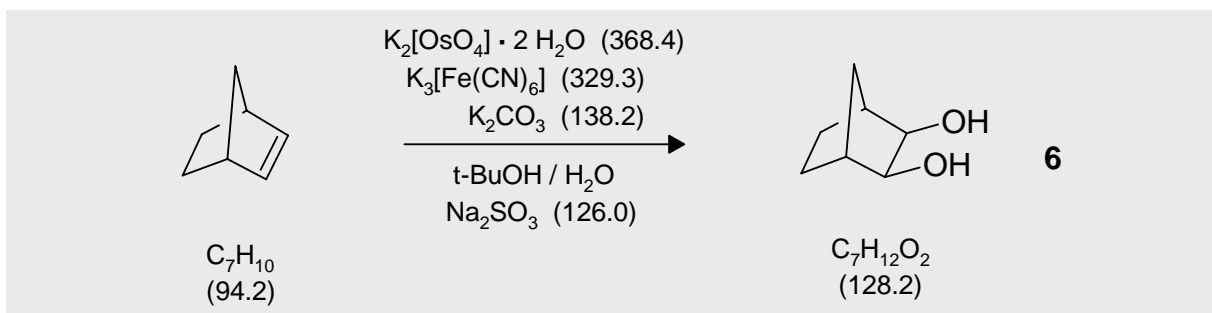


### 3.3.6 1,2-*cis*-Dihydroxylierung von Norbornen mit Kalium-osmat/Kalium-hexacyanoferrat(III) zu *exo-cis*-2,3-Norbornandiol (**6**)



**Arbeitsmethoden:** Sublimation

#### Chemikalien

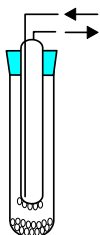
Norbornen Schmp. 44–46 °C, Sdp. 94–97 °C.

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 (2.35 g) Norbornen ein. Reaktionszeit 48 h.



#### Isolierung und Reinigung

Ausbeute und Schmelzpunkt des fast farblosen Rohproduktes **6** werden bestimmt. Zur Reinigung wird unter vermindertem Druck (10–20 hPa) bei einer Badtemperatur, die ca. 10 °C unter dem Schmelzpunkt des Rohprodukts liegt, sublimiert<sup>5</sup> (→ **E**<sub>4</sub>). Ausbeute an **6**: 90–98%, Schmp. 140 °C.

<sup>5</sup> Warum darf die Badtemperatur nicht höher gewählt werden?

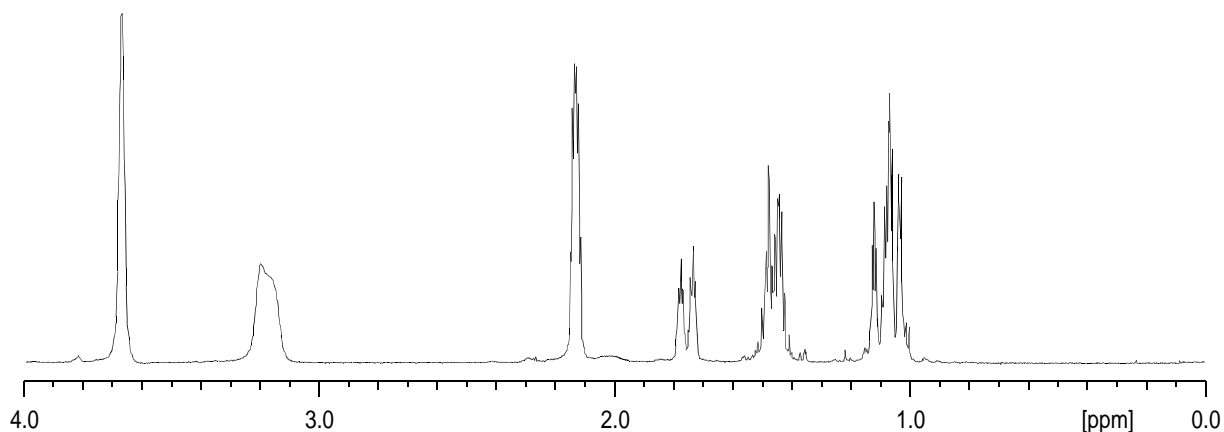
#### Hinweise zur Entsorgung (E)

Siehe Allgemeine Arbeitsvorschrift 3.3.4.

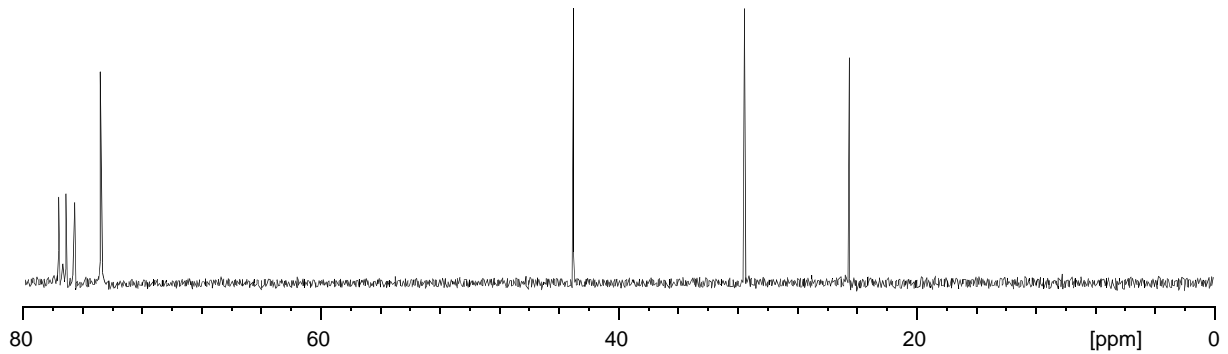
**E**<sub>4</sub>: Sublimationsrückstand mit wenig Aceton lösen → Entsorgung (RH).

#### Auswertung des Versuchs

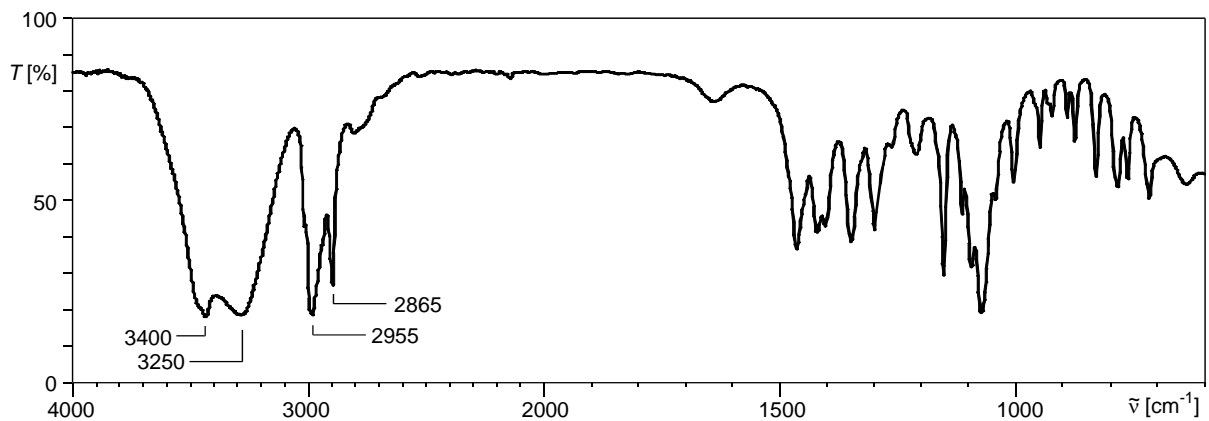
<sup>1</sup>H-NMR-Spektrum von **6** (250 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ = 1.00–1.15 (2 H), 1.35–1.57 (2 H), 1.75 (2 H), 2.14 (2 H), 3.20 (2 H), 3.67 (2 H).



**$^{13}\text{C}$ -NMR Spektrum** von **6** (22.64 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ): 24.53 ( $\text{CH}_2$ ), 31.60 ( $\text{CH}_2$ ), 43.02 ( $\text{CH}$ ), 74.76 ( $\text{CH}$ ).

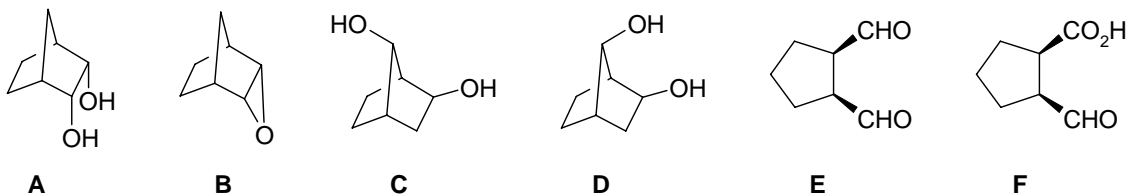


**IR-Spektrum** von **6** (KBr):



- \* Formulieren Sie den zu **6** 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–F** ausschließen?
- \* Diskutieren Sie die denkbaren Reaktionsmechanismen.

### Literatur, allgemeine Anwendbarkeit der Methode

Siehe [Allgemeine Arbeitsvorschrift 3.3.4](#).