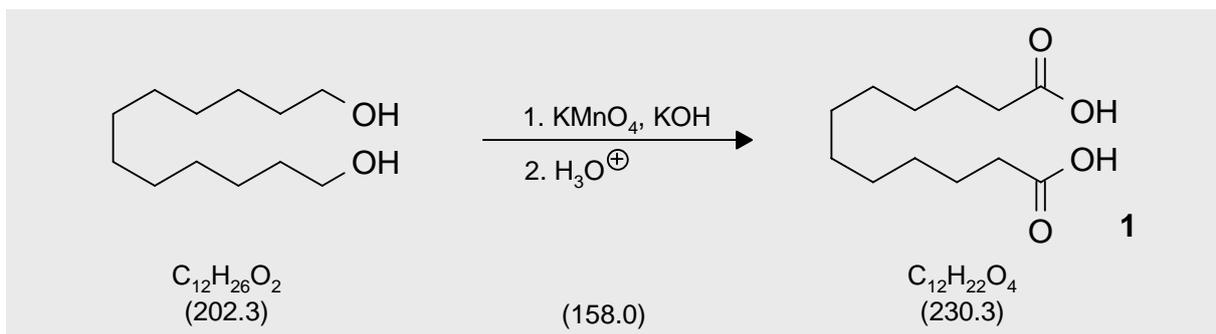


6.1.2.1 Oxidation von 1,12-Dodecandiol mit Kaliumpermanganat zu Dodecandisäure (1)



Arbeitsmethoden: Umkristallisation

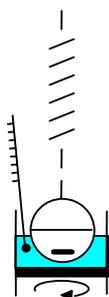
Chemikalien

1,12-Dodecandiol
Kaliumpermanganat
Kaliumhydroxid

Schmp. 78–80 °C.

Brandfördernd.

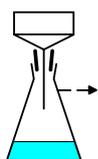
Verursacht **schwere Verätzungen**. Sofort mit viel Wasser abspülen.



Durchführung

Vor Beginn **Betriebsanweisung** erstellen.

In einem 500 ml-Rundkolben mit Rückflusskühler und Magnetrührstab werden unter Rühren zu einer Mischung aus 25.0 mmol (5.06 g) 1,12-Dodecandiol und 3.0 g Kaliumhydroxid in 200 ml Wasser 68.0 mmol (10.75 g) Kaliumpermanganat portionsweise zugegeben. Die Mischung wird langsam zum Sieden erhitzt, bis die violette Farbe des Permanganats verschwunden ist (1–2 h).¹



Isolierung und Reinigung

Die noch heiße Reaktionsmischung wird über einen großen Büchnertrichter (mit Filterhilfe!) abgesaugt und mit 50 ml heißem Wasser nachgewaschen (Filterrückstand → **E**₁). Die vereinigten wässrigen Filtrate werden mit halbkonz. Salzsäure angesäuert und langsam abgekühlt, zuletzt im Eisbad. Das ausgeschiedene, kristalline Produkt wird abgesaugt, mit wenig Eiswasser gewaschen (Filtrat → **E**₂), lufttrocken gesaugt und im Exsikkator über Kieselgel bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Man bestimme Ausbeute und Schmelzpunkt des Rohprodukts.

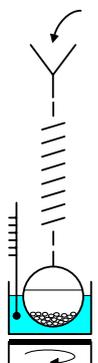
Zur Umkristallisation prüfe man folgende Lösungsmittel und protokolliere die Löslichkeit:

Ethanol (Sdp. 78 °C, DK 24.3) (→ **E**₄)

Ethanol/Wasser (1:10) (→ **E**₃)

Essigsäureethylester (Sdp. 77 °C, DK 6.0) (→ **E**₄)

Cyclohexan (Sdp. 80 °C, DK 2) (→ **E**₄)



Das Rohprodukt wird aus Ethanol/Wasser 1:10 umkristallisiert (Mutterlauge → **E**₃) und im Exsikkator über Kieselgel getrocknet. Man bestimme Ausbeute und Schmelzpunkt des umkristallisierten *Reinprodukts*. Ausbeute an **1**: 40–60%, Schmp. 128–129 °C.

¹ Was ist zu beobachten?

Hinweise zur Entsorgung (E)

E₁: Filtrerrückstand (Braunstein) → Entsorgung (Anorg. Feststoffe).

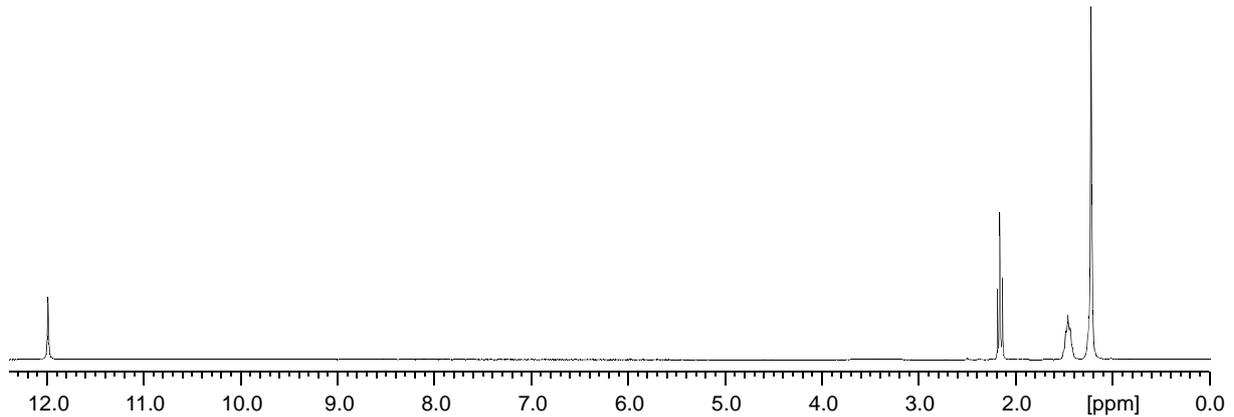
E₂: Saures Filtrat mit organischen Verunreinigungen, nach Neutralisation mit NaOH → Entsorgung (H₂O mit RHal/Halogenid).

E₃: Wässrige Mutterlauge → Entsorgung (H₂O mit RH).

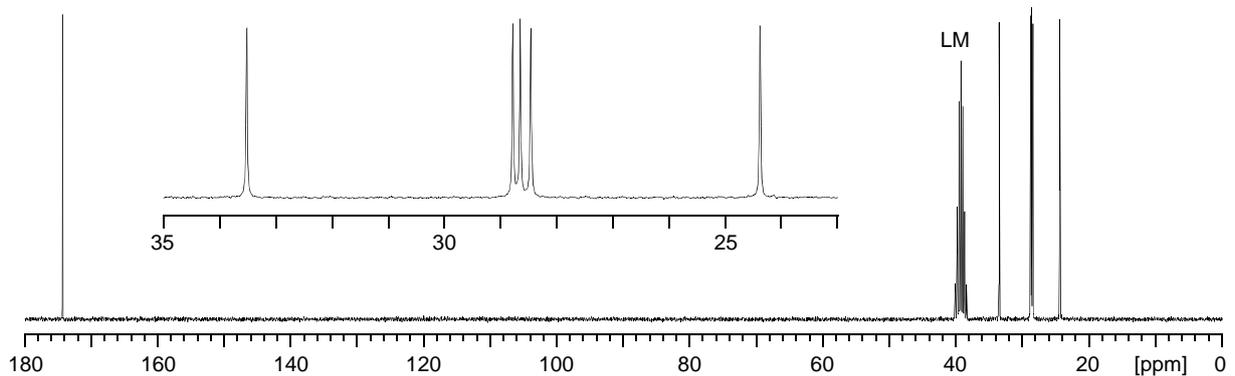
E₄: Organische Mutterlaugen → Entsorgung (RH).

Auswertung des Versuchs

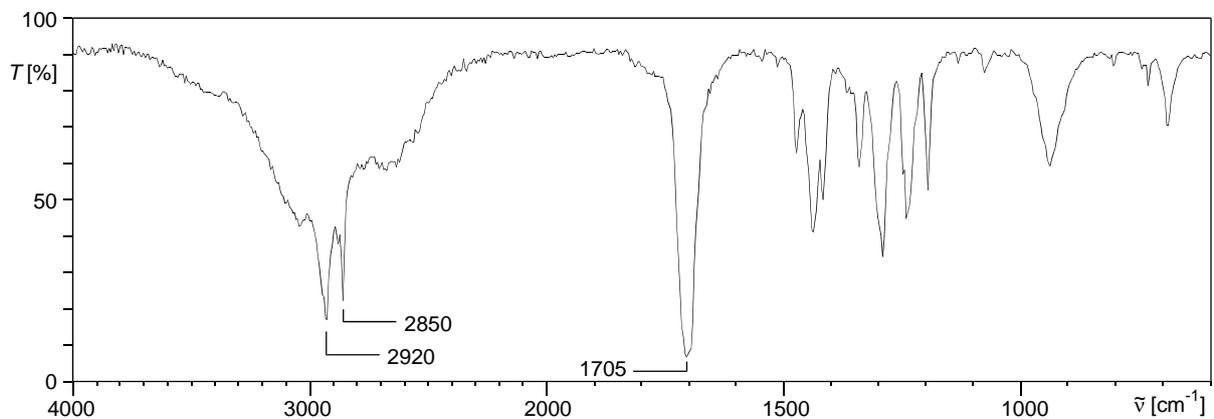
¹H-NMR-Spektrum von **1** (300 MHz, DMSO-d₆): δ = 1.18–1.30 (12 H), 1.47 (4 H), 2.17 (4 H), 11.95 (2 H).



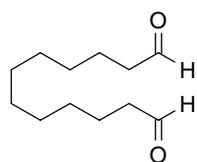
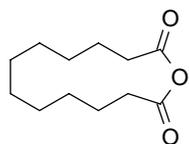
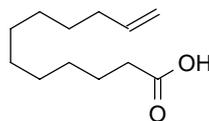
¹³C-NMR-Spektrum von **1** (75.5 MHz, DMSO-d₆): 24.39 (CH₂), 28.47 (CH₂), 28.66 (CH₂), 28.79 (CH₂), 33.53 (CH₂), 174.36 (C).



IR-Spektrum von **1** (KBr):



* Formulieren Sie den zu **1** führenden Mechanismus. Diskutieren Sie die partiellen Redoxgleichungen.

Weitere denkbare Reaktionsprodukte:**A****B****C**

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

Literatur, allgemeine Anwendbarkeit der Methode

Die Oxidation von primären Alkoholen mit KMnO_4 zu Carbonsäuren ist eine sehr allgemeine Reaktion, siehe [Einführung zu Kap. 6.1.2.](#)