

8.1.11. Benzoylchlorid

Benzoylchlorid ist eine Stufe mehrerer Mehrstufenpräparate:

Zeistufenpräparat

1. Stufe: Benzoylchlorid
2. Stufe: Hippursäure (8.1.12.)

Dreistufenpräparat:

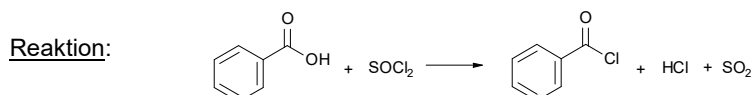
1. Stufe: Benzoylchlorid
2. Stufe: Benzoessäureethylester (8.1.3.)
3. Stufe: Dibenzoylmethan (9.1.2)

Oder

1. Stufe: Benzoylchlorid
2. Stufe: Benzoessäureethylester (8.1.3.)
3. Stufe: Triphenylcarbinol (8.2.2)

sowie die erste Stufe zur Darstellung eines DMT-geschützten Nucleosids (6-Stufen-Präparat):

1. Stufe: Benzoylchlorid
2. Stufe: Benzoessäureethylester (8.1.3)
3. Stufe: 4-Bromanisol (6.4.1.)
4. Stufe: 4,4'-Dimethoxytriphenylmethylcarbinol (8.2.5)
5. Stufe: 4,4'-Dimethoxytriphenylmethylchlorid (4.3.1)
6. Stufe: 5'-Dimethoxytritylthymidin (4.3.2)



Ansatz:

17,8 g Benzoessäure;
15,9 ml Thionylchlorid, frisch destilliert;
100 ml 2 N Natronlauge

Vorschrift:

Nachdem die Benzoessäure mit frisch destilliertem Thionylchlorid versetzt wurde, soll die Mischung unter Feuchtigkeitsausschluss zum Rückfluss erhitzt werden. Dabei entstehen SO₂ und HCl, die durch Einleiten in 2 N Natronlauge neutralisiert werden müssen. Die Reaktion dauert ca. 75 Minuten (Beobachtung der Gasentwicklung). Danach wird ein mit CaCl₂ gefülltes Trockenrohr aufgesetzt und langsam auf Raumtemperatur abgekühlt. Zur Produktaufarbeitung werden das überschüssige Thionylchlorid unter Normaldruck bzw. leichtem Vakuum und das Benzoylchlorid unter Vakuum abdestilliert.

Bemerkungen:

- (1) Thionylchlorid (ätzende Verbindung) soll nicht abgewogen, sondern als Volumina abgemessen werden. Von Benzoylchlorid soll aus dem gleichen Grund kein IR-Spektrum angefertigt werden.
- (2) Das bei der Reaktion entstehende SO₂ und HCl, soll durch Einleiten in 2 N Natronlauge neutralisiert werden.
- (3) Falls Benzoylchlorid Vorstufe eines Mehrstufenpräparates ist, kann der Ansatz verdoppelt werden.

Mechanismus: Darstellung eines Carbonsäurehalogenids durch Umsetzung mit Thionylchlorid

Produkt: Benzoylchlorid: Sdp.: 196°C (71°C/9 Torr)

Literatur: Autorenkollektiv, *Organikum*, 20. Auflage, 1999, 462

Gefährdung: Thionylchlorid und Natriumhydroxid wirken ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen, Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Benzoessäure ist gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden.

Notfallregelung/ Abschaltanweisung: Heizbad entfernen, Stecker ziehen, evtl. Notausschalter bedienen, abkühlen lassen
Abzug schließen, bei Kontakt mit der Base mit viel Wasser spülen

Entsorgung: Rückstand der Reaktionslösung und Thionylchlorid werden sehr vorsichtig unter Kühlung und intensivem Rühren in Natronlauge eingetragen. Reaktionslösung (unbedingt pH-Wert prüfen) dann in Sammelbehälter für Laugen und Laugengemische. Alle verwendeten Glasgeräte sind vor dem Waschen unter dem Abzug einige Zeit in eine leicht alkalische Waschlösung zu legen.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
Benzoessäure	122,12	121-123	249	Xn	H302, H319	P264, P280, P301+P312, P305+P351+P338, P330, P337+P313, P501
Benzoylchlorid	140,57	-1	197	C	H302, H312, H314, H317, H332	P260, P264, P280, P301+P312, P301+P330+P331, P302+P352, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P333+P313, P405, P501
Thionylchlorid	118,97	-104	76	C	EUH014, EUH029, H302, H314, H332	P260, P264, P280, P301+P312, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P405, P501
Natriumhydroxid	40,0	324	1390	C	H314	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P405, P501
Calciumchlorid	110,99	772	>1600	Xi	H319	P264, P280, P305+P351+P338, P337+P313

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
Benzoessäure	ADL	BHK	KW	WA	L	WA	WCSchP
Benzoylchlorid	AC	BHK	KW	WA	LA	WA	PSch
Thionylchlorid	ADTKL	BHK	WA	WA	LA	WA	TC
Natriumhydroxid	TD	BHK	WA	WA	LA	WA	PCSand
Calciumchlorid	ADL	BHK	WA	WA	L	WEA	

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	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