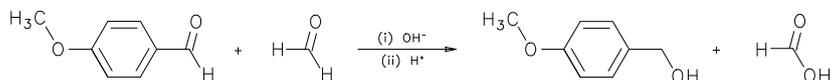


## 7.4.1. 4-Methoxybenzylalkohol

4-Methoxybenzylalkohol ist eine Stufe eines Zweistufenpräparates:

1. Stufe: 4-Methoxybenzaldehyd (6.3.1.) 2. Stufe: 4-Methoxybenzylalkohol

Reaktion:



Ansatz:

20,0 g 4-Methoxybenzaldehyd

17 mL Formaldehyd (37%-ige wäßrige Lösung)

26,0 g KOH

50 mL Methanol

Diethylether, Natriumsulfat

Vorschrift: Zu einem Gemisch aus 20 g 4-Methoxybenzaldehyd und 17 mL 37%iger Formaldehydlösung in 50 mL Methanol, welches unter Rühren auf 65°C erhitzt wurde, werden nach Abkühlen und weiterhin unter Rühren 26 g Kaliumhydroxid, gelöst in 20 mL Wasser, so schnell zugetropft, dass dabei durch Außenkühlung mit Wasser die Innentemperatur zwischen 65 und 75 °C gehalten werden kann. Nach der Zugabe wird weitere 40 Minuten bei 70 °C gerührt und anschließend 20 Minuten zum Rückfluß erhitzt.

Nach der Abkühlung werden 80 mL Wasser zugegeben und das abgeschiedene Öl in 50 mL Diethylether aufgenommen. Die organische Phase wird zweimal mit je 25 mL Wasser extrahiert, über Natriumsulfat getrocknet und anschließend zur Abtrennung des Produktes destilliert.

Bemerkungen:

- (1) 4-Methoxybenzaldehyd soll frisch destilliert eingesetzt werden.
- (2) Falls das Präparat Teil eines „Mehrstufers“ ist und weniger als 20,0 g 4-Methoxybenzaldehyd zur Verfügung stehen, kann der Ansatz problemlos herunter gerechnet werden.
- (3) Bei der Destillation des Produktes wird ein möglichst geringer Druck empfohlen.
- (4) Es ist darauf zu achten, dass das Produkt nicht im Kühler auskristallisiert.

Mechanismus: gekreuzte Cannizzaro-Reaktion mit Formaldehyd als Hydridionendonator

Produkt: 4-Methoxybenzylalkohol: Schmp.: 23°C / Sdp.: 259°C (136°C/14 Torr)

Literatur: Autorenkollektiv, *Organikum*, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften der DDR, 1999, 20. Auflage, 533

Gefährdung: Formaldehyd und Methanol sind giftig (T), jeglichen Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. 4-Methoxybenzylalkohol und 4-Methoxybenzaldehyd sind gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Kaliumhydroxid und Ameisensäure wirken ätzend (C), Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Diethylether ist hochentzündlich (F+), Methanol ist 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 Laugen und Laugengemische. Waschwasser in Sammelbehälter für Spül- und Waschwasser (neutral). Natriumsulfat in Behälter für Filter- und Aufsaugmassen. 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
4-Methoxybenzylalkohol	138,17	22-25	259	Xn	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
4-Methoxybenzaldehyd	136,15	0-2	247-249	Xn	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
Formaldehydsg. 37 %		<-15	93-96	T	H301, H311, H314, H317, H331, H351	P201, P202, P260, P264, P280, P281, P301+P310, P301+P330+P331, P302+P352, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P308+P313, P321, P333+P313, P403+P233, P405, 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
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
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
Natriumsulfat	142,04	888				

### 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
4-Methoxybenzylalkohol	D	BK	WK	W	L	WEA	WCSchP
4-Methoxybenzaldehyd	DL	BK	W	W	L	WEA	PschFeuerlöscher P, K, W
Formaldehydsg. 37 %	DL	BK	WK	WA	LA	WKA	PSch
Kaliumhydroxid	TD	BHK	WK	WA	LA	WA	
Methanol	ADL	BHK	WK	WA	LB	EFA	PSch
Diethylether	ADL	BHK	WK	WA	LB	FA	PSch
Natriumsulfat	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 <sub>2</sub> -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	Frischluf 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