

8.3.2. Benzoin

Benzoin ist eine Stufe eines Dreistufenpräparates: Benzoin → Benzil (7.2.1) → Benzilsäure (11.4)

Reaktion:



Ansatz: 10,6 g Benzaldehy, frisch destilliert

1,34 g 3-Ethyl-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazoliumbromid

3,03 g (4,2 mL) Triethylamin

30 mL Ethanol (absolut)

Diethylether, Methano

Vorschrift: In einem 100-mL-Rundkolben werden Benzaldehyd und 3-Ethyl-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazoliumbromid in 30 mL absolutem Ethanol gelöst. Nach Zugabe des Triethylamins wird der Kolben sofort fest verschlossen und die Lösung bei Raumtemperatur 24 h gerührt, wobei sich bald (nach einigen Stunden) das Produkt abzuscheiden beginnt. Nach Beendigung der Reaktion wird die Reaktionslösung in Eis gekühlt. Die abgeschiedenen Kristalle werden abfiltriert und mit wenig kaltem Ethanol und Diethylether (jeweils 3 mal 10 mL) gewaschen. Nach Trocknung wird aus Ethanol (8 mL pro Gramm) bzw. Methanol (12 mL pro Gramm) umkristallisiert.

Literatur nach: Stetter, Rümsch, Kuhlmann, *Synthesis*, **1976**, 733-735; Hanson, *J.Chem.Educ.* 70 (3), **1993**, 257; Gattermann und Wieland, *Praxis des organischen Chemikers*, de Gruyter, **1982**, 43. Auflage, 379

Produkt: Benzoin: Schmp.: 134°C

Ausbeute:

Mechanismus: Thiazoliumsalz-katalysierte Acyloin-Bildung

Bemerkungen: Triethylamin ist vor Gebrauch über festem Kaliumhydroxid zu trocknen und anschließend zu destillieren. Wichtig ist, dass das Reaktionsgefäß fest verschlossen wird, da die Reaktion unter Sauerstoffausschluß durchzuführen ist. Falls anschließend das Präparat 7.2.1. herzustellen ist, kann Benzoin als Rohprodukt eingesetzt werden. Dann soll nur eine kleine Menge Benzoin umkristallisiert werden.

Gefährdung: Benzoin und Benzaldehyd sind gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Methanol ist giftig (T), jeglichen Kontakt mit dem menschlichen Körper sowie Einatmen der Dämpfe vermeiden. Kaliumhydroxid wirkt ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Triethylamin wirkt reizend (Xi), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Augen und Haut vermeiden. Diethylether ist hochentzündlich (F+), Triethylamin, Methanol und Ethanol sind leichtentzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

Entsorgung: Reaktionslösung in Sammelbehälter für Laugen und Laugengemische. Ethanol sowie Destillationsvorlauf und -rückstand in Sammelbehälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel.

Zeitaufwand: Apparaturaufbau und Reagenzienaufbereitung: 2,5 h; Reaktionsdauer: 24,0 h; Aufarbeitung: 1,5 h.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelz- punkt °C	Siede- punkt °C	Gefahrstoff- symbol	H-Sätze	P-Sätze
Benzoin	212,25	132-134	344			
Benzaldehyd	106,13	-56	179	Xn	H302	P264, P301+P312, P330, P501
3-Ethyl-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazoliumbromid	252,18	81-84				
Triethylamin	101,19	-115	89	F, C	H225, H302, H312, H314, H332	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P280, P301+P312, P301+P330+P331, P302+P352, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P370+P378, P403+P235, 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
Methanol	32,04	-98	64,5	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

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
Benzoin	DK	BK	WK	W	L	WEA	WCSchP
Benzaldehyd	ADLK	BK	W	W	L	WEA	PSchFeuerlöscher P u. K
3-Ethyl-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazoliumbromid	ADL	BK	WK	WA	L	WE	WCSchP
Ethanol	DKL	BHK	WK	WA	L	WA	CSchP
Triethylamin	ADL	BK	WFK	WA	LA	WA	PSchSprühwasser
Diethylether	ADL	BHK	WK	WA	LB	FA	PSch
Methanol	ADL	BHK	WK	WA	LB	EFA	PSch