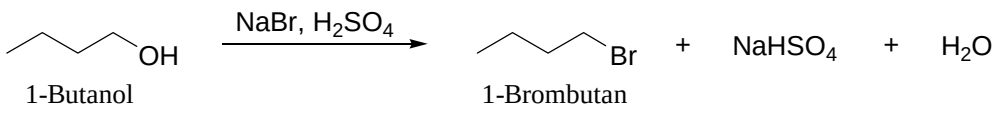
Halogenalkane aus Alkoholen: 1-**Brombutan** ***Microscale***

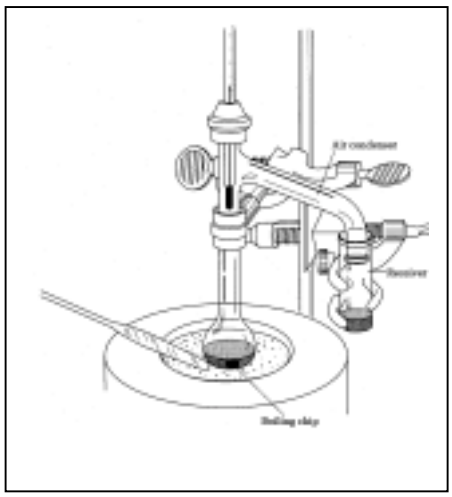



Rückfluß

Dest. bei ND

**Chemikalien:**

n-Butanol : 0.80 g
Natriumbromid: 1.33 g
Calciumchlorid
Schwefelsäure konz.: 1.1 ml
Natronlauge 3 M
p-Xylol: 2 ml



**Durchführung der Reaktion:**

Im 5 ml Langhalsrundkolben werden 1.33 g Natriumbromid mit 1.5 ml Wasser und 0.80 g 1-Butanol versaetzt. Tropfenweise und unter dauerndem Vermischen werden nun 1.1 ml konzentrierter Schwefelsäure zugegeben; unter der eintretenden Erwärmung löst sich das Natriumbromid. Der Kolben wird mit Destillationsaufsatz und eisgekühlter Vorlage versehen und dann 45 Minuten am Rückfluß erhitzt, wobei nichts überdestillieren soll; wenn nötig wird ein nasser Pfeifenreiniger um den oberen Hals des Reaktionskolbens gewickelt. Das Produkt trennt sich oben als zweite Phase ab, da die wäßrige Phase durch die Schwefelsäure und Salze eine höhere Dichte hat. Nach 45 Minuten wird der Pfeifenreiniger entfernt, statt dessen eine Alufolie um den oberen Teil des Kolbens gewickelt und so lange Flüssigkeit überdestilliert, bis keine wasserunlöslichen Tropfen mehr übergehen. Die Temperatur sollte dann ca. 115 °C erreicht haben. Anschließend wird der Reaktionskolben bald gereinigt, damit sich Verunreinigungen nicht festsetzen.

**Isolierung und Reinigung**

*Bei den folgenden Arbeitsschritten ist es empfehlenswert, die jeweils abgetrennten Phasen aufzubewahren, bis das Produkt isoliert ist!* ***Alle Transfers von Flüssigkeiten mit Pipette!***

Das Destillat wird in ein 10x100 mm Reaktionsrohr überführt, die Vorlage mit 1 ml Wasser ausgespült und diese Flüssigkeit ebenfalls in das Reaktionsrohr gegeben (das Produkt befindet sich nun in der unteren Phase!). Die Brombutan-Phase wird mit einer Pipette in ein trockenes Reaktionsrohr überführt, mit 1 ml konzentrierter Schwefelsäure (wozu?) versetzt, das Rohr verschlossen und gut durchmischt (möglichst keine Flüssigkeit an die Verschlußkappe bringen!). Nach der vollständigen Phasentrennung wird die (untere?!) Schwefelsäurephase abgetrennt und das Brombutan mit 1 ml einer 3 M Natriumhydroxidlösung gewaschen. Nach der erneuten Phasentrennung wird das Brombutan mit gerade so viel Calciumchlorid getrocknet, daß die Flüssigkeit klar wird und das Calciumchlorid nicht mehr zusammenklumpt. Nach ca. 10 Minuten Trockenzeit wird das Brombutan (ohne Trockenmittel) in den trockenen 5 ml Langhalsrundkolben überführt und das Calciumchlorid zweimal mit je 1 ml p-Xylol (Sdp. 137-138 $^{o}$C) gespült, welches ebenfalls in den Rundkolben gegeben wird. Man gibt einen Siedestein zu, führt einen Bausch von Glaswolle in den Hals des Destillationskolbens ein, verbindet den Destillationsaufsatz mit dem schwarzen Viton-Verbindungsstück, bringt die Vorlage an und umwickelt das Oberteil des Destillationskolbens wieder mit Alufolie. Man beginnt bei 99 $^{o}$C das Produkt aufzufangen und bricht die Destillation ab, sobald der Siedepunkt 103 $^{o}$C erreicht. Abschließend bestimmt man das Gewicht und des Produktes und kontrolliert die Reinheit mit GC.

Lit.-ausbeute: 1.0 - 1.2 g