

## 8-2 Reduktion von 4-tert-Butylcyclohexanon mit Natriumborhydrid

Reaktionstyp: Reduktion mit komplexen Metallhydriden

Arbeitstechnik und Methoden: Säulenchromatografie nicht UV-aktiver Substanzen

Geräte: Standardgeräte, Säule, Reagenzglasständer oder Fraktionssammler, ca. 50 Reagenzgläser

Chemikalien:

0.12 g Natriumborhydrid, ~ 10 ml abs. Ethanol, 1g 4-tert-Butylcyclohexanon, verd. Salzsäure, Natriumsulfat, Anisaldehyd-Sprühareagenz (1 ml Anisaldehyd + 2 ml Schwefelsäure + 100 ml Eisessig, Kieselgel ca. 80 g, Hexan, Ethylacetat)

Warnhinweise:

**Natriumborhydrid** ist leichtentzündlich und giftig. Darüber hinaus kann die ätzende Wirkung zu schweren Augenschäden führen. Bei Kontakt mit Wasser oder Alkoholen entwickelt sich Wasserstoff. Die Reaktion ist aber nicht so heftig, wie bei Lithiumaluminiumhydrid, weshalb die Substanz z.B. zur Vernichtung portionsweise in Wasser aufgelöst werden kann. Um die bei der Hydrolyse entstehende **Borsäure** hat es in der jüngeren Vergangenheit einige Aufregung gegeben, weil deren reproduktionstoxisches Potential aufgedeckt wurde, nachdem die Substanz jahrelang Bestandteil von diversen Medikamenten war. Pharmakologisch ist die Substanz daher inzwischen „out“, aber Sie müssen sich auch in diesem Versuch nicht übermäßig sorgen, denn Sie bekommen es hier nur mit verdünnten Lösungen der Borsäure zu tun. Es kommt also nur Hautkontakt als Gefährdung in Frage. Borsäure wird aber durch die intakte Haut kaum resorbiert. Nach derzeitigem Kenntnisstand wird überdies eine tägliche (!) Aufnahme in der Größenordnung von 1 bis 10 mg für unbedenklich gehalten. Sie müssten also so ziemlich alles falsch machen, um eine kritische Dosis in den Körper zu bekommen.

Bezüglich der Gefährdung durch eingeatmete **Kieselgel**stäube herrscht derzeit ebenfalls eine gewisse Hysterie, offensichtlich, weil „vorsichtshalber“ alle Silikatstäube bezüglich ihrer Gefährdung in einen Topf geworfen werden. Kieselgel ist aber nach augenblickliche Kenntnisstand kein Gefahrstoff im Sinne der Gefahrstoffverordnung. Insbesondere sind Befürchtungen, die Stäube seien krebserzeugend, ganz offensichtlich unbegründet. Anders z.B. beim Einatmen von „Kieselgur“, also Siliziumdioxidschalen fossiler Kieselalgen. Hier wird eine Gefahr von Gesundheitsschäden bei lang andauernder Exposition gesehen. Damit haben Sie es hier aber nicht zu tun. Unabhängig davon sollten Sie dennoch das Einatmen des leicht staubenden Kieselgels vermeiden. Führen Sie dazu alle Ab- und Umfüllvorgänge im Abzug durch. Beachten Sie, dass verbrauchtes Kieselgel mit adsorbierten Stoffen belastet ist, was das Gefährdungspotential beim Einatmen vergrößern kann.

Hinweise:

In diesem Versuch haben sie es mit einer sehr leicht durchführbaren Reaktion zu tun. Anspruchsvoller ist dagegen die säulenchromatografische Auftrennung der beiden entstehenden Produkte, der sie hier Ihre volle Aufmerksamkeit widmen sollten. Beide Produkte sind farblos und lassen sich auch auf der Dünnschichtkarte durch Bestrahlen mit UV-Licht nicht nachweisen. Das hier vorgestellte Problem ist eine in der präparativen organischen Chemie sehr häufig anzutreffende Situation. Sie müssen hier zunächst „blind“ chromatografieren und das auslaufende Eluat in vielen einzelnen kleinen Fraktionen (Reagenzgläser) auffangen und können erst im nachhinein untersuchen, in welchen Fraktionen sich die Produkte befinden.

Das Fraktionieren des Eluats kann man sehr komfortabel mit Fraktionssammlern automatisieren, die nichts weiter machen, als nach einer einstellbaren Zeit das nächste

Reagenzglas unter die Säule zu bewegen. Sie können sich einen solchen Fraktionssammler von den Assistenten ausleihen, **müssen dann aber strikt darauf achten, Reagenzgläser der richtigen Größe (Durchmesser: 18 mm) zu verwenden.**

Zum Anfärben von farblosen Dünnschichtflecken gibt es Hunderte von Reagenzien. Das hier vorgestellte Anisaldehyd-Schwefelsäure-Reagenz (Ekkert's Reagenz) färbt relativ unspezifisch die unterschiedlichsten Substanzen an. Die dabei ablaufenden Reaktionen sind noch weitgehend unbekannt.

Dünnschichtchromatogramme:

Sie werden bei diesem Versuch sehr viele Dünnschichtchromatogramme anfertigen müssen. Es schont nicht nur den Institutsgebeutel, sondern verschafft Ihnen auch schnellere und übersichtlichere Ergebnisse, wenn Sie mehrere Fraktionen auf **einer** DC-Karte untersuchen. Wenn Sie die Technik auch nur halbwegs beherrschen, können Sie die Startflecken in einem Abstand von 3 bis 4 mm nebeneinander auftragen. Beschriften Sie mit einem weichen Bleistift, um die Chromatogramme später eindeutig identifizieren zu können. So lange Sie sich lediglich orientieren, wo sich Ihre Substanzen befinden, können Sie zum Auftragen auch immer die gleiche Kapillare verwenden. Erst wenn Sie abschließend die Einheitlichkeit Ihrer isolierten Substanzen bestimmen, brauchen Sie für jedes DC eine frische Kapillare.

Herstellung des Anfärbereagenz':

1 ml Anisaldehyd (4-Methoxybenzaldehyd) und 2 ml konz. Schwefelsäure werden in 100 ml Eisessig gelöst. Das Reagenz ist bei Raumtemperatur mehrere Tage haltbar. Deshalb ist es zweckmäßig, wenn ein einmal hergestelltes Reagenz von allen Praktikanten benutzt wird, die diesen Versuch durchzuführen haben.

Anfärben von Dünnschichtkarten:

Tauchen Sie das entwickelte Chromatogramm kurz in das Färbereagenz! Vorteilhaft verwenden Sie dazu eine Färbekammer, die Sie normalerweise auch für die Entwicklung Ihrer Dünnschichtchromatogramme benutzen. Leihen Sie sich dazu eine zweite Färbekammer von einem Kommilitonen oder aus der Materialverwaltung! Streifen Sie beim Herausziehen der Karte anhaftende Flüssigkeit möglichst vollständig ab, indem Sie die Karte mit der Schichtseite sanft über den Glasrand ziehen! Blasen Sie die Karte im Abzug (Eisessig!) mit einem Fön in der Weise an, dass die Karte sich **langsam (!)** erwärmt. Bei einer bestimmten Temperatur (meist bei 90 - 125 °C) erscheinen plötzlich Flecken, die für das Edukt und die beiden Produkte unterschiedliche Färbung haben. Heizen Sie so lange auf, bis Sie die Flecken gut erkennen können. Vorsicht: Bei zu starker Hitze wird auch der Rest der Karte dunkel! Umranden Sie die Flecken sogleich mit einem Bleistift, da die Flecken beim Erkalten allmählich ganz oder teilweise wieder verblassen.

Beschaffung und Vorbereitung der Reagenzgläser:

Sie benötigen für den Versuch etwa 50 Reagenzgläser, ev. auch etwas mehr. Reagenzgläser gibt es im Praktikum eimerweise, säckeweise – überall. Meist ‚vergessen‘ Ihre Vorgänger das Saubermachen, weshalb Sie das selbst erledigen müssen, was keine großen Probleme macht, wenn Sie das **rechtzeitig**, also z. B. drei Tage vorher mittels Bürste, Wasser und Scheuerpulver erledigen, damit die Reagenzgläser auch trocken sind, wenn Sie sie brauchen. Wenn Sie sich hinterrücks neue Reagenzgläser beschaffen, um das Saubermachen zu sparen und dadurch den nächsten Eimer Reagenzgläser erzeugen, der anschließend auch noch im Praktikum im Weg herumsteht, könnte das einen Faulheitsabzug in der Protokollnote zu diesem Versuch geben!

Wenn Sie mit dem Fraktionssammler arbeiten:

Leihen Sie sich einen Fraktionssammler bei den Assistenten aus. Da Sie mehr Reagenzgläser brauchen als der Drehteller fasst, brauchen Sie noch einen zusätzlichen Reagenzglasständer oder notfalls ein großes Becherglas zum Deponieren der Reagenzgläser. Stellen Sie die Füllhöhe fest,

wenn ein Reagenzglas mit etwa 15 ml gefüllt ist. Lassen Sie beim ersten Reagenzglas den Fraktionssammler erst einmal ausgeschaltet und stoppen Sie die Zeit, die benötigt wird, bis die 15 ml aus der Säule ausgelaufen sind. Schalten Sie dann den Fraktionssammler ein und stellen die gestoppte Zeit als Wechselintervall ein. Jetzt sollte der Reagenzglaswechsel automatisch zur richtigen Zeit erfolgen. Nummerieren Sie alle Reagenzgläser fortlaufend!

**Achtung! Der Fraktionssammler benötigt andere Reagenzgläser als die, die üblicherweise im Praktikum verwendet werden!**

Wenn Sie mit Reagenzglasständen arbeiten:

Sorgen Sie für eine ausreichende Menge an Reagenzglasständen. Der kleine Kunststoffblock Ihrer Grundausstattung ist für diesen Zweck völlig unbrauchbar, aber Sie finden überall in Praktikum Holzständer, die von dem in den gleichen Räumen samstags stattfindenden Medizinerpraktikum verwendet werden. Stehen diese Ständer nicht offen herum, so sehen Sie in den Unterschränken der Abzüge oder auch in dem Schrankfach für den Hausmüllbehälter nach. Wenn Sie im eigenen Labor nicht fündig werden, dann bestimmt in einem der anderen Grundpraktikumsräume.

**Beachten Sie, dass diese Ständer über das Wochenende vom Medizinerpraktikum benötigt werden! Teilen Sie die Zeit also so ein, dass die Ständer dem Praktikum rechtzeitig wieder zur Verfügung stehen und vergessen Sie nicht, die Ständer spätestens zum Wochenende wieder an Ort und Stelle zurückzubringen!**

Stellen Sie die Füllhöhe fest, wenn ein Reagenzglas mit etwa 15 ml gefüllt ist und markieren Sie alle Reagenzgläser mit einem entsprechenden „Eichstrich“ (Filzstift). Nummerieren Sie alle Reagenzgläser fortlaufend!

Qualität des Natriumborhydrids:

Natriumborhydrid ist eine leicht verderbliche Substanz. (Was entsteht als Zersetzungsprodukt?) Misstrauen Sie allen Chargen, die schlecht behandelt aussehen. Schlecht behandelt worden sind Chargen, die aus einer aufgemachten Dose bestehen, in die ein Beutelchen mit verklumptem Natriumborhydrid lose hineingeknüllt ist. Gut behandelt worden sind Chargen, die sich in einer dicht verschlossenen Flasche befinden, sowie natürlich alle Substanzen, die sich in noch ungeöffneter Originalverpackung befinden. Wenn Sie selbst eine Originalverpackung öffnen, so behandeln Sie diese Substanz natürlich besser, nämlich entsprechend der Anleitung unter

[http://www.bcp.fu-berlin.de/chemie/chemie/studium/ocpraktikum/ressourcen/laborpraxis/laborpraxis\\_webinfos/dosen/index.html](http://www.bcp.fu-berlin.de/chemie/chemie/studium/ocpraktikum/ressourcen/laborpraxis/laborpraxis_webinfos/dosen/index.html)

Geben Sie zum Prüfen der Substanz eine Spatelspitze in etwas Wasser und rühren Sie um, weil das Pulver dazu neigt, auf der Oberfläche zu schwimmen. Sie sollten dabei ein schwaches bis mäßiges Aufschäumen beobachten. Liegt das Natriumborhydrid als Granulat oder gepresste Pille vor, ist das ein Grund sich zu freuen, denn sehr wahrscheinlich ist alles Material, was sich nicht an der Oberfläche befindet, noch aktiv. Die leider meist steinharte Pille muss allerdings vor der Verwendung mit einem Mörser zu Pulver verrieben werden<sup>1</sup>. Das erhaltene Pulver sollten sie zügig für Ihre Reaktion einsetzen. Reste des Pulvers werden durch Eintragen in Wasser vernichtet und auf gar keinen Fall in die Vorratsflasche zurückgegeben! Auch wenn auch dabei wieder eine Borsäurelösung entsteht, dürfen Sie diese kleine Menge einfach ins Ausgussbecken schütten.

Wenn Sie trotzdem Pech haben und die Reaktion nicht oder nur unvollständig abläuft, ist es wenig sinnvoll, die Flinte ins Korn zu schmeißen und noch mal von vorn anzufangen. Besser, sie geben in

<sup>1</sup> Im Gegensatz zum Lithiumaluminiumhydrid ist das in diesem Fall nicht gefährlich.

den Reaktionsansatz weiteres Natriumborhydrid und warten noch ein wenig ab. Auch bei einem partiell verdorbenen Natriumborhydrid haben Sie irgendwann eine ausreichende Menge im Kolben!

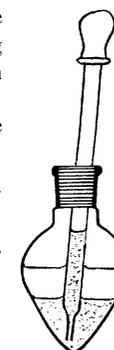
Ausführung:

In einem 50 ml Einhalskolben wird 1 g 4-tert-Butylcyclohexanon unter magnetischem Rühren in ca. 10 ml abs. Ethanol gelöst und auf 0 °C abgekühlt. Dann werden 0.12g Natriumborhydrid zugegeben. (Vorsicht: die Reaktionslösung kann aufschäumen! Kolben deshalb nicht fest verschließen!) Die Reaktionsmischung wird langsam auf Raumtemperatur erwärmt. Das Reaktionsende wird mit Hilfe der Dünnschichtchromatografie festgestellt.

*Die Reaktion ist i.a. nach 30 Minuten beendet, kann aber bei schwacher Aktivität des Natriumborhydrids verzögert sein oder ganz ausbleiben. Der dünnschichtchromatografische Nachweis ist deshalb wichtig! Lassen Sie das Edukt mitlaufen, damit sie kontrollieren können, ob der Umsatz vollständig ist! Das ist gleichzeitig ein gutes Training, um sich mit der Anfärbetechnik vertraut zu machen.*

Nach dem Reaktionsende wird die Lösung tropfenweise mit verd. Salzsäure (ca. 1M) hydrolysiert. (Meist fällt dabei etwas Borsäure aus.) Die Mischung wird mehrmals mit wenig Hexan extrahiert. Wegen der geringen Mengen geschieht dies vorteilhaft in dem Reaktionskölbchen statt im Schütteltrichter. Pipettieren Sie jeweils die untere Phase heraus, so wie es die nebenstehende Abbildung zeigt.

Die vereinigten organischen Phasen werden abschließend einmal mit Brine-Lösung (= gesättigte Kochsalzlösung, Prägen Sie sich diesen Begriff ein, denn Sie werden diesen in vielen Vorschriften wiederfinden!) gewaschen, über Natriumsulfat getrocknet, abfiltriert und bis zur Trockene eingeeengt.



Berechnen Sie die Rohausbeute im Laborjournal.

Chromatografie:

Entnehmen Sie das Füllen der Chromatographiesäule der besonderen Anleitung.

[http://www.bcp.fu-berlin.de/chemie/chemie/studium/ocpraktikum/ressourcen/laborpraxis/laborpraxis\\_handouts/aeule.pdf](http://www.bcp.fu-berlin.de/chemie/chemie/studium/ocpraktikum/ressourcen/laborpraxis/laborpraxis_handouts/aeule.pdf)

Es ist zweckmäßig, die Säule am Tage vor der Chromatografie vorzubereiten, damit Ihnen dafür ein ganzer Arbeitstag zur Verfügung steht. Schlämmen Sie ca. 80 g Kieselgel ein und verwenden Sie ein Ethylacetat/Hexan-Gemisch (1 Teil Ethylacetat und 4 Teile Hexan) als Lösungsmittel.

*Sofern das Lösemittelgemisch bereits fertig angemischt als Recyclat zur Verfügung steht, können Sie darauf vertrauen, dass dieses sorgfältig aufgereinigt und hinsichtlich der Zusammensetzung überprüft wurde.*

Lassen Sie sich vom Assistenten eine „kurze“ Chromatographiesäule geben! (ca. 40 cm Länge bei 3 cm Durchmesser. Das eingeschlammte Kieselgel sollte etwa 5 - 8 cm an den Säulenkopf heranreichen. Notfalls können Sie die Menge des Kieselgels entsprechend variieren.)

Lösen Sie das Rohprodukt in der minimal erforderlichen Menge des Ethylacetat/Hexan-Gemisches und tragen Sie die erhaltene Lösung gemäß der Anleitung auf die Säule auf! Chromatografieren Sie

mit einer Tropfgeschwindigkeit von 1 bis 2 Tropfen pro Sekunde. Die ersten 40 ml können Sie als Vorlauf auffangen. Fraktionieren Sie anschließend weiter in 15-ml-Portionen, die Sie in die fortlaufend nummerierten Reagenzgläser einlaufen lassen.

Untersuchen Sie, in welchen der erhaltenen Fraktionen sich die Produkte befinden. Um einen Überblick zu erhalten, untersuchen Sie zweckmäßigerweise zunächst nicht jede einzelne Fraktion, sondern vielleicht jede dritte bis fünfte. Beachten Sie, dass die Lösungen der Produkte jetzt stark verdünnt sind. Rechnen Sie damit, dass Sie mindestens 10 Mal mit der Kapillare auf den Startpunkt der DC-Karte aufzutupfen müssen, um detektierbare Mengen auf die Karte zu bekommen. Wenn Sie die richtige Menge herausbekommen haben, so versuchen Sie, bei allen Dünnschichtchromatogrammen immer die gleiche Menge aufzutragen, damit Sie beurteilen können, ob eine Fraktion „viel“ oder „wenig“ Produkt enthält! Wenn Sie bei den Stichproben einen „Treffer“ erhalten haben, untersuchen Sie alle benachbarten Fraktionen weiter. Die Chromatografie ist beendet, wenn beide Produkte eluiert sind.

#### Hinweise:

- *Bevor Sie eluierte Fraktionen vereinigen, muss der dünnschichtchromatographische Nachweis absolut sicher sein! Wenn Sie auf gut Glück etwas zusammenkippen, wird der Versuch scheitern!*
- *Tragen Sie das, was Sie für die erste Substanz halten und das, was Sie für die zweite Substanz halten, auf eine DC-Karte gemeinsam auf und zwar in der Weise, dass die eine Substanz links, die andere Substanz rechts – zusätzlich beide Substanzen aber noch einmal in der Mitte zusammen aufgetragen werden. Nur wenn Sie nach dem Entwickeln des Chromatogramms auf diesem mittleren ‚Misch-DC‘ tatsächlich zwei voneinander getrennte Flecken sehen, haben Sie es auch tatsächlich mit zwei getrennten Substanzen zu tun!*
- *Wenn Sie ‚irgendwie nur eine einzige Fraktion‘ sehen, gibt es folgende Ursachen:*
  - *Ihre aufgetragenen Substanzflecken sind zu groß. Versuchen Sie so aufzutragen, dass kleinere Flecken entstehen. Versuchen Sie, die Kapillaren in der Sparflamme eines Bunsenbrenners fein auszuziehen. Sie können so kleinere Mengen auftragen.*
  - *Ihre Trennung ist vielleicht so gut gelungen, dass Sie keine Mischfraktion haben, sondern das Gläschen (n) noch die Substanz 1 das Gläschen (n+1) aber schon die Substanz 2 enthält. Sie sehen das nur deswegen nicht, weil das Laufverhalten beider Substanzen sehr ähnlich ist. Fertigen Sie wie oben beschrieben ein Misch-DC der ersten und der letzten Fraktion an, die Substanz enthält. Erhalten Sie dabei zwei Flecken, dürfen Sie jubeln! Tasten Sie sich mittels weiterer Misch-DC's von den beiden Seiten ausgehend Stück für Stück an die mittleren Fraktionen heran und stellen fest, wo der Substanzwechsel ist. Verwenden Sie den Kopf, um zu überlegen, welche Fraktion man jetzt am besten gegen welche andere Fraktion laufen lässt.*
  - *Nun ja, es gibt auch die dritte Möglichkeit, an die Sie vielleicht als erstes gedacht Die Trennung auf der Säule hat nicht funktioniert. Haben Sie nicht richtig aufgetragen? Haben Sie die Säule zu schnell laufen gelassen? Haben Sie vielleicht das Kieselgel aus der Kieselgelabfallflasche genommen, weil Sie nichts anderes gefunden haben? Haben Sie aus anderen Gründen Kieselgel minderer Qualität genommen? Das Kieselgel trennt dann gut, wenn der Korndurchmesser besonders einheitlich ist. Gibt es zu große Unterschiede<sup>2</sup>*

<sup>2</sup> „Gutes“ Kieselgel hat eine sehr einheitliche Korngröße. Gibt es Korngrößen mit größerer Bandbreite, sinkt die Trennschärfe. Zeigen Sie dem Assistenten das Vorratsbehältnis, aus dem Sie das Kieselgel genommen haben!

- *Da das Laufmittelgemisch aus zwei verschiedenen Lösemitteln mit unterschiedlichem Siedeverhalten besteht, verschiebt sich bei mehrmaliger Verwendung des Laufmittels die Zusammensetzung! Reproduzierbare Chromatogramme erhalten Sie nur dann, wenn Sie für jedes anzufertigende Chromatogramm neues Laufmittel nehmen!*

Vereinigen Sie die entsprechenden Produktfraktionen und ziehen Sie das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer ab! Um die Menge der erhaltenen Produkte bestimmen zu können, überführen Sie die eingeeengten Lösungen in möglichst kleine, genau tarierte Kölbchen und dampfen erst dann den Rest des Lösungsmittels ab!

*Tipp: Da Sie den Erfolg der Auftrennung belegen müssen, ist es zweckmäßig, wenn Sie die eingeeengten Lösungen vor dem Abdampfen gleich dünnschichtchromatografisch untersuchen!*

Bestimmen Sie die erhaltenen Produktmengen beider Komponenten

#### Entsorgungshinweise

- Sie verwenden für diesen Versuch eine große Menge an Lösemitteln. Deshalb lohnt der Gedanke, diese zu recyceln. Sie müssen das Recyceln nicht selbst durchführen, sondern brauchen das Lösemittelgemisch lediglich recyclingfähig zu sammeln. Das setzt voraus, dass keine anderen Lösemittel hineingeraten. Lösungen von Feststoffen sind unkritisch, weil die Mischung zum Recyceln destilliert wird. Gehen Sie wie folgt vor:
  - Alle Reagenzglasfüllungen, die kein Produkt enthalten, können Sie in das ausstehende Entsorgungsgefäß für die Hexan/Essigester Mischung geben.
  - Übriggebliebenes Lösemittelgemisch reichen Sie möglichst an nachfolgende Praktikanten weiter. Ist das nicht möglich, so entsorgen Sie bitte ebenfalls in das dafür vorgesehene Gefäß.
  - Das Lösemittel, was Sie von Ihren vereinigten Produktfraktionen am Rotationsverdampfer abziehen, geben Sie bitte **nur dann** in das genannte Entsorgungsgefäß, wenn der Rotationsverdampfer **frei von anderen Lösemitteln** war, wenn also insbesondere der Auffangkolben sorgfältig vorher geleert war. Ist das nicht der Fall, oder wenn Sie sich nicht mehr genau daran erinnern können, so entsorgen Sie bitte in den Lösemittelabfall!
- Ansonsten verhalten Sie sich natürlich viel besser als alle Ihre bisherigen Vorgänger und machen die Reagenzgläser hinterher wieder sauber. Vergessen Sie nicht, Ihre angebrachten Markierungen wieder abzuwischen.
- Entnehmen Sie die Entsorgung der Säulenfüllung der separaten Anleitung.<sup>3</sup>

#### Hinweis:

Das Produkt sublimiert bei Raumtemperatur offenbar: Schon nach kurzem Stehenlassen entwickelt sich ein Geflecht aus langen Nadeln, die wie weißer Schimmel aussehen. Das tut der Produktqualität keinen Abbruch.

#### Fragen vor Ausführung des Versuchs:

1. Geben Sie Reaktionsgleichung und Mechanismus der durchzuführenden Reaktion an! Verwenden Sie eine stereochemische Darstellungsweise, um die Reaktionsweise zu verdeutlichen. In welchem Molverhältnis reagieren die Edukte?

<sup>3</sup> [http://www.bcp.fu-berlin.de/chemie/chemie/studium/ocpraktikum/ressourcen/laborpraxis/laborpraxis\\_handouts/saeule.pdf](http://www.bcp.fu-berlin.de/chemie/chemie/studium/ocpraktikum/ressourcen/laborpraxis/laborpraxis_handouts/saeule.pdf)

2. Nennen Sie Begriffe, die beschreiben, wie die beiden Produkte sich zueinander verhalten! Begründen Sie die gefundene Stereoselektivität. Eine ausführliche Diskussion für genau diese Reaktion finden Sie im „Brückner“ (Siehe unten).
3. Wie können die beiden Produkte NMR-spektroskopisch unterschieden werden? Informieren Sie sich dazu über die Karplus-Kurve!

Aufgaben nach Ausführung des Versuchs:

4. Lassen Sie ein NMR-Spektrum der beiden Produkte aufnehmen und identifizieren Sie die erhaltenen Produkte. Leihen Sie sich dazu zwei NMR-Röhrchen beim Assistenten aus! Beachten Sie die für die Präparation der Proben die Anleitung auf dem Auftragszettel!  
Werten Sie die beiden Spektren aus!
5. Geben Sie eine Erklärung, warum eines der beiden Produkte bevorzugt gebildet wird.  
*Hinweis: Selektionen der hier durchgeführten Art haben eine geradezu überwältigende Bedeutung in der modernen organischen Synthesechemie.*

Literatur:

- R.Brückner,  
*Reaktionsmechanismen: Organische Reaktionen, Stereochemie, Moderne Synthesemethoden,*  
Elsevier
- C.M.Garner, *Techniques and experiments for advanced organic laboratory,*  
J.Wiley 1997, S.71-76
- Physik.-Daten: E.L.Eliel, F.J.Biros, *J.Am.Chem.Soc.* **88**,3336(1966)
- H.Jork, W.Funk, W.Fischer, H.Wimmer,  
*Dünnschichtchromatographie: Reagenzien und Nachweismethoden,*  
Verlag Chemie 1990, Bd.1a, S.195-198