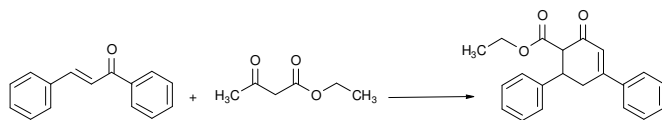


9.4.2. 2-Ethoxycarbonyl-3,5-diphenyl-cyclohex-5-en-1-on

Reaktion:



Ansatz: 500 mg Bariumhydroxid
3,15 ml Ethylacetoacetat
5,2g Benzylidenacetophenon
100 ml Ethanol

Vorschrift: Nachdem Benzylidenacetophenon in einem Gemisch aus Ethylacetoacetat und Ethanol gelöst und mit dem aktiviertem Bariumhydroxid als Katalysator versetzt wurde, wird der Reaktionsansatz 8 Stunden unter Rückfluß erhitzt. Nach dem Abkühlen soll das Produkt saugfiltriert und mit viel kaltem Wasser gewaschen werden, solange bis der pH-Wert des Filtrats neutral ist. Dabei wird Bariumhydroxid gelöst. Das Produkt wird getrocknet und in Ethanol umkristallisiert.

Literatur: A.Garcia-Raso; *J.Chem.Educ.* 63 **1986**, 443

Produkt: 2-Ethoxycarbonyl-3,5-diphenyl-cyclohex-5-en-1-on; Smp.: 111-112 °C

Ausbeute:

Mechanismus: Addition CH-acider Verbindungen an vinyloge Carbonylverbindungen (Michael-Addition) mit anschließender Aldolkondensation

Bemerkungen: Das Bariumhydroxid x 8 H₂O muss durch dreistündiges Erhitzen bei 200 °C im Trockenschrank aktiviert werden. Nachdem das wasserfreie Bariumhydroxid fein gemörsert wurde, ist es bei Aufbewahrung im Exikkator mehrere Monate aktiv.

Das Produkt kann dünnschichtchromatographisch auf Reinheit überprüft werden. Fließmittel: Chloroform; Detektion: UV-Lampe; R_f-Wert: 0,3 (langgezogener Spot).

Falls ein Produkt mit einem Smp. von 164 °C entsteht, dann handelt es sich 2-Ethoxycarbonyl-3,5-diphenyl-5-hydroxycyclohexan-1-on.

Gefährdung: Bariumhydroxid x 8H₂O wirkt ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen, Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Ethanol ist leicht entzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten

Entsorgung: Die Reaktionslösung ist vor der Entsorgung zu neutralisieren, danach in den Sammelbehälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel. Die Kristallisationslaugen in den Sammelbehälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel.

Zeitaufwand: Apparaturaufbau: 0,5 h; Reaktionsdauer: 6,0 h; Aufarbeitung: 1,0 h

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelz- punkt °C	Siede- punkt °C	Gefahrstoff- symbol	H-Sätze	P-Sätze
2-Ethoxycarbonyl-3,5-diphenyl-cyclohex-5-en-1-on	320,4	111-112				
Bariumhydroxid x 8 H ₂ O	315,48	78		C, Xn	H302, H314, H332	P260, P264, P280, P301+P312, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P405, P501
Bariumhydroxid	171,35			C, Xn	H302, H314, H332	P260, P264, P280, P301+P312, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P405, P501
Ethylacetoacetat	130,14	-45	180,8	Xi	H319	P264, P280, P305+P351+P338, P337+P313
Benzylidenacetophenon (Chalcon)	208,26	55-57	>346	Xn	H302, H319, H335	P261, P264, P280, P301+P312, P304+P340, P305+P351+P338, P330, P337+P313, P403+P233, P405, P501
Ethanol	46,07	-114	78,2	F	H225	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P280, P303+P361+P353, P370+P378, P403+P235, P501

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

Substanz	Schutzmaßnahmen allgemein	Schutzmaßnahmen Körper	Anweisungen zur ersten Hilfe Haut	Anweisungen zur ersten Hilfe Augen	Anweisungen zur ersten Hilfe Inhalation	Anweisungen zur ersten Hilfe Verschlucken	Störverhalten bei kleinen Unfällen
2-Ethoxycarbonyl-3,5-diphenyl-cyclohex-5-en-1-on							
Bariumhydroxid x 8 H ₂ O	ADL	BK	WK Polyethylenglycol 400	WA	LA	WA	
Bariumhydroxid	ADL	BK	WK Polyethylenglycol 400	WA	LA	WA	
Ethylacetoacetat	ADL	BK	WK	WA	L	WA	WCSchP
Benzylidenacetophenon(Chalcon)	ADL	BK	WK	W	L	WEA	PC
Ethanol	DKL	BHK	WK	WA	L	WA	CSchP