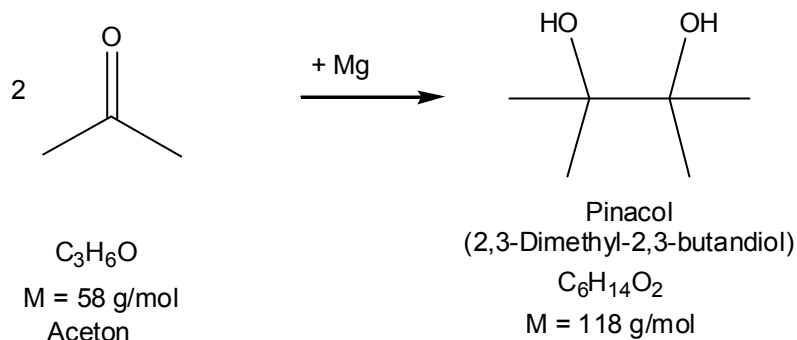


Darstellung von Pinacol

Präparat 13

1. **Reaktionstyp:** Reduktion von Carbonylverbindungen
2. **Reaktionsgleichung:**



3. Durchführung der Reaktion:

3.1 Berechnung des Ansatzes:

Der Literaturansatz^[1] wurde auf eine Ausbeute von 8.5 g Pinacol umgerechnet, da diese für die folgende Synthese benötigt wurde. Die Literaturausbeute^[1] beträgt 40 %.

	Mg-Späne	Toluol (abs.) (?=0.87 g/ml)	Quecksilber(II)-chlorid	Aceton (abs.)	Wasser	Toluol
Literatur ^[1]	24.3 g (1 mol)	260 ml (2.45 mol)	27.15 g (0.1 mol)	174 g (3 mol)	130 ml	150 ml
eigener Ansatz	2.92 g (120 mmol)	31.25 ml (0.3 mol)	3.26 g (12 mmol)	20.9 g (0.36 mol)	15.6 ml	18 ml

3.2 Durchführung:

In einem 250 ml Zweihalsrundkolben mit Tropftrichter, Intensivkühler und Trockenrohr wurden 2.92 g (120 mmol) Magnesiumspäne und 24 ml (0.23 mol) trockenes Toluol gegeben. Zu dieser Mischung wurde eine Lösung aus 3.26 g (12 mmol) Quecksilber(II)-chlorid in 17.65 ml (0.24 mol) trockenem Aceton zugegeben. Anschließend wurde eine Lösung aus 8.8 ml (0.12 mol) trockenem Aceton und 7 ml (66 mmol) trockenem Toluol zugegeben und im solange erhitzt, bis das verbliebene Magnesium vollständig umgesetzt war.

Nach Ende der Reaktion wurden 10 ml Wasser zugegeben und es wurde eine weitere Stunde unter Rückfluss erhitzt.

Die Reaktionsmischung wird auf 50 °C gekühlt und das entstandene Magnesiumhydroxid abgetrennt und mit 18 ml Toluol gekocht. Dieses Filtrat wurde mit dem ersten vereinigt und am Rotationsverdampfer auf die Hälfte des ursprünglichen Volumens eingengt.

Anschließend wurden 5.6 ml Wasser hinzugegeben und die Lösung wird im Eisbad unter Rühren abgekühlt. Das hierbei auskristallisierende Pinacolhexahydrat wird nach einer Stunde abfiltriert, mit Toluol gewaschen und an der Luft getrocknet.

Ausbeute:

21.24 g (0.18 mol) = 100 %

10.56 g (89.5 mmol) = 50 % (Literatur^[1] 40 %)**4. Physikalische Daten des Produktes**

Pinacol:

Schmelzpunkt (Fp):Lit.^[1]: 46 °C

Exp.: 46 - 48 °C

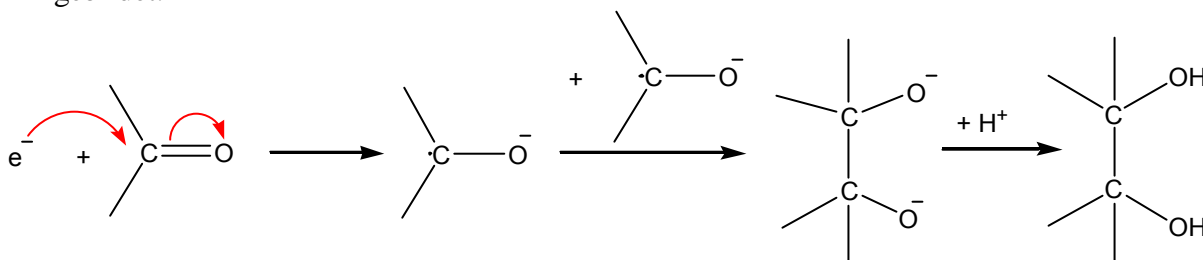
5. Spektrenauswertung:

IR-Spektrum (KBr, fest):

<u>Exp. Wellenzahl [cm⁻¹]</u>	<u>Lit.^[2] Wellenzahl [cm⁻¹]</u>	<u>Schwingungstyp^[2]</u>
3334.06	3600-3200	-OH-Valenz
2989.85	2960-2870	-CH ₃ -Valenz
1468.72	1470-1400	-CH ₃ -Deformation
1139.82	1200-1150	-C-O-Valenz

6. Mechanismus:

Durch das Magnesiumamalgam wird ein Elektron auf die Carbonylverbindung übertragen und es entsteht ein Radikalanion. Dieses dimerisiert mit einem zweiten Radikalanion zum Magnesiumpinacolat. Durch Hydrolyse wird dann das Diol gebildet.

**7. Abfallentsorgung:**

Magnesiumhydroxid	Feststoffabfall
Waschwasser	halogenfreie KW's
Natrium (zum Trocknen des Toluol) als Ethanolat	basischer wässriger Abfall
Phosphorpentoxid (mit Wasser aufgenommen)	saurer wässriger Abfall

Literatur:

[1] Autorenkollektiv, *Organikum*, Wiley-VCH-Verlag, Weinheim, **2000**, 21. Auflage S.587.

[2] Autorenkollektiv, *Organikum*, Wiley-VCH-Verlag, Weinheim, **2000**, 21. Auflage S.92-94.