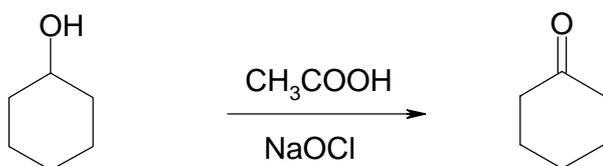


Oxidation: **Cyclohexanon**

Macroscale



Kühlung mit Eis
Vakuumdest.
GC

Chemikalien:

Durchführung der Reaktion:

In einem 500 ml Dreihalskolben mit Magnetrührstab werden 10 g (100 mmol) Cyclohexanol und 35 ml Eisessig vorgelegt. Die entstehende Lösung wird in einem Eisbad gekühlt. Im Verlauf einer Stunde werden 200 ml einer ca. 12.5 %igen (1.8-2.0 M) wässrigen Natriumhypochlorit-lösung unter Rühren zugetropft. Nach beendeter Zugabe wird die Kühlung entfernt und die Reaktionsmischung noch eine Stunde gerührt. Während der gesamten Reaktion soll ein Überschuß an Hypochlorit in der Mischung vorhanden sein. Man prüft mit KI-Stärke-Papier auf die Gegenwart von Hypochlorit in der Reaktionsmischung (positive Reaktion: blau). Falls die Reaktion negativ ausfällt, wird mehr Hypochlorit-lösung zugegeben.

Isolierung und Reinigung:

Nach einer Stunde wird der Hypochlorit-Überschuß durch Zugabe von wässriger gesättigter Natriumhydrogensulfid-lösung zerstört, bis der Test mit KI-Stärke-Papier negativ ist. Man überführt das Reaktionsgemisch in einen 500 ml Rundkolben mit Destillationsaufsatz und destilliert das Rohprodukt mit einer "Wasserdampfdestillation" über. Dazu wird das Reaktionsgemisch auf 120-130°C erhitzt und ca 100 ml Destillat (Produkt, Wasser und Essigsäure) aufgefangen. Zum Destillat wird zur Neutralisation der Essigsäure wasserfreies Natriumcarbonat in kleinen Portionen zugegeben, bis sich keine CO_2 -Entwicklung mehr zeigt. Anschließend wird das Gemisch mit 5 g Natriumchlorid versetzt und gerührt und dann die wässrige Phase dreimal mit je 30 ml Diethylether ausgeschüttelt. Die Etherphase mit dem Oxidationsprodukt wird mit Calciumchlorid getrocknet, der Ether über eine Vigreux-Kolonne abdestilliert, am Schluss durch Anlegen eines schwachen Vakuums bei Raumtemperatur (vorher Vorlage entleeren!). Den flüssigen Rückstand destilliert man ohne Vigreux-Kolonne langsam im Vakuum. Der Siedepunkt bei Normaldruck beträgt 154-156 °C.

Die Reinheit der Substanz durch ein Gaschromatogramm ermittelt. Bewahren Sie 1 Tropfen des Edukts Cyclohexanol auf und mischen Sie (in der GC-Spritze) Ihr Produkt mit einer kleinen Menge Cyclohexanol und zeigen Sie, dass im GC Edukt und Produkt voneinander getrennt werden.

Literaturausbeute: nicht angegeben

Lit.-Sdp.: 154 - 156 °C bei ND

Lit- n_D^{20} : 1.4500