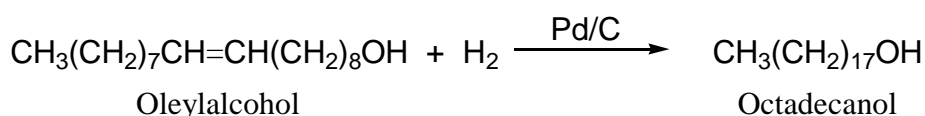


Katalytische Hydrierung: *1-Octadecanol*



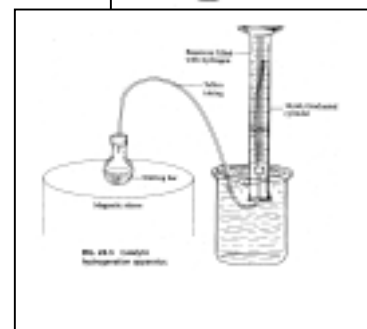
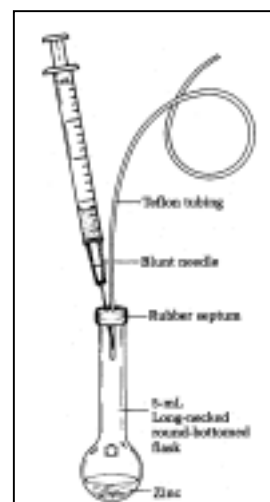
Microscale

Wasserstoff
Katalyt.
Hydrierung

Durchführung der Reaktion:

Bei diesem Versuch soll Wasserstoff selbst hergestellt und die Menge des verbrauchten Wasserstoffs gemessen werden.

Man baut die nebenstehende Apparatur auf, gibt 1 g Zinkgranalien in den 5 ml Langhalskolben und verschließt ihn mit einem Septum, durch das der Teflonschlauch führt. Man füllt eine Spritze mit ca. 1 ml einer ca. 33 %igen Schwefelsäure, durchsticht das Septum und gibt wenige Tropfen Säure zum Zink. Wenn die Luft im Kolben weitestgehend durch Wasserstoff ersetzt ist, führt man den Teflonschlauch in den wassergefüllten 10 ml Meßzylinder ein und füllt diesen mit ca. 9 ml Wasserstoff. In der Zwischenzeit hat man den 5 ml Kurzhalskolben mit 20 mg Katalysator (10 % Palladium auf Aktivkohle), 1.5 ml Methanol und einem Magnetrührstab beschickt. Man entfernt nun die Spritze und das Septum vom Kolben der Wasserstofferzeugung und bringt das Septum mit dem Teflonschlauch am 5 ml Kurzhalskolben an. Man läßt den Rührer kurz laufen, um das Methanol mit Wasserstoff zu sättigen, und liest dann die Höhe des Wasserspiegels im Meßzylinder ab. Dann injiziert man eine Lösung von 107 mg Oleylalkohol in 0.6 ml Methanol mit einer Spritze durch das Septum in den Reaktionskolben, stellt den Rührer wieder an und verfolgt den Verbrauch von Wasserstoff als Funktion der Zeit. Ein entsprechendes Diagramm wird im Protokoll gezeichnet.



Isolierung und Reinigung:

Wenn der Wasserstoff im Meßzylinder nicht mehr abnimmt (wieviel Wasserstoff sollte verbraucht werden?) wird der Katalysator abfiltriert. Dazu stopft man einen Wattebausch in eine Pasteurpipette und gibt eine 5 mm hohe Schicht Silicagel obenauf. Mit einer weiteren Pipette gibt man das Reaktionsgemisch in die Pasteurpipette und fängt das Filtrat in der tarierten Saugflasche auf. Falls das Durchlaufen durch die Pasteurpipette zu langsam geht, kann man Druck mit einem Gummihütchen anwenden. Man spült das Reaktionsgefäß zweimal mit einigen Tropfen Methanol, die man ebenfalls filtriert. Sollte das Filtrat nicht klar sein, so wird es noch einmal durch die gleiche Pasteurpipette filtriert. Man entfernt das Methanol durch Anlegen von Vakuum, wobei man die Saugflasche am Schluss im Vakuum auf ca. 80 °C erwärmt, um das Lösungsmittel restlos zu entfernen. Der zurückbleibende Kolbeninhalt sollte bei 56 - 58 °C schmelzen.

Nach dem Abwiegen des Produktes wird eine kleine Probe davon mit Bromlösung auf die Anwesenheit von Doppelbindungen überprüft.

Literaturausbeute: nicht angegeben

Lit.-Smp.: 56 - 58 °C (nur bei reinem Edukt)