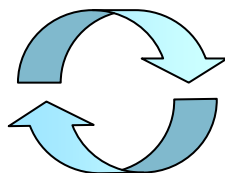


Herstellen von 5,5 - Dimethylcyclohexan-1,3- dion (Dimedon) aus 4- Methyl-3- penten-2- on (Mesityloxid) und Diethylmalonat

Betrieb

[Ausbildungsrahmenplan Nr. 9](#)

Berufsschule

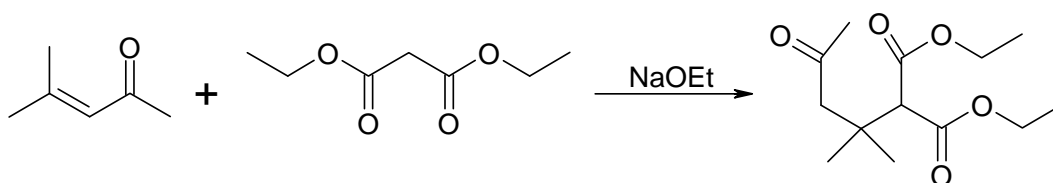
[Rahmenlehrplan Lernfelder 6, 11](#)

Geräte: Rührapparat/Rührdestillationsapparat: 250 mL Vierhalskolben, Beheizung mit Ölbad, Tauchsieder und Regelgerät

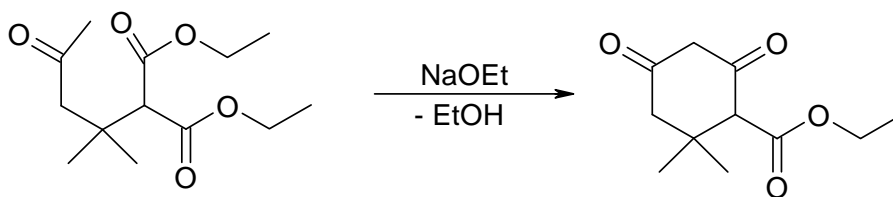
Chemikalien: 4-Methyl-3-penten-2-on, Mesityloxid (Xn, R-Sätze: 10 – 20/21/22, S-Sätze: 25), Malonsäure-diethylester, Diethylmalonat (-, R-Sätze: -, S-Sätze: 24/25), Natriumethylat (F, C, R-Sätze: 11 – 14 – 34, S-Sätze: 8 – 16 – 26 – 26 – 43.6 – 45), Kaliumhydroxid (C, R-Sätze: 22 – 35, S-Sätze: 26 – 36/37/39 – 45), Ethanol (F, R-Sätze: 11, S-Sätze: 7 – 16), 5,5-Dimethylcyclohexan-1,3-dion, Dimedon (-, R-Sätze: -, S-Sätze: -), Salzsäure; w (HCl) = 20 % (C, R-Sätze: 34 – 37, S-Sätze: 26 – 36/37/39 – 45), tert-Butylmethylether, MTBE (F, Xi, R-Sätze: 11 – 38, S-Sätze: 9 – 16 – 24)

1. Reaktion:

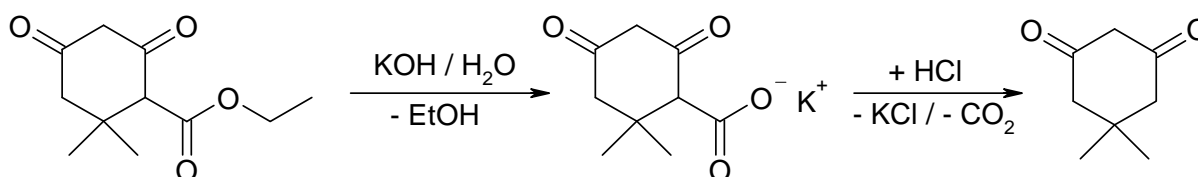
(1) Michael-Addition



(2) Dieckmann-Kondensation



(3) Verseifung, Decarboxylierung



2. Durchführung

(Zeitbedarf: 1. Tag: ca. 4 h, 2. Tag: ca. 4 h)

- In einer 250 mL Rührapparatur werden
- 40 mL abs. Ethanol und
6,8 g Natriumethylat (0,1 mol) vorgelegt und bis zum Rückfluss erhitzt.
Zunächst werden
- 16,8 g Malonsäurediethylester (0,105 mol) innerhalb von 10 Minuten, danach
10,05 g 4-Methyl-3-penten-2-on (mittels GC bestimmten Gehalt berücksichtigen) innerhalb von 20 Minuten zugetropft.
Anschließend wird 2 Stunden unter Rückfluss erhitzt.
- Danach wird eine Lösung aus
12,3 g Kaliumhydroxid-Plätzchen in
60 ml Wasser zugetropft und 5 Stunden unter Rückfluss erhitzt. Danach rührt man noch über Nacht bei Raumtemperatur nach.
- Am nächsten Tag wird nochmals kurz zum Sieden erhitzt, auf ca. 60 °C abgekühlt und dann mit Salzsäure; w (HCl) = 20 % auf pH 3-4 (pH-Meter) eingestellt. Anschließend destilliert man 50 mL Flüssigkeit ab, kühlt ab, prüft den pH-Wert und stellt ggf. mit Salzsäure; w (HCl) = 20 % nochmals auf pH 3-4 (pH-Meter) ein.
- Schließlich wird die Reaktionsmischung auf 10 °C abgekühlt, über eine Nutsche (4,5 cm) abgesaugt, zweimal mit
15 mL eiskaltem Wasser und einmal mit
30 mL tert - Butylmethylether gewaschen.

Anschließend wird der Schmelzpunkt des Dimedons bestimmt. Ergänzend wird ein IR-Spektrum zur Bestimmung des Keto-Enol-Verhältnisses aufgenommen.

3. Bewertungsfragen

- (1) Wie viel g 5,5-Dimethylcyclohexan-1,3-dion entstehen bei 100 %iger Umsetzung?
- (2) Wie groß ist die Ausbeute in Prozent?
- (3) Ergebnisblatt:

Interpretation des IR-Spektrums

Schmelzpunkt (Dimedon): °C

Berechnungen

Theoretische Ausbeute in g: g

Praktische Ausbeute in g: g

Praktische Ausbeute in %: %

4. Umsetzungsvorschlag für Ausbildungsbetriebe

4.1 Zeitbedarf

1. Tag: ca. 4 h, 2. Tag: ca. 4 h

4.2 Bewertung

Für die Bewertung wird folgendes Diagramm vorgeschlagen:

