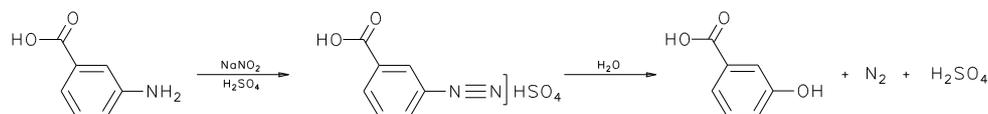


## 10.1.2. 3-Hydroxybenzoesäure

### Reaktion:



Ansatz: 4,2 g 3-Aminobenzoessäure  
2,1g NaNO<sub>2</sub>.  
konz. Schwefelsäure, Ethanol

### Vorschrift:

#### 1. Herstellung des Diazoniumsalzes

In einem Becherglas wird die 3-Aminobenzoessäure in der Mischung aus 5 ml konz. Schwefelsäure und 40 ml Wasser gelöst. Evtl. muss erwärmt werden. U.U. erfolgt dieser Vorgang trotzdem nicht vollständig bzw. fällt sie beim Abkühlen teilweise wieder aus. 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, mit wenig kaltem Wasser gewaschen und in Wasser oder Ethanol umkristallisiert.

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

Produkt: 3-Hydroxybenzoessäure: Schmp.: 202 °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. 0,7 g 3-Hydroxybenzoessäure lösen sich in 100 ml Wasser bei 15 °C.

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. Natriumnitrit ist brandfördernd (O), jeden Kontakt mit brennbaren Stoffen vermeiden. Ethanol ist leichtentzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

Entsorgung: Ethanol in Sammelbehälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel. Reaktionslösung und Waschwasser in Sammelbehälter für nitrit-/nitratthaltige 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
3-Hydroxybenzoesäure	138,12	201-203		Xn	H302, H315, H319, H335	P261, P264, P280, P301+P312, P302+P352, P304+P340, P305+P351+P338, P321, P330, P332+P313, P337+P313, P362, P403+P233, P405, P501
3-Aminobenzoessäure	137,14	172-174		Xn	H302, H315, H319, H335	P261, P264, P280, P301+P312, P302+P352, P304+P340, P305+P351+P338, P321, P330, P332+P313, P337+P313, P362, P403+P233, P405, P501
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	3	290	C	H314	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P405, P501
Ethanol	46,07	-114	78,2	F	H225	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P280, P303+P361+P353, P370+P378, P403+P235, 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
3-Hydroxybenzoesäure	ADL	BK	WK	W	L	WEA	WSchCP
3-Aminobenzoessäure	ADL	BK	WK	W	L	WEA	WSchCP
Natriumnitrit	TDL	BHK	WK	WA	L	WEKA	
Schwefelsäure, konz.	ADL	BHK	WA	WA	LA	WA	Nicht Wasser
Ethanol	DKL	BHK	WK	WA	L	WA	CSchP