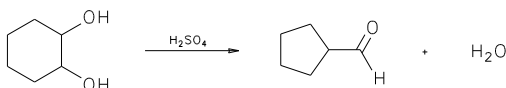


11.1. Cyclopentancarbaldehyd

Cyclopentancarbaldehyd ist eine Stufe eines Dreistufenpräparates:

Cyclohexen (3.5.) → trans-1,2-Cyclohexandiol (2.2.1.) → Cyclopentancarbaldehyd

Reaktion:



Ansatz: 20 g *trans*-Cyclohexan-1,2-diol
65 mL 3 m H₂SO₄
70 mL Diethylether, NaCl, NaHCO₃, Na₂SO₄,

Vorschrift: Nach dem Mischen von *trans*-Cyclohexan-1,2-diol und Schwefelsäure in einem 250-mL-Rundkolben wird direkt aus dem Kolben mit einem einfachen Destillationsaufsatz destilliert indem das Heizbad schnell auf ca. 180 °C (evtl. noch höher) geheizt wird. Die Mischung im Destillationskolben wird während der Reaktion schwarz. Das Produkt ist in der farblosen oberen Schicht in der Vorlage enthalten.

Es soll solange destilliert werden, bis keine Zunahme der oberen Schicht zu beobachten ist, was unterschiedlich lange dauern kann - 15 min oder auch eine bzw. mehrere Stunden.

Anschließend wird nach Zugabe von 50 mL Ether und Kochsalz bis zur Sättigung die organische Phase im Scheidetrichter abgetrennt und die wässrige dann noch zweimal mit je 20 mL Diethylether extrahiert. Die vereinigten Etherextrakte werden danach zweimal mit je 20 mL gesättigter Natriumhydrogencarbonatlösung sowie zweimal mit je 20 mL Wasser (auf neutrale Reaktion prüfen) gewaschen und über Natriumsulfat getrocknet. Nach Trocknung wird über eine kleine Destillationsbrücke mit kurzer Vigreux-Kolonnen destilliert.

Literatur: nach Autorenkollektiv, *Organikum*, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften der DDR, 1999, 20. Auflage, 614)

Produkt: Cyclopentancarbaldehyd: Sdp.: 137 °C, $\eta = 1,4423$ (20 °C)

Ausbeute:

Mechanismus: Pinacolon-Umlagerung nach Dehydratisierung von 1,2 Diolen

Bemerkungen: Es ist unbedingt erforderlich, dass der Diethyletherextrakt neutral ist, da es ansonsten während der Destillation zu Nebenreaktionen kommen kann. Die Dehydratisierung kann auch mit Phosphorsäure vorgenommen werden, jedoch ist in diesem Fall vor der Destillation ein 3-stündiges Sieden unter Rückfluß notwendig. Falls erforderlich, kann der Ansatz verkleinert werden.

Je 100 g Wasser lösen bei 20 °C 35,8 g reines NaCl und bei 15 °C 8,8 g NaHCO₃ auf.

Gefährdung: Schwefelsäure wirkt ätzend (C), Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Cyclopentancarbaldehyd wirkt reizend (Xi), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Augen und Haut vermeiden. Diethylether ist hochentzündlich (F+), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

Entsorgung: Reaktionslösung in Sammelbehälter für anorganische Säuren. Waschwasser in Sammelbehälter für Spül- und Waschwasser (neutral). Natriumsulfat in Behälter für Filter- und Aufsaugmassen. Destillationsvorlauf und -rückstand sowie Diethylether in Sammelbehälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel.

Zeitaufwand: Apparaturaufbau: 1,0 h; Reaktionsdauer: 1,0 h; Aufarbeitung: 2,0 h.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelz- punkt °C	Siede- punkt °C	Gefahrstoff- symbol	H-Sätze	P-Sätze
Cyclopentancarbaldehyd	98,14		133,5	Xi	H225, H315, H319, H335	P210, P240, P241, P242, P243, P261, P264, P280, P302+P352, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P312, P321, P332+P313, P337+P313, P370+P378, P403+P233, P403+P235, P405, P501
<i>trans</i> -1,2-Cyclohexandiol	116,16	101-04	231 - 233			
Diethylether	74,12	-116	34,5	F+, Xn	EUH019, EUH066, H224, H302, H336	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P264, P280, P301+P312, P303+P361+P353, P330, P370+P378, P403+P235, P501
Schwefelsäure, 25 %	98,08		103	C	H314	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P405, P501
Natriumchlorid	58,45	802	1413			
Natriumhydrogencarbonat	84,10	270				
Natriumsulfat	142,04	888				

2. Schutzmaßnahmen sowie Anweisungen zur Ersten Hilfe und Verhaltensregeln bei kleinen Unfällen

Substanzname	Schutzmaßnah.		Anweisungen zur Ersten Hilfe				Störfallverhalten/ kleine Unfälle
	allgem.	Körper	Haut	Augen	Inhalati.	Verschl	
Cyclopentancarbaldehyd		BHK	KW	WA	LB	KA	CTW
<i>trans</i> -1,2-Cyclohexandiol		BHK	KW	W	L	WEA	PSch
Diethylether	ADL	BHK	WK	WA	LB	FA	PSch
Schwefelsäure, 25 %	ADL	BHK	WF	WA	LA	WA	Auf Umgebung abstimmen
Natriumchlorid	AD	BK	W	W	L	A	
Natriumhydrogencarbonat	AD	BK	W	W	L		
Natriumsulfat	AD	BK	W	W	L		