

Reduktion mit Natriumborborat

Reaktionstyp: Reduktion

Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren

Geräte:

Standardgeräte

Chemikalien:

- Cyclohexanon (19.6 g)
- Natriumborhydrid (3.5 g)
- NaOH (0.2 g in 25 mL Wasser)
- Diethylether techn. (200 mL)
- Natriumsulfat

Warnhinweise:

Cyclohexanon ist entzündlich und gesundheitsschädlich beim Einatmen.

Natriumborhydrid verursacht Verätzungen und ist giftig beim Berühren mit der Haut und beim Verschlucken. Es reagiert heftig mit Wasser unter Bildung hochentzündlicher Gase.

Über das Gefahrenpotential von NaOH erkundigen Sie sich bitte in einem geeigneten Lehrbuch oder der „Allgemeinen Gefahrenstoffliste für das Grundpraktikum“.

Das Produkt ist gesundheitsschädlich beim Einatmen und Verschlucken. Es reizt die Atemorgane und die Haut.

Hinweis:

Seien Sie misstrauisch gegenüber dem Natriumborhydrid, da dieses bei unsachgemäßer Aufbewahrung leicht verdirbt. Leider wird dadurch das Aussehen nicht unbedingt verändert. Verdächtig sind insbesondere verklumpte Pulver. Geben Sie eine Spatelspitze in etwas Wasser und rühren Sie um, weil das Pulver dazu neigt, auf der Oberfläche zu schwimmen. Sie sollten dabei ein schwaches bis mäßiges Aufschäumen beobachten.

Wenn Sie unsicher sind Fragen Sie Ihren Assistenten!

Durchführung:

Das Cyclohexanon wird vorgelegt und mit einem Eis/Kochsalzmischung gekühlt. Dann wird die Lösung des Natriumborhydrids in der Natronlauge langsam so zugetropft, dass die Innentemperatur nicht über 25 °C steigt. Bei Raumtemperatur wird eine Stunde nachgerührt.

Dann wird zweimal mit je 100 mL Ether ausgeschüttelt. Es wird auf Carbonylfreiheit geprüft (Cyclohexanon, indem 1 mL der etherischen Lösung auf dem Wasserbad eingeeengt wird (*Abzug!*) und mit 2,4-Dinitrophenylhydrazin umgesetzt (*s. Handversuch 27 und Organikum, 21. Aufl. S. 466*).

Falls die Reaktion positiv ausfällt, wird zweimal mit je 10 mL 40%iger Natriumbisulfit-Lösung ausgeschüttelt (*jeweils 4 bis 5 min schütteln!*).

Die organische Phase wird nun zweimal mit je wenig eiskaltem Wasser gewaschen und abschließend über Natriumsulfat getrocknet. Nach Abrotieren des Diethylethers wird der Rückstand mittels Vakuumdestillation gereinigt.

Destillationsprotokoll:

Fraktion	1	2	3
Siedepunkt (°C)			
Druck (mbar)			
Badtemp. (°C)			
Menge (g)			
Brechungsindex			

Fragen vor der Ausführung des Versuchs:

1. Geben Sie Reaktionsgleichung und Mechanismus der durchzuführenden Reaktion im Detail an.
2. Wie kann das Reaktionsende festgestellt werden?
3. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit der Produkte und deren Struktursicherung.
4. Wie unterscheiden sich Edukt und Produkt im ¹H-NMR und IR?
5. Welche Reaktionen laufen bei
 - a. Prüfen mit DNPH
 - b. Schütteln mit Bisulfit ab?

Aufgaben nach der Durchführung des Versuchs:

6. Sichern Sie Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanz entsprechend Frage 3!

Literatur:

Hünig-Märkel-Sauer, *Integriertes Organisches Praktikum*, Verlag Chemie **1979**.
Organikum, 20. Auflage, S. 535 ff.