

Pinakolon-Umlagerung

Reaktionstyp: Pinakolon-Umlagerung

Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren, Wasserdampfdestillation und Vakuumdestillation

Geräte:

Standardgeräte, Wasserdampfdestillationsapparatur

Chemikalien:

- *trans*-Cyclohexan-1,2-diol (17.0 g) [ggf. aus Versuch 04-12]
- 50%ige H₂SO₄ (75 mL)
- ges. Kochsalz-Lösung
- Diethylether
- Magnesiumsulfat

Warnhinweise:

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

Der entstehende Carbaldehyd ist brennbar und reizend.

Durchführung:

In einem 250-mL-Dreihalskolben, versehen mit einer Wasserdampfzuleitung und einer Destillationsapparatur mit absteigendem Kühler, werden 75 mL 50%iger H₂SO₄ und *trans*-Cyclohexan-1,2-diol (17.0 g) vorgelegt. Das Reaktionsgefäß wird erhitzt (Ölbad ca. 140-160 °C). Sobald die Wasserdampfdestillation einsetzt, wird möglichst so viel Wasserdampf eingeleitet, sodass das Flüssigkeitsvolumen im Reaktionskolben konstant bleibt. Es ist eine zweite Kühlfalle anzuschließen, die mit Aceton/CO₂ gekühlt wird (*Warum?*).

Das Wasserdampfdestillat (2 Phasen) wird mit Kochsalz gesättigt und dann dreimal mit je 50 mL Ether extrahiert. Die vereinigten Phasen werden über MgSO₄ getrocknet. Der Ether wird bei Normaldruck abdestilliert und das Produkt anschließend über eine kurze Kolonne im Vakuum fraktioniert (Badtemperatur ca. 80-120 °C). Die Vorlage wird mit Eis gekühlt.

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 Produkt und Edukt im IR, im ¹H-NMR? Nennen Sie charakteristische Banden bzw. Peaks.

Aufgaben nach der Durchführung des Versuchs:

5. Sichern Sie Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanz entsprechend Frage 3!
6. Geben Sie ein genaues Destillationsprotokoll an.

Literatur:

Organikum, 21. Aufl. S. 664.