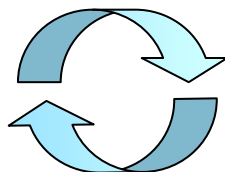


Herstellen von 4-Hydroxy-4-methyl-pentan-2-on (Diacetonalkohol) aus Aceton

Betrieb

[Ausbildungsrahmenplan Nr. 9](#)



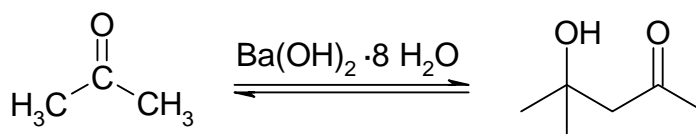
Berufsschule

[Rahmenlehrplan Lernfelder 6, 11](#)

Geräte: Heißextraktionsapparatur: 250 mL Zweihals-Destillationskolben, Heißextraktor (Soxhlet-Extraktor), Beheizung mit Ölbad, Tauchsieder und Regelgerät; Vakuumdestillationsapparatur: 250 mL Zweihals-Destillationskolben, Beheizung mit Ölbad, Tauchsieder und Regelgerät.

Chemikalien: Aceton (F, Xi, R-Sätze: 11 – 36 – 66 – 67, S-Sätze: 9 – 16 – 26), 4-Hydroxy-4-methyl-pentan-2-on, Diacetonalkohol (Xi, R-Sätze: 36, S-Sätze: 24/25), Bariumhydroxid-8-Hydrat (C, R-Sätze: 20/22 – 34, S-Sätze: 26 – 36/37/39 – 45), Calciumchlorid (Xi, R-Sätze: 36, S-Sätze: 22 – 24).

1. Reaktion:



2. Durchführung

In einem 250 mL Zweihals-Destillationskolben werden
151 g Aceton (2,6 mol), getrocknet über wasserfreiem Calciumchlorid, vorgelegt.

In die Extraktionshülse des Soxhlet-Extraktors wird
35 g Bariumhydroxid-8-Hydrat (0,111 mol), abgedeckt mit etwas Watte, gefüllt.

Hinweis: Bariumhydroxid nicht an die äußere Hülse wand bringen, da das Reaktionsprodukt in Gegenwart von Bariumhydroxid Rückspaltung erleidet; das Gleichgewicht liegt auf Seiten des Acetons.

Man erhitzt 8 Stunden unter Rückfluss und kühlt anschließend auf Raumtemperatur ab.

Zur Verfolgung der Reaktion werden nach 4 und 8 Stunden Proben entnommen und durch GC untersucht.

Danach wird die Heißextraktionsapparatur zur Vakuumdestillationsapparatur (s. Geräte) umgerüstet und zunächst Aceton bis zu einer Innentemperatur von 100 °C überdestilliert.

Im Wasserstrahlvakuum geht schließlich 4-Hydroxy-4-methyl-pentan-2-on über, Sdp. 80 °C/45 mbar. Der Kolben wird fast vollständig ausdestilliert.

Anschließend bestimmt man die Brechzahl von 4-Hydroxy-4-methyl-pentan-2-on bei 25 °C. Ergänzend wird durch GC auf Verunreinigungen geprüft.

3. Bewertungsfragen

- (1) Wie viel g 4-Hydroxy-4-methyl-pentan-2-on entstehen bei 100 %iger Umsetzung?
- (2) Wie groß ist die Ausbeute in Prozent?
- (3) Ergebnisblatt

Destillationswerte

Badtemperatur: °C

Innentemperatur: °C

Übergangstemperatur: °C

Druck: mbar

Masse (4-Hydroxy-4-methyl-pentan-2-on) g

Brechzahl (4-Hydroxy-4-methyl-pentan-2-on) n_D^{25} :

GC (4-Hydroxy-4-methyl-pentan-2-on), Verunreinigungen: %

Berechnungen

Theoretische Ausbeute in g: g

Praktische Ausbeute in g: g

Praktische Ausbeute in %: %

4. Umsetzungsvorschlag für Ausbildungsbetriebe

4.1. Zeitbedarf

1. Tag: ca. 2 h, 2. Tag: ca. 4h inkl. Analytik

4.2. Bewertung

Die Reaktion verläuft mit sehr unterschiedlicher Ausbeute: Der per GC ermittelte Gehalt an Diacetonalkohol vor der Destillation variierte in der Praxis zwischen 15 und 45%.

Deshalb kann diese erste Stufe der insgesamt dreistufigen Synthese nicht gewertet werden.