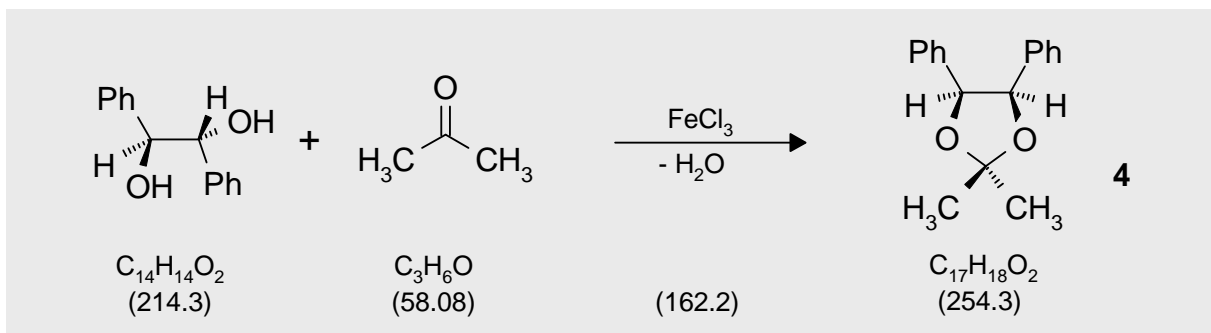


4.1.1.4 Darstellung des Acetonids **4** von *meso-cis*-1,2-Diphenyl-1,2-ethandiol mit Aceton (2,2-Dimethyl-*cis*-4,5-diphenyl-1,3-dioxolan)



Arbeitsmethoden: Arbeiten unter Feuchtigkeitsausschluss, Umkristallisation

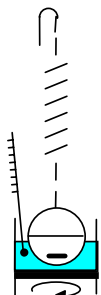
Chemikalien

<i>meso-cis</i> -1,2-Diphenyl-1,2-ethandiol	Schmp. 134 °C. Wird in Versuch 4.3.1.5 dargestellt.
Eisen(III)-chlorid <i>wasserfrei</i>	sehr hygroskopisch!
Aceton	Sdp. 56 °C, $d = 0.79$ g/ml, Dampfdruck bei 20 °C: 233 hPa. Zur Trocknung siehe "Arbeitsmethoden"!
Cyclohexan	Sdp. 80 °C, $d = 0.78$ g/ml, Dampfdruck bei 20 °C: 104 hPa.
Essigsäureethylester:	Sdp. 77 °C, $d = 0.90$ g/ml, Dampfdruck bei 20 °C: 97 hPa.
Acetonitril	Sdp. 82 °C, $d = 0.79$ g/ml, Dampfdruck bei 20 °C: 97 hPa.

Durchführung

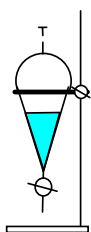
Vor Beginn **Betriebsanweisung** erstellen.

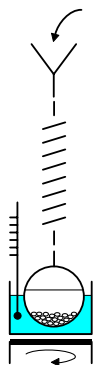
In einem trockenen 100-ml-Rundkolben mit Magnetrührstab, Rückflusskühler und Trockenrohr werden 10.0 mmol (2.14 g) 1,2-Diphenyl-1,2-ethandiol in 40 ml trockenem Aceton gelöst und rasch mit 0.60 g wasserfreiem Eisen(III)-chlorid¹ versetzt. Die Mischung wird 20 min unter Rückfluss zum Sieden erhitzt.



Isolierung und Reinigung

Der Reaktionsansatz wird in einen 250 ml Scheidetrichter auf eine Mischung aus 60 ml Wasser und 20 ml einer 10-proz. Kaliumcarbonat-Lösung gegossen und dreimal mit je 20 ml Essigsäureethylester extrahiert ($\rightarrow \mathbf{E}_1$). Die organischen Phasen werden vereinigt, nochmals mit 25 ml Wasser gewaschen ($\rightarrow \mathbf{E}_1$) und über wasserfreiem Magnesiumsulfat getrocknet. Man filtriert über einen Hirschtrichter vom Trockenmittel ab ($\rightarrow \mathbf{E}_2$), wäscht mit wenig Essigsäureethylester nach und destilliert das Lösungsmittel ab ($\rightarrow \mathbf{R}_1$), die letzten Lösungsmittelreste werden bei vermindertem Druck abgezogen. Der teilweise ölige Rückstand wird in 25 ml heißem Cyclohexan aufgenommen² und heiß über einen kleinen Trichter mit Wattebausch in einen tarierten Rundkolben abfiltriert ($\rightarrow \mathbf{E}_3$). Vom Filtrat wird am Rotationsverdampfer das Lösungsmittel abdestilliert, die letzten Lösungsmittelreste werden bei vermindertem Druck abgezogen ($\rightarrow \mathbf{R}_2$). Vom kristallinen Rohprodukt sind Schmelzpunkt und Ausbeute zu bestimmen.





Zur Umkristallisation prüfe man folgende Lösungsmittel und protokolliere die Löslichkeit:

- Acetonitril (Sdp. 81 °C, DK 37.5); (→ **E₄**)
- Cyclohexan (Sdp. 80 °C, DK 2.0); (→ **E₄**)
- Methylcyclohexan (Sdp. 101 °C, DK ca. 2); (→ **E₄**)

Zur Reinigung wird in einem 25 ml Rundkolben mit Rückflusskühler aus Acetonitril umkristallisiert, Kristallisation im Eisbad, Absaugen auf einem Hirschtrichter (→ **E₃**). Man bestimme Ausbeute und Schmelzpunkt des Reinprodukts. Ausbeute an **4**: 60–70%, Schmp. 61–62 °C.

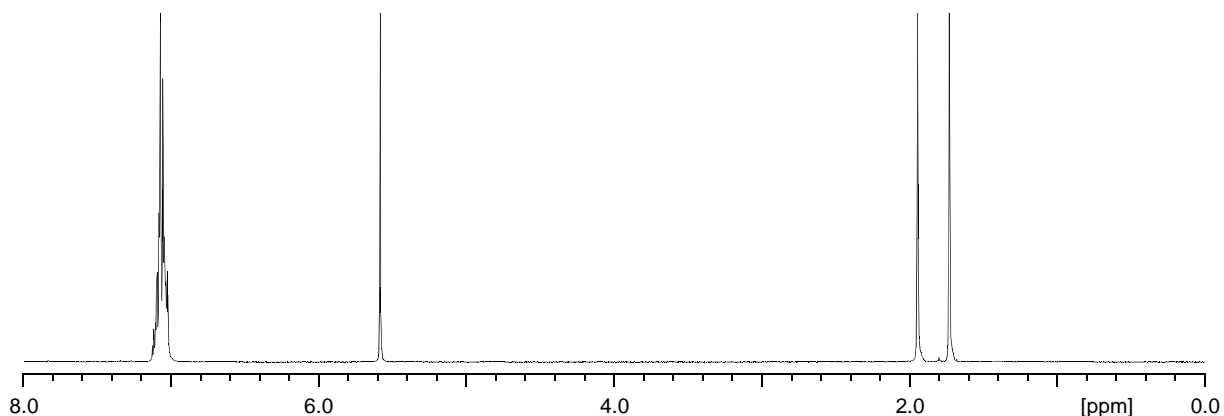
- ¹ Welche Funktion hat das FeCl₃?
- ² Um welches Produkt handelt es sich bei dem in Cyclohexan unlöslichen Rückstand? Prüfen!

Hinweise zur Entsorgung (E), Recycling (R) der Lösungsmittel

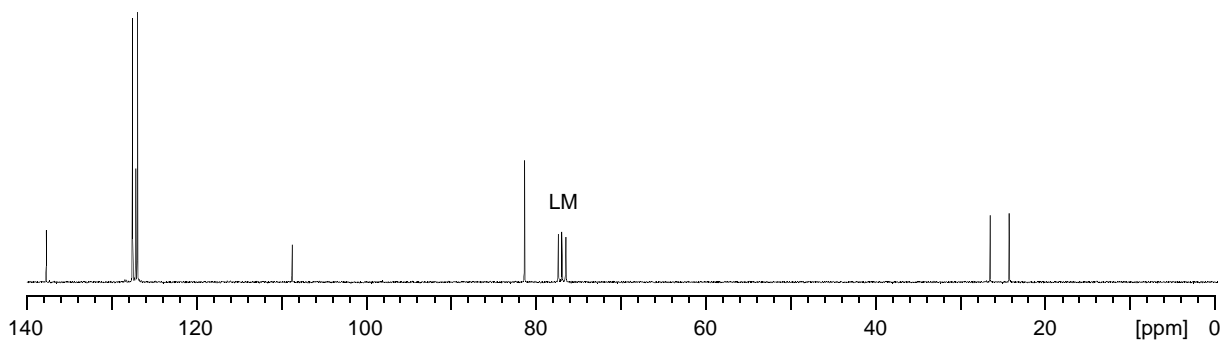
- E₁**: Wässrige Phasen → Entsorgung (H₂O mit RH).
- E₂**: Kontaminiertes Trockenmittel → Entsorgung (Anorg. Feststoffe).
- E₃**: Wattebausch mit org. Rückstand, Papierfilter → Entsorgung (Org. Feststoffe).
- E₄**: Mutterlaugen → Entsorgung (RH).
- R₁**: Destillat → Recycling (Essigsäureethylester).
- R₂**: Destillat → Recycling (Cyclohexan).

Auswertung des Versuchs

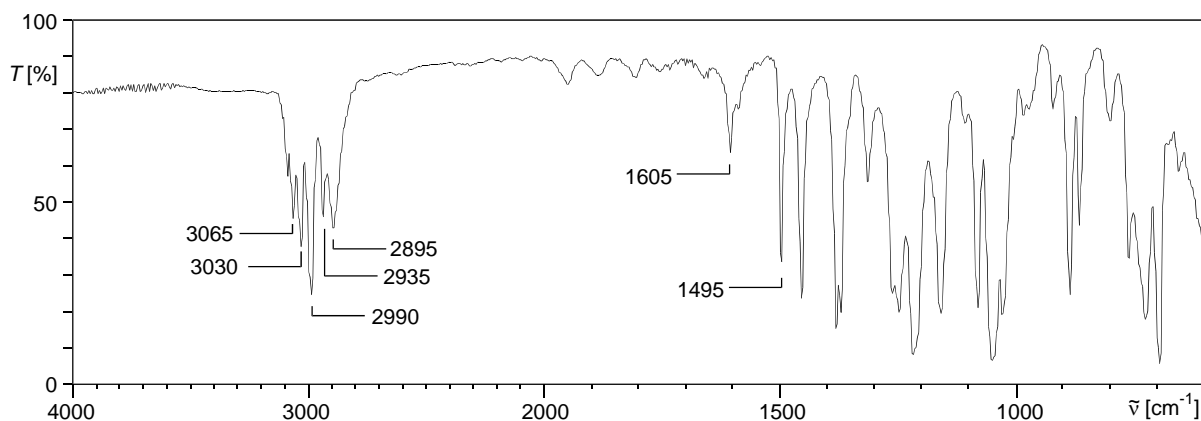
¹H-NMR-Spektrum von **4** (300 MHz, CDCl₃): δ = 1.65 (3 H), 1.87 (3 H), 5.55 (2 H), 6.96–7.13 (10 H).



¹³C-NMR Spektrum von **4** (75,5 MHz, CDCl₃): δ = 24.58 (CH₃), 26.82 (CH₃), 81.53 (CH), 126.98 (CH), 127.21 (CH), 127.58 (CH), 137.74 (C).

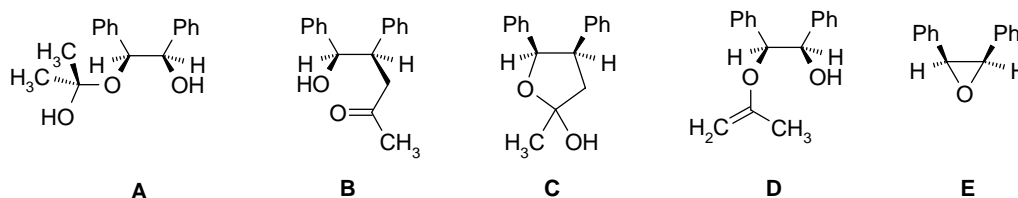


IR-Spektrum von 4 (KBr):



- * Formulieren Sie den zu **4** führenden Reaktionsmechanismus.
- * Welchen Zweck hat die Darstellung von **4**? Ziehen Sie das Ergebnis der Reaktion von **4** mit Säuren bzw. Basen heran.

Weitere denkbare Reaktionsprodukte:



- * Mit welchen spektroskopischen Daten lassen sich **A–E** ausschließen?
- * Diskutieren Sie die denkbaren Reaktionsmechanismen. In welchem Zusammenhang stehen **A, D** und **B, C**?

Literatur, allgemeine Anwendbarkeit der Methode

Literatur, auf der dieser Versuch beruht: [1]. An Stelle von FeCl_3 kann wasserfreies CuSO_4 ^[2] oder ZnCl_2 eingesetzt werden.^[3]

[1] D. R. Paulson, A.L. Hartwig, G. F. Movan, *J. Chem. Educ.* **1973**, *50*, 216–217.

[2] R.P. Hanzlik, M. Leimwetter, *J. Org. Chem.* **1978**, *43*, 438–440.

[3] A.I. Vogel, *Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry*, Burnt Mill, Harlow **1989**, 5. Auflage S. 651.