Addition (Oxidation): 1,2-Cyclohexandiol aus Cyclohexen

Macroscale

Chemikalien:

 $\begin{array}{cccc} Cyclohexen: & 8.2 \ g & Pentan \\ Ethanol: & 180 \ ml & Aceton \\ MTBE & Essigester \\ KMnO_4 & MgSO_4 \end{array}$

Durchführung der Reaktion:

In einem 500 ml Dreihalskolben mit KPG-Rührer, Tropftrichter und Innenthermometer werden 100 mmol Cyclohexen in 180 ml Ethanol gelöst und in einem wirksamen Eis/Kochsalz-Bad auf etwa -10 °C gekühlt. Man läßt nun unter Rühren die Lösung von 85 mmol Kaliumpermanganat (auf vollständiges Auflösen achten !) und 10 g Magnesiumsulfat in 250 ml Wasser so langsam zutropfen, daß die Innentemperatur zwischen 0 und 5 °C gehalten wird (ca. 2-3 Stunden). Nach beendeter Zugabe rührt man noch 90 Minuten.

Dann saugt man vom abgeschiedenen Niederschlag ab und wäscht dreimal mit je 60 ml Aceton nach. Das Filtrat wird am Rotationsverdampfer im Wasserstrahlvakuum auf etwa 120 ml eingeengt, mit Kochsalz gesättigt und im Scheidetrichter fünfmal mit je etwa 40 ml MTBE extrahiert. Die vereinigten Extrakte werden mit Natriumsulfat über Nacht getrocknet.

Danach wird das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer bei Normaldruck abdestilliert, der kristalline Rückstand in wenig Pentan aufgeschlämmt und möglichst quantitativ abgesaugt. Man bestimmt Ausbeute und Schmelzpunkt des Rohproduktes und kristallisiert dann aus wenig Essigester um.

Lit.-Ausbeute: 15 % d. Th.

Lit. Smp: 97-98 °C