 EU066	210 261	  Gefahr
Essigsäure (100%; Eisessig)	226 314	280 305+351+338 310	  Gefahr
Magnesiumsulfat	–	–	–
Natriumchlorid	–	–	–
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
Bromfumarsäure	–
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.
Essigsäure (100%; Eisessig)	Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar. Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.

Magnesiumsulfat	–
Natriumchlorid	–
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
Bromfumarsäure	–
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.
Essigsäure (100%; Eisessig)	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.
Magnesiumsulfat	–
Natriumchlorid	–
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

<p>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.</p> <p>Verschüttete D,L-Dibrombernsteinsäure und Bromfumarsäure mit einem Lappen (o.ä.) aufnehmen und im vorgesehenen Behälter entsorgen.</p> <p>Verschüttete Essigsäure mit Wasser verdünnen, mit Natriumcarbonat-Lösung neutralisieren und anschließend mit einem Lappen (o.ä.) aufnehmen und im vorgesehenen Behälter entsorgen.</p> <p>Verschüttetes Magnesiumsulfat und Natriumchlorid mit einem Lappen (o.ä.) aufnehmen und im vorgesehenen Behälter entsorgen.</p> <p>Nach dem Verschütten von Substanzen ist die Laboraufsicht/der Assistent zu benachrichtigen!</p>
--

5. Erste Hilfe-Maßnahmen

Bromfumarsäure
Nach Hautkontakt: Kontaminierte Kleidung und Schuhe 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.
Essigsäure (100%; Eisessig)
Nach Hautkontakt: Kontaminierten Kleidung sofort ausziehen. Mit Seife und Wasser abwaschen. Evtl. 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. Evtl. Arzt konsultieren.
Magnesiumsulfat
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.
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.
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.