

Darstellung von *Trans*-1,2-Cyclohexandiol

Reaktionstyp: Additionsreaktion an C-C-Mehrfachbindung

Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren

Geräte:

Standardgeräte

Chemikalien:

- Ameisensäure (177 mL, 90%ig)
- Wasserstoffperoxid (30 mL, 30%ig)
- Cyclohexen (24.7 g, aus Versuch 04-11)
- NaCl
- Essigsäureethylester
- Na₂SO₄,
- Aceton

Warnhinweise:

Ameisensäure verursacht starke Verätzungen, niedriger Siedepunkt -> verdampft leicht.

Wasserstoffperoxid verursacht ebenfalls Verätzungen.

Cyclohexen ist leicht entzündlich.

Hinweis:

Als Färbereagenz zur DC-Kontrolle dient Anisaldehyd und KMnO₄ (*Warum?*)!

Ausführung:

Zu einer bei 0 °C hergestellte Mischung von 180 mL 90%iger Ameisensäure und 30 mL 30%igem Wasserstoffperoxid wird unter Rühren innerhalb von 30 min 24.7 g Cyclohexen zugegeben. Die Innentemperatur soll hierbei 40-45 °C betragen (Eiskühlung). Anschließend wird 1 Stunde bei 40 °C und 14 h bei Raumtemperatur stehen gelassen (Abzug). DC-Kontrolle!

Die Ameisensäure wird i. Vak. weitgehend abdestilliert und der auf 0 °C abgekühlte viskose Rückstand des Diols und seiner Ameisensäureester langsam unter Rühren mit einer eiskalten Lösung von 10 g NaOH in 100 mL H₂O versetzt (*Wozu?*).

Dabei darf die Innentemperatur maximal 40 °C betragen. Es wird mit NaCl gesättigt und extrahiert fünfmal mit je 100 mL warmen Essigsäureethylester, wäscht die vereinigten organischen Extrakte mit gesättigter NaCl-Lösung und trocknet über Na₂SO₄ bzw. MgSO₄. Das Lösemittel wird abdestilliert und das Rohprodukt aus Diethylether umkristallisiert.

Ausbeute: g

Fragen vor der Ausführung des Versuchs:

1. Geben Sie Reaktionsgleichung und Mechanismus der durchzuführenden Reaktion im Detail an.
2. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit der Produkte und deren Struktursicherung. Welche Unterschiede erwarten Sie im IR zwischen Produkt und Edukt?
3. Kann das Intermediat isoliert werden? Gibt es weitere Möglichkeiten Epoxide zu öffnen?

Aufgaben nach der Durchführung des Versuchs:

4. Sichern Sie Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanz entsprechend Frage 2!

Literatur:

Tietze-Eicher, *Reaktionen und Synthesen*, S. 62, 2. Aufl..