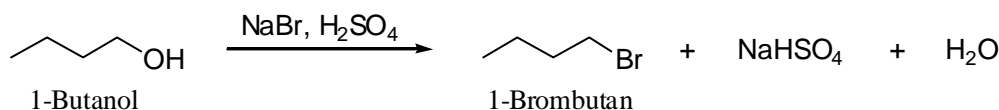


Halogenalkane aus Alkoholen: 1-Brombutan

Macroscale



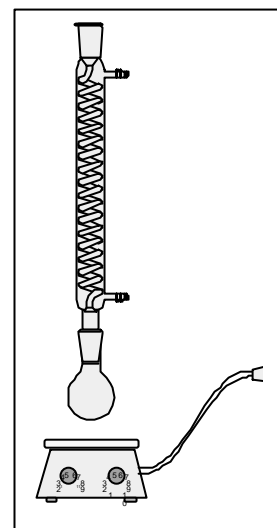
Rückfluß
Dest. bei ND

Chemikalien:

n-Butanol : 9.3 g
Schwefelsäure konz.: 11.5 ml C
Natriumbromid: 16 g
Natronlauge 3 M: 10 ml
Calciumchlorid Xi

Durchführung der Reaktion:

In einem 100ml Rundkolben werden 16 g Natriumbromid in 20 ml Wasser gelöst und 9.3 g 1-Butanol zugegeben. Der Kolbeninhalt wird in einem Eisbad gekühlt und dann wird die Lösung langsam und unter dauerndem Vermischen mit 11.5 ml konzentrierter Schwefelsäure versetzt. Anschließend wird der Kolben mit einem Rückflußkühler versehen und die Reaktionsmischung 45 Minuten am Rückfluß erhitzt. Das Produkt trennt sich oben als zweite Phase ab, da die wäßrige Phase durch die Schwefelsäure und Salze eine höhere Dichte hat. Nach dem Abkühlen wird der Rückflußkühler durch eine Destillationsbrücke mit Thermometer und Vorlagekolben ersetzt. Das Rohprodukt wird zusammen mit Wasser abdestilliert, wobei man darauf achtet, dass der Siedepunkt 80 °C nicht überschreitet. Erst ganz zum Schluss lässt man den Siedepunkt bis auf 95 °C ansteigen und bricht dann die Destillation ab.



Isolierung und Reinigung

Bei den folgenden Arbeitsschritten ist es empfehlenswert, die jeweils abgetrennten Phasen aufzubewahren, bis das Produkt isoliert ist!

Das Destillat wird in einen Scheidetrichter überführt und die Brombutan-Phase vom Wasser abgetrennt (Vorsicht, die Phasen trennen sich schlecht, nicht schütteln etc.). Das Rohprodukt wird erneut in den gereinigten und getrockneten Scheidetrichter überführt und dort mit ca. 1/4 seines Volumens einer **eiskalten!** konzentrierten Schwefelsäure versetzt. Nach kräftigem Ausschütteln (Vorsicht, Handschuhe, alles muß dicht sein!) wartet man bis zur vollständigen Phasentrennung. Die (obere?!) organische Phase wird abgetrennt und dann mit 10 ml einer 3 M Natriumhydroxidlösung gewaschen. Nach der erneuten Phasentrennung wird das Brombutan in einem Spitzkolben mit Calciumchlorid getrocknet, danach vom Trockenmittel abdekantiert und ohne Vigreuxkolonne bei Normaldruck destilliert. Man fängt die Fraktion zwischen 99 und 103°C auf und bestimmt deren Gewicht und Brechungsindex, zusätzlich auch das Gewicht des Vorlaufs.

Lit.-ausbeute: 10-12 g

Lit.- n_D : 1.4395