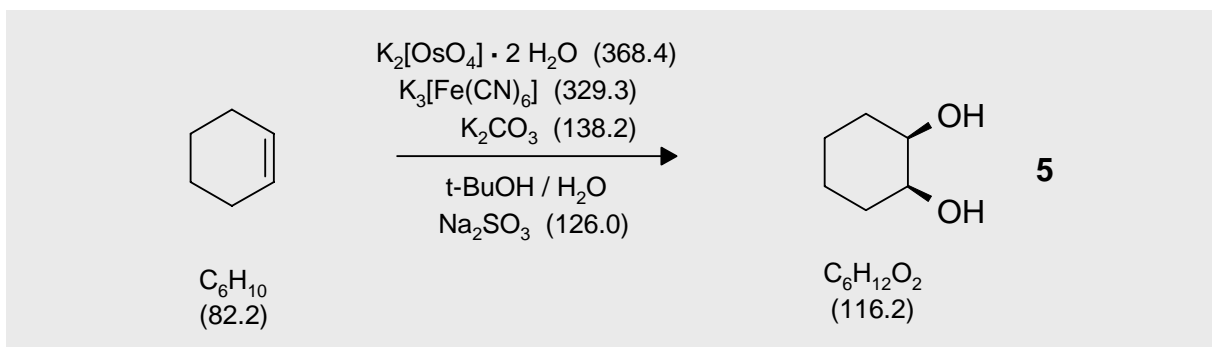


3.3.5 1,2-Dihydroxylierung von Cyclohexen mit Kaliumosmat/Kaliumhexacyanoferrat(III) zu *meso-cis*-1,2-Cyclohexandiol (**5**)



Arbeitsmethoden: Umkristallisation

Chemikalien

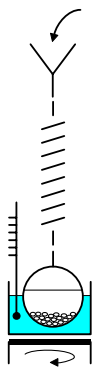
Cyclohexen Sdp. 83 °C, $d = 0.81$ g/ml, Dampfdruck bei 20 °C: 90 hPa.
 Cyclohexan Schmp. 6.5 °C, Sdp. 80 °C, $d = 0.78$ g/ml, Dampfdruck bei 20 °C: 104 hPa.

Kalium-osmat-Dihydrat, Kalium-hexacyanoferrat (III), Kaliumcarbonat, Natriumsulfit, *tert*-Butylalkohol, Essigsäureethylester: siehe [Allgemeine Vorschrift 3.3.4](#).

Durchführung

Vor Beginn **Betriebsanweisung** erstellen!

Man folgt der [allgemeinen Arbeitsvorschrift 3.3.4](#) und setzt 25.0 mmol (2.05 g, 2.5 ml) Cyclohexen um. Reaktionszeit 24 h.



Isolierung und Reinigung

Nach Abdestillieren des Essigsäureethylesters verbleibt ein fast farbloses, festes Rohprodukt.

Zur Umkristallisation prüfe man folgende Lösungsmittel und protokolliere das Ergebnis:

- Ethanol (Sdp. 78 °C, DK 25) (→ **E₄**)
- Essigsäureethylester (Sdp. 77 °C, DK 6.0) (→ **E₄**)
- Cyclohexan (Sdp. 80 °C, DK 2.4) (→ **E₄**)

Das Rohprodukt **5** wird aus Essigsäureethylester (5.7 ml/ 1 g) oder aus Essigsäureethylester/Cyclohexan umkristallisiert. Man kühlt im Eisbad, filtriert den Kristallbrei rasch durch eine kleine Fritte oder einen Hirschtrichter, wäscht mit wenig Cyclohexan nach und trocknet das Reinprodukt **5** im Vakuumexsikkator. Ausbeute und Schmelzpunkt werden bestimmt. Bei zu geringer Ausbeute kann aus der Mutterlauge (→ **E₄**) durch Einengen und Zusatz von Cyclohexan weiteres **5** gewonnen werden. Ausbeute an **5**: 85–96%, Schmp. 99 °C.

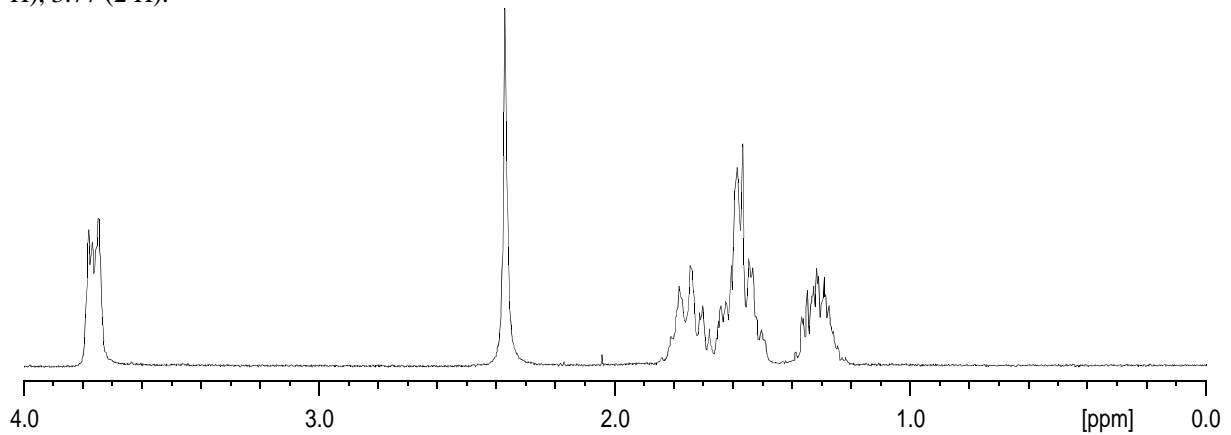
Hinweise zur Entsorgung (E)

Siehe Allgemeine Arbeitsvorschrift 3.3.4.

E₄: Mutterlauge → Entsorgung (RH).

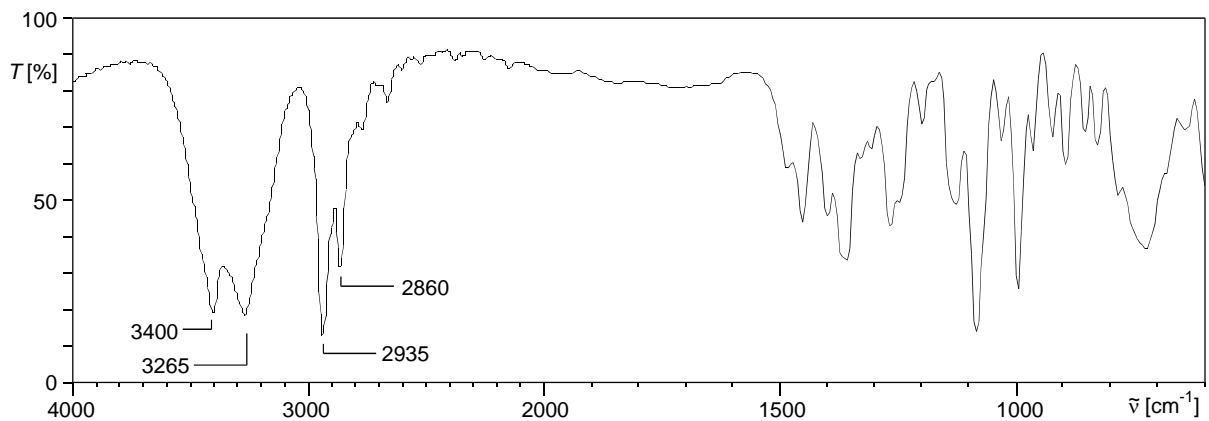
Auswertung des Versuchs

$^1\text{H-NMR}$ -Spektrum von **5** (250 MHz, CDCl_3): $\delta = 1.21\text{--}1.38$ (2 H), $1.48\text{--}1.67$ (4 H), $1.67\text{--}1.83$ (2 H), 2.37 (2 H), 3.77 (2 H).



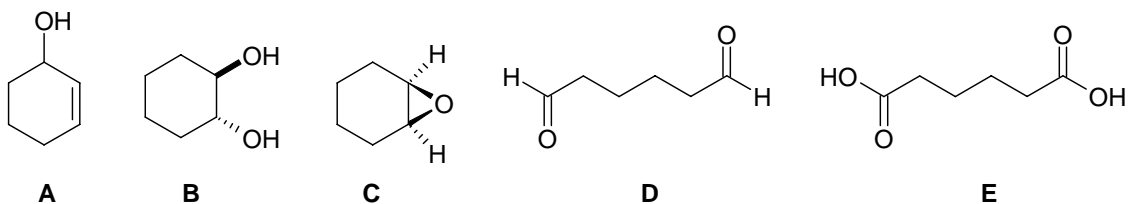
$^{13}\text{C-NMR}$ Spektrum von **5** (22.64 MHz, CDCl_3): 21.52 (CH_2), 29.89 (CH_2), 70.72 (CH).

IR-Spektrum von **5** (KBr):



- * Formulieren Sie den zu **5** führenden Reaktionsmechanismus.
- * Man diskutiere die Reaktion im Vergleich zu den anderen Umsetzungen von Alkenen mit sauerstoffhaltigen Oxidantien.

Weitere denkbare Reaktionsprodukte:



- * Mit welchen spektroskopischen Daten und einfachen Versuchen lassen sich **A–E** ausschließen?
- * Diskutieren Sie die denkbaren Reaktionsmechanismen.

Literatur, allgemeine Anwendbarkeit der Methode

Siehe [Allgemeine Arbeitsvorschrift 3.3.4](#).