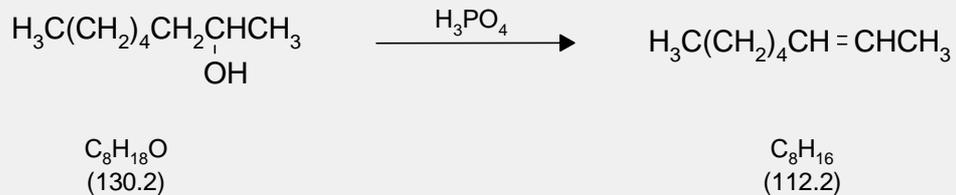


## Säurekatalysierte Eliminierung von Wasser aus Octanol-2 zu Octen-2



**Arbeitsmethoden:** Destillation bei Normaldruck, Destillation im Wasserstrahlvakuum, fraktionierende Destillation über eine Vigreuxkolonne.

### Chemikalien:

**Octanol-2:** R 36/38; S 23; Sdp. 178°C; d = 0.82; Flammpunkt: 76 °C;  $n_D^{20}$  = 1.4234; nicht mischbar mit Wasser.

**Phosphorsäure (85%):** R 34; S 26-36/37/39-45; Schmp. 21 °C; Sdp. 158 °C; d = 1.71; Dampfdruck bei 25 °C: 2.2 hPa; wasserlöslich; hygroskopisch.

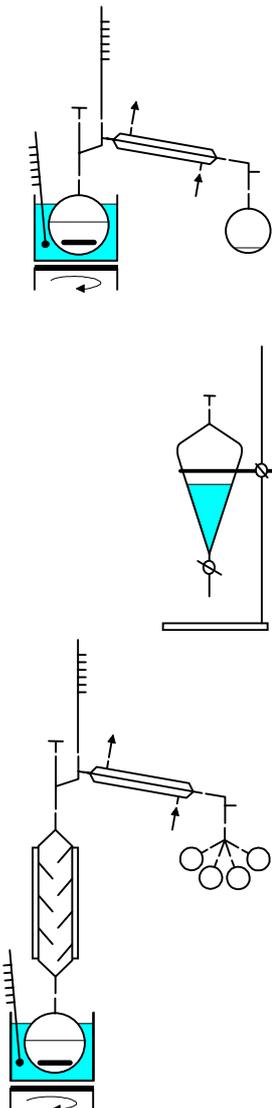
### Durchführung der Reaktion

In einem NS 14.5 100 ml-Rundkolben mit Magnetrührstab werden 23.9 ml (19.6 g, 0.15 mol) Octanol-2 vorgelegt und mit 10.0 g 85 %-iger Phosphorsäure (Abwiegen in einem kleinen Erlenmeyerkolben) versetzt. Nun wird eine Destillationsbrücke aufgesetzt und das Gemisch unter kräftigem Rühren bei Normaldruck im Ölbad auf 150 - 180 °C so erhitzt, dass das gebildete Alken als Alken/Wasser-Gemisch bei ca. 85 - 130 °C destilliert, das bei 178 °C siedende Octanol-2 aber nicht übergehen kann.

### Isolierung und Reinigung

Man überführt das Destillat in einen kleinen Scheidetrichter und trennt die organische Phase ab (→ **E<sub>1</sub>**). Die organische Phase wird in einem 50 ml-Erlenmeyerkolben über Natriumsulfat getrocknet. Die Menge des Trockenmittels wird so bemessen, dass bei portionsweiser Zugabe mit einem Löffelspatel die letzte zugegebene Menge nach dem Umschwenken pulvrig bleibt. Man lässt anschließend mindestens 30 min über dem Trockenmittel stehen bevor über einen Hirschtrichter mit Hilfe eines Witt'schen Topfes abgesaugt wird (→ **E<sub>2</sub>**), als Auffanggefäß wird ein 50 ml-Rundkolben verwendet, der in der nachfolgenden Destillation als Destillationskolben dient.

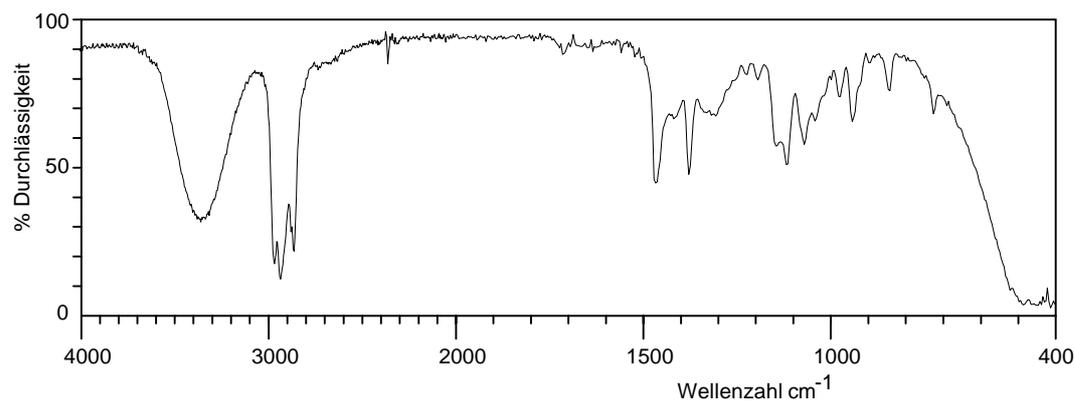
Das Rohprodukt wird bei Normaldruck in einer Destillationsapparatur mit 20 cm-Vigreux-Kolonne fraktionierend destilliert. (→ **E<sub>3</sub>**). Die Destillation (Badtemp. bis ca. 170°C) liefert nach Abtrennung eines Vorlaufs (ca. 3.0 g) bei einem Sdp. von 123°C (± 2-3°C) das Octen-2, Ausb. 11.4 g (67%),  $n_D^{20}$  = 1.4135.



### Hinweise zur Entsorgung (E), Redestillation (R) der Lösungsmittel

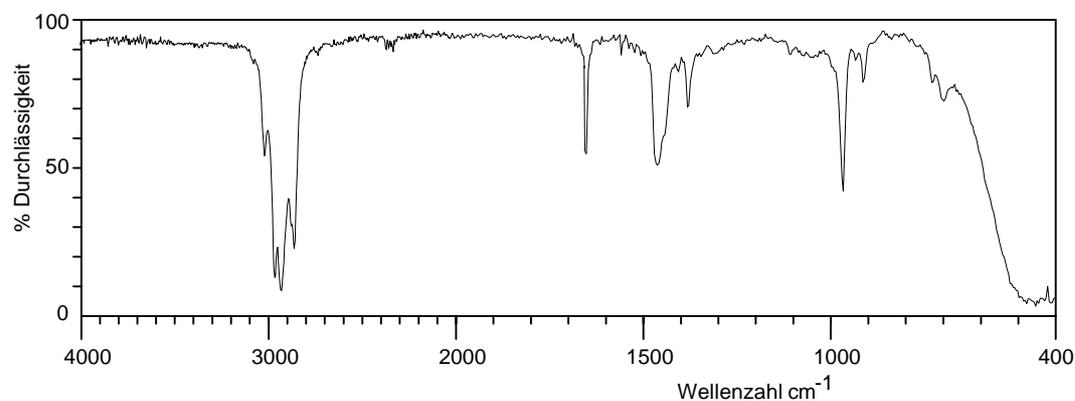
- E<sub>1</sub>:** Die wässrigen Phasen in den halogenhaltigen wässrigen org. Sonderabfall **B<sub>1</sub>** geben.
- E<sub>2</sub>:** Trockenmittel und Filterpapier in den organischen Sonderabfall für Feststoffe **F<sub>2</sub>** geben.
- E<sub>3</sub>:** Destillationsreste mit wenig Aceton lösen und in den halogenfreien org. Sonderabfall **A<sub>2</sub>** geben.

### IR-Spektrum von Octanol-2



Valenzschwingungen: O-H: 3340; C-H: 2970, 2940, 2870 cm<sup>-1</sup>.

### IR-Spektrum von Octen-2



Valenzschwingungen: =C-H: 3070; C-H: 2950, 2930, 2860; C=C: 1670 cm<sup>-1</sup>.

### Versuchsergebnis und Schlussfolgerung

- Bei der säurekatalysierten Eliminierung von Wasser aus dem Octanol-2 als sekundärem Alkohol erfolgt die Wasserabspaltung nach Saytzeff bevorzugt zum Octen-2 als dem gegenüber dem Octen-1 thermodynamisch stabileren Alken. Sekundäre Alkohole können bereits mit 85-proz. Phosphorsäure dehydriert werden, während primäre Alkohole nur mit konz. Schwefelsäure bei höheren Temperaturen reagieren.