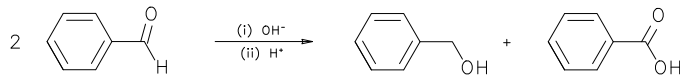


7.4.2. Benzylalkohol, Benzoesäure

Reaktion:



Ansatz:

15,0 g Benzaldehyd

13,5 g KOH

120 mL Diethylether

Natriumdisulfit, Natriumcarbonat, Natriumsulfat,

Vorschrift: Benzaldehyd wird mit einer kalten Lösung des Kaliumhydroxids in 9 mL Wasser in einem Rundkolben mit Schliffstopfen so lange kräftig geschüttelt, bis eine bleibende Emulsion entsteht. (2) Die Reaktionsmischung lässt man mit einem Plastikstopfen verschlossen über Nacht bei Zimmertemperatur stehen. (3) Danach sollte der Geruch nach Benzaldehyd nicht mehr wahrzunehmen sein. Anschließend wird gerade soviel Wasser, ca. 30 mL, dazugegeben, dass sich unter kräftigen Schütteln das ausgefallene Kaliumbenzoat gerade löst. (4) Anschließend wird zur Abtrennung des Benzylalkohols sechsmal mit jeweils 20 mL Diethylether extrahiert. In der wässrigen Phase bleibt das Kaliumsalz der Benzoesäure gelöst. Die vereinigte etherische Lösung wird zur Entfernung von nicht umgesetztem Benzaldehyd zweimal mehrere Minuten mit je 3 mL 40 %-iger Natriumhydrogensulfitlösung kräftig geschüttelt. (5) Danach wird die organische Phase mit 5 mL verdünnter Natriumcarbonatlösung sowie 10 mL Wasser gewaschen, über Natriumsulfat getrocknet und destilliert. Zur Isolierung der Benzoesäure wird die wässrige alkalische Lösung mit halbkonzentrierter Salzsäure bis pH 1-2 versetzt; die dabei ausfallende Benzoesäure wird saugfiltriert und direkt aus Wasser umkristallisiert.

Bemerkungen:

- (1) Es ist nur destilliertes Benzaldehyd zu verwenden.
- (2) Die Lösung kann beim Zusammengießen fest werden.
- (3) Die Reaktionstemperatur darf nicht kälter als Zimmertemperatur sein.
- (4) Wenn zu viel Wasser zugegeben wird, ist die Extraktion des Benzylalkohols mit Ether aus der wässrigen Phase erschwert.
- (5) Falls das Bisulfitaddukt ausfällt soll dieses abfiltriert (saugfiltriert) werden.
- (6) Selbstverständlich können Sie unterhalb von 14 Torr/ 19 mbar destillieren. Bestimmen Sie die Siedetemperatur zu Ihrem Druck mit Hilfe des Nomogramms aus der Labortechnikvorlesung.
- (7) Bestimmen Sie auch die Ausbeute an Benzoesäure und vergleichen Sie sie mit der Ausbeute an Benzylalkohol.

Mechanismus: Disproportionierung eines Aldehyds (Cannizzaro-Reaktion)

Produkt: Benzylalkohol: Sdp.: 205 °C (98 °C/14 Torr); $\eta = 1,5403$ (20 °C); Benzoesäure: Schmp.: 121°C

Literatur: S.Gattermann und Wieland, *Praxis des organischen Chemikers* de Gruyter, 1982, 43.Auflage, 377

Gefährdung: Benzylalkohol, Benzoesäure, Natriumhydrogensulfit und Benzaldehyd sind gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Kaliumhydroxid und Salzsäure wirken ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Natriumcarbonat wirkt reizend (Xi), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Augen und Haut vermeiden. Diethylether ist hochentzündlich (F+), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

Stecker ziehen, evtl. Notausschalter bedienen, Abzug schließen

Entsorgung: Reaktionslösung in Sammelbehälter für Laugen und Laugengemische. Waschlösungen 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
Benzylalkohol	108,14	-15	205	Xn	H302, H332	P261, P264, P301+P312, P304+P340, P330, P501
Benzaldehyd	106,13	-56	179	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
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
Natriumhydrogensulfit-39%-ig		-44	146	Xn	EUH031, H302	P264, P301+P312, P330, P501
Natriumdisulfit	190,10	150 (Z)		Xn	EUH031, H302, H318	P264, P280, P301+P312, P305+P351+P338, P310, P330, P501
Natriumhydrogencarbonat	84,10	270				
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
Benzylalkohol	DL	BK	WK	WA	L	WA	PSch
Benzaldehyd	ADL	BHK	W	W	L	WEA	PschFeuerlöscher P u. K
Kaliumhydroxid	TD	BHK	WK	WA	LA	WA	
Diethylether	ADL	BHK	WK	WA	LB	FA	PSch
Natriumdisulfit	ADT	BK	WK	WA	L	WEA	
Natriumhydrogensulfit-39%-ig	DL	BHK	WK	WA	L	WEA	
Natriumhydrogencarbonat	AD	BK	W	W	L		
Natriumsulfat	AD	BK	W	W	L		