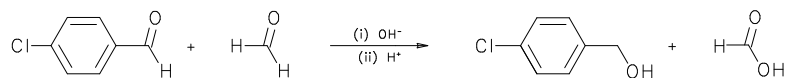


7.4.3. 4-Chlorbenzylalkohol, 4-Chlorbenzoesäure

Reaktion:



Ansatz:

10,5 g 4-Chlorbenzaldehyd
8,5 mL Formaldehyd (37%-ige wässrige Lösung)
13,0 g KOH
30 mL Methanol
Diethylether, Natriumsulfat

Vorschrift: Zu einem Gemisch aus 4-Chlorbenzaldehyd, Formaldehyd und Methanol, welches unter Rühren auf 65°C erhitzt wurde, soll nach Abkühlen auf ca. 60 °C weiterhin unter Rühren Kaliumhydroxid in 10 mL Wasser gelöst so schnell zugetropft werden, dass dabei durch Außenkühlung mit Wasser die Innentemperatur 75 °C nicht übersteigt. Nach der Zugabe wird weitere 40 Minuten bei 70 °C gerührt und anschließend 20 Minuten zum Rückfluß erhitzt. Bei Zugabe von 80 mL Wasser zur abgekühlten Lösung fällt in der Regel das Produkt aus, welches saugfiltriert wird. (1) Falls nicht, kann das abgeschiedene Öl in 50 mL Diethylether aufgenommen und anschließend die organische Phase zweimal mit je 25 mL Wasser gewaschen und über Natriumsulfat getrocknet und der Diethylether abgetrennt werden. Das Rohprodukt wird entweder aus Wasser oder Toluol (4 mL/ g) umkristallisiert. Zur wässrigen alkalischen Lösung wird halbkonzentrierte Salzsäure bis pH 1-2 gegeben. Die dabei ausfallende 4-Chlorbenzoesäure wird saugfiltriert und aus Methanol umkristallisiert.

Bemerkungen:

- (1) In der wässrigen Lösung befindet sich das Natriumsalz der 4-Chlorbenzoesäure. Nicht entsorgen!
- (2) Beide Produkte: 4-Chlorbenzylalkohol und 4-Chlorbenzoesäure sollen isoliert und abgegeben werden. Bestimmen Sie jeweils die Ausbeute!

Mechanismus: gekreuzte Cannizzaro-Reaktion mit Formaldehyd als Hydridionendonator

Produkt: 4-Chlorbenzylalkohol: Schmp.: 72 °C; 4-Chlorbenzoesäure: Schmp.: 240°C

Literatur: Autorenkollektiv, *Organikum*, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften der DDR, 1999, 20. Auflage, 533

Literatur: *J. Chem. Educ.* 1989, 66, 149

Gefährdung: Formaldehyd und Methanol sind giftig (T), jeglichen Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. 4-Chlorbenzaldehyd ist gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Kaliumhydroxid und Ameisensäure wirken ätzend (C), Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Diethylether ist hochentzündlich (F+), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

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

Entsorgung: Reaktionslösung in Sammelbehälter für Laugen und Laugengemische. Waschwasser in Sammelbehälter für Spül- und Waschwasser (neutral). Natriumsulfat in Behälter für Filter- und Aufsaugmassen. Diethylether in Sammelbehälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
4-Chlorbenzylalkohol	142,59	70-72	235			
4-Chlorbenzoesäure	156,57	240			H302	P264, P270, P301+P312, P501
4-Chlorbenzaldehyd	140,57	45-47	214	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
Formaldehydsg. 37 %		<-15	93-96	T	H301, H311, H314, H317, H331, H351	P201, P202, P260, P264, P280, P281, P301+P310, P301+P330+P331, P302+P352, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P308+P313, P321, P333+P313, P403+P233, P405, P501
Kaliumhydroxid	56,11	361	1320	C	H302, H314	P260, P264, P280, P301+P312, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P405, P501
Methanol	32,04	-98	64,5	T, F	H225, H301, H311, H331, H370	P210, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P280, P301+P310, P302+P352, P303+P361+P353, P304+P340, P307+P311, P321, P330, P370+P378, P403+P233, P403+P235, P405, P501
Diethylether	74,12	-116	34	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
4-Chlorbenzylalkohol	D	BK	W	W	L	W	WCPSch
4-Chlorbenzoesäure	D	BK	W	W	L	W	
4-Chlorbenzaldehyd	DT	BK	WK	W	L	WEA	SprühwasserCSchP
Formaldehydsg. 37 %	DL	BK	WK	WA	LA	WKA	PSch
Kaliumhydroxid	TD	BHK	WK	WA	LA	WA	
Methanol	ADL	BHK	WK	WA	LB	EFA	PSch
Diethylether	ADL	BHK	WK	WA	LB	FA	PSch
Natriumsulfat	AD	BK	W	W	L		

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