

## 2.3

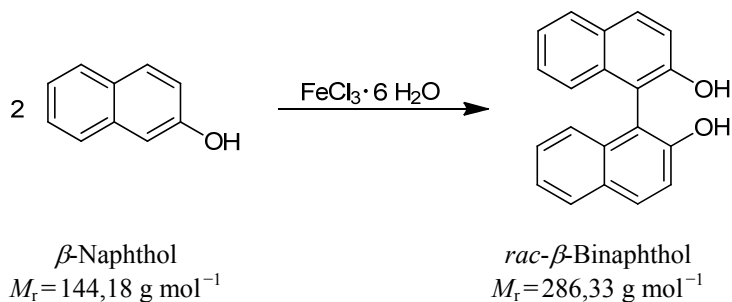
### Darstellung von 2,2'-Dihydroxy-1,1'-binaphtyl ( $\beta$ -Binaphthol)

#### Chemikalien

3,00 g (20,8 mmol) $\beta$ -Naphthol	R: 20, 22 S: 24, 25	$Fp = 124\text{ }^{\circ}\text{C}$
5,68 g (21 mmol) Eisen(III)chlorid-hexahydrat	R: 34 S: 7, 8, 26, 36, 37, 39, 45	
Toluol	R: 11, 20 S: 16, 25, 33, 39	$Kp = 111\text{ }^{\circ}\text{C}$
Petrolether	R: 11 S: 9, 16, 29, 33	$Kp = 30-70\text{ }^{\circ}\text{C}$
Celite <sup>®</sup>	R: 36, 37, 38 S: 26, 36	
Magnesiumsulfat	R: – S: 22, 24, 25	

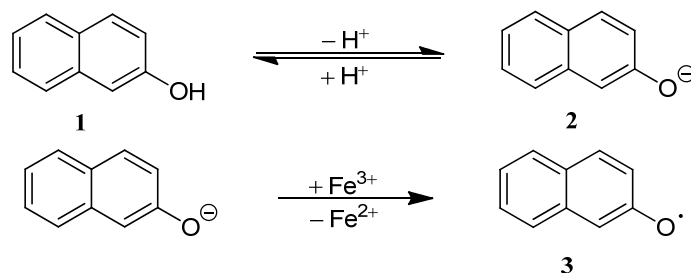
R 11:	Leichtentzündlich
R 20:	Gesundheitsschädlich beim Einatmen
R 22:	Gesundheitsschädlich beim Verschlucken
R 34:	Verursacht Verätzungen
S 7:	Behälter dicht geschlossen halten
S 8:	Behälter trocken halten
S 16:	Von Zündquellen fernhalten – Nicht rauchen
S 24:	Berührung mit der Haut vermeiden
S 25:	Berührung mit den Augen vermeiden
S 26:	Bei Berührung mit den Augen gründlich mit Wasser ausspülen und Arzt konsultieren
S 29:	Nicht in die Kanalisation gelangen lassen
S 33:	Maßnahmen gegen elektrostatische Aufladung treffen
S 36:	Bei der Arbeit geeignete Schutzkleidung tragen
S 36:	Geeignete Schutzhandschuhe tragen
S 39:	Schutzbrille/Gesichtsschutz tragen
S 45:	Bei Unfall oder Unwohlsein sofort Arzt hinzuziehen

#### Reaktionsgleichung

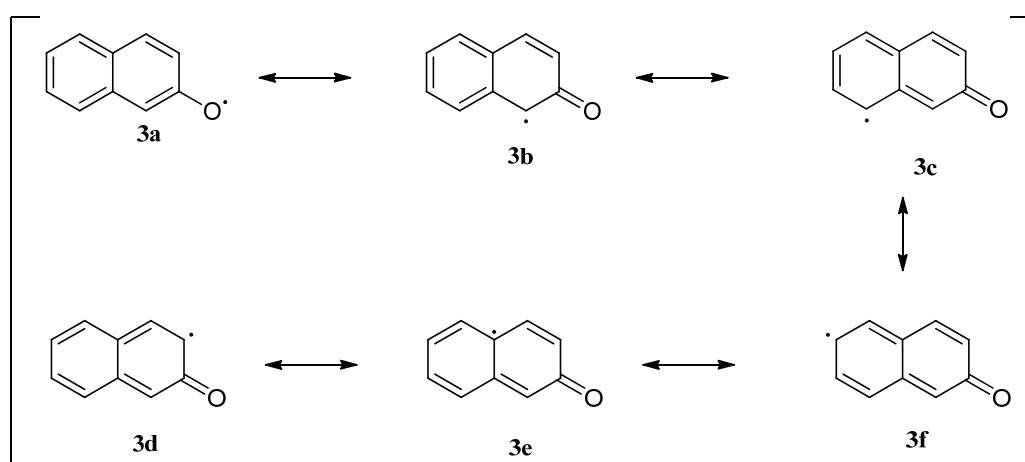


## Reaktionsmechanismus

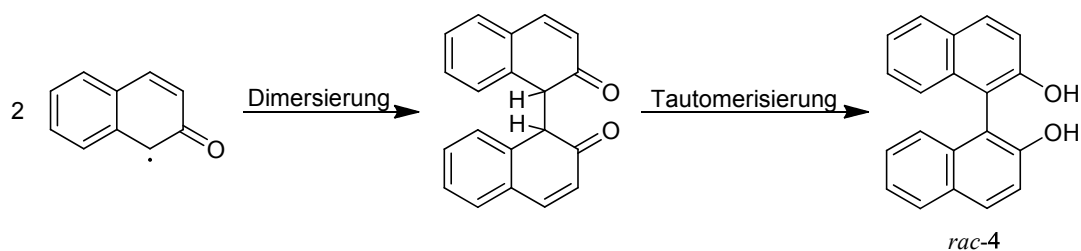
Zunächst wird das  $\beta$ -Naphthol **1** zum Naphtholat-Ion **2** deprotoniert, welches durch Eisen(III) unter Ausbildung eines mesomeriestabilisierten Radikals **3** oxidiert wird.



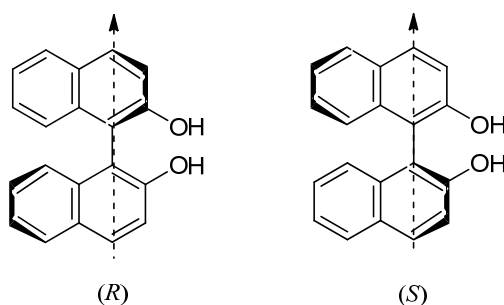
Von den mesomeren Grenzformeln des Radikals sind **3a** und **3b** am stabilsten, da hier noch in einem Ring der aromatische Charakter erhalten bleibt. Spezies **3b** ist am stabilsten, da ein sekundäres Radikal vorliegt.



Durch Dimerisierung zweier Radikale und anschließender tautomeren Umlagerung zur Wiederherstellung des aromatischen Charakters entsteht  $\beta$ -Binaphthol **4**.



Aufgrund der Ringsysteme und der Hydroxy-Gruppe ist eine freie Rotation um die Kohlenstoff-Kohlenstoff-Bindung zwischen beiden Ringen nicht möglich. Somit existiert eine axiale Chiralität und man erhält ein racemisches Gemisch.



## Durchführung

In einem mit Rückflusskühler und Tropftrichter versehenen Dreihalskolben wurden 3,00 g  $\beta$ -Naphthol in 400 mL dest. Wasser unter Rühren zum Sieden erhitzt. Nach dem Auflösen des  $\beta$ -Naphthols wurde eine Lösung aus 5,68 g Eisen(III)chlorid-hexahydrat in 40 mL Wasser langsam zugetropft.

Nach dem Abkühlen des Reaktionsgemisches bis dieses nicht mehr siedete, wurden erneut 3,00 g  $\beta$ -Naphthol, und nach dessen Auflösung in der Siedehitze, eine Lösung aus 5,68 g Eisen(III)chlorid-hexahydrat in 40 mL Wasser zugegeben. Das Gemisch wurde für 30 min. am Sieden gehalten, wobei sich ein bräunlicher Niederschlag zusammenballte. Danach wurde heiß filtriert und das Rohprodukt mit 200 mL dest. Wasser ausgekocht und erneut heiß filtriert. Das getrocknete Produkt wurde über Nacht stehen gelassen und am nächsten Tag mit 80 mL Toluol unter Rückfluss gekocht. Zum Trocknen wurde Magnesiumsulfat und zum Entfärben etwa 4 g Aktivkohle zugegeben, bevor heiß über Celite<sup>®</sup> filtriert und zweimal mit etwas Toluol nachgewaschen wurde.

Nach dem Einengen am Rotationsverdampfer wurde einige Zeit im Eisbad gekühlt, wodurch noch in Lösung befindliches  $\beta$ -Binaphthol auskristallisierte. Das abfiltrierte Produkt wurde mit etwa 20 mL kaltem Petrolether gewaschen und im Vakuum getrocknet.

## Auswertung

Einwaage an $\beta$ -Naphthol:	6,00 g (41,6 mmol)
theoretische Ausbeute an $\beta$ -Binaphthol:	5,96 g
Literaturausbeute:	4,80 g (80% der Theorie)
experimentelle Ausbeute:	4,50 g (15,7 mmol; 75% der Theorie, 93,8% der Literatur)