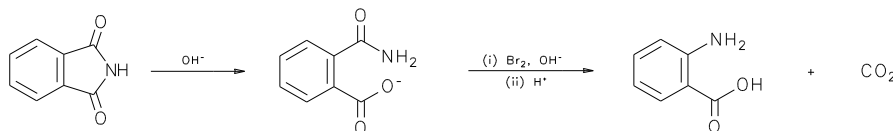


11.2. Anthranilsäure

Anthranilsäure ist eine Stufe eines Dreistufenpräparates und eines Zweistufenpräparates: Anthranilsäure → Salicylsäure (10.1.1) → Acetylsalicylsäure (8.1.5.) bzw. Anthranilsäure → 4-Dimethylamino-azobenzon-2'-carbonsäure (10.3.2.)

Reaktion:



Ansatz: 12,0 g Phthalimid
13,1 g (4,2 mL) Brom
26,0 g (15 + 11) NaOH
30 mL konz. HCl
25 mL Eisessig

Vorschrift:

1. Darstellung einer Hypobromitlösung

15,0 g Natriumhydroxid werden in 80 mL Wasser gelöst. Nach dem Abkühlen tropft man bei 0 °C das Brom unter Rühren in die Lösung. Das Ende der Reaktion ist erreicht, wenn die Lösung farblos bzw. leicht gelblich ist.

2. Hofmannabbau

Zu 12,0 g Phthalimid und 11,0 g Natriumhydroxid in 50 mL Wasser wird unter kräftigem Rühren und Kühlen die Hypobromitlösung getropft. Die Innentemperatur soll 40 °C nicht übersteigen. Nach 3-4 stündigem Rühren im Eisbad wird das Reaktionsgemisch einige Minuten auf 80 °C erwärmt, dann abgekühlt und durch langsame Zugabe von ungefähr 30 mL konz. Salzsäure neutralisiert. Anschließend wird die Anthranilsäure mit Eisessig ausgefällt, wobei 12-15 mL erforderlich sind. Das ausgefallene Produkt wird abgetrennt und mit wenig kaltem Wasser gewaschen. Umkristallisiert wird in heißem Wasser.

Literatur: H.E. Fierz-David und L. Blangey, *Grundlegende Operationen der Farbenchemie*, Springer, 7. Auflage, S.167 sowie Vogel's *Textbook of practical organic chemistry*, Longman **1978**, 4. Auflage, 812;

Produkt: Anthranilsäure (2-Aminobenzoesäure): Schmp.: 145 °C

Ausbeute:

Mechanismus: Hofmann-Abbau von Säureamiden zu Aminen

Bemerkungen: Der Temperaturverlauf der Reaktion ist unbedingt zu kontrollieren. Falls erforderlich ist nach dem Erhitzen auf 80 °C zu filtrieren. In manchen Fällen färbt sich während der Reaktion das Gemisch schwarz. Die abgeschiedene Anthranilsäure muss dann unter Zusatz von Aktivkohle umkristallisiert werden.

Gefährdung: Brom ist sehr giftig (T+), jeglichen Kontakt mit dem menschlichen Körper sowie Einatmen der Dämpfe vermeiden. Brom, Eisessig, Salzsäure und Natriumhydroxid wirken ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Anthranilsäure wirkt reizend (Xi), Berührung mit Augen und Haut vermeiden.

Entsorgung: Reaktionslösung in Sammelbehälter für anorganische Säuren. Kristallisationslauge in Sammelbehälter für Spül- und Waschwasser (neutral).

Zeitaufwand: Apparaturlaufbau: 1,0 h; Reaktionsdauer: 5,0 h; Aufarbeitung: 1,0 h.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
Anthranilsäure	137,14	145-148		Xi	H319	P264, P280, P305+P351+P338, P337+P313
Phthalimid	147,13	232-234	310			
Brom	159,82	-7	58-59	T+, C, N	H314, H330, H400	P260, P264, P273, P280, P284, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P320, P391, P403+P233, P405, P501
Natriumhydroxid	40,0	318	1390	C	H314	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P405, P501
Salzsäure, >25 %		-70	107	C	H314, H335	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P403+P233, P405, P501
Essigsäure	60,05	15-16	118	C	H226, H314	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P370+P378, P403+P235, 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
Anthranilsäure	ADL	BK	WK	WA	L	WEA	PSch
Phthalimid	ADL	BK	WK	WA	L	WEA	WCSchP
Brom	ATDKL	BHK	WK*	WA	LA	WA	
Natriumhydroxid	TD	BHK	WFK	WA	LA	WA	CPSch
Salzsäure > 25 %	ADL	BHK	WFK	WA	LA	WA	
Essigsäure > 90 %	AD	BHK	KFW	WA	LA	WA	TCW