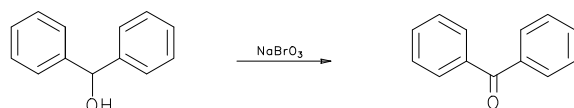


7.2.2. Benzophenon

Benzophenon ist eine Stufe eines Vierstufenpräparates:

1. Stufe: Benzhydrol (8.2.1.)
2. Stufe: Benzophenon
3. Stufe: Benzophenonoxim (8.3.1.)
4. Stufe: Benzanilid (11.5.)

Reaktion:



Ansatz 9,0 g Benzhydrol

5,1 g Natriumbromat

120 mL Eisessig

Natriumhydroxid, Diethylether, Natriumhydrogencarbonat, Natriumsulfat, Ethanol

Vorschrift: Benzhydrol und Natriumbromat in 120 mL Eisessig gelöst werden unter Rühren 1,5 h zum Sieden erhitzt.

(2) Man läßt die leicht gelbliche Reaktionslösung abkühlen, dekantiert, falls vorhanden, vom überschüssigen Bromat ab und gießt die Lösung in 250 mL kaltes Wasser. Die sich abscheidende gelblich, ölige Flüssigkeit wird mit 30 mL Diethylether aufgenommen und die wäßrige Lösung 2 mal mit je 25 mL Diethylether extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden mit jeweils 25 mL NaHCO₃-Lösung sowie Wasser gewaschen und über Natriumsulfat getrocknet. Nach dem Entfernen des Diethylethers im Rotationsverdampfer wird das abgeschiedene Produkt aus Ethanol umkristallisiert

Bemerkungen:

(1) Die Ansatzgröße kann evtl. verkleinert werden!

(2) Beachten Sie, dass bei der Reaktion Brom entsteht, welches nicht in den Abzug bzw. in die Abluft gelangen darf. Ergreifen Sie die entsprechenden Maßnahmen!

(3) Bei starken Verunreinigungen kristallisiert Benzophenon nicht aus. Um eine Kristallisation zu erreichen, hilft manchmal schon die vollständige Entfernung des Diethylethers und der Essigsäure durch längeres Erhitzen am Rotationsverdampfer, wobei die Badtemperatur langsam auf 100 °C erhöht wird. Wenn der Erfolg ausbleibt, ist im Öl-pumpenvakuum zu destillieren. Bei Weiterverarbeitung zum Benzophenonoxim kann auch nicht auskristallisiertes Benzophenon eingesetzt werden.

(4) Die Reaktion soll dünnschichtchromatographisch verfolgt werden. Bedingungen: Silicagelfolien; Laufmittel: Chloroform oder ein Gemisch aus Petrolether, Diethylether und Dichlormethan im Verhältnis 9:1:1; Detektion: UV-Licht oder Jodkammer. Probenentnahme ab Beginn der Reaktion alle 5 min; nach einer halben Stunde Reaktionsdauer nur noch alle 30 min. Die DCs sind ins Laborjournal einzukleben!

Mechanismus: Oxidation eines sekundären Alkohols zum Keton

Produkt: Benzophenon: Schmp.: 48 °C

Literatur nach: A. Banerjee et al., *J.Indian Chem.Soc.*, **1983**, 60, 275

Gefährdung: Brom ist sehr giftig (T+), jeglichen Kontakt mit dem menschlichen Körper sowie Einatmen der Dämpfe vermeiden. Essigsäure und Brom wirken ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Natriumbromat ist brandfördernd (O), jeden Kontakt mit brennbaren Stoffen vermeiden. Natriumbromat wirkt reizend (Xi), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut und Augen vermeiden. Dichlormethan ist gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe

vermeiden. Diethylether ist hochentzündlich (F+), Ethanol und Petrolether sind leichtentzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

Heizbad entfernen, Stecker ziehen, evtl. Notausschalter bedienen, abkühlen lassen, Abzug schließen

Entsorgung: Reaktionslösung in Sammelbehälter für anorganische Säuren. Natronlauge in Sammelbehälter für Laugen und Laugengemische. Waschlösungen in Sammelbehälter für Spül- und Waschwasser (neutral). Natriumsulfat in Behälter für Filter- und Aufsaugmassen. Laufmittelgemische der Dünnschichtchromatographie in Sammelbehälter für halogenhaltige, organische Lösungsmittel. Ethanol und Diethylether in Sammelbehälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
Benzophenon	182,22	48-49	305,4	Xi, N	H315, H319, H335, H412	P261, P264, P273, P280, P302+P352, P304+P340, P305+P351+P338, P312, P321, P332+P313, P337+P313, P362, P403+P233, P405, P501
Benzhydrol	184,24	66-68	298	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
Natriumbromat	150,90	380		Xn, O	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
Essigsäure	60,05	15-16	118	C	H226, H314	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P370+P378, P403+P235, P405, P501
Methanol	32,04	-98	64,6	T, F	H225, H301, H311, H331, H370	P210, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P280, P301+P310, P302+P352, P303+P361+P353, P304+P340, P307+P311, P321, P330, P370+P378, P403+P233, P403+P235, 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
Brom	159,82	-7	58-59	T+, C, N	H314, H330, H400	P260, P264, P273, P280, P284, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P320, P391, P403+P233, P405, P501
Natriumhydroxid	40,0	318	1390	C	H314	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P405, P501
Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
Natriumsulfat	142,04	888				
Natriumhydrogencarbonat	84,10	270				
Diethylether	74,12	-116	34,5	F+, Xn	EUH019, EUH066, H224, H302, H336	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P264, P280, P301+P312, P303+P361+P353, P330, P370+P378, P403+P235, 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
Benzophenon	TK	BK	WK	W	L	WEA	WCSchP
Benzhydrol	KD	BK	W	W	L	W	SprühwasserSchP
Natriumbromat	DT	BK	WK	WA	L	WEA	WCSchP
Essigsäure	ADL	BK	WK	WA	LA	WA	WCSchP
Brom	ATDKL	BHK	WK*	WA	LA	WA	
Ethanol	DKL	BHK	WK	WA	L	WA	CSchP
Diethylether	ADL	BHK	WK	WA	LB	FA	PSch
Natriumhydroxid	TD	BHK	WFK	WA	LA	WA	CPSch
Natriumsulfat	AD	BK	W	W	L		
Natriumhydrogencarbonat	AD	BK	W	W	L		

Kürzel

Allgemeine Schutzmaßnahmen		Körperschutzmaßnahmen		Störverhalten/ Maßnahmen bei kleinen Unfällen	
A	Arbeiten nur unter dem Abzug	A	Atemschutzmaske mit Filter	T	Trockenlöscher verwenden
D	Behälter dicht verschlossen halten	B	Schutzbrille	W	mit Wasser löschen
K	Behälter kühl aufbewahren	G	Gesichtsschutzschirm	F	mit flüssigkeitsbindendem Mittel aufnehmen
L	Aufbewahrung und Verarbeitung an gut belüfteten Ort	H	Schutzhandschuhe	C	CO ₂ -Löscher verwenden
S	Sichern mit Schutzscheibe	K	Schutzkittel oder Schürze	S	Mit Sand löschen
T	Behälter trocken halten			Sch	Schaumlöscher
G	Behälter im Gefrierschrank lagern			P	Pulverlöscher

Anweisungen zur Ersten Hilfe							
bei Hautkontakt		bei Augenkontakt		bei Inhalation		bei Verschlucken	
K	Kontaminierte Kleidung sofort entfernen	T	gesondert aufgeführte Augentropfen benutzen	L	Frischlufte zuführen	F	gesondert aufgeführte Flüssigkeit trinken
F	mit gesondert aufgeführter Flüssigkeit waschen oder spülen	F	mit gesondert aufgeführter Flüssigkeit waschen oder spülen	B	Atmung kontrollieren, künstliche Beatmung	W	Wasser trinken
W	mit Wasser spülen, waschen oder duschen	W	mit Wasser spülen	A	Arzt aufsuchen	A	Arzt aufsuchen
V	Verband als Infektionsschutz erforderlich	V	Augenverband erforderlich	D	Dexamethason-Spray anwenden	E	Erbrechen auslösen
A	Arzt aufsuchen	A	Augenarzt aufsuchen			K	Aktivkohleschlammung trinken