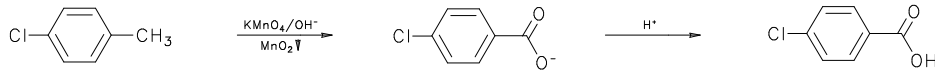


7.1.2. 4-Chlorbenzoesäure

Reaktion:



Ansatz:

1,9 g 4-Chlortoluol;
7,9 g KMnO_4 ;
2,2 g Na_2CO_3 ;
0,5 ml Methyltrioctylammoniumchlorid
Schwefelsäure

Vorschrift: 4-Chlortoluol, Natriumcarbonat und Methyltrioctylammoniumchlorid werden in 70 ml Wasser unter leichtem Erwärmen gelöst. Danach erfolgt die Zugabe des Kaliumpermanganats. Anschließend wird unter Rühren ungefähr zwei Stunden am Rückfluß erhitzt, bis zur Entfärbung des Kaliumpermanganats, erhitzt. Der ausgefallene Braunstein wird heiß saugfiltriert und sofort noch zweimal mit wenig heißem Wasser gewaschen (1)(2). Danach wird das Filtrat vorsichtig und unter Rühren (3) mit halbkonzentrierter Schwefelsäure angesäuert. Die freie Carbonsäure beginnt während der Zugabe der Schwefelsäure auszufallen. Nachdem dann die Ausfällung durch Kühlung mit Eis vervollständigt wurde, wird das Produkt saugfiltriert und aus Ethanol/Wasser wie folgt umkristallisiert: 1,0 g 4-Chlorbenzoesäure, dies entspricht in der Regel der erhaltenen Ausbeute, werden in 50 ml Ethanol unter Erwärmen gelöst und unter Rühren in ein heißes Gemisch aus 50 ml Ethanol und 350 ml Wasser gegeben. Die gesamte Lösung wird kurz zum Sieden erhitzt (4) und dann zur Auskristallisation bei Raumtemperatur stehengelassen. 4-Chlorbenzoesäure beginnt in schönen Nadeln auszukristallisieren. Das wird durch Kühlung vervollständigt.

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.
- (4) Sollte sich nicht alles Produkt gelöst haben, kann bis zur vollständigen Lösung in der Hitze Ethanol zugegeben werden. Oder aber, es wird das die Lösung möglichst heiß filtriert vor der Auskristallisation.

Literatur:

- [1] Autorenkollektiv, *Organikum*, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften der DDR, 1999, 20. Auflage, 387;
[2] Eicher, Tietze, *Organisch-chemisches Grundpraktikum*, Georg Thieme Verlag Stuttgart, 1. Auflage, 1993, 175 - 177

Produkt: 4-Chlorbenzoesäure, F_P : 240 °C (sublimiert)

Mechanismus: Oxidation von alkylierten Aromaten zu aromatischen Carbonsäuren

Gefährdung: 4-Chlorbenzoesäure, 4-Chlortoluol, 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. Kaliumpermanganat ist brandfördernd (O), jeden Kontakt mit brennbaren Stoffen vermeiden.

Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

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

Abzug schließen, bei Kontakt mit Säure mit viel Wasser spülen

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
4-Chlorbenzoesäure	156,57	239-241	274-276	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
4-Chlortoluol	126,59	7-9	162,4	Xn, N	H332, H411	P261, P273, P304+P340, P312, P391, 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
Natriumhydrogensulfit- 39%-ig		-44	146	Xn	EUH031, H302	P264, P301+P312, P330, P501
Natriumdisulfit	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
Mangandioxid		1650		Xn	H302, H332	P261, P264, P301+P312, P304+P340, P330, 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
4-Chlorbenzoesäure	D	B	WK	W	L	WEA	WCSchP
4-Chlortoluol	AD	BHK	WK	W	L	WEA	WCSchP
Mangandioxid	TDK	BHK	WK	WVA	L	W	
Kaliumpermanganat	TDK	BHK	WK	WA		WA	
Natriumcarbonat	DT	BK	WK	WA	L	WEA	
Methyltriocetylammmoniumchlorid	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
Ethanol	ADL	BHK	WK	WA	L	WA	CSchP

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 ₂ -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