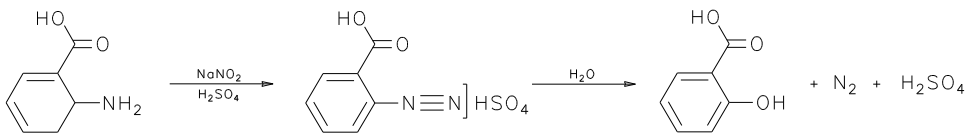


10.1.1. Salicylsäure

Salicylsäure ist eine Stufe eines Dreistufenpräparates: Anthranilsäure (11.2.) → Salicylsäure (10.1.1) → Acetylsalicylsäure (8.1.5)

Reaktion:



Ansatz: 2,8 g Anthranilsäure
1,4 g NaNO₂
konz. Schwefelsäure

Vorschrift:

1. Herstellung des Diazoniumsalzes

In einem 100 mL Becherglas wird die Anthranilsäure in einem Gemisch aus 3 mL konz. Schwefelsäure und 25 mL Wasser unter Erwärmen gelöst. Anthranilsäure kann sich unter Umständen nicht vollständig lösen bzw. beim Abkühlen teilweise wieder ausfallen. Nach Abkühlung auf 0 °C wird unter kräftigem Rühren und Kühlen mit einer Eis-Kochsalz-Mischung bei 0 °C das in 5 mL Wasser gelöste Natriumnitrit langsam zugegeben, wobei die Temperatur nicht über 5 °C steigen darf. Während der Zugabe beginnt sich eventuell vorhandener Niederschlag unter Bildung des gelblichen Diazoniumions aufzulösen.

2. Verkochung

Nachdem die Mischung weitere fünf bis zehn Minuten gerührt wurde, wird die Kühlung entfernt. Die Zersetzung des Diazoniumsalzes und Abspaltung von Stickstoff erfolgt in einem schwach siedenden Wasserbad. Nach beendeter Gasentwicklung wird unter Rühren abgekühlt, zuletzt in Eiswasser. Das Produkt kristallisiert aus, wird saugfiltriert, mehrmals mit kaltem Wasser gewaschen und in Wasser umkristallisiert.

Literatur: nach Autorenkollektiv, *Organikum*, 20. Auflage, **1999**, 586 und 590

Produkt: Salicylsäure (2-Hydroxybenzoesäure): Schmp.: 159 °C

Ausbeute:

Mechanismus: Verkochung von Diazoniumsalzlösungen zu Phenolen

Bemerkungen: Die Zugabe äquivalenter Mengen Nitrit kann durch den Nachweis von freier salpetriger Säure mittels Iodidstärkepapier geprüft werden. Bei dieser Ansatzgröße jedoch nicht unbedingt erforderlich. Achtung: bei der Verkochung zu starkes Aufschäumen durch Temperaturregulierung vermeiden.

Gefährdung: Bei Umsetzungen mit salpetriger Säure ist Vorsicht und Sorgfalt geboten. Immer unter dem Abzug arbeiten. Natriumnitrit ist giftig (T), jeglichen Kontakt sowie Einatmen der Dämpfe vermeiden. Schwefelsäure wirkt ätzend (C), Einatmen der Dämpfe und Kontakt mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Salicylsäure ist gesundheitsgefährdend (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper vermeiden. Natriumnitrit ist brandfördernd (O), jeden Kontakt mit brennbaren Stoffen vermeiden.

Entsorgung: Reaktionslösung und Waschwasser in Sammelbehälter für nitrit-/nitriathaltige anorganische Säuren.

Zeitaufwand: Apparaturaufbau: 0,5 h; Reaktionsdauer: 1,5 h; Aufarbeitung: 2,0 h.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
Salicylsäure	138,12	158-160	211	Xn	H302, H318	P264, P280, P301+P312, P305+P351+P338, P310, P330, P501
Anthranilsäure	137,14	145-148		Xi	H319	P264, P280, P305+P351+P338, P337+P313
Natriumnitrit	69,00	271	320	T, O, N	H272, H301, H400	P210, P220, P221, P264, P273, P280, P301+P310, P321, P330, P370+P378, P391, P405, P501
Schwefelsäure, konz.	98,08	-15	310	C	H314	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P405, P501

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

Substanz	Schutzmaßnahmen allgemein	Schutzmaßnahmen Körper	Anweisungen zur ersten Hilfe Haut	Anweisungen zur ersten Hilfe Augen	Anweisungen zur ersten Hilfe Inhalation	Anweisungen zur ersten Hilfe Verschlucken	Störverhalten bei kleinen Unfällen
Salicylsäure	DT	BK	WK	WA	L	WEAF	WSchP
Anthranilsäure	ADL	BK	WK	WA	L	WEA	PSch
Natriumnitrit	TDL	BHK	WK	WA	L	WEKA	
Schwefelsäure, konz.	ADL	BHK	WA	WA	LA	WA	Nicht Wasser