

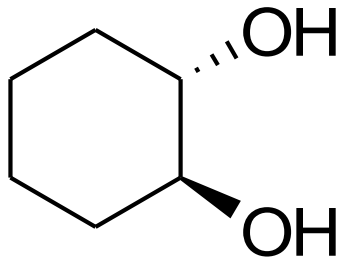
ORGANISCH-CHEMISCHES GRUNDPRAKTIKUM

PRAKTIKUMSPROTOKOLL

SoSe 2016

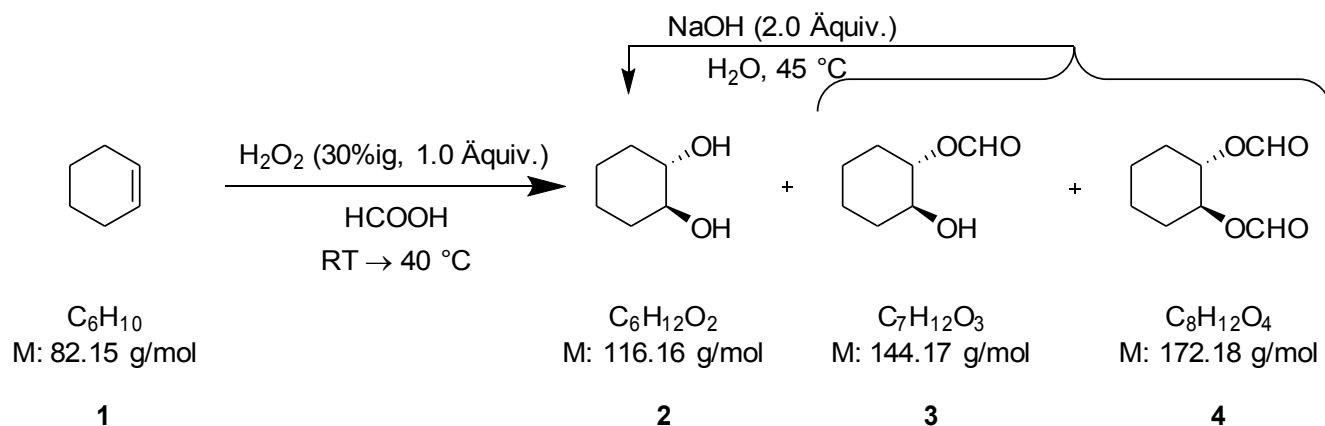
Versuch 4.1

trans-Cyclohexan-1,2-diol



Guido Petri		Name des Assistenten: Stefan Grätz			
Saal C160	Platz 16	Datum der Abgabe: 25. Juni 2016			
		Abgabe Nr.: 1			
Bewertung		++	+	0	-
		<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Testat					

1. Reaktionsgleichung



Schema 1: Darstellung von *trans*-Cyclohexan-1,2-diol **2**.

trans-Cyclohexan-1,2-diol (**2**) wird aus Cyclohexen (**1**) und H_2O_2 in Gegenwart von Ameisensäure gebildet. Die ebenfalls entstehende Ester **3** und **4** werden unter basischen Bedingungen zum Produkt hydrolisiert.

2. Durchführung

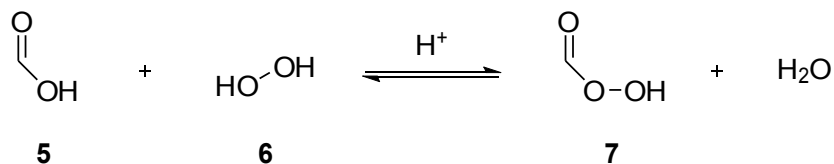
Zu einer Mischung von Ameisensäure (98%ig, 50 mL) und wässrige H_2O_2 -Lösung (30%ig, 5.1 mL, 5.7 g, 50 mmol, 1.0 Äquiv.) wurde unter Rühren langsam das Cyclohexen (5.6 mL, 4.5 g, 55 mmol, 1.1 Äquiv.) so zugetropft, dass die Temperatur möglichst nicht über 45 °C gestiegen ist. Die Reaktionsmischung wurde 3 h lang bei 45-50 °C und anschließend 20 h bei Raumtemperatur gerührt. Nach negativen Peroxidtest wurde Wasser und Ameisensäure unter Vakuum destilliert (Kopftemperatur: 38 °C bei 40-45 mbar). Der Rückstand wurde mit auf 0 °C gekühlter NaOH-Lösung (4.0 g, 100 mmol, 2.0 Äquiv., 25 mL H_2O) versetzt. Dabei wurde beachtet, dass die Temperatur nicht über 45 °C gestiegen ist. Es wurde 30 min lang bei 60 °C gerührt und das Reaktionsgemisch wurde abgekühlt. Nach einer Neutralisierung mittels kalter wässriger HCl (2 M) wurde das Produkt aus dem Gemisch mit Essigsäureethylester (6 x 30 mL) extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen wurden über Na_2SO_4 getrocknet und mit dem Rotationsverdampfer eingengt. Hierbei fiel ein weißer Feststoff aus. Das Rohprodukt wurde aus Essigsäureethylester umkristallisiert und man erhält *trans*-Cyclohexan-1,2-diol **2** (3.8 g, 32.7 mmol, 65% (Lit.: 55-70%^{[1])}) als farblosen Feststoff.

3. Analytik

Smp: 100 °C (Essigsäureethylester), Lit.: 100-104 °C (Essigsäureethylester)^[1]

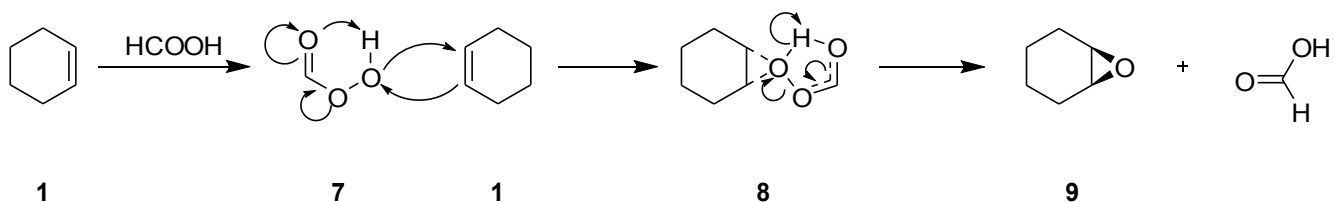
4. Mechanismus

Die Reaktion verläuft ähnlich wie eine Prilezhaev-Reaktion, die danach wässrig aufgearbeitet wird.



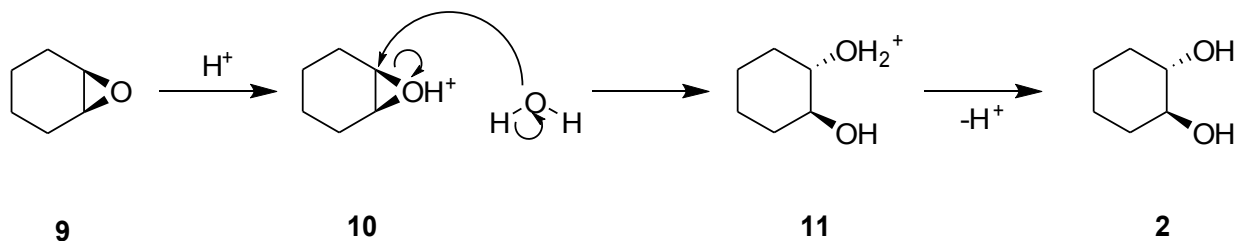
Schema 2: Bildung von Perameisensäure.

Die Ameisensäure (**5**) reagiert mit Wasserstoffperoxid (**6**) zu Perameisensäure **7**.



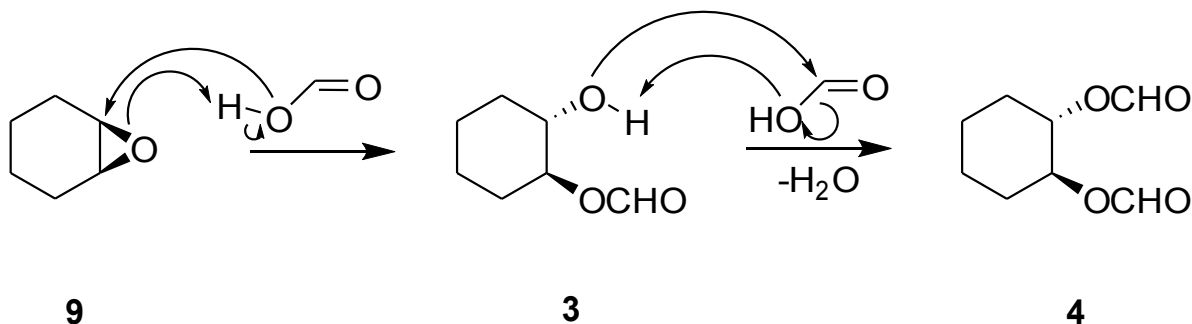
Schema 3: Reaktion von Cyclohexen **1** zum Epoxid **9**.

Die Perameisensäure **7** wird vom π -System des Cyclohexen **1** an dem elektrophilen Sauerstoff angegriffen, wobei sich ein cyclischer Übergangszustand wie in **8** bildet.



Schema 4: Reaktion vom Epoxid **9** zum Produkt *trans*-Cyclohexan-1,2-diol **2**.

Das Epoxid **9** wird dann von einem Wassermolekül in einem S_N2 -ähnlichen Schritt angegriffen und es entsteht das Produkt **2**.



Schema 5: Nebenreaktion vom Zwischenprodukt **9** zu den Estern **3** und **4**.

Die gebildete Nebenprodukte **3** und **4** entstehen durch Angriffe von Ameisensäuremoleküle an dem Epoxid **9**. Diese werden mittels Natronlauge in einer Verseifungsreaktion zum Produkt **2** umgesetzt.

5. Literatur

1. Fachgruppe Organische Chemie, *Skript zum Organisch-Chemischen Grundpraktikum (BSc) SoSe 2016*, Technische Universität Berlin, 2016, S. 86-88