

2.10

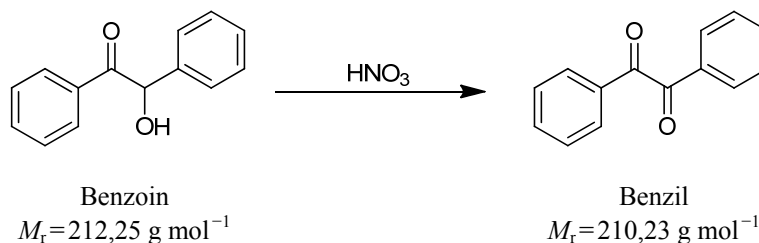
Darstellung von Benzil

Chemikalien

3,61 g (17 mmol) Benzoin	R: –	
	S: –	
10 g Natriumhydroxid	R: 34	
	S: 2, 26, 27, 37, 39	
13 mL (18,2 mmol) Salpetersäure (65%ig)	R: 35	
	S: 2, 23, 26, 27	
30 mL Ethanol	R: 11	$K_p = 78\text{ °C}$
	S: 7, 16	

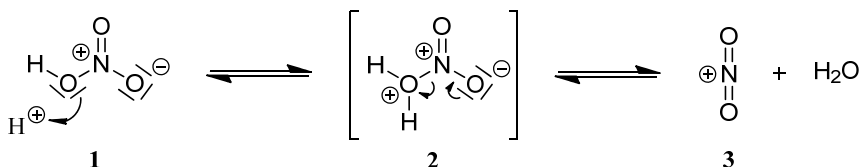
R 11:	Leichtentzündlich
R 34:	Verursacht Verätzungen
S 2:	Darf nicht in die Hände von Kindern gelangen
S 7:	Behälter dicht geschlossen halten
S 16:	Von Zündquellen fernhalten – Nicht rauchen
S 22:	Staub nicht einatmen
S 23:	Dampf nicht einatmen
S 26:	Bei Berührung mit den Augen gründlich mit Wasser ausspülen und Arzt konsultieren
S 27:	Beschmutzte, getränkte Kleider sofort ausziehen
S 39:	Schutzbrille/Gesichtsschutz tragen

Reaktionsgleichung

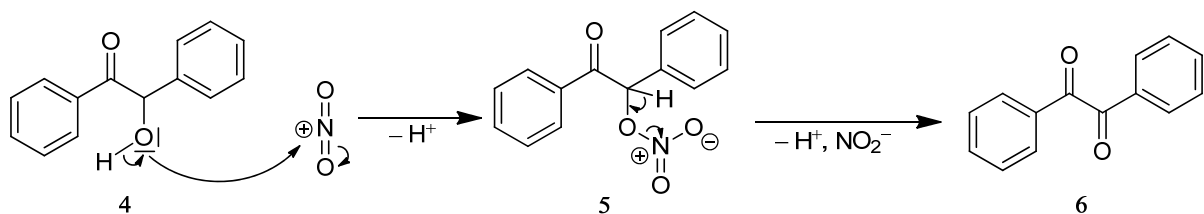


Reaktionsmechanismus

In situ bildet sich aus Salpetersäure **1** über die Zwischenstufe **2** reversibel in geringer Menge das Nitronium-Ion (Nitryl-Kation) **3**.



Das Nitronium-Ion greift elektrophil am Hydroxy-Sauerstoff vom Benzoin **4** unter Ausbildung der Zwischenstufe **5** an; diese stabilisiert sich durch Abspaltung von Stickstoffdioxid und einem Hydron zum Benzil **6**. Der Stickstoff wird bei der Reaktion von der Oxidationsstufe +V nach +IV reduziert.



Durchführung

In einem Zweihalskolben mit Tropftrichter und Rückflusskühler wurden 3,61 g Benzoin vorgelegt, in das unter Rühren 13 mL konzentrierte Salpetersäure getropft wurden. Anschließend wurde die Suspension 1,5 Stunden unter Rückfluss erhitzt. Die entstandenen nitrosen Gase wurden über den Rückflusskühler in ein mit Natronlauge gefülltes Becherglas geleitet; in der Apparatur verbliebene Gase wurden mit einem leichten Pressluftstrom vertrieben. Die Reaktionsmischung wurde mit ca. 30 mL Wasser verdünnt, der Niederschlag wurde abfiltriert, gewaschen und in Ethanol umkristallisiert. Das entstandene hellgelbe Produkt wurde abfiltriert und getrocknet.

Auswertung

Einwaage an Benzoin.	3,61 g (17 mmol)
theoretische Ausbeute an Produkt:	3,57 g
Literaturausbeute:	3,30 g (92% der Theorie)
experimentelle Ausbeute:	3,26 g (15,5 mmol; 91,3% der Theorie, 98,8% der Literatur)
Literaturschmelzpunkt:	91 °C
experimenteller Schmelzpunkt:	90 °C

Literatur

- [1] L. Gattermann, *Die Praxis des Organischen Chemikers*, Walter de Gruyter, Berlin, **1952**, 194.
- [2] K. L. Williamson, *Macroscopic and Microscopic Organic Experiments*, D. C. Heath and Company, Lexington, Massachusetts, **1994**, 496-497.