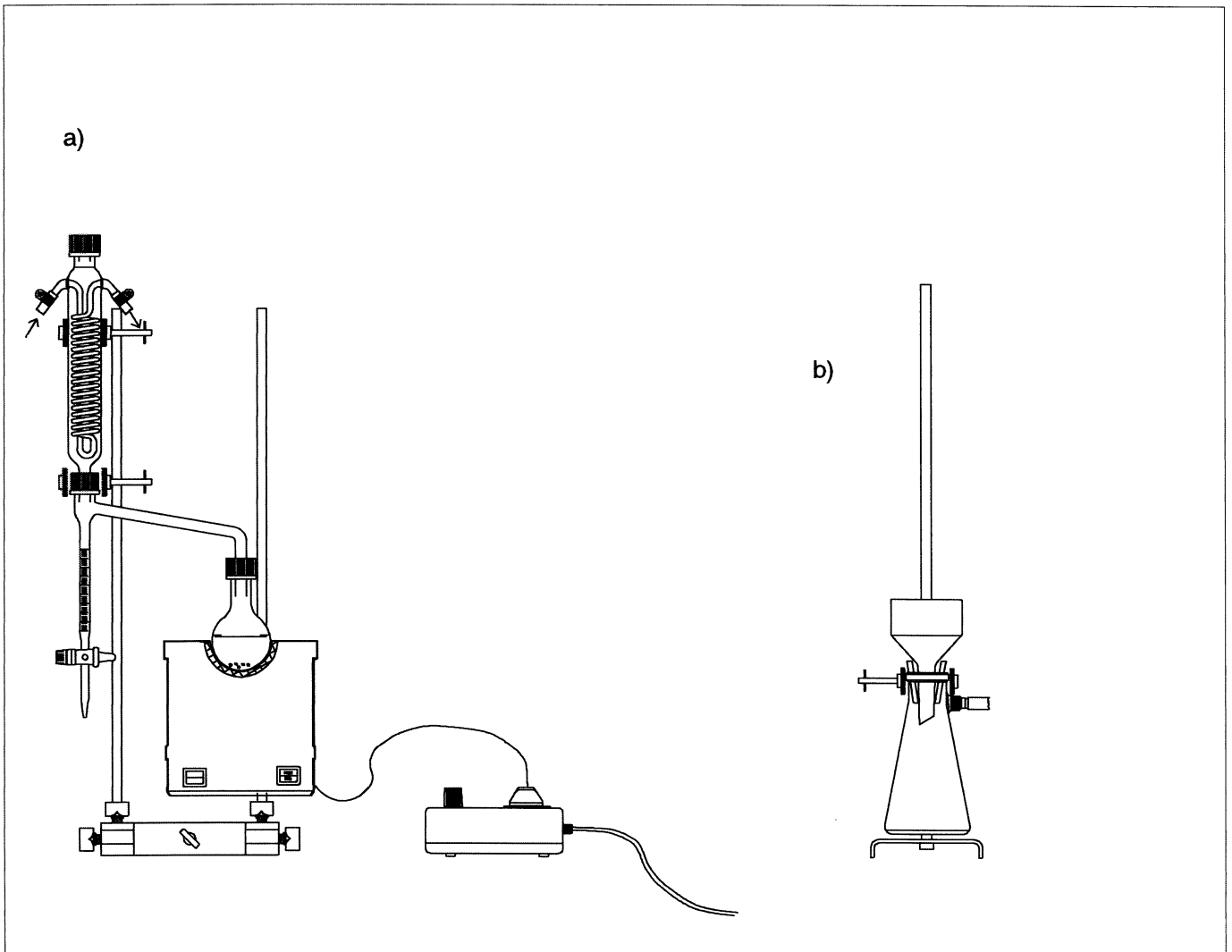


Material

H-Fuß "PASS"	02009.55	1	Heizhaube, 100 ml	32254.93	1
Stativstange, l = 600 mm	02037.00	2	Leistungssteller	32247.93	1
Bunsenstativ, l = 750 mm	37694.00	1	Exsikkator "Wertex"	34126.00	1
Doppelmuffe	37697.00	3	Exsikkatorplatte	32474.00	1
Universalklemme	37715.00	3	Gummischlauch, $d_i = 6$ mm	39282.00	2
Rundkolben, 100 ml, GL 25/12	35841.15	1	Gummischlauch (Vakuum), $d_i = 6$ mm	39286.00	1
Wasserabscheider, GL 25/12	35790.15	1	Schlauchschellen, $d = 8...12$ mm, 2 St.	40996.00	2
Dimroth-Kühler, GL 25/12	35816.15	1	Glasstäbe, l = 300 mm, 1 aus	64869.03	1
Meßzylinder, 100 ml	36629.00	1	Spritzflasche, 500 ml	33931.00	1
Becherglas, 150 ml, hohe Form	36003.00	1	Löffel mit Spatelstiel, Edelstahl	33398.00	1
Becherglas, 250 ml, hohe Form	36004.00	1	Tiegelzange, Edelstahl	33600.00	1
Filternutsche, $d = 70$ mm	32707.00	1	Siedesteinchen, 200 g	36937.20	1
Rundfilter, $d = 70$ mm, 1 aus	32977.02	1	Silica-Gel, blau, gekörnt, 500 g	30225.50	1
Saugflasche, 500 ml	34419.01	1	Siliconfett, 1 Tube	31863.00	1
Guko-Satz, 8 Stück	39265.00	1	Toluol, 250 ml	30236.25	1
Wasserstrahlpumpe, Kunststoff	02728.00	1	Schwefelsäure 95...98%, 500 ml	30219.50	1
Abdampfschale, 75 ml	32516.00	1	Natriumchlorid, 500 g	30155.50	1
Trichter, $d_o = 55$ mm	34457.00	1	Wasser, dest., 5 l	31246.81	1
			Trockenschrank		

Abb. 1





Sicherheitshinweis

Toluol ist eine flüchtige, wasserunlösliche, leichtentzündliche Flüssigkeit. Ihre Dämpfe sind schwerer als Luft und können mit dieser explosionsfähige Gemische bilden. Toluol ist mindergiftig, verursacht jedoch starke Reizwirkung auf die Schleimhäute. Narkotische Wirkung möglich.

Erste Hilfe: Betroffene Haut mit Wasser und Seife gründlich waschen. Spritzer in die Augen bei gut geöffnetem Lidspalt verdunsten lassen (vorsichtig Blasen) und dann mit Wasser spülen.

Nach dem Einatmen: Frischluft.

Entsorgung: Brennbare, halogenfreie organische Lösungsmittel und Lösungen in einem dafür gekennzeichneten Behälter sammeln.

Konzentrierte Säuren sind stark ätzend. Sie zerstören Haut und Textilien. Beim Verdünnen erst das Wasser, dann die Säure (Schutzbrille, Laborkittel, Handschuhe).

Erste Hilfe: Betroffene Haut, Augen bei gut geöffnetem Lidspalt mit viel Wasser gründlich spülen.

Entsorgung: Lösungen mit Wasser verdünnen, neutralisieren (pH 6 - 8) und wegspülen.

Durchführung

In den 100-ml-Rundkolben füllt man 50 ml Toluol und 10 ml konzentrierte Schwefelsäure. Daraufhin kocht man das Reaktionsgemisch 15 Minuten unter Rückfluß am Wasserabscheider und läßt dann erkalten. Währenddessen stellt man eine gesättigte Natriumchloridlösung her, in die man das erkaltete Reaktionsgemisch schüttet (eventuell vorher mit etwas Wasser vorsichtig verdünnen). Sollte das Natriumsalz der p-Toluolsulfonsäure nicht sofort auskristallisieren, so erzeugt man durch Anreiben mit einem Glasstab Kristallisationskeime.

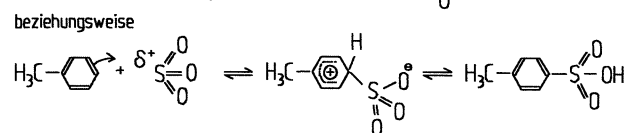
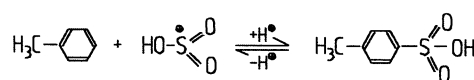
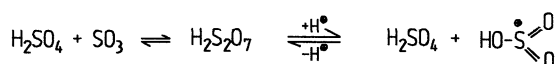
Das ausgefallene Salz wird abgenutscht und in die Abdampfschale gefüllt, im Trockenschrank bei 105 bis 110°C trocknen und im Exsikkator erkalten lassen.

Ergebnis

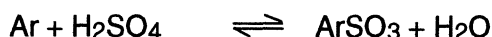
Während des Kochens scheidet sich im Wasserabscheider Wasser ab. Beim Erkalten fällt unter Umständen ein dicker Brei aus, der sich bei vorsichtiger Wasserzugabe wieder auflöst. Aus der gesättigten Natriumchloridlösung, in die das Produkt eingegossen wurde, kristallisiert p-Toluolsulfonsäure-Natriumsalz in weißen, glänzenden Kristallen aus.

Deutung

Die Sulfonierung von Toluol ist eine elektrophile Substitution am Aromaten. Als sulfonierende Reagenzien können sowohl das freie Schwefeltrioxid als auch das HSO_3^+ -Kation wirken, das im Gleichgewicht in der konzentrierten Schwefelsäure vorhanden ist.



Die Sulfonierung ist im Gegensatz zu den meisten anderen elektrophilen Substitutionen eine reversible Reaktion. Durch Anwesenheit von Wasser bei erhöhten Temperaturen gelingt meistens schon die Hydrolyse.



Um das Gleichgewicht zum gewünschten Produkt zu verschieben, muß man das entstehende Wasser binden oder durch azeotrope Destillation aus dem Reaktionsgemisch entfernen.

Die reine p-Toluolsulfonsäure ist sehr hygroskopisch. Durch stöchiometrische Wasserzugabe zum erkalteten Gemisch oder auch durch noch vorhandene Wasserreste kann gezielt das p-Toluolsulfonsäure-Monohydrat isoliert werden. Normalerweise wird die freie Sulfonsäure aber nicht isoliert, sondern direkt in das Natriumsalz überführt.

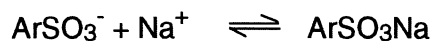
Durch Zugabe der erkalteten Reaktionsmischung zu einer gesättigten Natriumchloridlösung fällt das Natriumsalz der p-Toluolsulfonsäure aus. Die Arylsulfonsäuren sind starke Säuren, deren Säurestärke etwa der Stärke der Salzsäure vergleichbar ist. Deshalb ist die Säure weitgehend dissoziiert. Durch den Überschuß an Natriumionen in der gesättigten Natriumchloridlösung wird das Lösungsgleichgewicht



Darstellung von p-Toluolsulfonsäure

CT
35.4

soweit verschoben, daß das Natriumsulfonat ausfällt.



p-Toluolsulfonsäure und ihre Salze dienen als Katalysatoren bei Reaktionen wie Veresterungen, Dehydratisierungen und Polymerisationsreaktionen. Sie sind schonendere Reagenzien als Schwefelsäure und können als Pulver besser dosiert werden.

Daten

p-Toluolsulfonsäure:

Molmasse: 172,20 g/mol

Schmelzpunkt: 38°C

p-Toluolsulfonsäure-Monohydrat:

Molmasse: 190,22 g/mol

Schmelzbereich: 103 - 104°C

Löslichkeit in H₂O/20°C: 670 g/l

p-Toluolsulfonsäure-Natriumsalz:

Molmasse: 194,19 g/mol

**CT
35.4**

Darstellung von p-Toluolsulfonsäure



Raum für Notizen