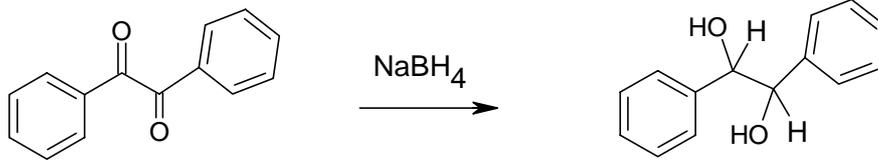


Reduktion von Ketonen: **Hydrobenzoin**

Microscale



Rk. in der Hitze
umkristall.
IR-Spektrum

Chemikalien:

Alle Transfers von Flüssigkeiten erfolgen mit einer geeigneten Pipette!

Durchführung der Reaktion:

In einem 10 x 100 mm Reaktionsrohr löst man 50 mg Benzil in 0.5 ml Ethanol und kühlt die Lösung in Eis, um eine feine Suspension zu erhalten. Zu dieser Suspension gibt man 10 mg (Überschuss) Natriumborhydrid. Das Benzil löst sich, die Lösung wird warm und die gelbe Farbe verschwindet in 2-3 Minuten. Nach weiteren 8 Minuten gibt man 0.5 ml Wasser zu und erhitzt die Lösung zum Sieden, filtriert sie, wenn sie nicht klar ist, und verdünnt die heiße Lösung mit heißem Wasser bis zur Sättigung (Auftreten einer leichten Trübung), wozu ungefähr 1 ml Wasser nötig sein dürfte.

Isolierung und Reinigung:

meso-Hydrobenzoin fällt in schimmernden Plättchen aus. Nach Abkühlen in Eis und einigem Stehen entfernt man den größeren Teil des Lösungsmittels mit der Pipette (Teil zum Nachspülen des Reaktionsrohr verwenden!), saugt die Kristalle ab und trocknet sie durch Durchsaugen von Luft. Für so kleine Mengen kann man gut die Fritte der Chromatographensäule als Mikro-Büchnertrichter verwenden.

Dann wird Ausbeute und Schmelzpunkt des Rohprodukts bestimmt.

Wenn man noch kein **IR-Spektrum** aufgenommen hat, so nimmt man eines vom hergestellten Hydrobenzoin auf:

ca. 1 mg Substanz wird in der Achat-Reibschale gut mit 100 mg trockenem KBr z.A. verrieben und dann im Presswerkzeug ein KBr-Pessling davon angefertigt. Es wird das FT-IR-Spektrometer im Raum F313 verwendet. Wie kann man im IR-Spektrum leicht erkennen, dass kein Edukt mehr vorhanden ist?

Literaturausbeute: ca. 35 mg

Lit.-Smp.: 136 - 137 °C