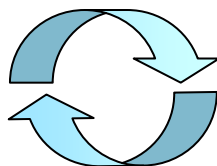


Herstellen von 4-Chlorbenzoesäure durch Oxidation von 4-Chlortoluol

Betrieb

[Ausbildungsrahmenplan](#)
Nr. 8.1, 8.2, 8.3



Berufsschule

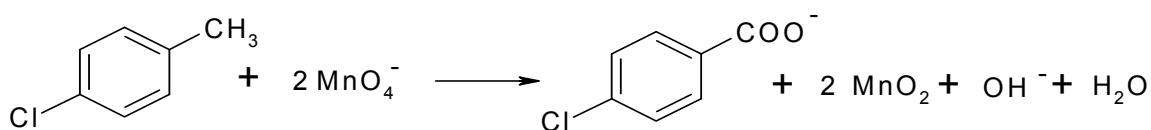
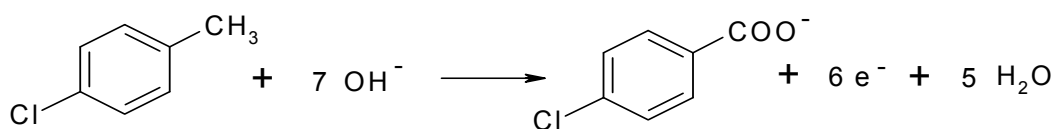
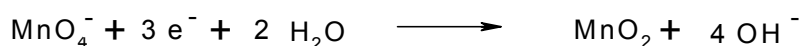
[Rahmenlehrplan Lernfelder 6, 11](#)

Geräte: Geschlossene Rührapparatur: 1 L Vierhalskolben, Beheizung mit Ölbad, Tauchsieder und Regelgerät; Wasserdampfdestillationsapparat: 1 L Vierhalskolben (Destillationskolben), 500 mL Zueihalskolben (Vorlage), Beheizung mit Heizpilz und Kontaktregler; Destillationsapparat: 500 mL Zueihalskolben (Destillationskolben), 250 mL Einhalskolben (Vorlage), Beheizung mit Ölbad, Tauchsieder und Regelgerät; Rührapparatur: 1 L Becherglas, Blattührer

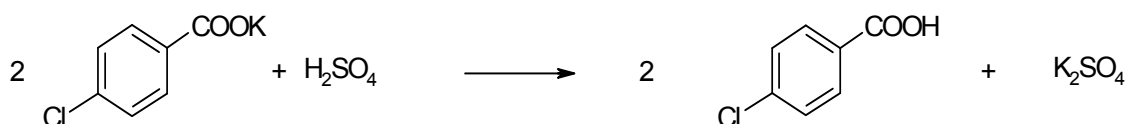
Chemikalien: 4-Chlortoluol (Xn, N, R-Sätze: 20 – 51/53, S-Sätze: 24/25 – 61), Kaliumpermanganat (O, Xn, N, R-Sätze: 8 – 22 – 50/53, S-Sätze: 60 – 61), Mangan(IV)oxid, Braunstein (Xn, R-Sätze: 20 – 22, S-Sätze: 25), Kaliumhydroxid (C, R-Sätze: 22 – 35, S-Sätze: 26 – 36/37/39 – 45), Ethanol (F, R-Sätze: 11, S-Sätze: 7 – 16), Schwefelsäure; w (H₂SO₄) = 20% (C, -Sätze: 35, S-Sätze: 26 – 30 – 36/37/39 – 45)

1. Reaktion

(1) Oxidation



(2) Fällung der Säure



2. Durchführung

- In einer geschlossenen Rührapparatur (s. Geräte) werden
- 20 g 4-Chlortoluol (0,158 mol),
 - 350 mL Wasser,
 - 2 g Kaliumhydroxid und
 - 54 g Kaliumpermanganat (8 % Überschuss) vorgelegt.
- Die Reaktionsmischung wird anschließend 1,5 Stunden unter Rückfluss erhitzt. Danach wird das Ölbad entfernt und noch überschüssiges Kaliumpermanganat durch Zugabe von
- 3,5 ml Ethanol zersetzt. Nach 5 Minuten sollte ein Tropfen der Reaktionsmischung auf Filterpapier keine Violettfärbung zeigen.
- Den 1 L Vierhalskolben zur Wasserdampfdestillation umrüsten und nicht umgesetztes 4-Chlortoluol in die Vorlage übertreiben, indem Wasserdampf in die noch heiße Reaktionsmischung eingeleitet wird.
- Den Destillationsrückstand heiß absaugen.
- 25 mL Den 1 L Vierhalskolben zweimal mit heißem Wasser spülen.
- Der abgesaugte Braunstein wird in einem bereitstehenden Gefäß zur Entsorgung gesammelt.
- Die vereinigten Filtrate werden portionsweise in die Destillationsapparatur überführt und durch Abdestillieren des Wassers auf 250 mL eingengt.
- Bei ca. 95 °C wird die eingengte Lösung mit
- 0,5 g Aktivkohle versetzt, kurz aufgekocht und heiß in das 1 L Becherglas filtriert.
- Der Destillationskolben wird mit wenig Wasser nachgespült.
- Die Lösung wird anschließend auf 10 °C abgekühlt und mit Schwefelsäure; $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 20\%$ auf pH1, 0 – 1,5 (pH-Meter) eingestellt.
- Die Suspension wird noch 10 Minuten nachgerührt, abgesaugt, fünfmal mit
- 20 mL eiskaltem Wasser gewaschen und danach trockengesaugt.
- Anschließend bestimmt man den Schmelzpunkt der 4-Chlorbenzoesäure.

3. Bewertungsfragen

- (1) Wie viel g Kaliumpermanganat mit 8% Überschuss benötigt man zur Umsetzung des 4-Chlortoluols?
- (2) Wie viel g Wasser und wie viel mL Schwefelsäure; $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 96\%$ ($\rho_{w(\text{H}_2\text{SO}_4)} = 96\% = 1,83 \text{ g/mL}$) benötigt man zur Herstellung von 400 g der für die Neutralisation benötigten Schwefelsäure; $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 20\%$?
- (3) Wie viel g 4-Chlorbenzoesäure entstehen bei 100 %-iger Umsetzung?
- (4) Wie groß ist die Ausbeute in Prozent?

4. Umsetzungsvorschlag für Ausbildungsbetriebe

Zeitbedarf

6 Stunden

Bewertung

Für die Bewertung wird folgendes Diagramm vorgeschlagen:

