

### 8.1.3. Benzoessäureethylester

Benzoessäureethylester ist jeweils eine Stufe verschiedener Mehrstufenpräparate:

1. Stufe: Benzoylchlorid (8.1.11)
2. Stufe: Benzoessäureethylester
3. Stufe: Dibenzoylmethan (9.1.2)

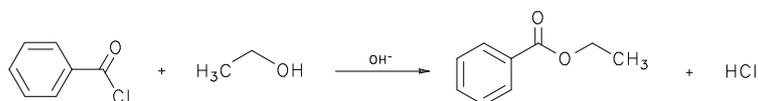
Oder

1. Stufe: Benzoylchlorid (8.1.11)
2. Stufe: Benzoessäureethylester
3. Stufe: Triphenylcarbinol (8.2.2)

Oder

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

Reaktion:



Ansatz:

14,0 g Benzoylchlorid;

15 ml Ethanol;

20%-ige NaOH

Methylrot in Aceton, Diethylether, pH-Papier

Vorschrift: Ethanol und Benzoylchlorid werden in einer Rückflussapparatur unter starkem Rühren mit 20%-iger Natronlauge so lange versetzt, bis der zugesetzte Indikator (Methylrot in Aceton) von rotviolett (rotbraun) nach bräunlichgelb (Umschlagsbereich pH 4,5 - 6,2) umschlägt. Die Zugabe der Natronlauge wird erst beendet, wenn die Farbe, auch nach einiger Zeit, bräunlichgelb bleibt. Es soll eine Kontrolle mit pH-Papier erfolgen. Danach wird noch 30 min bei 70°C gerührt.

Zur Abtrennung des Esters aus der Reaktionslösung wird nach Abkühlung dreimal mit 30 ml Diethylether extrahiert. Dann sollen die vereinigten Etherextrakte zweimal mit je 30 ml Wasser extrahiert und anschließend über Natriumsulfat getrocknet werden. Nach Abtrennung des Diethylethers wird über eine kleine Destillierbrücke destilliert.

Bemerkungen:

- (1) Länger gelagertes Benzoylchlorid ist vor Verwendung zu destillieren.
- (2) Eine Verseifung des gebildeten Esters wird vermieden, wenn immer in Nähe des Neutralpunktes gearbeitet wird.
- (3) Falls Benzoessäureethylester Vorstufe eines Mehrstufenpräparates ist, kann der Ansatz verdoppelt bzw. die Ansatzgröße entsprechend der Ausbeute der vorstufen verändert werden.

Mechanismus: Veresterung durch Alkoholyse eines Carbonsäurehalogenids

Produkt: Benzoessäureethylester, K<sub>P</sub>: 214°C (95°C/17 Torr)

Literatur: nach Autorenkollektiv, *Organikum*, 20. Auflage, 1999, 446

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

Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

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

Abzug schließen, bei Kontakt mit der Base mit viel Wasser spülen

Entsorgung: Reaktions- und Waschlösungen in Sammelbehälter für Spül- und Waschwasser (neutral). Diethylether sowie Destillationsvorlauf und -rückstand in Sammelbehälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel. Natriumsulfat in Behälter für Filter- und Aufsaugmassen.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
Benzoessäureethylester	150,18	-35	213-15			
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
Natriumhydroxid	40	324	1390	C	H314	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P405, P501
Ethanol	46,07	-114,5	78,3	F	H225	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P280, P303+P361+P353, P370+P378, P403+P235, 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
Natriumsulfat	142,04	888				

2. Schutzmaßnahmen sowie Anweisungen zur Ersten Hilfe und Verhaltensregeln bei kleinen Unfällen

Substanzname	Schutzmaßnah.		Anweisungen zur Ersten Hilfe				Störfallverhalten/ kleine Unfälle
	allgem.	Körper	Haut	Augen	Inhalati.	Verschl	
Benzoessäureethylester (Ethylbenzoat)	DL	BK	WK	W	L	WE	WCSchP
Ethanol	DKL	BHK	WK	WA	L	WA	CSchP
Natriumhydroxid	TD	BHK	WA	WA	LA	WA	PCSand
Benzoylchlorid	AC	BHK	KW	WA	LA	WA	PSch
Diethylether	ADL	BHK	WK	WA	LB	FA	PSch
Natriumsulfat	AD	BK	W	W	L		