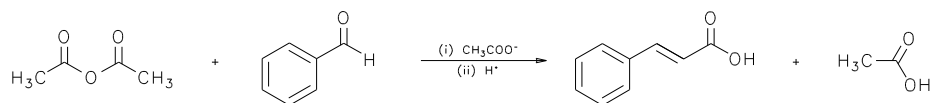


## 9.2.1. Zimtsäure

### Reaktion:



**Ansatz:** 3,5 g Benzaldehyd  
5,5 g Essigsäureanhydrid  
2,0 g Kaliumacetat  
Natriumcarbonatlösung, konz. Salzsäure

**Vorschrift:** Ein Gemisch aus Benzaldehyd, Essigsäureanhydrid und Kaliumacetat wird zunächst 15 min auf 155-160 °C und dann drei Stunden auf 165-170 °C erhitzt. Nach der Reaktion soll zur Abtrennung von unumgesetzten Benzaldehyd eine Wasserdampfdestillation durchgeführt werden. Dazu wird das noch heiße Reaktionsgemisch in einen genügend großen Rundkolben, in dem sich 50 ml Wasser befinden, überführt. Man spült mit heißem Wasser nach und versetzt so lange mit gesättigter Natriumcarbonatlösung, bis sich rotes Lackmuspapier blau färbt. Nach Beendigung der Wasserdampfdestillation wird die Lösung abgekühlt, von eventuell ausgefallenen Beiprodukten abfiltriert und das Filtrat unter starkem Rühren durch langsame Zugabe von konz. Salzsäure (2-3 ml) so lange angesäuert, bis die Kohlendioxidentwicklung beendet ist. Die ausgefallene Zimtsäure wird abfiltriert, mit kaltem Wasser gewaschen und, falls erforderlich, in Wasser bzw. einem Wasser/Ethanol-Gemisch (3:1) umkristallisiert.

**Literatur:** Vogels's *Textbook of practical organic chemistry*, Longman (4.Auflage) **1978**, 800; Gattermann, Wieland, *Praxis des organischen Chemikers*, de Gruyter (43.Auflage) **1982**, 371

**Produkt:** Zimtsäure: Schmp.: 133 °C

### Ausbeute:

**Mechanismus:** Aldolartige Kondensation von Aldehyden mit Anhydriden aliphatischer Carbonsäuren (Perkin-Synthese)

**Bemerkungen:** Kaliumacetat muß frisch geschmolzen und pulverisiert sein. Dazu wird eine ausreichende Menge in einer Porzellanschale vorsichtig unter gelegentlichem Umrühren so lange erhitzt, bis keine Wasserdämpfe mehr aufsteigen und das Salz vollkommen geschmolzen ist. Nach Abkühlen wird sofort im Mörser zerkleinert und die benötigte Menge eingewogen. Gleichfalls ist nur frisch im Vakuum destilliertes Benzaldehyd einzusetzen. Der aufgesetzte Kühler (erster Reaktionsschritt) ist nicht mit Wasser zu kühlen.

**Gefährdung:** Essigsäureanhydrid und Salzsäure wirken ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Benzaldehyd ist gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Zimtsäure und Natriumcarbonat wirken reizend (Xi), Dämpfe nicht einatmen und die Berührung mit Augen und Haut vermeiden. Ethanol ist leichtentzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

**Entsorgung:** Reaktionslösung in Sammelbehälter für anorganische Säuren. Waschwasser in Sammelbehälter für Spül- und Waschwasser (neutral). Ethanol in Sammelbehälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel.

**Zeitaufwand:** Apparaturaufbau, Chemikalienvorbereitung: 1,5 h; Reaktionsdauer: 3,0 h; Aufarbeitung 2,5 h.

## Betriebsanweisung

### 1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelz- punkt °C	Siede- punkt °C	Gefahrstoff- symbol	H-Sätze	P-Sätze
Zimtsäure	148,16	133-134	300	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
Benzaldehyd	106,13	-56	179	Xn	H302	P264, P301+P312, P330, P501
Essigsäureanhydrid	102,09	-73	139,5	C	H226, H302, H314, H332	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P280, P301+P312, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P370+P378, P403+P235, P405, P501
Kaliumacetat	98,15	292				
Natriumcarbonat	165,99	851	1600	Xi	H319	P264, P280, P305+P351+P338, P337+P313
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

### 2. Schutzmaßnahmen sowie Anweisungen zur Ersten Hilfe und Verhaltensregeln bei kleinen Unfällen

Substanzname	Schutzmaßnah.		Anweisungen zur Ersten Hilfe				Störfallverhalten/ kleine Unfälle
	allgem.	Körper	Haut	Augen	Inhalati	Verschl	
Zimtsäure	ADL	BK	WK	WA	L	WEA	WCSchP
Benzaldehyd	ADL	BHK	W	W	L	WEA	
Essigsäureanhydrid	AD	BHK	WK	WA	LA	WA	P
Kaliumacetat	ADL	BK	WK	WA	L		
Natriumcarbonat	DT	BK	WK	WA	L	WEA	
Salzsäure > 25 %	ADL	BHK	WFK	WA	LA	WA	