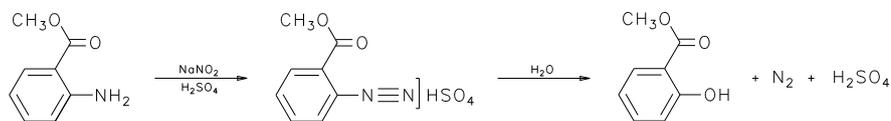


### 10.1.3. 2-Hydroxybenzoesäuremethylester

#### Reaktion:



**Ansatz:** 13,0 g 2-Aminobenzoesäuremethylester  
6,0 g NaNO<sub>2</sub>.  
Diethylether, Natriumsulfat

#### Vorschrift:

##### 1. Herstellung des Diazoniumsalzes

Nachdem in einem genügend großen Becherglas unter Rühren zu 70 mL Wasser vorsichtig 11 mL konz. Schwefelsäure gegeben wurden, wird die warme Säurelösung mit 2-Aminobenzoesäuremethylester versetzt. Schon während der Zugabe kann sich ein weißer Niederschlag bilden. Zur Abkühlung wird die Mischung in eine Eis-Kochsalz-Mischung gestellt und außerdem mit 70 g Eis unter kräftigem Rühren versetzt. Nach Erreichen einer Temperatur von 2 –5 °C wird unter intensivem Rühren und Kühlen das in 11 mL Wasser gelöste Natriumnitrit langsam zugegeben, wobei die Temperatur nicht über 10 °C steigen darf. Der Niederschlag beginnt sich unter Bildung des gelblichen Diazoniumions aufzulösen. Nach beendeter Zugabe wird die Kühlung entfernt, damit sich die Reaktionslösung auf Raumtemperatur erwärmen kann.

##### 2. Verkochung

Nachdem weitere 15 Minuten gerührt und 125 mL Wasser zugesetzt wurden, wird mit der Diazoniumsalzlösung eine Wasserdampfdestillation durchgeführt. Während des schnellen Erhitzens zersetzt sich unter Stickstoffentwicklung und Rotfärbung die Diazoniumverbindung. Nach beendeter Destillation wird das leicht gelbliche Produkt aus der wässrigen Lösung dreimal mit 50 mL Diethylether extrahiert. Die vereinigten Diethyletherextrakte werden anschließend über Natriumsulfat getrocknet. Nach Abtrennung des Diethylethers wird mit einer kleinen Destillierbrücke ohne Kolonne im Vakuum destilliert.

**Literatur:** M. Zanger und J.R. McKEE, *J. Chem. Educ.* **62** (12), 1106 (1985))

**Produkt:** 2-Hydroxybenzoesäuremethylester (Methylsalicylat): Sdp.: 223°C; n = 1,537

#### 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. Freie salpetrige Säure wird durch Umsetzung mit Harnstoff eliminiert. Bei dieser Ansatzgröße jedoch nicht unbedingt erforderlich. 2-Hydroxybenzoesäuremethylester und 2-Aminobenzoesäuremethylester haben einen charakteristischen Geruch. Informieren Sie sich über ihr natürliches Vorkommen und ihre Verwendung.

**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. 2-Hydroxybenzoesäuremethylester ist gesundheitsgefährdend (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. 2-Aminobenzoesäuremethylester wirkt reizend (Xi),

Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Augen und Haut vermeiden. Diethylether ist hochentzündlich (F+), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

Entsorgung: Reaktionslösung in Sammelbehälter für nitrit-/nitrathaltige anorganische Säuren.

Zeitaufwand: Apparaturaufbau: 1,0 h; Reaktionsdauer: 2,0 h; Aufarbeitung: 3,5 h.

### Betriebsanweisung

#### 1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
2-Hydroxybenzoesäuremethylester	152,15	-9	222,9	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
2-Aminobenzoessäuremethylester	151,17	24	256	Xi	H315, H319, H335	P261, P264, P280, P302+P352, P304+P340, P305+P351+P338, P312, P321, 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
Diethylether	74,12	-116	34,5	F+, Xn	EUH019, EUH066, H224, H302, H336	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P264, P280, P301+P312, P303+P361+P353, P330, P370+P378, P403+P235, P501
Natriumsulfat	142,04	888				

## 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
2-Hydroxybenzoesäuremethylester	ADL	BK	WK	WA	L	WEFA	CSchP
2-Aminobenzoessäuremethylester	ADL	BK	WK	W	L	WEA	WCSchP
Natriumnitrit	TDL	BHK	WK	WA	L	WEKA	
Diethylether	ADL	BHK	WK	WA	LB	FA	PSch
Natriumsulfat	AD	BK	W	W	L		