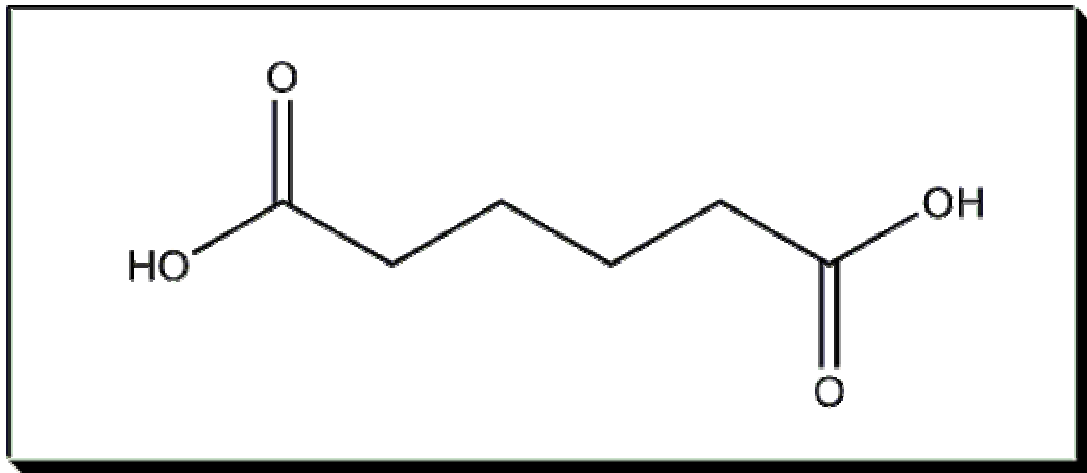


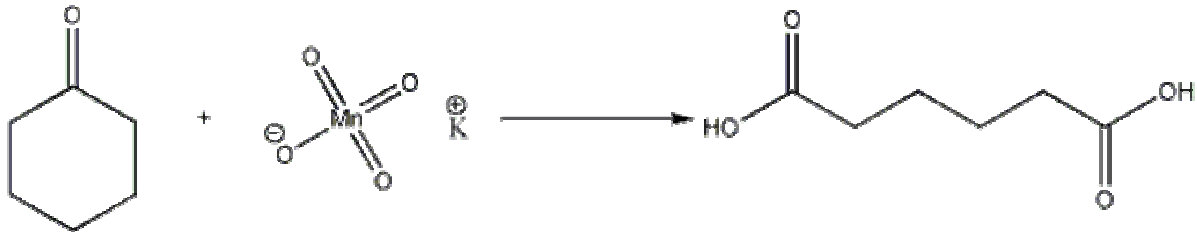
Adipinsäure

1,4-Butandicarbonsäure



Methode

Adipinsäure, ein Zwischenprodukt für Nylon und ein Säuerungsmittel für Lebensmittel (E 355-357) wird in einer einstufigen Synthese hergestellt. Cyclohexanon wird mit Kaliumpermanganat oxidativ umgesetzt wobei sich der Ring öffnet und Adipinsäure entsteht.



Cyclohexanon

Kaliumpermanganat

Adipinsäure

 $(C_6H_{10}O)$ $(KMnO_4)$ $(C_6H_{10}O_4)$ 98.2g mol^{-1} 158g mol^{-1} 146.1g mol^{-1} 0.948g cm^{-3}

Durchführung

In einem 500ml Rundhalskolben in einem Ölbad werden 15.84g $KMnO_4$ (0.1mol) und 125ml deionisiertes Wasser vorgelegt. Dazu wird 5.2ml Cyclohexanon (0.05mol) aus der Pipette gegeben und gerührt. Das Reaktionsgemisch wird auf 30°C erhitzt. Langsam wird nun 1ml einer 10% NaOH Lösung (0.15g NaOH Plätzchen zerrieben, in Wasser) zugegeben, und weiter auf 45°C erhitzt. 20min wird die Temperatur gehalten und dann wird kurz aufgekocht, zur Sicherheit mit einem Rückflusskühler, das Reaktionsgemisch ändert dabei die Farbe von Violett nach Schwarz. Das heiße Gemisch wird am Vakuum durch die Glasfilternutsche abfiltriert, wobei das Produkt in Lösung bleibt, es wird mit Wasser gewaschen. Mangandioxid (Braunstein) bleibt als braune Masse im Tiegel und wird verworfen. Das Filtrat wird im Kühlschrank bei 5°C über Nacht aufbewahrt, wobei die Adipinsäure auskristallisiert und am Vakuum abfiltriert und mit wenig Eiswasser gewaschen werden kann. Die weissen Kristalle werden im Hochvakuum getrocknet. Total erhalte ich 2.35g Adipinsäure (0.016mol), dies entspricht einer Ausbeute von 32.2%.

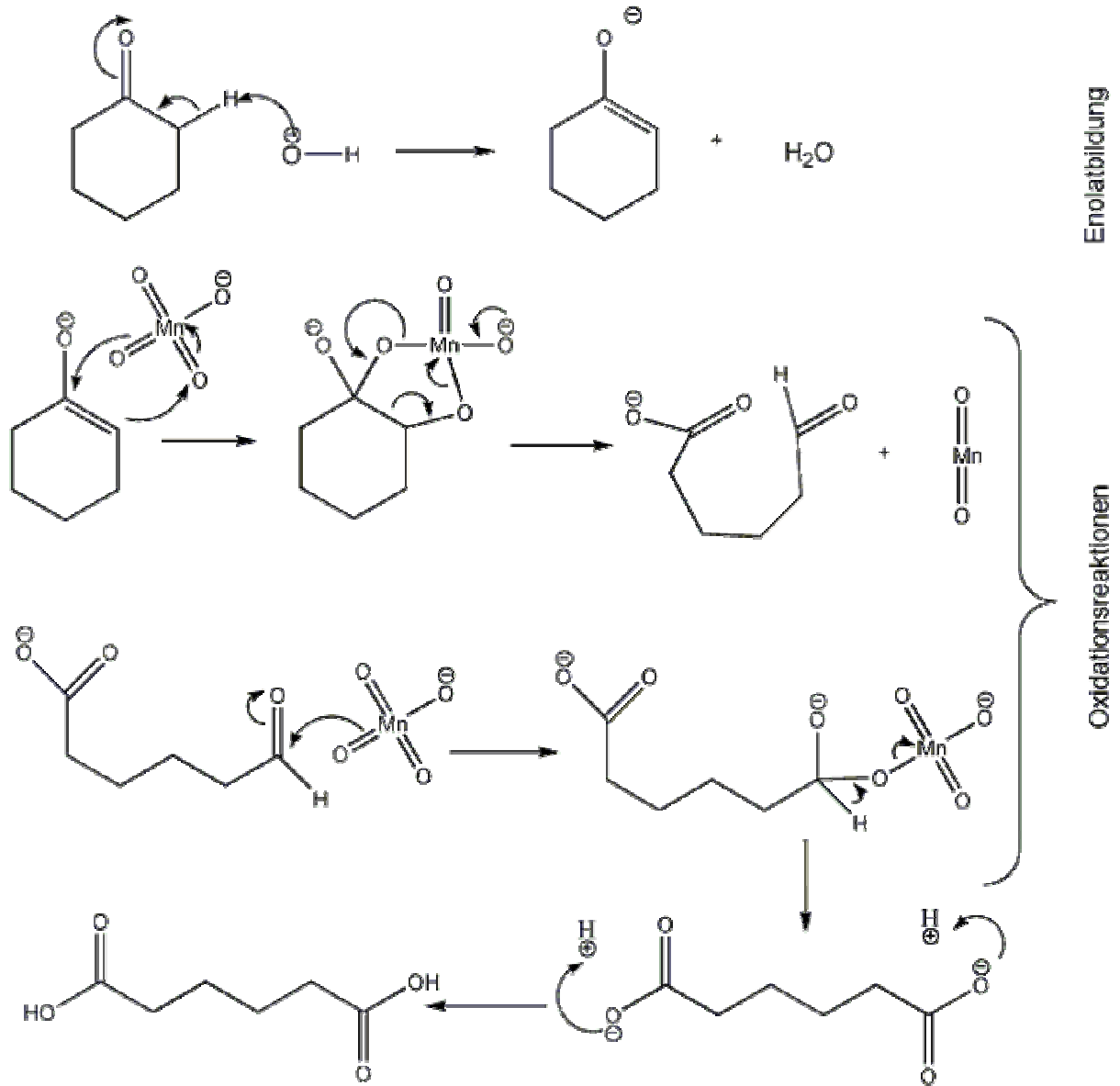
Charakterisierung des Produkts

Schmelzpunktsbestimmung: Die Messung des Schmelzpunktes ergab 152-153°C (Literatur:151-154°C)

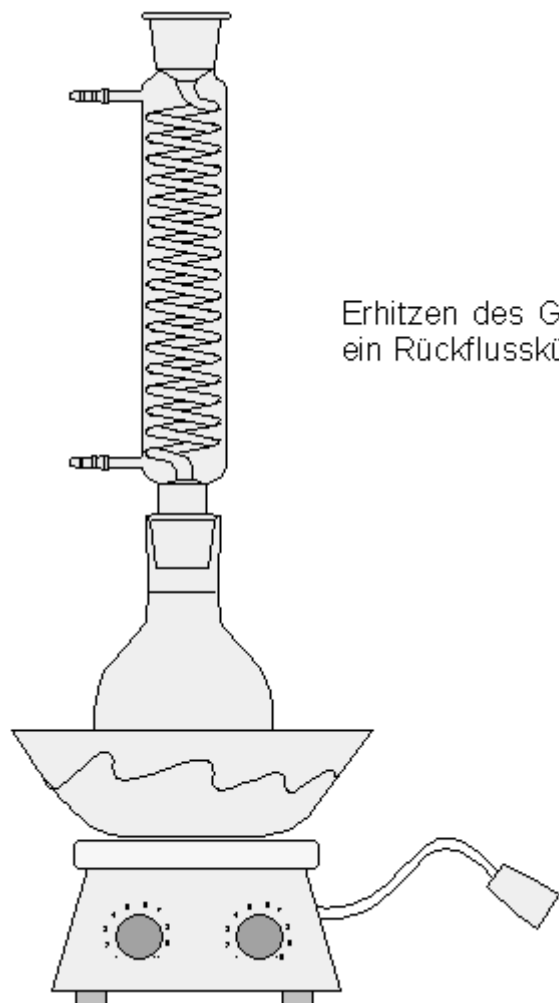
Dünnschichtchromatogramm: Ein DC in Hexan:Essigester 5:1 ergibt für das Produkt einen einzelnen Spot mit einem R_F von 0.2 (Edukt R_F 0.9)

Feststoff-IR mit KBr: Ein Feststoff-IR mit einer KBr Pille ergab folgende Absorptionsbanden: 3430cm^{-1} (sehr breit): Carbonsäuren; 1693cm^{-1} (mittel) Carbonylverbindung.

Mechanismus



Apparatur



Erhitzen des Gemisches im Ölbad,
ein Rückflusskühler zur Sicherheit.

Chemikalien

Cyclohexanon: CAS 108-94-1, Giftklasse 4; R 10-20, S 25

Kaliumpermanganat: CAS 7722-64-7, Giftklasse 3, R 8-22/50/53, S 60-61

Natriumhydroxid: CAS 1310-73-2, Giftklasse 2, R 35, S 26-37/39-45

Adipinsäure: CAS 124-04-9, Giftklasse 4, R 36

Literatur

Synthesevorschrift aus unbekannter Quelle,

Merkt Chemdat (<http://chemdat.merck.de/en/home/index.html>),

IR Wellenzahlen (<http://falk-schuch.de/protokolle/ocscript/node83.html>).

Fluka Katalog 2003/2004,

K.P.C Vollhardt, N.E. Schore: Organische Chemie, Wiley-VCH, 3. Auflage.