



PROTOKOLL ORGANISCHE CHEMIE III

Bromwasserstoff-Eliminierung aus 1,2-Dibrom-1-phenylethan zu Phenylacetylen

Teilnehmer:

Roman-Luca Zank

Protokollführer:	Roman-Luca Zank
Datum der Versuchsdurchführung:	26.03.2021
Abgabe:	18.03.2021

Merseburg den 18.03.2021

1 Einleitung und Versuchsziel

Im folgenden Versuch wird aus 1,2-Dibrom-1-phenylethan (siehe Protokoll vom 24.03.2021) mit Hilfe von Kaliumhydroxid, Ethanol und *tert*-Butylmethylether, Phenylacetylen hergestellt. Hauptsächlich werden in diesem Versuch arbeitsmethodische Kenntnisse zur Extraktion und Destillation von Stoffen benötigt. Die Destillationsprodukte werden mittels Refraktometer auf die Brechungsindizes untersucht und so die einzelnen Fraktionen miteinander verglichen. Zusätzlich wird diskutiert, wie sich mögliche Nebenprodukte mittels spektroskopischer Daten und einfachen Versuchen unterscheiden lassen.

Nachfolgend ist ein möglicher Mechanismus der Eliminierung dargestellt.

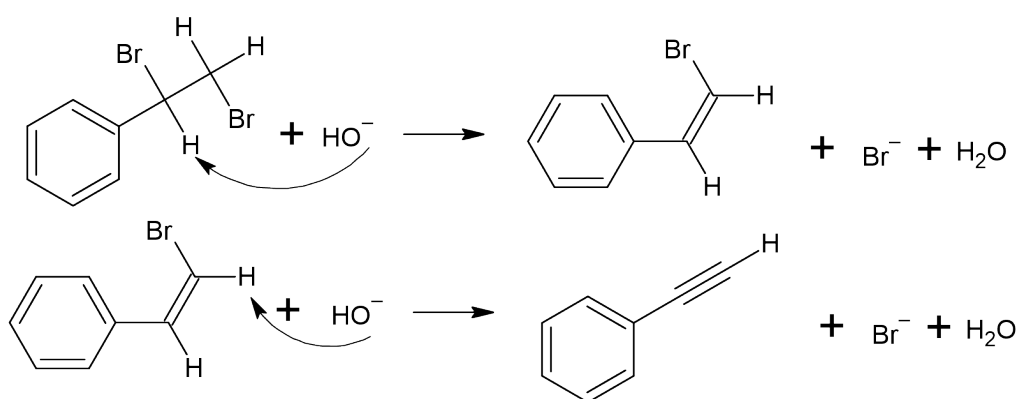


Abb. 1: möglicher Mechanismus der Eliminierung zu Phenylacetylen

2 Geräte und Chemikalien

Geräte:

- 250 mL-Rundkolben
- Rückflusskühler
- Watte
- Trichter
- Rotationsverdampfer
- Destillationsspinne
- Kolben für Destillatfraktionen
- Destillationsbrücke
- großer Scheidetrichter
- Refraktometer
- Wasserschläuche
- Hebebühne
- Thermometer
- Löffel und Spatel
- Watte

Proben/Chemikalien:

- 19,8 g 1,2-Dibrom-1-phenylethan
- 19,6 g Kaliumhydroxid
- 24 mL Ethanol
- 100 mL Wasser
- 300 mL *tert*-Butylmethylether
- Natriumsulfat zu Trocknen
- Eisbad

3 Versuchsdurchführung

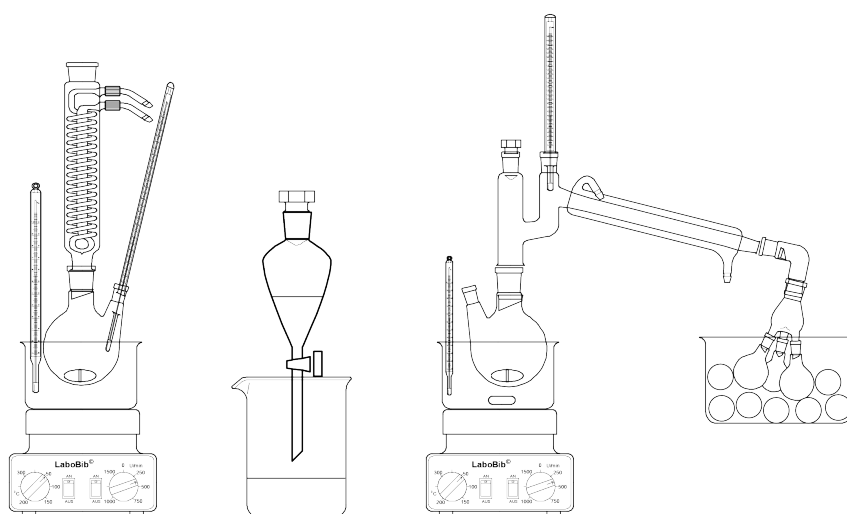


Abb. 2: schematischer Versuchsaufbau

Durchführung:

Begonnen wurde mit der Zugabe von 19,8 g 1,2-Dibrom-1-phenylethan und 19,6 g gepulverten Kaliumhydroxid in einen 250 mL Rundkolben. Es folgte gründliches Mischen beider Stoffe im Reaktionskolben. Nach Aufsetzen des Rückflusskühlers erfolgte die langsame Zugabe von 24 mL Ethanol. **Beobachtung der Reaktion**. Nach dem die Reaktion abgeklungen war, wurde der Kolbeninhalt anschließend für 1 h unter Rückfluss erhitzt.

Isolierung und Reinigung

Das erhitzte Reaktionsgemisch wurde nun etwas abgekühlt und mit 100 mL Wasser versetzt. Jegliches Salz ging hierbei in Lösung und es entstand ein 2-Phasengemisch. Dieses Gemisch wurde nun in einen Scheidetrichter gegeben und die wässrige Phase abgetrennt. Die abgetrennte, wässrige Phase wird nochmal danach mit 150 mL *tert*-Butylmethylether ebenfalls in einem Scheidetrichter extrahiert. Beide organischen Phasen, die der erste und die der zweiten Extraktion, wurden daraufhin vereinigt und mit **Menge** Natriumsulfat unter Rühren getrocknet und im Nachgang das Natriumsulfat mit Watte und einem Trichter abfiltriert. Das organische Gemisch

wurde dann in einen Rotationsverdampfer gegeben, um den *tert*-Butylmethylether bei **Druck** herauszudestillieren.

Der Rückstand wurde infolgedessen in einer Destillationsapparatur mittels fraktionierenden Vakuumdestillation destilliert. Die Kolben wurden hierzu vorher gewogen (siehe 2). Die Destillationsspinne wurde während der Destillation in einem Eisbad gekühlt. Genauere Angaben zur Destillation finden sich unter Tab. 1.

Im Anschluss an die Destillation wurden die Vorlagekölbchen erneut gemessen (siehe Tab. 2) und für die Auswertung die Brechungsindices der einzelnen Fraktionen bestimmt (siehe Tab. 3).

Entsorgung

Die wässrig, alkalische Lösung der Extraktion wurde mit **Säure** neutralisiert und im Behälter für Halogenabfälle entsorgt. Das Trockenmittel Natriumsulfat ist im Feststoffabfall entfernt worden und Destillationsrückstände und verunreinigte Fraktionen sind in etwas Aceton gelöst und ebenfalls über den Behälter für Halogenabfälle entsorgt worden. Der abdestillierte *tert*-Butylmethylether wurde recycelt.

4 Ergebnisse

Destillationsprotokoll

Nachfolgend ist das aufgenommene Destillationsprotokoll dargestellt (siehe Tab. 1).

Tab. 1: Destillationsprotokoll

Uhrzeit	$T_{\text{Öl}} [^{\circ}\text{C}]$	$T_{\text{Öl}} [^{\circ}\text{C}]$	$p [\text{mbar}]$	$\frac{\text{Tropfen}}{\text{Sekunde}}$	Fraktion
13:57 Uhr	23	27	15	0	1 (Vorlauf)
13:59 Uhr	31	27	15	0	1
14:01 Uhr	54	27	15	0	1
14:03 Uhr	63	27	15	0	1
14:05 Uhr	76	28	15	0	1
14:07 Uhr	88	28	16	0	1
14:09 Uhr	95	28	14	0	1
14:11 Uhr	100	63	14	1	1
14:13 Uhr	100	64	14	2-3	1
14:15 Uhr	98	64	14	3	2
14:17 Uhr	98	64	14	4	2
14:19 Uhr	100	64	14	3	2
14:21 Uhr	120	64	14	4	2
14:23 Uhr	124	64	14	4	2
14:25 Uhr	120	64	14	3-4	2
14:27 Uhr	119	64	14	3	2
14:29 Uhr	115	64	14	2-3	3
14:31 Uhr	105	64	14	1	3
14:33 Uhr	100	62	14	0	3

Massen der Fraktionen

In der folgenden Tabelle 2 sind die Massen der Kolben für die einzelnen Fraktionen dargestellt, sowie die sich daraus ergebende Masse der Fraktion.

Tab. 2: Massen der Destilationsfraktionen

Fraktion	Fraktion 1	Fraktion 2	Fraktion 3	Fraktion 4
Masse Kolben (vorher)				
Massen Kolben (danach)				
Masse Destillat				

Brechungsindices

Um die entstandenen Fraktionen in der Zusammensetzung miteinander vergleichen zu können wurden diese mittels Refraktometer untersucht. Dabei wurden der Brechungsindex der jeweiligen Fraktion bestimmt, welche unter Tabelle 3 dargestellt sind.

Tab. 3: Brechungsindices der Fraktionen 1 bis 3

Fraktion	1	2	3	4
Brechungsindex				

Ausbeute

Die zu Beginn des Versuches abgemessenen 19,8 g 1,2-Dibrom-1-phenylethan entsprachen einer Stoffmenge von 0,075 mol. Die Masse an entstandenen Phenylacetylen wurde mit **Masse** eingewogen und eine molare Masse von $102 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$ für das Produkt bestimmt. Aus diesen Angaben wurden die Ausbeute des Produktes in Gleichung 1 bestimmt.

$$\begin{aligned}\eta &= \frac{n_{\text{Phenylacetylen}}}{n_{1,2\text{-Dibrom-1-phenylethan}}} = \frac{m_{\text{Phenylacetylen}}}{n_{1,2\text{-Dibrom-1-phenylethan}} \cdot M_{\text{Phenylacetylen}}} \\ &= \frac{0,0 \text{ g}}{0,075 \text{ mol} \cdot 102 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} \\ &= \underline{0,0 \%}\end{aligned}\tag{1}$$

5 Diskussion der Ergebnisse

Alles überarbeiten wenn Daten vorhanden sind

Betrachtet man die Brechungsindices der Fraktionen 1 bis 3 lässt sich erkennen, dass sich diese nur geringfügig bis gar nicht voneinander unterscheiden. Diese Tatsache lässt den Schluss zu, dass alle drei Fraktionen zum Großteil dieselbe Zusammensetzung enthalten müssen. Auch die konstante Dampftemperatur von 64 °C im Destillationsprotokoll (siehe Tab. 1) unterstützt diese These.

Lediglich Fraktion 1 weicht mit 1,410 vom Brechungsindex der Fraktionen 2 und 3 ab. Das könnte sich jedoch durch den Vorlauf der Destillation erklären lassen, dass in diesem dennoch geringe Verunreinigungen enthalten waren. Dennoch lässt sich sagen, dass alle drei Fraktionen als Hauptbestandteil den Ester in sich tragen.

Vergleicht man die Brechungsindices mit einem Literaturwert aus einem chemischen Datenblatt lässt sich ebenfalls feststellen, dass hauptsächlich Essigsäure-n-hexylester entstanden sein wird (siehe Tab. 4).

Tab. 4: Brechungsindices der Fraktionen 1 bis 4

Fraktion	1	2	3	4	Literatur [1]
Brechungsindex					1,549

Die Ausbeute von 0,0% wird vermutlich hauptsächlich durch Rückstände in den jeweiligen Messgeräten und Apparaturen zu erklären sein. Die Zugabe von Kaliumhydroxid und Ethanol erfolgte im Überschuss, sodass dieser Einfluss ausgeschlossen wird. Jedoch sind höchstwahrscheinlich Nebenreaktionen abgelaufen, die nun folgend diskutiert werden.

Während der Eliminierung von 1,2-Dibrom-1-phenylethan ist es durchaus möglich, dass die Reaktionsprodukte der Abb. 3 entstanden sein könnten. Die Produkte A und B könnten durch unvollständige Eliminierung des Ausgangsstoffes entstanden sein. Sie stellen das Zwischenprodukt auf dem Reaktionsweg zum Phenylacetylen dar (siehe Abb. 1). Das Produkt C könnte durch eine Substitutionsreaktion mit dem verwendeten Lösemittel Ethanol entstanden sein. Produkt D könnte die folge einer vollständigen Eliminierung zu Phenylacetylen sein, welches jedoch mit dem Lösemittel interagiert und somit eine Additionsreaktion hervorruft. Das Nebenprodukt E könnte durch eine nukleophile Substitution von Hydroxid-Ionen mit Bromid-Ionen entstanden sein. Das dabei entstehende Enol wird lagert sich aufgrund Keto-Enol-Tautomerie zum Acetophenon um.

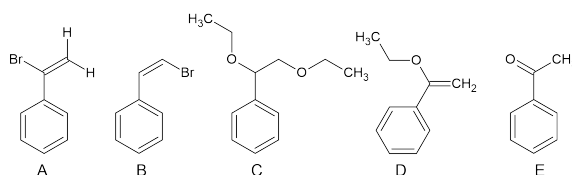


Abb. 3: Nebenprodukte der Eliminierung

Die Nebenprodukte würden sich zunächst in ihren Siede- und Schmelztemperaturen unterscheiden, aufgrund der unterschiedlichen Struktur in Form von Kettenlängen und Substituenten. Eine massenspektroskopische würde ebenfalls über die molaren Massen die Verbindungen unterscheiden lassen. Die Produkte A und B würden sich in dieser Hinsicht wahrscheinlich jedoch in beiden Fällen nur geringfügig bis gar nicht unterscheiden was Siedetemperatur und maximale molare Masse angeht. Hierfür müsste das Massenspektrum genauer untersucht werden, ob nicht charakteristische "Bruchstücke" des jeweiligen Moleküls registriert werden, die im anderen nicht vorkommen. Für Produkt B beispielsweise ein -CHBr-Bruchstück (Ende Molekül B) oder ein -CH₂-Bruchstück (Ende Molekül A).

Literatur

- [1] CHEMSPIDER.COM: *Phenylacetylene*. Abruf: 18.03.2021.
<http://www.chemspider.com/Chemical-Structure.10364.html?rid=659c16a5-0cc2-4133-97f0-a159f5dc75e8>