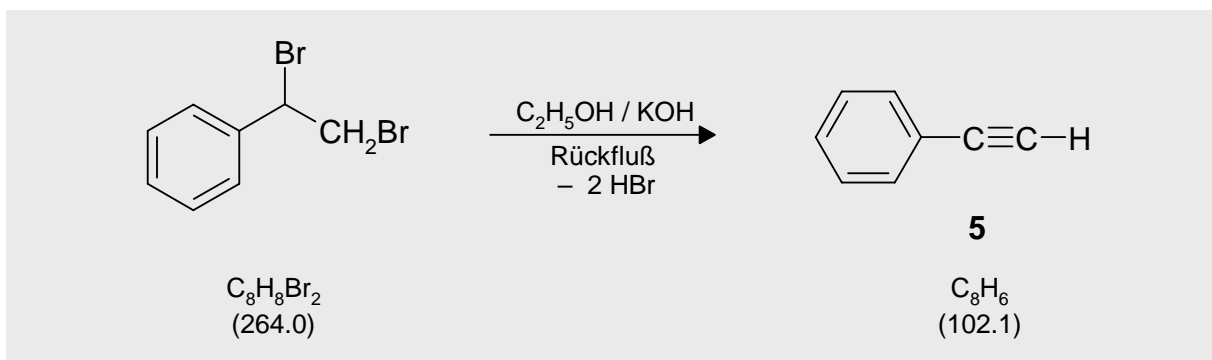


2.2.5 Bromwasserstoff-Eliminierung aus 1,2-Dibrom-1-phenylethan zu Phenylacetylen (5)



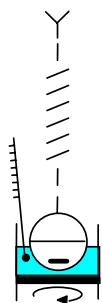
Arbeitsmethoden: Destillation.

Edukt für 6.1.5.1

Chemikalien

1,2-Dibrom-1-phenylethan
Kaliumhydroxid
Ethanol
tert-Butylmethylether

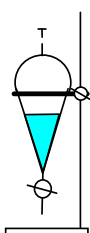
Sdp. 139–141 °C/20 hPa; wird in [Versuch 3.1.1](#) hergestellt.
Verursacht **schwere Verätzungen**. Sofort mit viel Wasser abspülen.
Sdp. 78 °C, $d = 0.79$ g/ml, Dampfdruck bei 20 °C: 59 hPa.
Sdp. 55 °C, $d = 0.74$ g/ml, Dampfdruck bei 20 °C: 268 hPa.



Durchführung

Vor Beginn **Betriebsanweisung** erstellen.

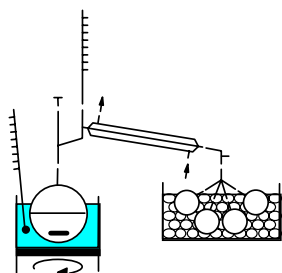
In einem 250-ml-Rundkolben werden 75 mmol (19.8 g) 1,2-Dibrom-1-phenylethan mit 0.35 mol (19.6 g) gepulvertem Kaliumhydroxid gemischt. Man setzt einen Rückflusskühler auf und gibt durch den Kühler langsam 24 ml Ethanol zu, wobei eine heftige Reaktion eintritt. Unter gelegentlichem Umschwenken wartet man ab, bis die Reaktion abgeklungen ist und erhitzt dann noch 1 h unter Rückfluss.



Isolierung und Reinigung

Zum abgekühlten Reaktionsgemisch werden 100 ml Wasser gegeben und die Lösung wird im Scheidetrichter zweimal mit je 150 ml *tert*-Butylmethylether extrahiert ($\rightarrow \mathbf{E}_1$). Die vereinigten organischen Phasen werden über Natriumsulfat getrocknet. Nach dem Abfiltrieren des Trockenmittels ($\rightarrow \mathbf{E}_2$) wird der *tert*-Butylmethylether am Rotationsverdampfer bei Normaldruck abdestilliert ($\rightarrow \mathbf{R}_1$). Der Rückstand wird bei vermindertem Druck in einer kleinen Destillationsapparatur mit Spinne fraktionierend destilliert, die tarierten Vorlagekölbchen werden in einem Eisbad gekühlt¹ ($\rightarrow \mathbf{E}_3$). Man führe ein genaues Destillationsprotokoll und bestimme Ausbeute und Brechungsindices der einzelnen Fraktionen, die bei gleichem Brechungsindex vereinigt werden. Ausbeute an **5**: 75–85%, Sdp. 40–45 °C/17 hPa, $n_D^{20} = 1.5470$.

Das Produkt wird in [Versuch 6.1.5.1](#) weiter umgesetzt.



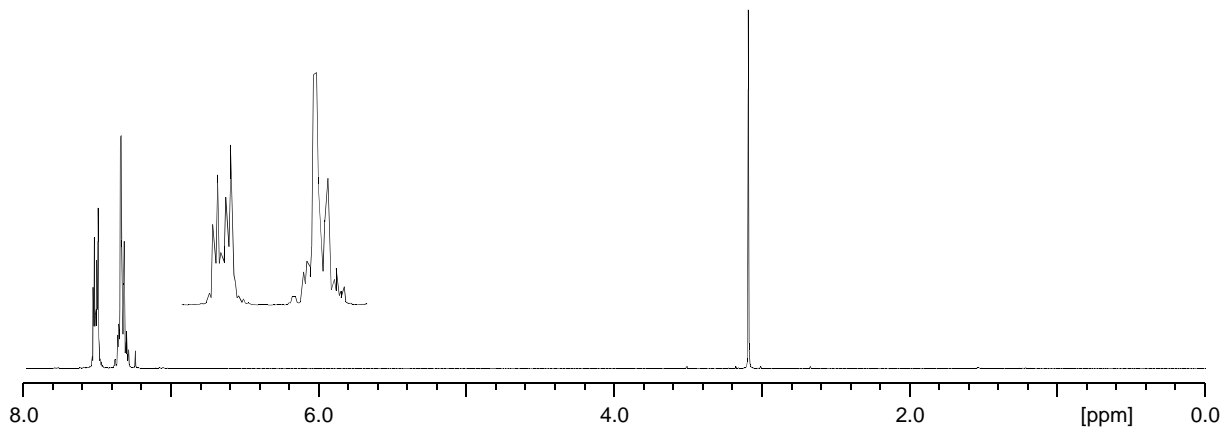
¹ Weshalb ist Eiskühlung erforderlich?

Hinweise zur Entsorgung (E), Recycling (R) der Lösungsmittel

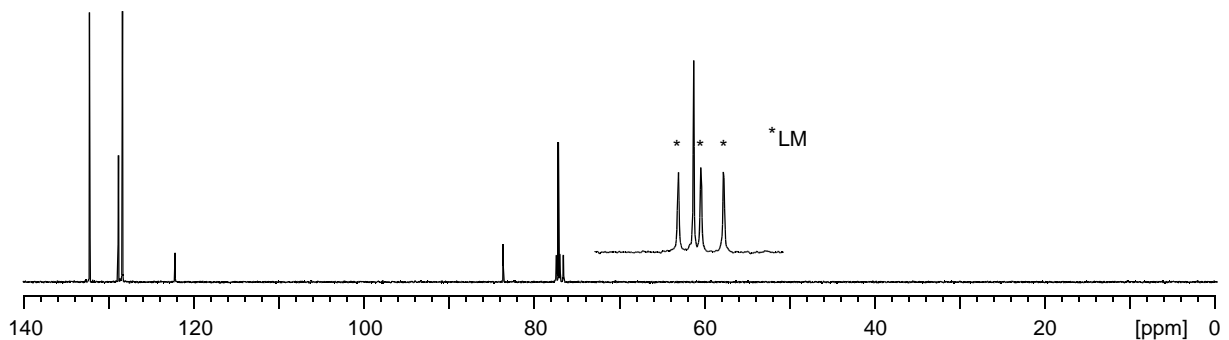
- E₁:** Wässrige alkalische Lösung mit organischen Verbindungen: Neutralisation, → Entsorgung (H₂O mit RHal/Halogenid).
E₂: Kontaminiertes Trockenmittel → Entsorgung (Anorg. Feststoffe).
E₃: Destillationsrückstand und verunreinigte Fraktionen mit wenig Aceton lösen → Entsorgung (RHal).
R₁: Abdestilliertes Lösungsmittel → Recycling (*tert*-Butylmethylether).

Auswertung des Versuchs

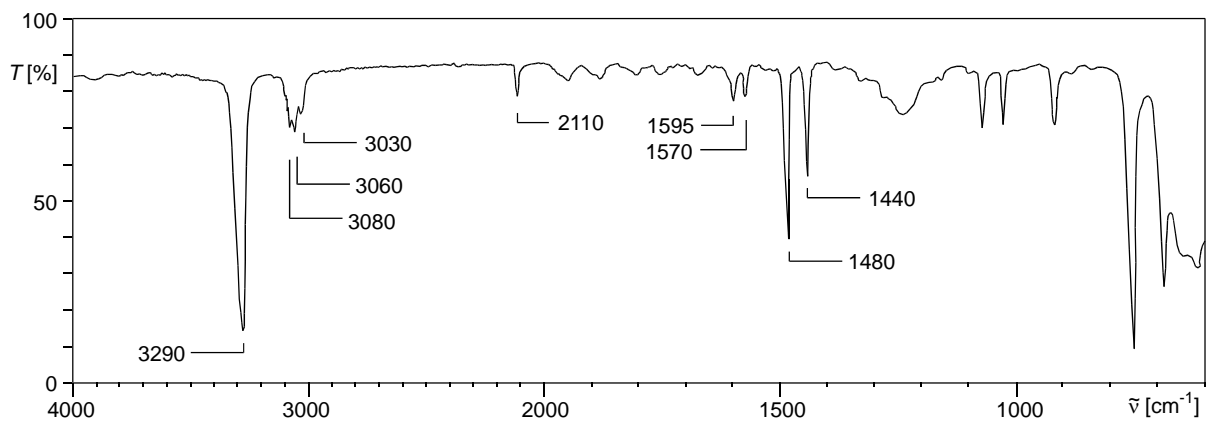
¹H-NMR-Spektrum von **5** (300 MHz, CDCl₃): δ = 3.10 (1 H), 7.29–4.41 (3 H), 7.48–7.56 (2 H).



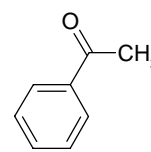
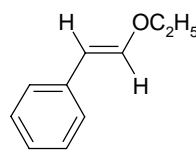
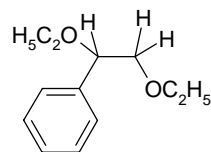
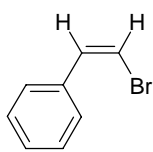
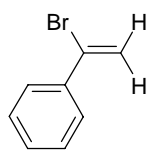
¹³C-NMR-Spektrum (75.5 MHz, CDCl₃) von **5**: δ = 77.21 (CH), 83.71 (C), 122.18 (C), 128.35 (CH), 128.81 (CH), 132.18 (CH).



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



* Formulieren Sie den zu **5** führenden Reaktionsmechanismus.

Weitere denkbare Reaktionsprodukte:

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

Literatur, allgemeine Anwendbarkeit der Methode

- [1] K.N. Campbell, B.K. Campbell in *Organic Syntheses Coll. Vol. 4* (Hrsg. N. Rabjohn), J. Wiley & Sons, New York, **1963**, S. 763–765.