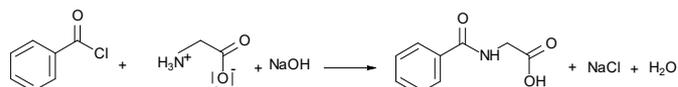


## 8.1.12. Hippursäure

Hippursäure ist eine Stufe eines Zweistufenpräparates:

1. Stufe: Benzoylchlorid (8.1.11.)
2. Stufe: Hippursäure

Reaktion:



Ansatz:

- 3,1 g Glycin
- 5 g Natriumhydroxyd
- 75 mL Wasser
- 6,0 g frisch destilliertes Benzoylchlorid
- 10 mL konz. Salzsäure
- 30 mL Diethylether

Vorschrift: In einem 100 mL-Dreihalskolben mit Magnetrührer, Innenthermometer und zwei Tropftrichtern werden Glycin und 2,5 g Natriumhydroxyd in Wasser gelöst. Unter dauerndem Rühren und Kühlen mit kaltem Wasser, die Reaktionstemperatur darf 30°C nicht übersteigen, werden aus zwei Tropftrichtern zum einen eine Lösung von 2,5 g Natriumhydroxyd in 8 mL Wasser sowie zum andern frisch destilliertes Benzoylchlorid langsam innerhalb von ca. 30 Minuten so zugegeben, dass die Lösung stets schwach alkalisch bleibt. Anschließend wird 60 Minuten kräftig gerührt. Die klare Reaktionslösung wird in konzentrierte Salzsäure gegossen, wobei sich die Hippursäure als dicker weißer Brei abscheidet. Nach dem Saugfiltrieren und Waschen mit kaltem Wasser wird das Produkt zunächst gut getrocknet und anschließend zum Entfernen der Benzoesäure mit Diethylether ca. 10 Minuten unter Rückfluss erhitzt. Die noch warme Lösung soll saugfiltriert werden. Es verbleibt ein weißes Pulver, Hippursäure, welche aus Wasser umkristallisiert wird.

Bemerkungen:

Es empfiehlt sich die zuzutropfende Natronlauge vorzukühlen.

Das Benzoylchlorid muss frisch destilliert sein, was aber durchaus am Praktikumstag vor der Reaktion sein kann.

Mechanismus: Aminolyse von Carbonsäurechloriden (Schotten-Baumann Variante)

Produkt: Hippursäure, Schmp.: 186-187°C

Literatur:

- [1] Vogel's *Textbook of practical organic chemistry*, Longman **1978**, 4. Auflage, 666 ;
- [2] A.W. Ingersoll und S.H. Babcock, *Org. Synth. Col. Vol. II*, **1943**, Verlag Wiley, 328,
- [3] Gattermann und Wieland, *Praxis des organischen Chemikers*, de Gruyter, **1982**, 43. Auflage, 636;
- [4] Autorenkollektiv, *Organikum*, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften der DDR, **1999**, 20. Auflage, 446 -451

Gefährdung: Benzoylchlorid, Natriumhydroxyd und Salzsäure wirken ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen, Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Diethylether ist hochentzündlich (F+), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

Stecker ziehen, evtl. Notausschalter bedienen, abkühlen lassen, Abzug schließen, bei Kontakt mit der Säure mit viel Wasser spülen

Entsorgung: Das Waschwasser und die Kristallisationslauge (nach Neutralisation) in den Sammelbehälter für Spül- und Waschwasser.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
Hippursäure	179,18	186-187			H302, H315, H318, H335	P261, P264, P280, P301+P312, P302+P352, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P330, P332+P313, P362, P403+P233, P405, P501
Glycin	75,07	232-236				
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
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
Salzsäure, >25 %		-70	107	C	H314, H335	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P403+P233, P405, P501
Diethylether	74,12	-116	34	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
Hippursäure	DT	BK	WK	W	L		WPSch
Glycin	DT	BK	W	W	L		
Natriumhydroxid	TD	BHK	WFK	WA	LA	WA	CPSch
Benzoylchlorid	AC	BHK	KW	WA	LA	WA	PSch
Salzsäure > 25 %	ADL	BHK	WFK	WA	LA	WA	
Diethylether	ADL	BHK	WK	WA	LB	FA	PSch

## 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	Frischlufzt 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