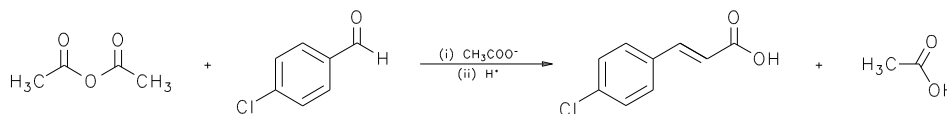


9.2.2. 4-Chlorzimtsäure

Reaktion:



Ansatz: 5,6g 4-Chlorbenzaldehyd
7,0g Essigsäureanhydrid
2,5g Kaliumacetat
konz. Salzsäure, Ethanol, NaCO₃,

Vorschrift: Ein Gemisch aus 4-Chlorbenzaldehyd, 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 4-Chlorbenzaldehyd 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 4-Chlorzimtsäure wird abfiltriert, mit kaltem Wasser gewaschen und, falls erforderlich, in Wasser bzw. einem Wasser/Ethanol-Gemisch (3:1) umkristallisiert.

Literatur: F. Böck, G. Lock und K. Schmidt, *Monatshefte für Chemie* 64, 1934, 399

Produkt: 4-Chlorzimtsäure: Schmp.: 247 °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 sollte nur frisch destilliertes 4-Chlorbenzaldehyd eingesetzt werden, wobei die Auskristallisation von 4-Chlorbenzaldehyd im Kühler verhindert werden muss.

Es ist darauf zu achten, daß die Reaktionslösung vor der Wasserdampfdestillation ausreichend alkalisch gemacht wird.

Gefährdung: Essigsäureanhydrid und Salzsäure wirken ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. 4-Chlorbenzaldehyd ist gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. 4-Chlorzimtsäure 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 (einschließlich Chemikalienvorbereitung): 1,5 h; Reaktionsdauer: 3,0 h; Aufarbeitung: 2,5 h.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
4-Chlorzimtsäure	182,61	248-50				
4-Chlorbenzaldehyd	140,57	45-47	213,5	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
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				
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
Ethanol	46,07	-114	78,2	F	H225	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P280, P303+P361+P353, P370+P378, P403+P235, P501
Natriumcarbonat	165,99	851	1600	Xi	H319	P264, P280, P305+P351+P338, P337+P313

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-Chlorzimtsäure							
4-Chlorbenzaldehyd	DT	BK	WK	W	L	WEA	SprühwasserCSchP
Essigsäureanhydrid	AD	BHK	WK	WA	LA	WA	P
Kaliumacetat	ADL	BK	WK	WA	L		
Salzsäure > 25 %	ADL	BHK	WFK	WA	LA	WA	
Ethanol	DKL	BHK	WK	WA	L	WA	CSchP
Natriumcarbonat	DT	BK	WK	WA	L	WEA	