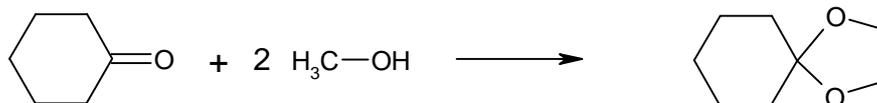


Acetale: **Cyclohexanon-dimethylketal**

Macroscale



Absol. von Methanol Rk. bei RT Vak.dest. GC

Chemikalien:

Durchführung der Reaktion:

3.0 g saurer Ionenaustauscher werden mit halbkonz. Salzsäure beladen und dann so lange mit destilliertem Wasser gewaschen, bis dieses neutral reagiert. Anschließend wäscht man noch zweimal mit Methanol nach und saugt den Ionenaustauscher dann auf der Nutsche trocken. Man absolutiert Methanol, indem man in einen 250 ml Rundkolben 0.50 g Magnesium, 10 ml Methanol und 50 mg Iod gibt, einen Rückflußkühler mit Trockenrohr aufsetzt und die Mischung so lange am Rückfluß erhitzt, bis die Farbe des Iods verschwunden ist. Man gibt 90 ml Methanol zu und erhitzt eine weitere halbe Stunde am Rückfluß. Dann wird das absolute Methanol abdestilliert (Trockenrohr!) und sofort verwendet.

Die Mischung von 200 mmol Cyclohexanon, 1.60 mol abs. Methanol und 0.30 g saurem Ionenaustauscher wird in einem dicht verschlossenen Rundkolben mit Magnetrührstab über Nacht bei Raumtemperatur gerührt.

Isolierung und Reinigung

Der Ionenaustauscher wird abfiltriert und das Filtrat in 300 ml 2N Natronlauge eingegossen. Man schüttelt viermal mit je 75 ml Ether aus, wäscht der Etherphase nochmals mit Wasser und trocknet mit Kaliumcarbonat.

Nach dem Abdestillieren des Ethers (Rotationsverdampfer) wird der Rückstand im Vakuum fraktioniert. Man bestimmt die Ausbeute und nimmt ein GC vom Produkt auf.

Literaturausbeute: 15 g Produktgemisch

Lit.-Sdp: 63-66 °C bei 26 Torr; Lit.-GC-Gehalt an Produkt: 34 %