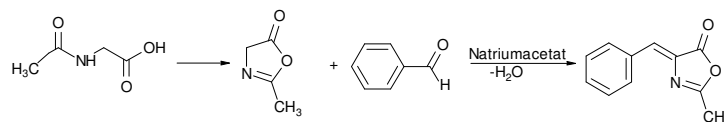


9.3.5. Azlacton der α -Acetylaminozimtsäure 2-Methyl-4-(phenylmetylen)-4H-oxazol-5-on

Azlacton der α -Acetylaminozimtsäure ist eine Stufe eines Dreistufenpräparates: Acetylglycin (8.1.13) \rightarrow Azlacton der Acetylaminozimtsäure \rightarrow N-Acetyl- α -aminozimtsäure (8.1.14.)

Reaktion:



Ansatz: 6,1 g Acetylglycin
3,1 g Natriumacetat
7,8 ml Benzaldehyd (frisch destilliert)
12,9 ml Essigsäureanhydrid

Vorschrift: Das getrocknete Acetylglycin, Natriumacetat, Benzaldehyd und Essigsäureanhydrid werden bei 60 °C gelöst und anschließend im siedenden Wasserbad für 1,5 h unter Rückfluss erhitzt. Dann wird die gelb-braune, noch heiße Lösung zur Auskristallisation in ein geeignetes Gefäß gegeben und über Nacht in den Kühlschrank gestellt. Das Produkt wird saugfiltriert und mit kaltem Wasser gewaschen. Zur vollständigen Entfernung des Benzaldehyds werden die Kristalle in einem Mörser mit wenig kaltem Wasser zerrieben und erneut abgesaugt. Dieser Vorgang wird mehrmals wiederholt. Abschließend soll das Produkt mit wenig eiskaltem Diethylether gewaschen werden, bis kein Benzaldehyd mehr vorhanden ist. Dabei ist auf den Ausbeuteverlust zu achten. Das Produkt muss getrocknet werden – entweder unter Unterdruck (Ölpumpe) oder zweitägige Aufbewahrung im Exsikkator über Phosphorpentoxid und Kaliumhydroxyd, wobei darauf zu achten ist, dass sich Phosphorpentoxid und Kaliumhydroxyd in getrennten Gefäßen befinden.

Literatur: A. Vogel; *Practical Organic Chemistry*, Third Edition, 909

Produkt: Azlacton der α -Acetylaminozimtsäure, gelbe Kristalle, Schmp.: 148-149 °C

Ausbeute:

Mechanismus: Erlenmeyer-Reaktion. Aldolreaktion eines Aldehyds mit einem C-H-aciden Azlacton.

Bemerkungen: Benzaldehyd ist frisch zu destillieren.

Gefährdung: Benzaldehyd ist gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Essigsäureanhydrid Phosphorpentoxid und Kaliumhydroxyd sind ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen, Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden.

Entsorgung: Die Reaktionslösung ist vor der Entsorgung zu neutralisieren, danach in den Sammelbehälter halogenfreie, organische Lösungsmittel. Das Waschwasser ist vor der Entsorgung zu neutralisieren und danach in den Sammelbehälter für Spül- und Waschwasser (neutral) zu geben.

Zeitaufwand: Apparaturaufbau: 30 min. Reaktionsdauer: 2 h Aufarbeitung: 1 h

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

| Substanz | Molmasse g/mol | Schmelz- punkt °C | Siede- punkt °C | Gefahrstoff- symbol | H-Sätze | P-Sätze |
|---|-------------------|----------------------|--------------------|------------------------|--|--|
| Azlacton der α - Acetylaminozimtsäure | 187,2 | 148-149 | | | | |
| Acetylglycin | 117,11 | 207-209 | >300 | | | |
| Natriumacetat | 82,035 | 324 | >400 (Z) | | | |
| Benzaldehyd | 106,13 | -56 | 179 | Xn | H302 | P264, P301+P312, P330, P501 |
| Essigsäureanhydrid | 102,09 | -73 | 139,5 | C | H226, H302, H314, H332 | P210, P233, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P280, P301+P312, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P370+P378, P403+P235, 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 |
| 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 |
| Phosphorpentoxid | 141,95 | 350-360 | 360 | C | H314 | P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, 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 |
|---|---------------------------|------------------------|-----------------------------------|------------------------------------|---|---|------------------------------------|
| Azlacton der α -Acetylaminozimtsäure | | | | | | | |
| Acetylglycin | D | BK | WK | W | L | WE | WCSchP |
| Natriumacetat | DT | BK | W | W | L | A | |
| Benzaldehyd | ADL | BHK | W | W | L | WEA | PSchFeuerlöscher P u. K |
| Essigsäureanhydrid | AD | BHK | WK | WA | LA | WA | P |
| Diethylether | ADL | BHK | WK | WA | LB | FA | PSch |
| Kaliumhydroxid | TD | BHK | WK | WA | LA | WA | |
| Phosphorpentoxid | ADL | BHK | WK | WA | LA | WA | CPS |