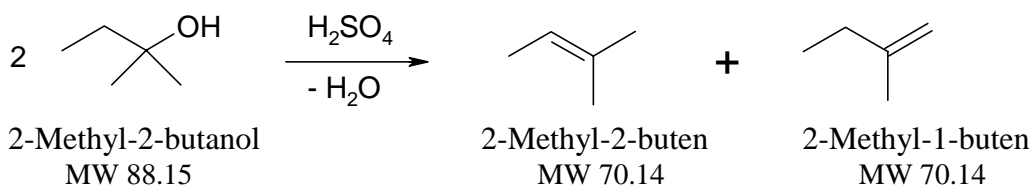


Alkene aus Alkoholen: **2-Methyl-2-buten**

Microscale



Dest. ND
Produktanalyse mit GC

Chemikalien:

2-Methyl-2-butanol: 0.80 g (1.00 ml) **Xn**

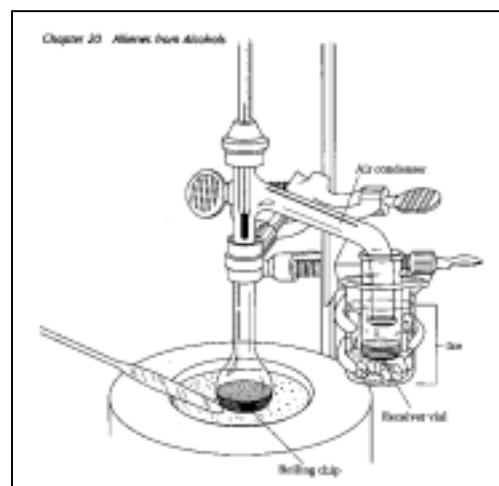
Schwefelsäure konz.: 0.50 ml **C**

Natronlauge 3 M: 0.3 ml **C**

Calciumchlorid **Xi**

Aceton **F**

Ethanol **F**



Durchführung der Reaktion:

In den 5 ml-Rundkolben mit langem Hals gibt man 1 ml Wasser und tropft unter gründlicher Durchmischung langsam 0.5 ml konzentrierte Schwefelsäure zu. Die heiße Lösung wird in einem Eisbad gekühlt, zu dem kalten Gemisch gibt man 1.0 ml (0.8 g) 2-Methyl-2-butanol. Man mischt die Reaktanden gründlich, gibt einige Siedesteine hinzu benutzt zur einfachen Destillation die in der Abbildung gezeigte Apparatur.

Der Vorlagekolben wird in einem Eisbad gekühlt, da die Reaktionsprodukte sehr flüchtig sind. Der Reaktionskolben wird auf einem Sandbad erwärmt um die Reaktion zu starten, die Produkte werden im Temperaturbereich von 35 bis 40 °C überdestilliert. Nachdem die gewünschten Produkte abdestilliert sind, sinkt die Destillationsrate merklich. An diesem Punkt wird die Destillation beendet. Danach würde die Siedetemperatur des Gemischs rapide steigen, da dann Wasser und Schwefelsäure überdestillieren würden.

Isolierung und Reinigung

Zum Destillat gibt man 0.3 ml kalte 3 M Natronlauge, um vorhandene Schwefelsäure zu neutralisieren. Es wird gut geschüttelt, die wäßrige Phase abgetrennt und das Produkt über wasserfreiem Calciumchlorid getrocknet. Das Trockenmittel wird in kleinen Portionen zugegeben, bis es nicht mehr zusammenklumpt. *Dabei muss das Behältnis immer kalt gehalten werden!*

Während das Produktgemisch trocknet, wird die Destillationsapparatur erst mit Wasser, dann mit Ethanol und zuletzt mit etwas Aceton ausgespült. Dann wird die Apparatur *gründlich (!)* getrocknet, indem man mit der Membranpumpe Luft durchsaugt. Wenn dies nicht sorgfältig geschieht, werden die Produkte mit Aceton verunreinigt!

Mit einer Pipette wird das Buten-Gemisch nun in die Destillationsapparatur eingefüllt, einige Siedesteine werden zu dem nun trockenen Gemisch gegeben und es wird in den tarierten, kalten Vorlagekolben destilliert. Es wird die Fraktion bis zu einem Siedepunkt von 43 °C gesammelt.

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.