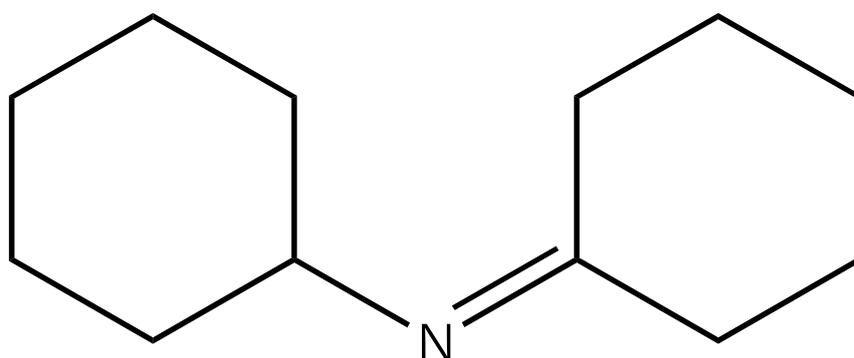


Synthese von

N-Cyclohexyliden-cyclohexylamin

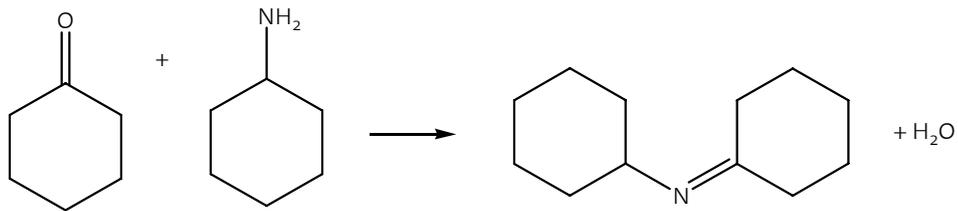


1. Einleitung¹

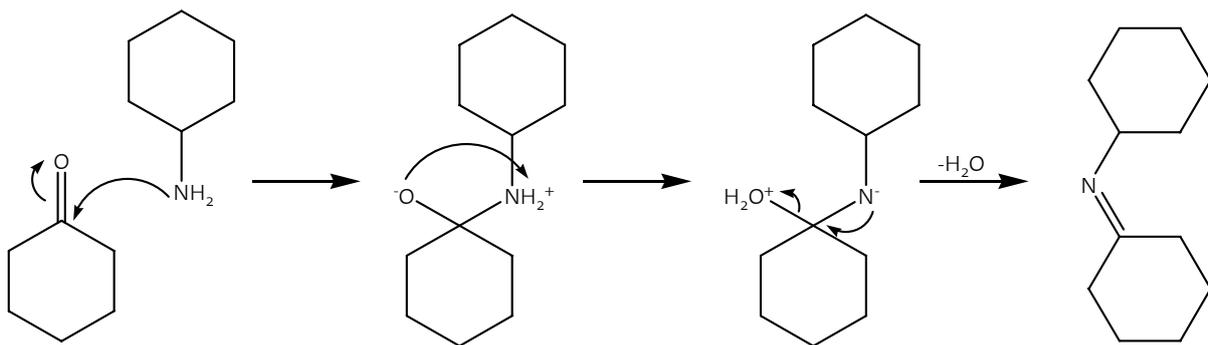
N-Cyclohexyliden-cyclohexylamin wurde aus der Kondensation von Cyclohexanon und Cyclohexylamin am Wasserabscheider synthetisiert. Das so gewonnene Produkt kann anschliessend mit einem Grignard-Reagenz zu 2-Methylcyclohexanon umgesetzt werden.

2. Reaktionsmechanismus

2.1. Bruttogleichung



2.2. Reaktionsverlauf



3. Experimentelle Ausführung¹

3.1. Ansatz

Substanz	Cyclohexanon	Cyclohexylamin	Toluol
Molmasse [g/mol]	98.15	99.18	92.14
Dichte [g/cm ³]	0.95	0.87	0.87
Menge [mmol]	100	100	
	10.4 ml	11.4 ml	
Equiv.	1.00	1.00	

¹ L. F. Tietze, Th. Eicher, Reaktionen und Synthesen, 2. Auflage, Thieme, Stuttgart, 1991.

3.2. Durchführung

10.4 ml Cyclohexanon und 11.4 ml Cyclohexylamin wurden während 2.5 Stunden in 20 ml Toluol am Wasserabscheider bei 110 °C gekocht.

Das Lösungsmittel Toluol wurde anschliessend abrotiert. Der Rückstand wurde anschliessend bei 40 mbar mit der Heatgun bis auf 300-400 °C erhitzt. Dabei konnten zwei Fraktionen gewonnen werden sowie ein grosser Rückstand. Dieser konnte nicht destilliert werden, obwohl in diesem das Produkt vorhanden sein sollte.

Der Rückstand wog 9.55 g, dies würde bei einem reinen Produkt einer Ausbeute von 53% gleichkommen.

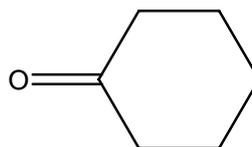
4. Charakterisierung des Produkts

NMR Spektren der zwei Fraktionen und des Rückstands sind im Anhang.

5. Sicherheit und Toxikologie²

Cyclohexanon

Summenformel	C ₆ H ₁₀ O
Schmelzpunkt	-31 °C
Molare Masse	98.15 g/mol
Dichte	0.95 g/cm ³ (20 °C)
Siedepunkt	~ 155 °C
Flammpunkt	43 °C
CAS-Nummer	108-94-1



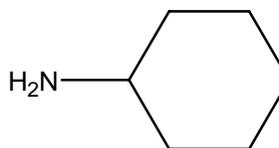
R 10-20 / S 25

Xn Gesundheitschädlich

WGK 1 (schwach wassergefährdend)

Cyclohexylamin

Summenformel	C ₆ H ₁₃ N
Schmelzpunkt	-18 °C
Molare Masse	99.18 g/mol
Dichte	0.87 g/cm ³ (20 °C)
Siedepunkt	133 - 134 °C
Flammpunkt	27 °C
CAS-Nummer	108-91-8



R 10-21/22-34 / S 36/37/39-45

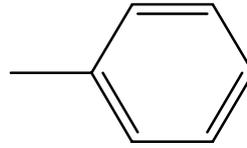
C Ätzend

WGK 1 (schwach wassergefährdend)

² www.chemdat.merck.de und <http://www.chemexper.com/>

Toluol

Summenformel	C ₇ H ₈
Mol Gewicht:	92.14 g
CAS Nummer:	108-88-3
Dichte:	0.865 kg /m ³
Schmelzpunkt:	-93 °C
Siedepunkt:	110.8-111.6 °C



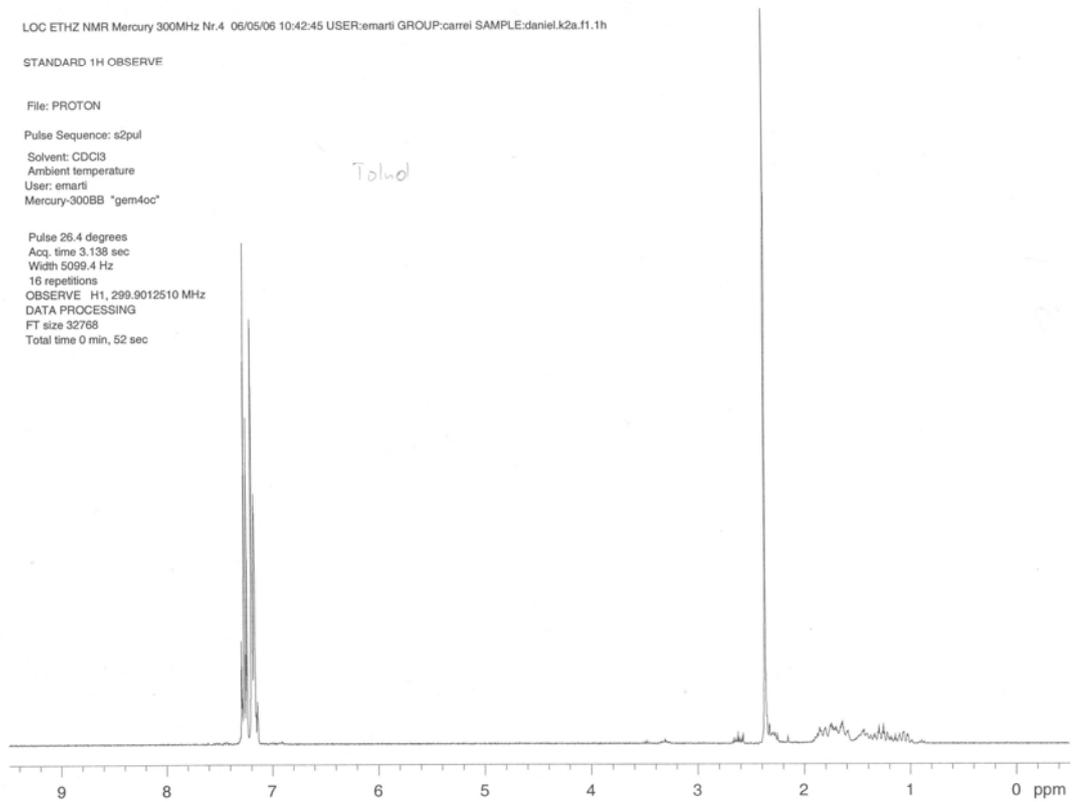
Xn Gesundheitsschädlich
F Leichtentzündlich
R11 / 20 / S16 / 25 / 29 / 33

6. Bemerkungen

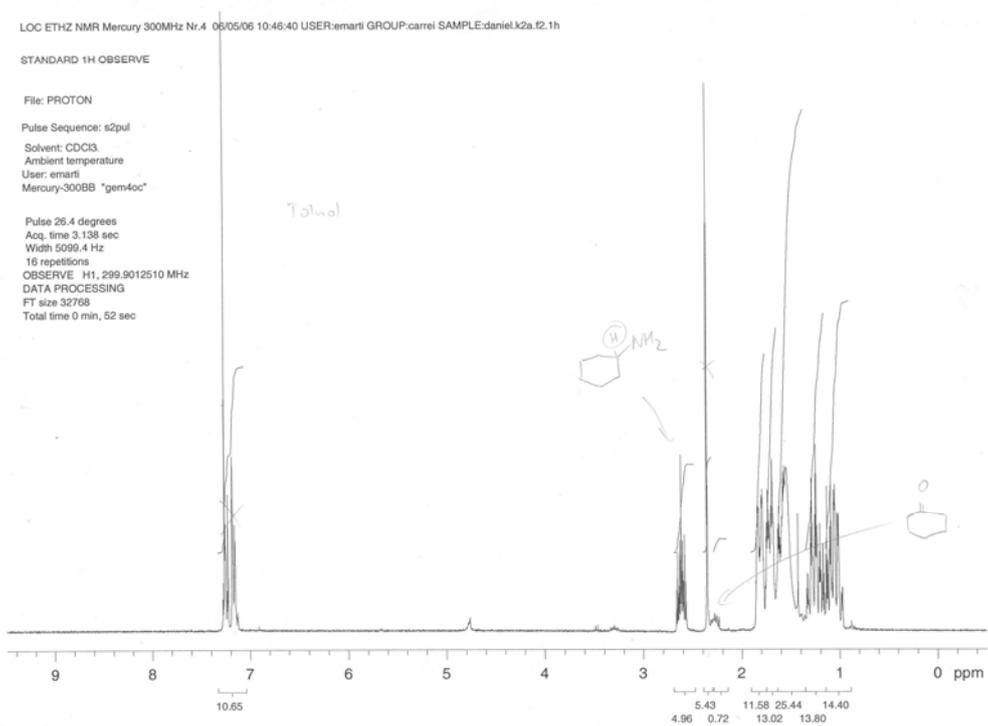
Die Destillation konnte nicht vollständig durchgeführt werden, da trotz dem Einsatz von Heatgun und Vakuum das Synthesegemisch nicht verdampfte. Es konnten 2 Fraktionen gewonnen werden. Die erste bestand hauptsächlich noch aus dem Lösungsmittel Toluol und die zweite aus Toluol, Cyclohexylamin und Cyclohexanon. Der nicht destillierte Teil enthielt das Produkt und weitere nicht charakterisierbare Stoffe. Zum Fortfahren der Reaktion wurde beschlossen, das erhaltene Produkt zu verwerfen und einen Teil von Matthias Geibels Material zu verwenden.

7. Anhang

7.1. NMR



1 Fraktion – Hauptsächlich Toluol



2 Fraktion – Toluol und die Ausgangsstoffe der Synthese

LOC ETHZ NMR Mercury 300MHz Nr.4 06/05/06 10:49:33 USER:emarti GROUP:carrel SAMPLE:daniel.k2a.rest.1h

STANDARD 1H OBSERVE

File: PROTON

Pulse Sequence: s2pul

Solvent: CDCl3

Ambient temperature

User: emarti

Mercury-300BB "gem4oc"

Pulse 26.4 degrees

Acq. time 3.138 sec

Width 5099.4 Hz

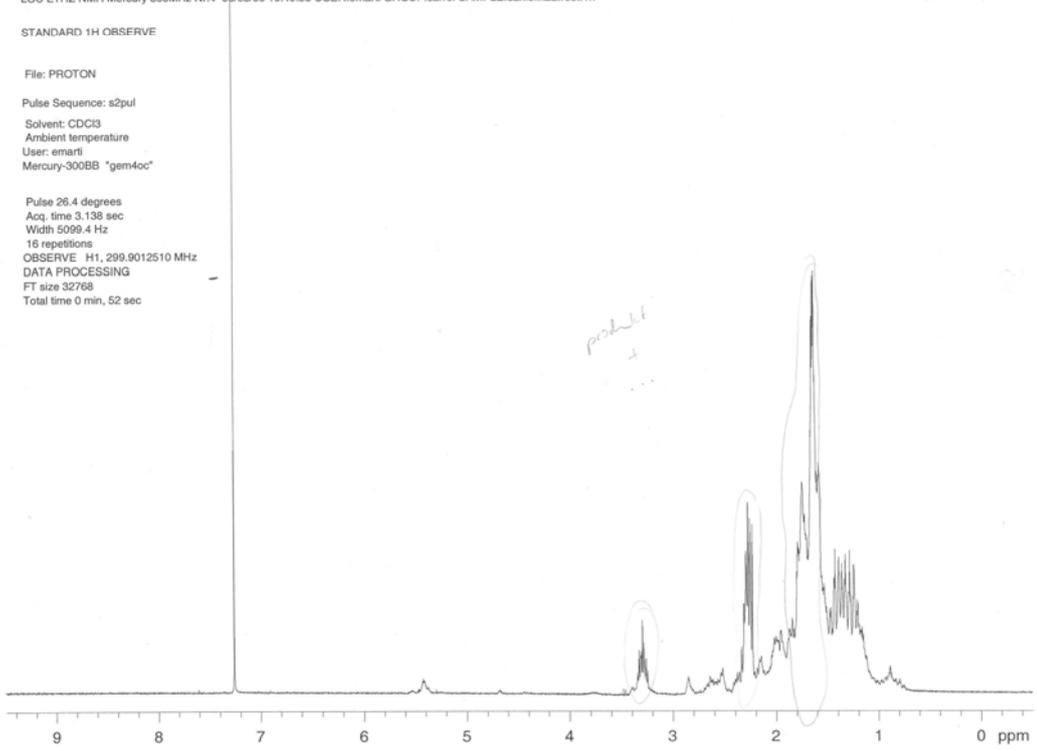
16 repetitions

OBSERVE H1, 299.9012510 MHz

DATA PROCESSING

FT size 32768

Total time 0 min, 52 sec

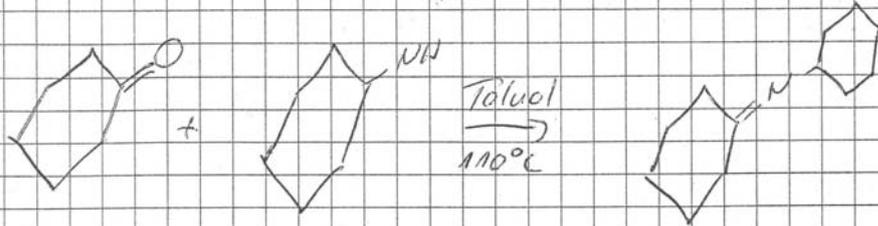


Nicht destilliertes Reaktionsgemisch, mit dem gewünschten Produkt und Nebenprodukten

7.2. Laborjournal

20/05/06

Synthese von N-Cyclohexyliden-cyclohexylamin 8



10,5 ml Cyclohexanon

11,5 ml Cyclohexylamin

20 ml Toluol

→ H₂O → Abscheider Start 13:25 (30/05)

Ende 16:00 (31/05)

→ einrotiert

11/06/06

→ Destillation

40-sec 22°C -

64-sec → Heißföhn Dest. Funktioniert nicht

→ Frasi: NMR

① Frakt ① → Toluol

② Fraktion ② → " und 

③ → Produkt + T₂

→ ? Vom Matthias was bekommen ?

① Glas + Produkt 70,5708g

Glass 61,0228g & 9,548g