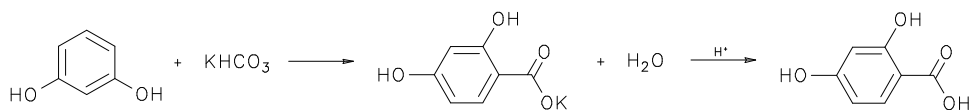


## 6.5.1. 2,4-Dihydroxybenzoesäure

### Reaktion:



Ansatz: 7,5 g Resorcin

30,0 g Kaliumhydrogencarbonat

konz. Salzsäure, Petrolether, Diethylether

Vorschrift: Resorcin und Kaliumhydrogencarbonat werden in 60 mL Wasser gelöst und zwei Stunden unter Rückfluß erhitzt. Nach dem Abkühlen wird die gebildete Säure durch Zugabe von konz. Salzsäure gefällt, wobei Vorsicht aufgrund heftiger CO<sub>2</sub>-Entwicklung geboten ist. Die Auskristallisation wird durch Kühlen auf 0°C vervollständigt. Das Rohprodukt wird unter Zusatz von Aktivkohle in Wasser umkristallisiert.

### Bemerkungen:

- (1) Die Reaktionslösung muß mindestens auf pH < 3 angesäuert werden.
- (2) Die Reaktion sowie die Reinigung des Produktes sollen dünnstschichtchromatographisch verfolgt werden. Bedingungen: Silicagelfolien; Laufmittel: Diethylether/ Petrolether (50 – 70 °C) 1: 1; Detektion: UV-Licht bzw. Jodkammer; R<sub>f</sub>-Werte: Resorcin = 0,55; 2,4-Dihydroxybenzoesäure = 0,16. Die Probenahme erfolgt in halbstündigem Abstand. Die DCs sind ins Laborjournal einzukleben!
- (3) Umkristallisation unter Zusatz von Aktivkohle bedeutet, dass Sie der Lösung des Produktes in Wasser ca. 1-2 Spatel Aktivkohle zugeben, alles ca. 10 Minuten zum Sieden erhitzen und dann heiß filtrieren.

Mechanismus: Elektrophile Substitution an Aromaten - Carboxylierung (Kolbe-Synthese)

Produkt: 2,4-Dihydroxybenzoesäure: Schmp.: 213 °C (Zers.)

### Literatur:

[1] Vogel's *Textbook of practical organic chemistry*, Longman **1978**, 5.Auflage, 832;

[2] Gattermann und Wieland, *Praxis des organischen Chemikers*, de Gruyter, **1982**, 43.Auflage, 272

[3] Autorenkollektiv, *Organikum*, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften der DDR, **1999**, 20. Auflage, 371-372

Gefährdung: Salzsäure wirkt ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Resorcin ist gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden.

### Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

Heizbad entfernen, Stecker ziehen, evtl. Notausschalter bedienen, abkühlen lassen, Abzug schließen

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

## Betriebsanweisung

### 1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
2,4-Dihydroxybenzoesäure	154,12	226 (Z)		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
Resorcin	110,11	109-110	178 °C	Xn, N	H302, H315, H319, H400	P264, P273, P280, P301+P312, P302+P352, P305+P351+P338, P321, P330, P332+P313, P337+P313, P362, P391, P501
Kaliumhydrogencarbonat	100,12	292 (Z)				
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
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
Petrolether	>-80	50 - 70		F, Xn, N	H225, H304, H315, H336, H361f, H373, H411	P201, P202, P210, P233, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P273, P280, P281, P301+P310, P302+P352, P303+P361+P353, P308+P313, P321, P331, P332+P313, P370+P378, P391, 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
2,4-Dihydroxybenzoesäure	D	BK	WK	W	L	WE	WCSchP
Resorcin	DK	BK	WK	WA	L	WEA	WCSchP
Kaliumhydrogencarbonat	DT	BK	W	W	L	WEA	
Salzsäure > 25 %	ADL	BHK	WFK	WA	LA	WA	
Petrolether	ADL	BHK	WK	WA	LA	A	PSch
Diethylether	ADL	BHK	WK	WA	LB	FA	PSch

## Kürzel

Allgemeine Schutzmaßnahmen		Körperschutzmaßnahmen		Störverhalten/ Maßnahmen bei kleinen Unfällen	
A	Arbeiten nur unter dem Abzug	A	Atemschutzmaske mit Filter	T	Trockenlöscher verwenden
D	Behälter dicht verschlossen halten	B	Schutzbrille	W	mit Wasser löschen
K	Behälter kühl aufbewahren	G	Gesichtsschutzschirm	F	mit flüssigkeitsbindendem Mittel aufnehmen
L	Aufbewahrung und Verarbeitung an gut belüfteten Ort	H	Schutzhandschuhe	C	CO <sub>2</sub> -Löscher verwenden
S	Sichern mit Schutzscheibe	K	Schutzkittel oder Schürze	S	Mit Sand löschen
T	Behälter trocken halten			Sch	Schaumlöscher
G	Behälter im Gefrierschrank lagern			P	Pulverlöscher

Anweisungen zur Ersten Hilfe							
bei Hautkontakt		bei Augenkontakt		bei Inhalation		bei Verschlucken	
K	Kontaminierte Kleidung sofort entfernen	T	gesondert aufgeführte Augentropfen benutzen	L	Frischlucht zuführen	F	gesondert aufgeführte Flüssigkeit trinken
F	mit gesondert aufgeführter Flüssigkeit waschen oder spülen	F	mit gesondert aufgeführter Flüssigkeit waschen oder spülen	B	Atmung kontrollieren, künstliche Beatmung	W	Wasser trinken
W	mit Wasser spülen, waschen oder duschen	W	mit Wasser spülen	A	Arzt aufsuchen	A	Arzt aufsuchen
V	Verband als Infektionsschutz erforderlich	V	Augenverband erforderlich	D	Dexamethason-Spray anwenden	E	Erbrechen auslösen
A	Arzt aufsuchen	A	Augenarzt aufsuchen			K	Aktivkohleschlammung trinken