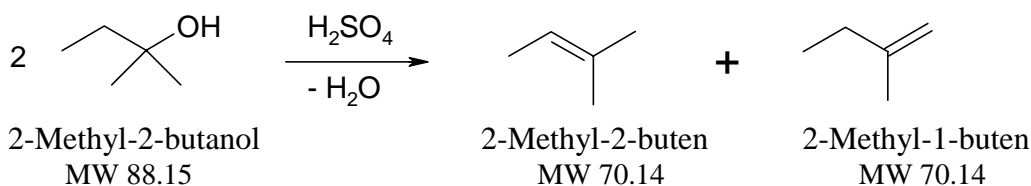


Alkene aus Alkoholen: **2-Methyl-2-buten**

Macroscale



Dest. ND

Produktana-
lyse mit GC

Chemikalien:

2-Methyl-2-butanol: 30.0 g **Xn**

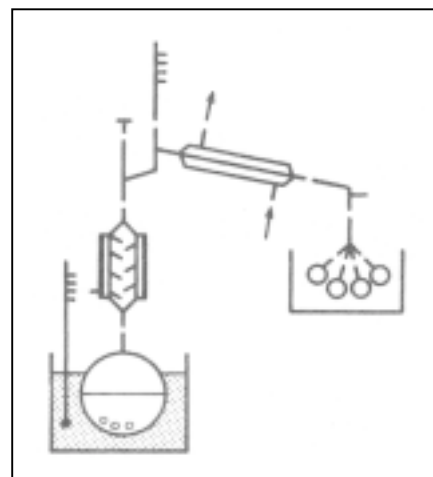
Schwefelsäure konz.: 18 ml **C**

Natronlauge 3 M: 10 ml **C**

Calciumchlorid **Xi**

Durchführung der Reaktion:

In einen 250 ml-Rundkolben gibt man 36 ml Wasser und tropft unter gründlicher Durchmischung und Eiskühlung langsam 18 ml konzentrierte Schwefelsäure zu. Die Lösung wird weiterhin in einem Eisbad gekühlt, zu dem Gemisch gibt man unter Rühren langsam 30 g 2-Methyl-2-butanol. Man mischt die Reaktanden gründlich und befestigt den Kolben an der für die fraktionierte Destillation vorgesehene Apparatur - siehe Abbildung. Statt der Spinne wird nur ein Vorlagekolben verwendet, der in einem Eisbad gekühlt wird, da die Reaktionsprodukte sehr flüchtig sind. Der Reaktionskolben wird langsam erwärmt, bis die gebildeten Alkene vollständig überdestilliert sind.



Isolierung und Reinigung:

Zum Destillat gibt man im Scheidetrichter 10 ml kalte 3 M Natronlauge (wozu?), schüttelt gut durch, trennt die wässrige Phase ab und trocknet das Produkt über wasserfreiem Calciumchlorid. Das Trockenmittel wird in kleinen Portionen zugegeben, bis es beim Schütteln nicht mehr zusammenklumpt. Dabei muss der Kolben immer kalt gehalten werden!

Während das Produktgemisch trocknet (ca. 15 Minuten mit mehrmaligem Schütteln), wird die Destillationsapparatur gut gespült und dann gründlich (!) getrocknet. Das Produkt wird vom Calciumchlorid durch Dekantieren oder Filtrieren (Gefahr des Ausbeuteverlustes durch Verdunsten!) getrennt und dann wieder über eine Vigreuxkolonne in eine eisgekühlte, tarierte Vorlage destilliert, wobei das Produkt in einem Siedebereich von 30 - 43 °C aufgefangen wird.

Identifizierung

Man wiegt das Produkt, bestimmt die Ausbeute und analysiert es durch Gaschromatographie (Säule bei RT). *Wenn die Gaschromatographie nicht sofort erfolgt, muss das Produkt dicht verschlossen in einem explosionsgeschützten Gefrierschrank aufbewahrt werden!*

2-Methyl-1-buten siedet bei 31.2 °C, 2-Methyl-2-buten bei 38.6 °C.

Literaturausbeute: ca. 50 % der Theorie