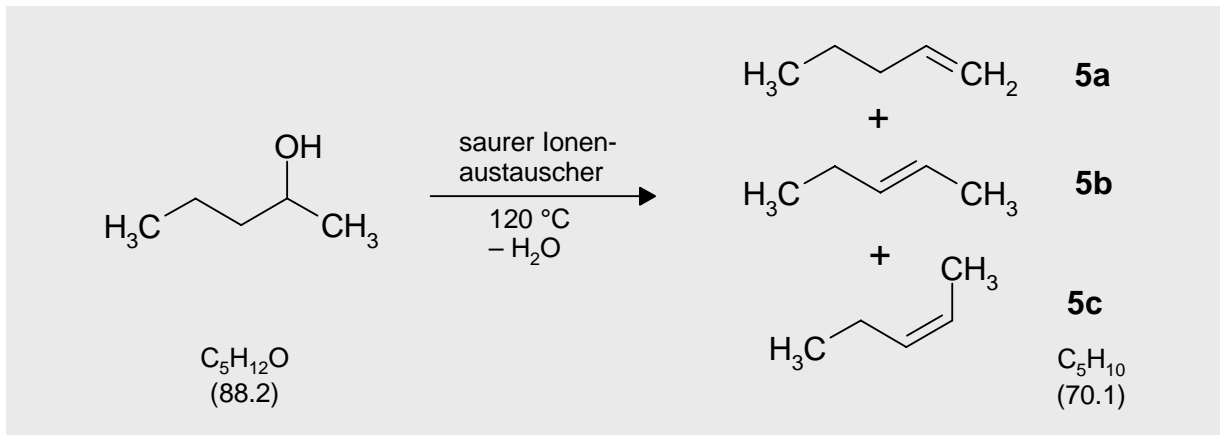


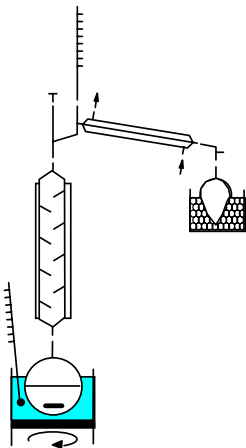
### 2.1.5 Dehydratisierung von 2-Pentanol mit einem sauren Ionenaustauscher zu 1-Penten (5a), E-2-Penten (5b) und Z-2-Penten (5c)



**Arbeitsmethoden:** Destillation, Gaschromatographie

#### Chemikalien

2-Pentanol Sdp. 119 °C,  $d = 0.81$  g/ml.  
Amberlyst 15® Stark saurer Ionenaustauscher.



#### Durchführung

Vor Beginn **Betriebsanweisung** erstellen.

0.10 mol (8.82 g, 10.9 ml) 2-Pentanol und 2.0 g saurer Ionenaustauscher (Amberlyst 15®) werden in einer Destillationsapparatur mit 50 ml Rundkolben und zwischengeschalteter 20-cm-Vigreuxkolonne und einem gekühlten Spitzkölbchen als Vorlage<sup>1</sup> (Eis/Kochsalzmischung) im Ölbad langsam bis auf 120 °C Badtemperatur erhitzt. Das Erhitzen wird bei dieser Temperatur solange fortgesetzt, bis kein Produkt mehr übergeht (→ **E**<sub>1</sub>).

#### Isolierung und Reinigung

Die untere wässrige Phase des Destillats wird mit Hilfe einer Pasteurpipette abgezogen (→ **E**<sub>2</sub>) und die obere Phase mindestens 30 min im Eisbad über wenig Magnesiumsulfat getrocknet. Anschließend wird vorsichtig in einen tarierten 50-ml-Rundkolben dekantiert<sup>2</sup> (→ **E**<sub>3</sub>) und die Rohausbeute bestimmt.

Das Produktgemisch wird mit einer kleinen einfachen Destillationsapparatur mit Trockenrohr erneut in eine mit Eis/Kochsalzmischung gekühlte, tarierte Vorlage destilliert (→ **E**<sub>4</sub>) und die Ausbeute bestimmt. Das Destillat wird gut verschlossen im Kühlschrank aufbewahrt. Der Anteil der einzelnen Komponenten im Gemisch wird <sup>1</sup>H-NMR-spektroskopisch oder gaschromatographisch bestimmt. Ausbeute an **5**: 60–75% Isomerenmischung, Siedebereich 30–36 °C.

<sup>1</sup> Warum wird hier ein Spitzkolben eingesetzt?

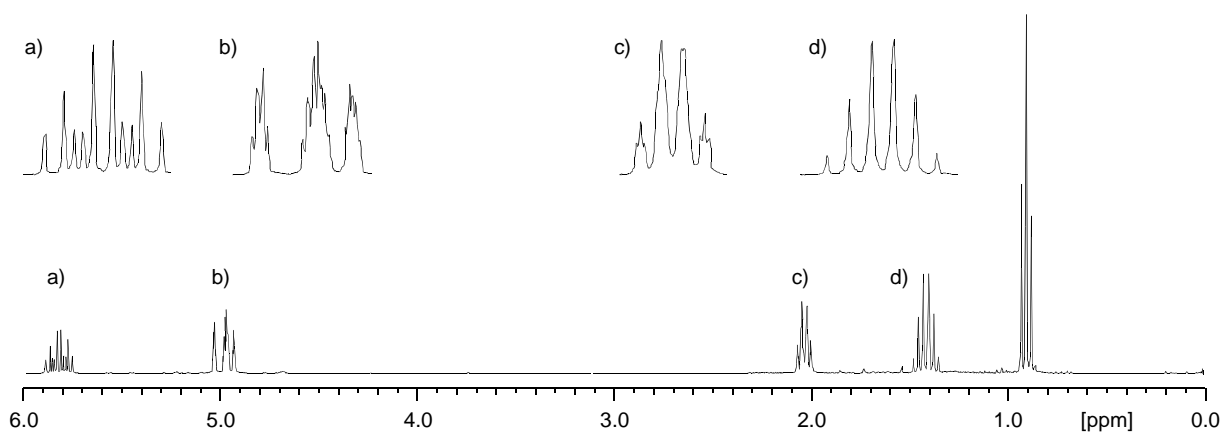
<sup>2</sup> Weshalb sollte man hier besser nicht filtrieren?

### Hinweise zur Entsorgung (E)

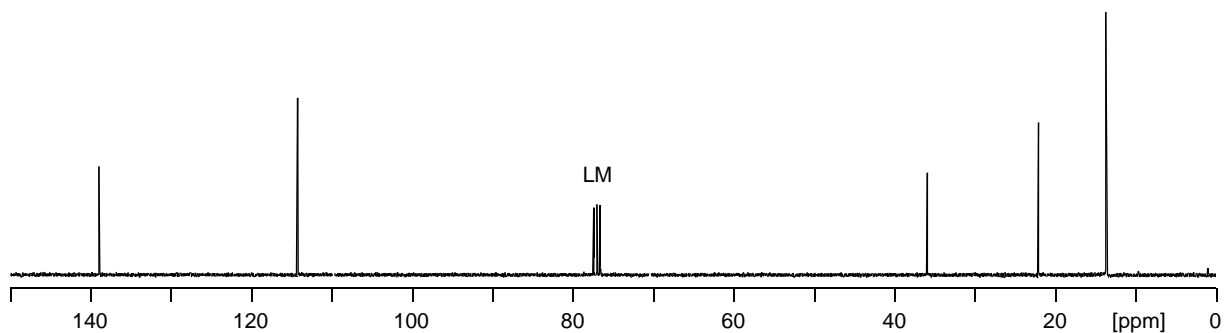
- E<sub>1</sub>:** Der abfiltrierte Ionenaustauscher kann nach Aktivierung (Behandeln mit halbkonz. Salzsäure, danach Waschen mit Wasser und Trocknen) wieder verwendet werden oder: **Entsorgung (Org. Feststoffe)**.  
**E<sub>2</sub>:** Lösung mit Spuren organischer Verbindungen → **Entsorgung (H<sub>2</sub>O mit RH)**.  
**E<sub>3</sub>:** Kontaminiertes Trockenmittel → **Entsorgung (Anorg. Feststoffe)**.  
**E<sub>4</sub>:** Destillationsrückstand → **Entsorgung (RH)**.

### Auswertung des Versuchs

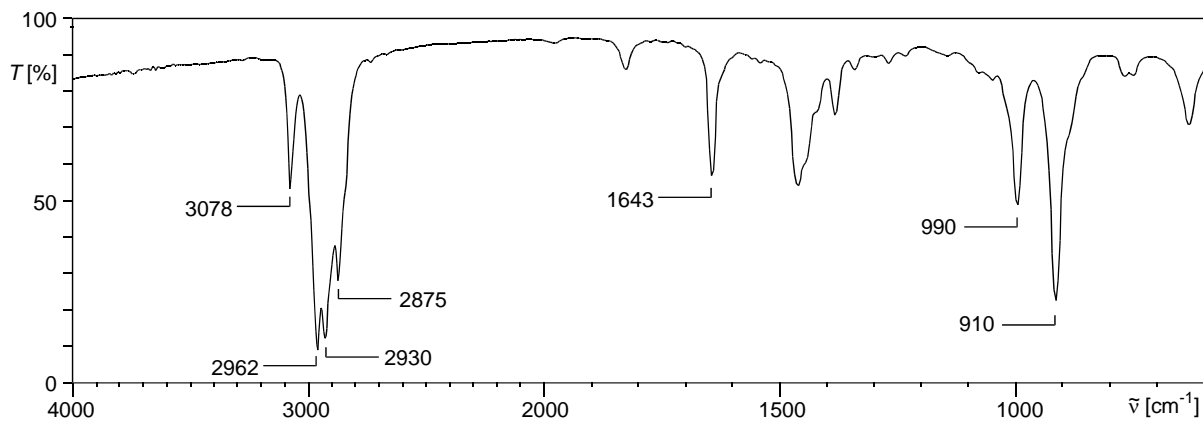
**<sup>1</sup>H-NMR-Spektrum** von **5a** (300 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ = 0.91 (3 H), 1.42 (2 H), 2.03 (2 H), 4.90–5.10 (2 H), 5.75–5.92 (1 H).



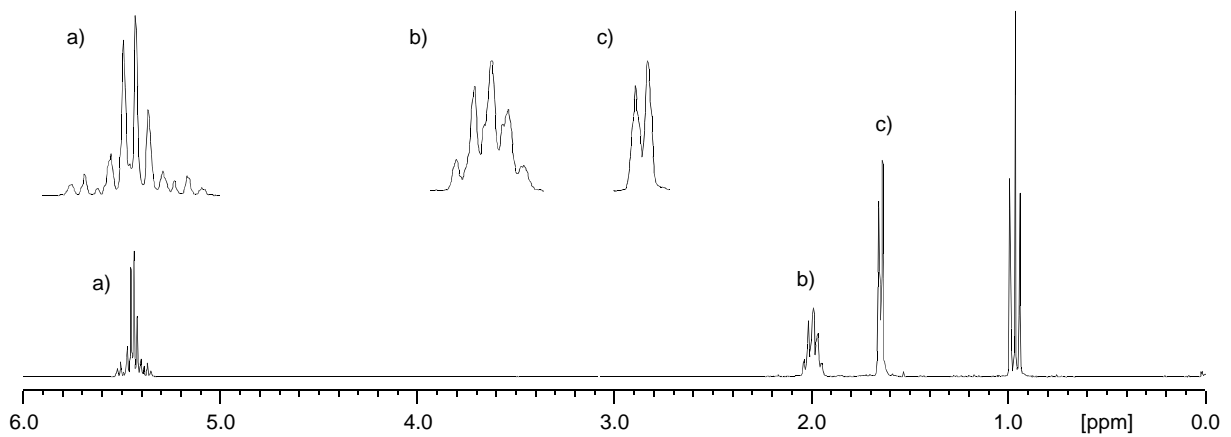
**<sup>13</sup>C-NMR-Spektrum** (75.5 MHz, CDCl<sub>3</sub>) von **5a**: δ = 13.59 (CH<sub>3</sub>), 22.07 (CH<sub>2</sub>), 35.89 (CH<sub>2</sub>), 114.26 (CH<sub>2</sub>), 138.96 (CH).



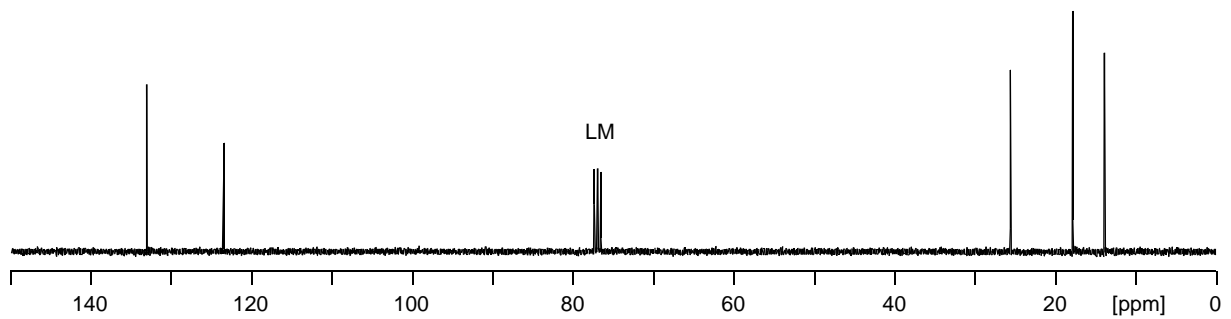
**IR-Spektrum** von **5a** (Film):



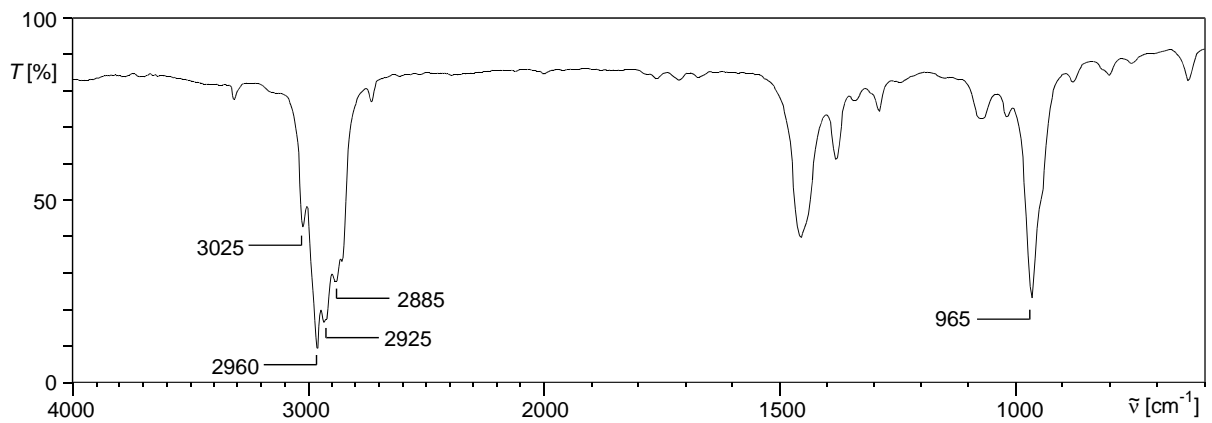
**$^1\text{H-NMR-Spektrum}$**  von **5b** (300 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta = 0.96$  (3 H), 1.64 (3 H), 1.98 (2 H), 5.34–5.55 (2 H).



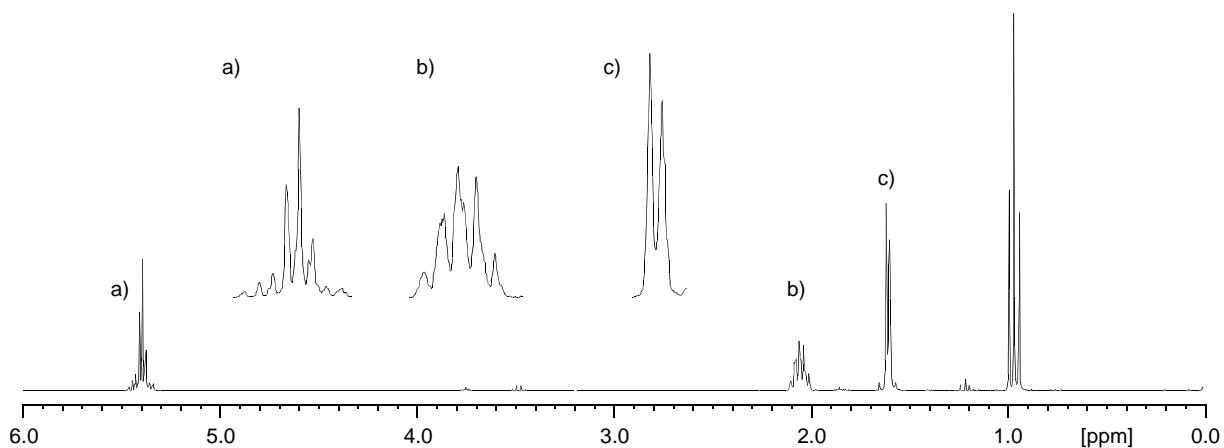
**$^{13}\text{C-NMR-Spektrum}$**  (75.5 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) von **5b**:  $\delta = 13.89$  ( $\text{CH}_3$ ), 17.85 ( $\text{CH}_3$ ), 25.59 ( $\text{CH}_2$ ), 123.59 ( $\text{CH}$ ), 133.16 ( $\text{CH}$ ).



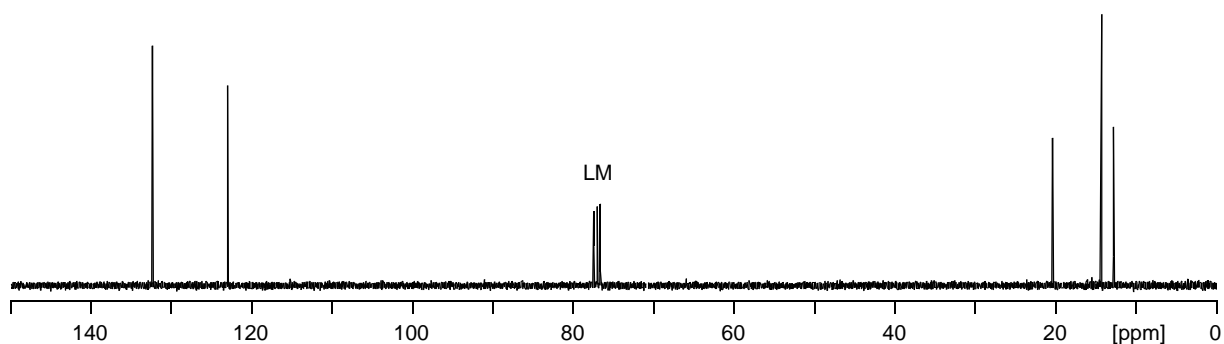
**IR-Spektrum** von **5b** (Film):



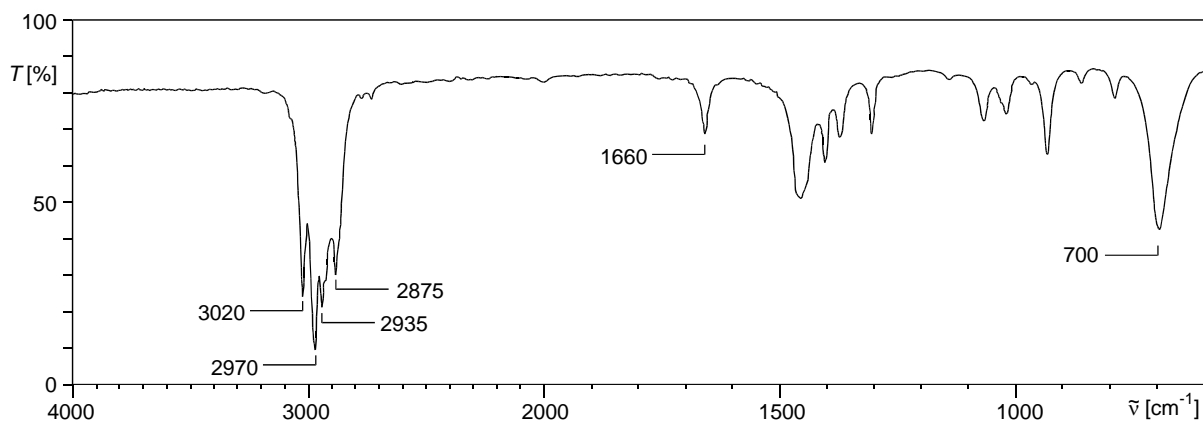
**$^1\text{H-NMR-Spektrum}$  von **5c** (300 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta = 0.96$  (3 H),  $1.60$  (3 H),  $2.04$  (2 H),  $5.34\text{--}5.55$  (2 H).**



**$^{13}\text{C-NMR-Spektrum}$  (75.5 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) von **5c**:  $\delta = 12.55$  ( $\text{CH}_3$ ),  $14.09$  ( $\text{CH}_3$ ),  $20.12$  ( $\text{CH}_2$ ),  $123.04$  ( $\text{CH}$ ),  $132.44$  ( $\text{CH}$ ).**



**IR-Spektrum von **5c** (Film):**

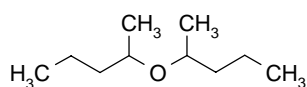
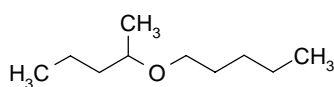


Von der Produktmischung wird ein  $^1\text{H-NMR-Spektrum}$  aufgenommen. Aus der Integration der Signale bei  $\delta = 1.55\text{--}1.70$  und  $4.8\text{--}6.0$  ist das Produktverhältnis **5a:5b:5c** zu bestimmen.

### Gaschromatographische Analyse des Reaktionsgemisches

Gaschromatographische Bedingungen: Säule 4 m, 15 % SE 30 auf Chromosorb 60/80 mesh, Säulentemperatur:  $30\text{ }^\circ\text{C}$ , Injektortemperatur:  $70\text{ }^\circ\text{C}$ . Man identifiziere die GC-Peaks mit Hilfe von Referenzsubstanzen (Assistent!) Aus dem Gaschromatogramm wird das Verhältnis der Olefine bestimmt (der Flächenfaktor wird vereinfacht mit 1 angenommen). Vergleichen Sie mit den  $^1\text{H-NMR-spektroskopisch}$  ermittelten Werten.

\* Formulieren Sie den zu **5a–5c** führenden Reaktionsmechanismus.

**Weitere denkbare Reaktionsprodukte:****A****B**

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

**Literatur, allgemeine Anwendbarkeit der Methode**

Saure Ionenaustauscher können in zahlreichen säurekatalysierten Reaktionen Mineralsäuren wie Schwefel- oder Phosphorsäure ersetzen. So ist die Eliminierung von Wasser mit Hilfe von stark sauren Ionenaustauschern bei vielen *sek*- und *tert*-Alkoholen möglich ([siehe auch Versuch 2.1.1](#)).

- [1] M.P.Doyle, B.F.Plummer *J. Chem. Educ.* **1993**, *70*, 493–495.
- [2] L.F. Fieser, M. Fieser „*Fieser and Fieser's Reagents for Organic Synthesis, Band 15*, Wiley Interscience, New York, **1990**, S. 178.
- [3] F.A. Carey, R.J. Sundberg, *Organische Chemie*, VCH, Weinheim, **1995**, S. 360–370.