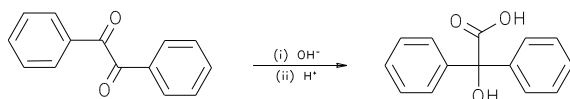


11.4. Benzilsäure

Benzilsäure ist eine Stufe eines Dreistufenpräparates: Benzoin (8.3.2.) → Benzil (7.2.1.) → Benzilsäure

Reaktion:



Ansatz: 5,0 g Benzil; 15 mL Ethanol; 5,0 g KOH, Schwefelsäure

Vorschrift: Zur gerührten Lösung des Kaliumhydroxids in 10 mL Wasser und 15 mL Ethanol wird bei Raumtemperatur das Benzil gegeben, wobei sich die Lösung verfärben kann. Es wird 10 bis 15 Minuten auf dem Wasserbad unter Rückfluß erhitzt und nach einem langen Erkalten über mehrere Stunden bzw. Nacht der Kristallbrei aus benzilsaurem Kalium saugfiltriert und mit wenig eiskaltem Ethanol gewaschen. Zur Gewinnung der freien Säure wird der Rückstand in 20 -30 mL kaltem Wasser gelöst. Falls dies nicht vollständig geschieht muss nochmals filtriert werden. Das Filtrat wird dann in der Siedehitze mit verdünnter Schwefelsäure (8 mL konz. Schwefelsäure in 50 mL Wasser) versetzt. Die teilweise in Kristallen abgeschiedene freie Benzilsäure wird heiß abgetrennt, mit heißem Wasser gewaschen und in viel heißem Wasser umkristallisiert.

Literatur: Gattermann, *Praxis des organischen Chemikers*, de Gruyter, **1982**, 43. Auflage, 384

Produkt: Benzilsäure: Schmp.: 150 °C

Ausbeute:

Mechanismus: Basen-induzierte Benzilsäureumlagerung

Bemerkungen: Der Ansatz kann entsprechend der Ausbeute an Benzil auch verringert werden. Für die Auflösung des benzilsaurem Kaliums in Wasser ist unter Umständen eine größere Menge erforderlich. Wenn diese Lösung zu dunkel ist, empfiehlt sich als Reinigung der sofortige Zusatz von 1 - 2 Tropfen konzentrierter Salzsäure. Danach wird der ausgefallene rotbraune, voluminöse Niederschlag abfiltriert. Die Benzilsäure kann jetzt aus der fast farblosen Lösung mit verdünnter Schwefelsäure gefällt werden.

Gefährdung: Benzil ist reizend (Xi), Berührung mit Haut und Augen vermeiden. Kaliumhydroxid und Schwefelsäure wirken ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Ethanol ist leichtentzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

Entsorgung: Reaktionslösung in Sammelbehälter für Laugen und Laugengemische. Die schwefelsaure Lösung in Sammelbehälter für anorganische Säuren. Kristallisationslaugen in Sammelbehälter für Spül- und Waschwasser (neutral). Ethanol in Sammelbehälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel.

Zeitaufwand: Apparaturaufbau: 0,5 h; Reaktionsdauer: 0,5 h; Aufarbeitung: 1,5 h.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siede-punkt °C	Gefahrstoff-symbol	H-Sätze	P-Sätze
Benzil	210,23	94-96	347 (Z)	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
Benzilsäure	228,25	150-153	180/17,3hPa	Xn	H302	P264, P301+P312, P330, P501
Kaliumhydroxid	56,11	361	1320	C	H302, H314	P260, P264, P280, P301+P312, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, 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
Schwefelsäure, halbkonzentriert			> 119	C	H314	P260, P303+P361+P353, P305+P351+P338, P310
Schwefelsäure, konz.	98,08	-15	310	C	H314	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P405, P501

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
Benzil	DTK	BK	KW	WA	L	WEA	WCSchP
Benzilsäure	ADL	BK	WK	W	L	WEA	WCSchP
Kaliumhydroxid	TD	BHK	WK	WA	LA	WA	
Ethanol	DKL	BHK	WK	WA	L	WA	CSchP
Schwefelsäure, konz.	ADL	BHK	WA	WA	LA	WA	Nicht Wasser
Schwefelsäure, verd.	ADL	BHK	WA	WA	LA	WA	W