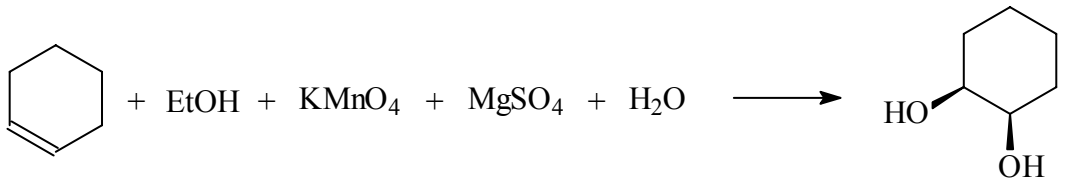
2. Synthese: cis-1,2-cyclohexandiol

Reaktionsgleichung

Ausgangssubstanz: 7,6g Cyclohexen (s. 1.Synthese)
darzustell. Produktmenge: 7,1g
Literatur-Ausbeute: 65 %



Molmasse:	82 $\frac{g}{mol}$		158 $\frac{g}{mol}$	120 $\frac{g}{mol}$		116 $\frac{g}{mol}$
Lit.-Mengen:	0,1 mol	200 ml	0,9 mol	10 g	250 ml	
Ansatz:	0,094 mol 7,6 g	188 ml	0,0846 mol 13,37 g	0,0783 mol 9,4 g	235 ml	

Durchführung[1)]

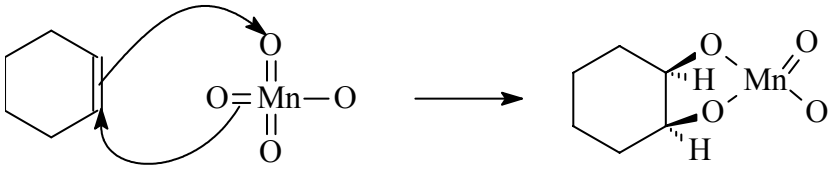
7,6 g (= 9,4 mmol) Cyclohexen wurden in 188 ml Ethanol in einem Dreihalskolben vorgelegt. Der Dreihalskolben befand sich in einem Eis-Kochsalz-Kühlbad. Mit Hilfe eines Tropftrichters wurde eine Lösung von 13,37 g (8,46 mmol) $KMnO_4$ und 9,4 g (7,83 mmol) $MgSO_4$ in 235 ml H_2O zugetropft. Die Innentemperatur musste dabei zwischen 0°C und 5°C liegen. Es bildete sich sichtbar Braunstein (Braunfärbung). Nachdem über Nacht gerührt hatte, wurde im Büchnertrichter MnO_2 abgesaugt und der Filterkuchen dreimal mit 50 ml Aceton gewaschen. Das Filtrat wurde am Rotationsverdampfer auf ca. 120 ml eingeengt und anschließend mit NaCl gesättigt. Im Scheidetrichter wurde dann mit fünfmal 50 ml Dichlormethan extrahiert und die vereinigten Extrakte mit $MgSO_4$ getrocknet. Nach erneutem Abfiltrieren wurde am Rotationsverdampfer das Lösungsmittel vollständig entfernt. Es entstand ein weißer Feststoff, der aus Toluol umkristallisiert wurde.

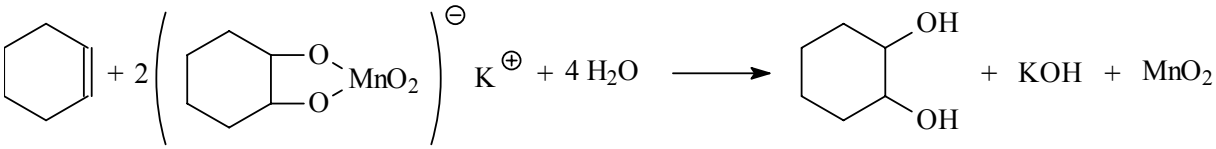
Charakterisierung

Schmelzpunkt:	96°C	(Lit.: 97°C)[2)]	
Ausbeute:	2,6 g	(Lit.: 65 %)[1)]	
IR-Spektrum:[2,3)]	3500 nm, 3350 cm^{-1}:	-O-H - Valenz (Alkohole, assoziiert)	s
	2900 cm^{-1}:	-CH_2 – Valenz (KW / KW-Reste)	w
	1450 cm^{-1}, 1430 cm^{-1}:	-CH_2 – Deformation (KW / KW-Reste)	s-m
	1100 cm^{-1}:	-C-O – Valenz (sek. Alkohole)	m

Mechanismus[4,5)]

Die Reaktion von Cyclohexen mit $KMnO_4$ ist formal eine Addition an Alkene. Es werden zwei OH-Gruppen an die Doppelbindung addiert. Die Reaktion findet in neutralem, wäßrigem Medium statt, um Weiteroxidation zu verhindern.





Zunächst bildet das Kaliumpermanganat mit dem Cyclohexen einen intermediären Ester. Bei der Verseifung mit Wasser wird der Ester gespalten und es entsteht das Cyclohexandiol.

Durch den intermediär vorhandenen Ester ist die Addition mit $KMnO_4$ stereoselektiv. Es entsteht nur die cis-Form.

Literaturverzeichnis

- 1) Organikum; Wiley-VCH; 20. Auflage; Weinheim 1999; S. 295 f
- 2) Sadtler Research Laboratories Inc.; IR-Spektrum 8512K; 1970
- 3) Organikum; Wiley-VCH; 20. Auflage; Weinheim 1999; S. 93 ff
- 4) Organikum; Wiley-VCH; 20. Auflage; Weinheim 1999; S. 294 f
- 5) R. T. Morrison, R. N. Boyd; Lehrbuch der Organischen Chemie; VCH; 3. Auflage; Weinheim 1986; S. 435 f