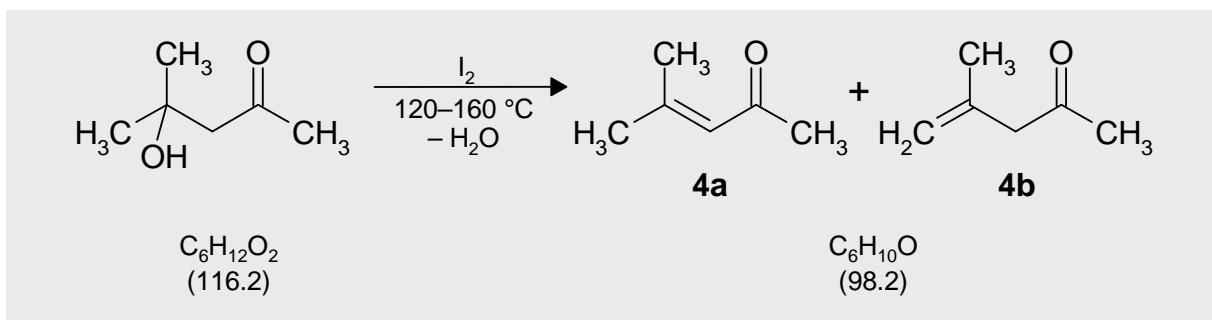


2.1.4 Dehydratisierung von 4-Hydroxy-4-methyl-2-pentanon mit katalytischen Mengen Iod zu 2-Methyl-2-penten-4-on (4a) und 2-Methyl-1-penten-4-on (4b)

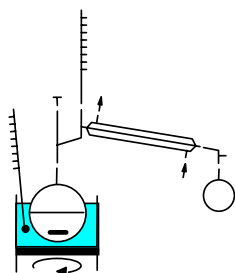


Arbeitsmethoden: Destillation

Chemikalien

4-Hydroxy-4-methyl-2-pentanon
Iod

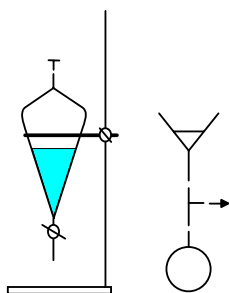
Sdp. 166 °C, $d = 0.94$ g/ml. Wird in [Versuch 5.1.1](#) hergestellt.
Schmp. 114 °C, Dampfdruck bei 20 °C: 0.35 hPa, sublimiert bereits bei Raumtemperatur. **Hautkontakt** und **Einatmen** der Dämpfe vermeiden.



Durchführung

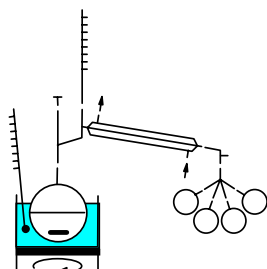
Vor Beginn **Betriebsanweisung** erstellen.

In einem 100 ml Rundkolben werden 0.25 mol (29.1 g, 31.0 ml) 4-Hydroxy-4-methyl-2-pentanon und 1 Gew.-% Iod¹ (0.3 g) gelöst. Das Gemisch wird in einer Destillationsapparatur zunächst auf etwa 120 °C, im Laufe der Reaktion auf 150–160 °C Badtemperatur erhitzt, bis kein Destillat mehr übergeht (Destillationsrückstand → **E**₁).



Isolierung und Reinigung

Man überführt das Destillat in einen Scheidetrichter und trennt die Phasen (→ **E**₂). Die organische Phase² wird über Natriumsulfat getrocknet. Zum Absaugen des Trockenmittels (→ **E**₃) wird als Auffanggefäß ein 50-ml-Kolben verwendet, der für die nachfolgende Destillation verwendet wird, aus dem anschließend bei Normaldruck in einer kleinen Destillationsapparatur mit Spinne und tarierten Vorlagekölbchen fraktionierend destilliert wird.³



Man führe ein Destillationsprotokoll und bestimme die Menge und den Brechungsindex der einzelnen Fraktionen. Fraktionen mit gleichem Brechungsindex werden vereinigt (→ **E**₄). Ausbeute an **4**: 65–75%, Sdp. 130 °C, $n_D^{20} = 1.4420\text{--}1.4450$. Hauptprodukt ist Mesityloxid (**4a**) (>90%), Nebenprodukt ist Isomesityloxid (**4b**) (<10%).

¹ Welche Funktion hat das Iod?

² Welches ist die organische Phase, woraus besteht die zweite Schicht?

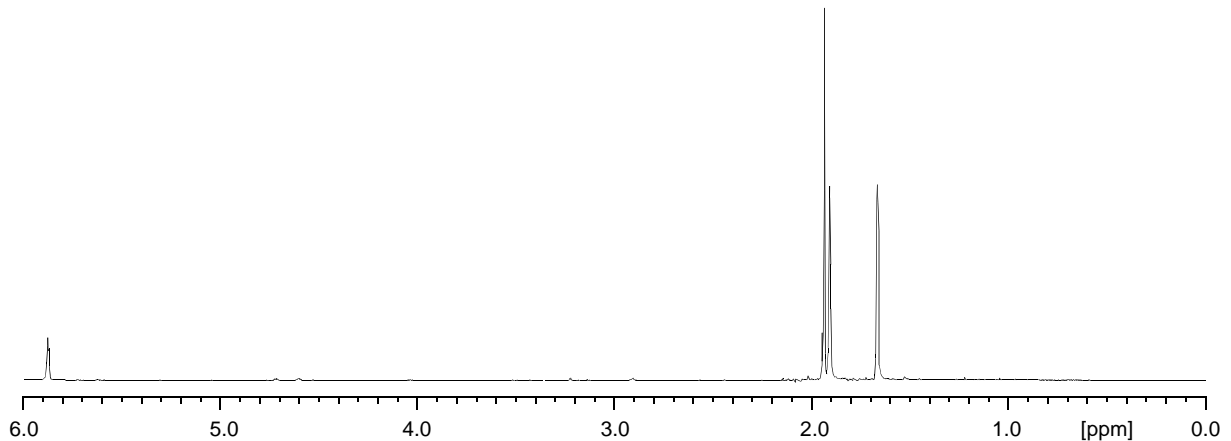
³ Weshalb filtriert man nicht einfach durch einen Faltenfilter?

Hinweise zur Entsorgung (E)

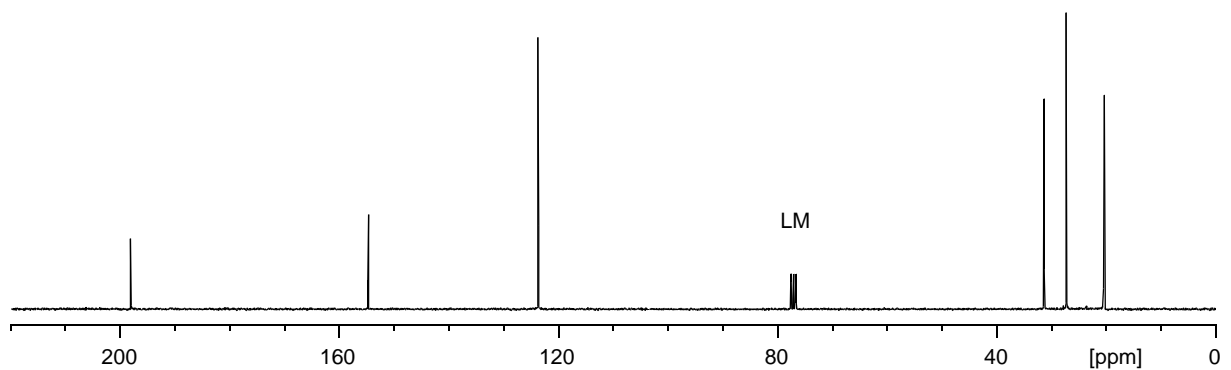
- E₁:** Destillationsrückstand in wenig Aceton lösen → Entsorgung (RHal).
E₂: Wässrige, iodhaltige Lösung mit Spuren von organischen Verbindungen → Entsorgung (H₂O mit RHal/Halogenid).
E₃: Kontaminiertes Trockenmittel → Entsorgung (Anorg. Feststoffe).
E₄: Destillationsrückstand und verunreinigte Fraktionen in wenig Aceton lösen → Entsorgung (RH).

Auswertung des Versuchs

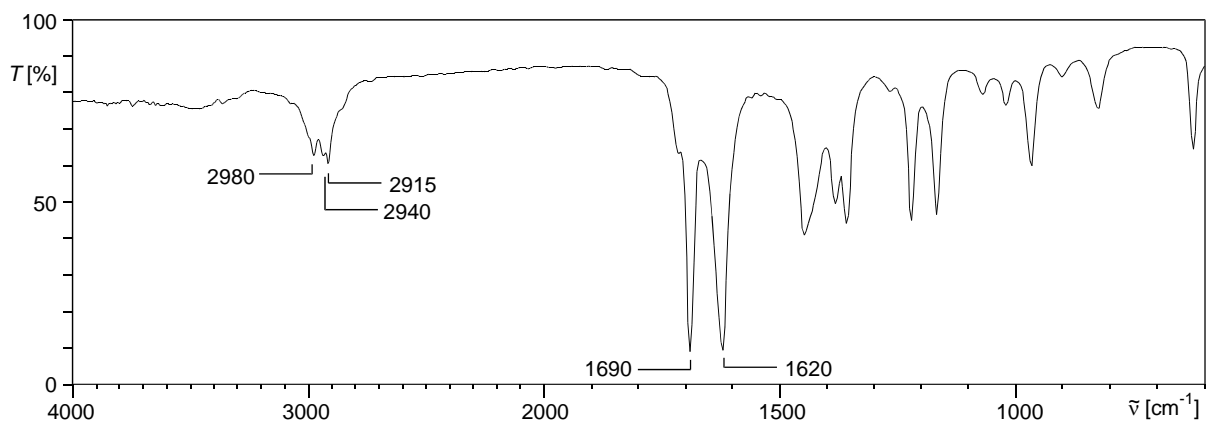
¹H-NMR-Spektrum von **4a** (300 MHz, CDCl₃): δ = 1.64 (3 H), 1.89 (3 H), 1.92 (3 H), 5.87 (1 H).



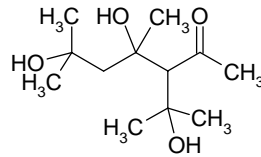
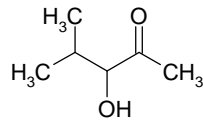
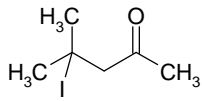
¹³C-NMR-Spektrum (75.5 MHz, CDCl₃) von **4a**: δ = 20.05 (CH₃), 27.05 (CH₃), 31.02 (CH₃), 123.68 (CH), 154.77 (C), 198.27 (C).



IR-Spektrum von **4a** (Film):



* Formulieren Sie den zu **4a** und **4b** führenden Reaktionsmechanismus.

Weitere denkbare Reaktionsprodukte:

- * Mit welchen spektroskopischen Daten und einfachen Versuchen lassen sich **A–C** ausschließen?
- * Diskutieren Sie die denkbaren Reaktionsmechanismen.

Literatur, allgemeine Anwendbarkeit der Methode

Iod ist als schwache Lewis-Säure zur milden Dehydratisierung von *tert*-Alkoholen gut geeignet. Kohlenstoffgerüstumlagerungen (siehe [Versuch 2.1.2](#)) werden nur in seltenen Fällen beobachtet.