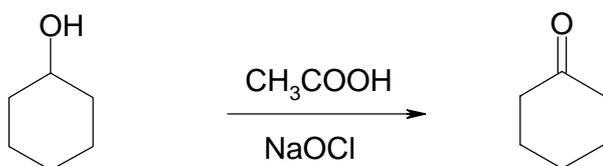


Oxidation: **Cyclohexanon**

Microscale



Kühlung mit Eis
Mikrosäule
GC

Chemikalien:

Alle Transfers von Flüssigkeiten erfolgen mit einer geeigneten Pipette!

Durchführung der Reaktion:

In den 5 ml Langhalsrundkolben mit Magnetrührstab werden 100 mg (1.0 mmol) Cyclohexanol und 0.25 ml Eisessig vorgelegt. Die entstehende Lösung wird in einem Eisbad gekühlt. Mit Hilfe einer graduierten Pipette werden 2.0 ml einer ca. 12.5 %igen (1.8-2.0 M) wässrigen Natriumhypochloritlösung unter Rühren langsam tropfenweise zugegeben. 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, werden weitere 2-3 Tropfen Hypochlorit zugegeben.

Isolierung und Reinigung:

Nach einer Stunde wird der Hypochlorit-Überschuß durch Zugabe von wässriger gesättigter Natriumhydrogensulfatlösung zerstört, bis der Test mit KI-Stärke-Papier negativ ist. Man bringt den Destillationsaufsatz auf dem Rundkolben an und destilliert das Rohprodukt mit einer "Wasserdampfdestillation" über. Dazu wird in einem Sandbad das Reaktionsgemisch auf 120-130°C erhitzt und ca 1.0 ml Destillat (Produkt, Wasser und Essigsäure) aufgefangen. Das Destillat wird in ein 10x100 mm Reaktionsrohr überführt, das Vorlagegläschen mit ca. 0.3 ml Ether ausgespült und zum Destillat gegeben. Dann wird zur Neutralisation der Essigsäure wasserfreies Natriumcarbonat (~ 100 mg) in kleinen Portionen zugegeben, bis sich keine CO₂-Entwicklung mehr zeigt. Anschließend wird das Gemisch mit 50 mg Natriumchlorid versetzt und gerührt und dann die wässrige Phase mit weiteren 0.5 ml Diethylether ausgeschüttelt. Die Etherphase mit dem Oxidationsprodukt wird mit einer Pipette in eine zuvor mit Diethylether angefeuchtete Mikro-Trockensäule überführt. Diese Säule besteht aus einer Pasteur-Pipette, die gefüllt wurde mit einem kleinem Wattestopfen, 50 mg Sand, 300 mg Alumina (Aktivität 1) und 200 mg wasserfreiem Natriumsulfat. Das Eluat wird in einem tarierten 10x100 mm Reaktionsrohr aufgefangen. Die wässrige Phase im anderen Reaktionsrohr wird noch dreimal mit je 0.5 ml Ether ausgeschüttelt und jeder Etherextrakt durch die Trockensäule gegeben und gemeinsam mit dem ersten Eluat aufgefangen.

Schließlich lässt man den Ether aus dem Eluat durch leichtes Erwärmen des Reaktionsrohres **vollständig** verdunsten.

Die Ausbeute an Cyclohexanon wird durch Rückwägung bestimmt (wie üblich vom Assistenten abzeichnen lassen!) und die Reinheit der Substanz durch ein Gaschromatogramm ermittelt.

Literatursausbeute: max.77 mg

Sdp.: Produkt wird nicht destilliert