Enamine: 1-Cyclohex-1-enyl-pyrrolidin

Macroscale

Wasserabscheider

Vak.dest.

IR-Spektrum

Chemikalien:

Durchführung der Reaktion:

Die Lösung von 125 mmol Cyclohexanon, 150 mmol Pyrrolidin und 0.30 g p-Toluolsulfonsäure-Monohydrat in 60 ml Toluol wird so lange am Wasserabscheider erhitzt, bis kein Wasser mehr abgeschieden wird. Dabei bestimmt man alle 30 Minuten die Menge des abgeschiedenen Wassers.

Isolierung und Reinigung

Zur abgekühlten Reaktionslösung fügt man 0.50 g gepulvertes Calciumhydrid zu und destilliert das Toluol ab. Der Rückstand wird aus einem geräumigen Kolben (Flüssigkeit neigt zur Schaumbildung) unter Rühren mit dem Magnetrührstab im Vakuum fraktionierend destilliert.

IR-Spektrum: Das Produkt ist nicht über längere Zeit stabil. Man verzichtet auf die Bestimmung des Brechungsindex, nimmt jedoch rasch ein IR-Spektrum eines Films des frisch destillierten Produkts zwischen 2 KBr-Platten auf. Anschließend läßt man die getrennten KBr-Platten wenige Minuten an der Luft liegen, mißt erneut das IR-Spektrum und vergleicht die Spektren. Welche Banden eignen sich zur Charakterisierung, welche zur Reinheitskontrolle?

Literaturausbeute: 75 - 80 % der Theorie

Lit.-Sdp: 106 - 109 °C bei 16 Torr