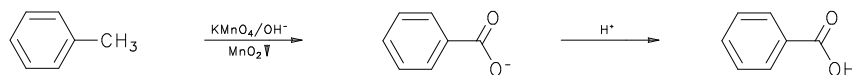


7.1.1. Benzoesäure

Reaktion:



Ansatz: 1,4 g Toluol
7,9 g KMnO_4
2,2 g Na_2CO_3
0,5 mL Methyltrioctylammoniumchlorid
Natriumdisulfit, Schwefelsäure

Vorschrift: Toluol, Natriumcarbonat und Methyltrioctylammoniumchlorid werden in 70 mL Wasser unter leichtem Erwärmen gelöst. Anschließend erfolgt die Zugabe des Kaliumpermanganats und ein Erhitzen der Reaktionslösung zum Rückfluss bis zur Entfärbung, was ca. zwei Stunden dauert. Es wird der ausgefallene Braunstein heiß saugfiltriert und der noch feuchte Filterkuchen sofort zweimal mit wenig heißem Wasser gewaschen (1). Anschließend wird das Filtrat vorsichtig und unter Rühren mit halbkonzentrierter Schwefelsäure angesäuert (3). Die freie Carbonsäure beginnt während der Zugabe der Schwefelsäure auszufallen. Die Ausfällung wird durch Kühlung im Eisbad vervollständigt. Das Produkt wird abgesaugt und aus Wasser umkristallisiert.

Bemerkungen:

- (1) Büchnertrichter und Saugflasche im Trockenschrank vorwärmen
- (2) Wenn das Filtrat eicht rosa durch nicht umgesetztes Kaliumpermanganat oder etwas bräunlich durch nicht abfiltriertes Mangandioxid wird gefärbt ist, nötigenfalls mit Natriumhydrogensulfitlösung entfärben.
- (3) Es entsteht Kohlendioxid.

Mechanismus: Oxidation von alkylierten Aromaten zu aromatischen Carbonsäuren

Produkt: Benzoesäure: Schmp.: 122 °C

Literatur: Autorenkollektiv, *Organikum*, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften der DDR, 1999, 20. Auflage, 387-388

Gefährdung: Toluol, Benzoesäure, Methyltrioctylammoniumchlorid, Kaliumpermanganat, Mangandioxid und Natriumhydrogensulfit sind gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Natriumcarbonat wirkt reizend (Xi), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Augen und Haut vermeiden. Toluol ist leichtentzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten. Kaliumpermanganat ist brandfördernd (O), jeden Kontakt mit brennbaren Stoffen 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). Die Mangandioxidrückstände sind in Behältern für schwermetallhaltige Feststoffe zu sammeln.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
Benzoessäure	122,12	122-123	249	Xn	H302, H319	P264, P280, P301+P312, P305+P351+P338, P330, P337+P313, P501
Toluol	92,14	-93	111	Xn, F	H225, H304, H315, H336, H361d, H373	P201, P202, P210, P233, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P280, P281, P301+P310, P302+P352, P303+P361+P353, P308+P313, P321, P331, P332+P313, P370+P378, P403+P235, P405, P501
Kaliumpermanganat	158,04	240		Xn, O, N	H272, H302, H410	P210, P220, P221, P264, P273, P280, P301+P312, P330, P370+P378, P391, P501
Natriumcarbonat	165,99	851	1600	Xi	H319	P264, P280, P305+P351+P338, P337+P313
Methyltrioctylammoniumchlorid	446,25		> 225	Xn, N	H302, H315, H318, H410	P264, P273, P280, P301+P312, P302+P352, P305+P351+P338, P310, P321, P330, P332+P313, P362, P391, P501
Natriumhydrogensulfid-39%-ig		-44	146	Xn	EUH031, H302	P264, P301+P312, P330, P501
Natriumdisulfid	190,10	150 (Z)		Xn	EUH031, H302, H318	P264, P280, P301+P312, P305+P351+P338, P310, P330, P501
Schwefelsäure, halbkonzentriert			> 119	C	H314	P260, P303+P361+P353, P305+P351+P338, P310, P501
Schwefelsäure, konz.	98,08	3	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
Benzoessäure	ADL	BHK	KW	WA	L	WA	WCSchP
Toluol	ADKL	BHK	WK	W	LA	A	PSch
Kaliumpermanganat	TDK	BHK	WK	WA		WA	
Natriumcarbonat	DT	BK	WK	WA	L	WEA	
Methyltrioctylammoniumchlorid	D	BHK	WK	WA	L	WEA	WCSchP

Natriumdisulfit	ADT	BK	WK	WA	L	WEA	
Natriumhydrogensulfit- 39%-ig	DL	BHK	WK	WA	L	WEA	
Schwefelsäure, verd.	ADL	BHK	WA	WA	LA	WA	W
Schwefelsäure, konz.	ADL	BHK	WA	WA	LA	WA	Nicht Wasser