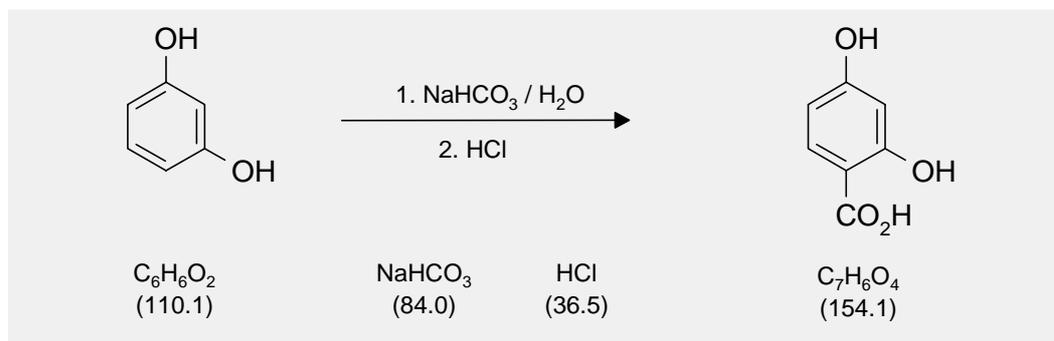


7.4 Umsetzung von 1,3-Dihydroxibenzol (Resorcin) mit Natriumhydrogencarbonat zu 2,4-Dihydroxybenzoesäure



Arbeitsmethoden: Umkristallisation.

Chemikalien

1,3-Dihydroxibenzol (Resorcin): R 22-36/38-50; S 26-61; Schmp. 109-110 °C, Löslichkeit in Wasser bei 20 °C 1000 g/l.

Natriumhydrogencarbonat: R -; S -; thermische Zersetzung ab 50 °C; Löslichkeit in Wasser bei 20 °C 100 g/l.

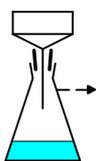
Salzsäure konz. (32proz.): R 34-37; S 26-36/37/39-45; d=1.16; **verursacht Verätzungen.** Erste Hilfe: mit viel Wasser abwaschen



Durchführung

Betriebsanweisung beachten!

In einem 250 ml-Rundkolben mit Rückflusskühler erhitzt man eine Mischung aus 5.90 g (53.6 mmol) Resorcin, 25.0 g (0.30 mol) Natriumhydrogencarbonat und 60 ml Wasser 2 h bei einer Ölbadtemperatur von 95 °C. Anschließend erhöht man die Badtemperatur auf 130 °C und lässt noch 15 min bei dieser Temperatur reagieren.



Isolierung und Reinigung

Nach dem Erkalten überführt man das Reaktionsgemisch in ein 600 ml-Becherglas. Aus einem 100 ml-Scheidetrichter dessen Auslauf in die Lösung eintaucht lässt man vorsichtig (starkes Aufschäumen!) 29 ml konz. Salzsäure zufließen. Dabei scheidet sich ein farbloser Feststoff ab. Zur vollständigen Kristallisation wird die Mischung noch 1 h im Eisbad gekühlt. Man saugt das Rohprodukt auf einem Büchnertrichter/ Absaugflasche ab und wäscht noch zweimal mit je 10 ml Eiswasser nach ($\rightarrow \text{E}_1$).

An der Wasserstrahlpumpe wird lufttrocken gesaugt, dann überführt man das Rohprodukt in eine tarierte Porzellanschale und trocknet im Exsikkator über Blaugel.

Ausbeute **Rohprodukt:** 4.5-5.0 g (54-61 %).

Zur Reinigung wird das Rohprodukt in einem 100 ml Erlenmeyerkolben mit 25 ml Wasser unter Zugabe von 0.5 g Aktivkohle kurz aufgeköcht und noch heiß auf einem Büchnertrichter/Absaugflasche abgesaugt (das Filterpapier zuvor mit

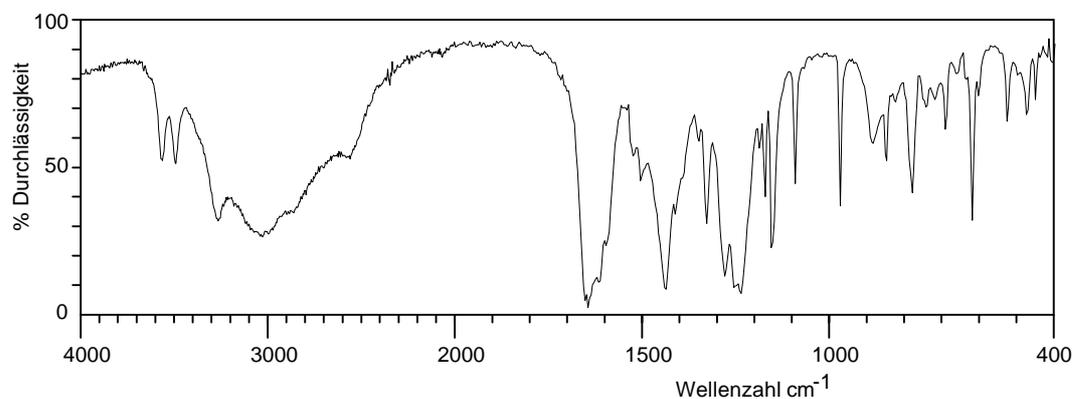
Wasser anfeuchten!) und noch zweimal mit je 3 ml heißem Wasser nachgewaschen. Beim Abkühlen kristallisiert das Reinprodukt aus dem Filtrat aus, zur Vervollständigung der Kristallisation wird noch 2 h im Eisbad gekühlt. Das Reinprodukt wird wieder auf einem Büchnertrichter/Absaugflasche abgesaugt, mit 10 ml Eiswasser nachgewaschen (\rightarrow **E**₁), an der Wasserstrahlpumpe lufttrocken gesaugt und im Exsikkator über Kieselgel („Orangegel“) getrocknet.

Ausbeute **Reinprodukt**: 3.4-3.8 g (41-46 %), Schmp. 216-221 °C (Zers.).

Hinweise zur Entsorgung (E), Redestillation (R) der Lösungsmittel

E₁: Das Filtrat wird in den Sammelbehälter für wässrigen halogenhaltigen org. Sonderabfall **B**₁, das Filterpapier wird in den Sammelbehälter für Festprodukte **F**₂ gegeben.

IR-Spektrum von 2,4-Dihydroxybenzoesäure (KBr)



Valenzschwingungen: O-H 3580 und 3500; COOH (assoz.): 3400-2500; C=O in COOH: 1650 cm^{-1} .

Versuchsergebnis, Schlussfolgerung

Das Hydrogencarbonat-Anion ist ein schwaches Elektrophil, das auch im Überschuss bei dem aktivierten Aromaten Resorcin nur zu einem Substitutionsprodukt führt. Durch die o-/p-dirigierende Wirkung der Hydroxygruppen wird 2,4-Dihydroxybenzoesäure gebildet.