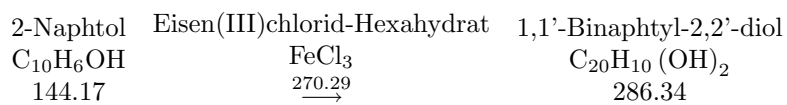
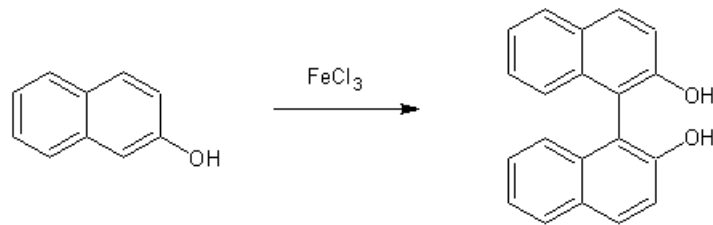


Synthese von 1,1'-Binaphtyl-2,2'-diol

Jonathan Becker

04. März 2007

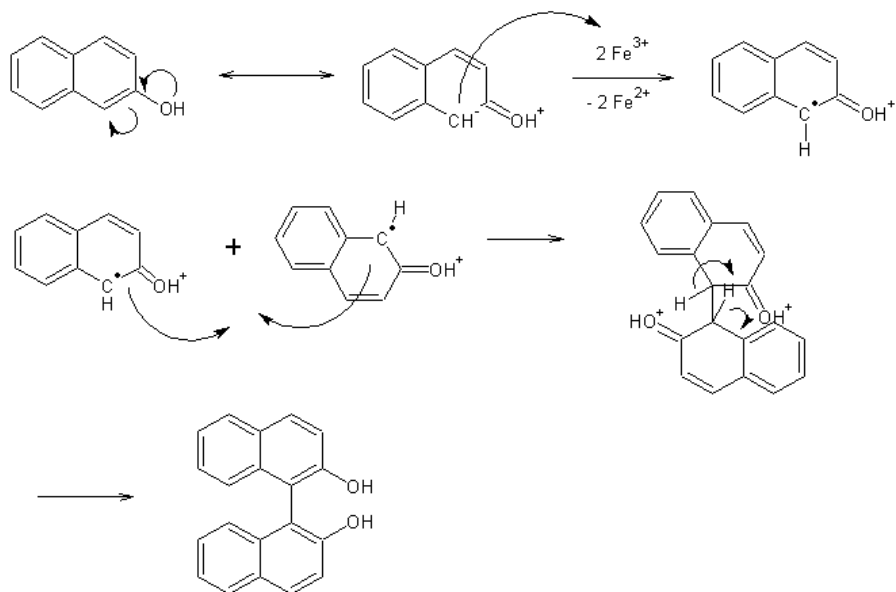
1 Reaktionsgleichung



2-Naphtol wird in einer Redoxreaktion zu 1,1'-Binaphtyl-2,2'-diol umgesetzt.

2 Reaktionsmechanismus

In einer mesomeren Grenzstruktur des 2-Naphtols liegt im Ring ein freies Elektronenpaar mit negativer Ladung. Das Eisen(III)chlorid ist unter Reduktion in der Lage eines der Elektronen zu entfernen und somit den Kohlenstoff zu oxidieren. Dieses Radikal reagiert mit einem ebenso gebildeten Radikal unter Ausbildung einer neuen Bindung. Durch Deprotonierung der oxidierten Kohlenstoffe wird die Rearomatisierung ermöglicht.



3 Durchführung

In einem 50 ml Kolben wurde unter 20 minütigem Rühren durch Einbringen von 21.6 g (80 mmol) Eisen(III)-chlorid-Hexahydrat in 13 ml THF eine gelbbraune Lösung erzeugt. Zu dieser Lösung wurden 7.2 g (50 mmol) 2-Naphthol gegeben. Das Gemisch wurde unter Rühren und Rückfluss etwa zweieinhalb Stunden bei etwa 80 – 85 °C Ölbadtemperatur erhitzt. Anschliessend wurde das Reaktionsgemisch heiss und unter Rühren in eine Lösung von 20 g Zitronensäure in 300 ml Wasser getropft. Der Reaktionskolben wurde mehrmals mit insgesamt etwa 50 ml Essigsäureethylester nachgewaschen. Die gesamte Suspension wurde etwa 30 Minuten gerührt und dann mit etwa 30 ml konzentrierter Salzsäure versetzt. Im Scheidetrichter wurde mit zweimal je etwa 70 ml Essigsäureethylester extrahiert. Diese organischen Phasen wurden vereinigt und einmal mit etwa 20 ml ungefähr 8 prozentiger Salzsäure und zweimal mit je etwa 40 ml Wasser gewaschen. Die organische Phase wurde anschliessend im Rotationsverdampfer unter Vakuum bis zum Feststoff eingengt. Nach Zugabe von 20 ml Toluol wurde erneut zum Feststoff eingengt. Der Feststoff wurde in etwa 30 ml Toluol in der Siedehitze umkristallisiert. Dabei wurde beim Abkühlen möglichst langsam vorgegangen (über Nacht). Die entstandenen Kristalle wurden im Büchnertrichter abgesaugt und mit wenig Petrolether nachgewaschen. Zum Trocknen wurden die Kristalle bei 40 °C und Vakuum im Rotationsverdampfer getrocknet.

4 Ausbeute

Die Ausbeute betrug 3.52 g (12.3 mmol) an 1,1'-Binaphtyl-2,2'-diol. Dies entspricht einer Ausbeute von 24,6%.

5 Charakterisierung

Das Produkt war ein leicht dunkelgelber, kristalliner Feststoff der in einem Bereich von 213 – 215 °C schmolz. Auf Grund von nichtschmelzenden Kristallen war eine genauere Messung nicht möglich.

6 Sicherheit und Entsorgung

Substanz	Gefahrensymbol	R-Sätze	S-Sätze	Entsorgung
Eisen(III)-chlorid-Hexahydrat	C	22-35	36/37/39-25-45	gelöst in den Behälter für wässrige Lösungen
THF	F, Xi	19-36/37-11	16-29-33	Behälter für organische Lösungen
2-Napthol	Xn	20/22	24/25	Behälter für organische Lösungen
Zitronensäure	Xi	36/37/38	26-37/39	gelöst unbedenklicher Abfall
Essigsäureethylester	F	11	16-23-29-33	Behälter für organische Lösungen
Toluol	F, Xn	11-20	16-25-29-33	Behälter für organische Lösungen
Salzsäure	T, C	23-35	9-36/37/39-45-26	verdünnt in den Behälter für wässrige Lösungen
1,1'-Binaphtyl-2,2'-diol	unbekannt	unbekannt	unbekannt	Behälter für organische Lösungen