

Acetale: Cyclohexanon-ethylenketal

Microscale



Rückfluß
Wasserab-
scheider

Vak.dest.

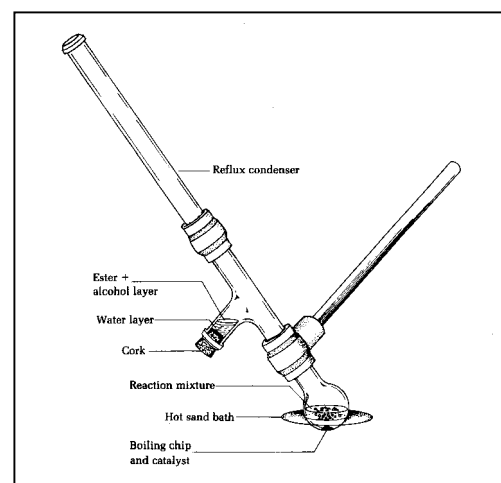
Chemikalien:

Durchführung der Reaktion:

Die Lösung von 5.1 mmol Ethylenglykol, 5.0 mmol Cyclohexanon und 30 mg p-Toluolsulfonsäure-Monohydrat in 4 ml Toluol wird so lange in der nebenstehenden Apparatur erhitzt, bis kein Wasser mehr abgeschieden wird.

Isolierung und Reinigung:

Die abgekühlte Reaktionslösung überführt man - ohne das abgeschiedene Wasser - in das Zentrifugierglas, gibt 2 ml 2N Natronlauge zu, verschließt das Glas und schüttelt gut durch. Die wäßrige Phase wird mit einer Pipette abgetrennt, die organische Phase mit Wasser bis zur neutralen Reaktion gewaschen und danach mit Kaliumcarbonat getrocknet. Man baut aus dem 5 ml Rundkolben mit Magnetrührstab, dem Destillationsaufsatz, einem 10x100 mm Reaktionsrohr als Vorlage und dem Y-Stück für den Vakuumanschluß zwischen der Vorlage und dem Destillationsaufsatz eine Apparatur zur Vakuumdestillation auf (leihen Sie sich von Nachbarn ein Verbindungsstück aus). Man überführt die getrocknete Lösung in den Rundkolben und destilliert zunächst bei Normaldruck das Toluol ab, dann läßt man abkühlen, rührt magnetisch, legt Vakuum an und destilliert den Rest des Toluols ab. Dann wird die Vorlage gewechselt, in Eiswasser gekühlt, die Destillationsbrücke mit etwas saugfähigem Papier umwickelt und zum Kühlen mit etwas Ethanol angefeuchtet, und dann das Produkt im Vakuum überdestilliert. Man baut wie üblich die "Woulffsche Flasche" zwischen Membranpumpe und Destillationsapparatur ein und öffnet den Hahn zur Pumpe nur gerade so weit, wie es zum Aufrechterhalten des Vakuums nötig ist (das Destillat soll möglichst wenig in die Vakuumleitung gesaugt werden).



Vom überdestillierten Produkt bestimmt man die Ausbeute und nimmt ein GC auf, ebenso fertigt man ein GC vom Rückstand im Destillationskolben an und vergleicht.

Literaturausbeute: ca 40-50 % der Theorie mag sinnvoll sein.

Lit.-Sdp: 73 °C bei 16 Torr