

Veresterung von *cis*-4-Cyclohexen-1,2-dicarbonsäureanhydrid

Reaktionstyp: Veresterung

Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren und Vakuumdestillation

Geräte:

Standardgeräte

Chemikalien:

- *cis*-4-Cyclohexen-1,2-dicarbonsäureanhydrid (5.0 g)
- Methanol (2.9 mL)
- 5%ige NaHCO₃-Lsg
- Diethylether
- KHSO₄-Lösung

Warnhinweise:

cis-4-Cyclohexen-1,2-dicarbonsäureanhydrid kann ernste Augenschäden hervorrufen. Eine Sensibilisierung durch Einatmen und Hautkontakt ist möglich.

Es sollte nicht ins Abwasser gelangen, da es schädlich für Wasserorganismen ist und langfristige Schäden in Gewässern verursachen kann.

Methanol sollte Ihnen als Gefahrenstoff bekannt sein!

Ausführung:

5.0 g des Anhydrids werden in 20 mL Methanol aufgeschlämmt. Die Suspension wird auf unter Rückfluss kochen gelassen. Die Reaktion wird mittels DC kontrolliert (Die DC-Kontrolle macht unter Umständen Schwierigkeiten. *Welche Lösungs- und Laufmittel sind geeignet, welche nicht?* Fragen Sie dann den Assistenten).

Nach vollendeter Reaktion wird die Reaktionsmischung am Rotationsverdampfer eingengt, danach mit 20 mL Diethylether versetzt und in einen Scheidetrichter überführt. Die organische Phase wird dreimal mit 5%iger-NaHCO₃-Lösung extrahiert. Die vereinte wässrige Phase wird anschließend mit 20 mL Ether überschichtet und vorsichtig mit KHSO₄-Lösung auf pH 2 eingestellt.

Die etherische Phase wird abgetrennt und die wässrige Phase noch dreimal mit je 20 mL Ether extrahiert. Die vereinten Etherphasen werden zum Schluss über MgSO₄ getrocknet und das Lösemittel am Rotationsverdampfer abdestilliert.

Das Rohprodukt muss in der Regel nicht weiter gereinigt werden!

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.
3. Warum werden nicht beide Säurereste verestert?
4. Betrachten und Klassifizieren Sie die Stereochemie von Edukt und Produkt.
5. Wie unterscheiden sich Edukt und Produkt im ¹H-NMR / IR?

Aufgaben nach der Durchführung des Versuchs:

6. Aufgaben nach Durchführung des Versuchs:
7. Sichern Sie Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanz entsprechend Frage 2!

Das Produkt wird für V 04-04 benötig. Entsprechend aufbewahren!!

Literatur:

Ralph V. White / Phillip S. Landis, *J. Org. Chem.* **1956**, 21, 279-280.