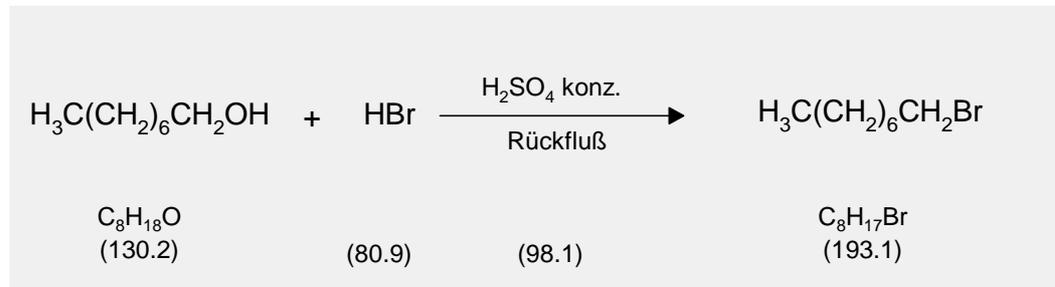


### 3. Substitutionsreaktionen am $sp^3$ -Kohlenstoffatom

#### 3.1 Umsetzung von 1-Octanol mit Bromwasserstoffsäure zu 1-Bromoctan



**Arbeitsmethoden:** fraktionierende Destillation im Wasserstrahlvakuum.

#### Chemikalien

**1-Octanol:** R 36/38; S 23; Sdp. 195 °C, d = 0.83;  $n_D^{20}$  = 1.4291; Dampfdruck bei 20 °C: 0.3 hPa

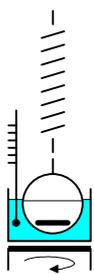
**Schwefelsäure konz. (95-98proz.):** R 35; S 26-30-45; d=1.84; hygroskopisch; **verursacht Verätzungen.** Erste Hilfe: mit viel Wasser abwaschen

**Bromwasserstoffsäure (48%):** R 34-37; S 7/9-26-36/37/39-45; d=1.49, **verursacht Verätzungen.** Erste Hilfe: mit viel Wasser abwaschen.

**Cyclohexan:** R: 11-38-50/53-65-67, S: 9-16-33-60-61-62; Sdp. 80 °C; Schmp. 6 °C; d = 0.78; Dampfdruck bei 20 °C: 104 hPa; Flammpunkt: -18 °C.

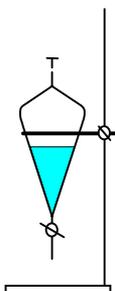
#### Durchführung

*Betriebsanweisung beachten! Arbeiten im Abzug.*



In einem 100 ml Rundkolben mit Rückflusskühler werden 16.7 ml (13.0 g, 0.10 mol) 1-Octanol vorgelegt und danach 14.0 ml (24.5 g, 0.25 mol) konz. Schwefelsäure und 14.0 ml (21.0 g, 0.125 mol) 48-proz. Bromwasserstoffsäure durch den Rückflusskühler langsam zugegeben. Danach wird im Ölbad 4 h unter schwachem Rückfluss (Badtemperatur 140-150 °C) zum Sieden erhitzt, anschließend lässt man abkühlen.

#### Isolierung und Reinigung

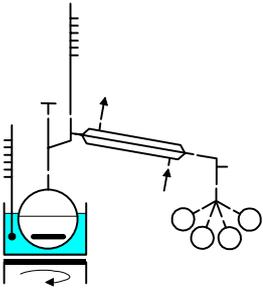


Nach dem Abkühlen gießt man das Reaktionsgemisch in einen Scheidetrichter auf 100 g Eis, fügt 50 ml Cyclohexan zu, schüttelt gut durch und trennt die Phasen. Die wässrige Phase wird mit weiteren 30 ml Cyclohexan ausgeschüttelt ( $\rightarrow \mathbf{E}_1$ ). Die vereinigten Cyclohexanlösungen werden mit 10 ml konzentrierter Schwefelsäure und anschließend mit 25 ml Wasser gewaschen (zur Entfernung von nicht umgesetztem 1-Octanol und von Dioctylether) ( $\rightarrow \mathbf{E}_1$ ). Danach wird die organische Phase in einen Erlenmeyerkolben abgelassen, etwa 1 g Kaliumcarbonat zugegeben und bis zur neutralen Reaktion gerührt. Dazu wird mit einer Tropfpipette eine Probe der organischen Phase entnommen und auf mit Wasser angefeuchtetem Indikatorpapier getüpfelt. Anschließend wird über einen Glasrichter mit Watte-

bausch vom Kaliumcarbonat in einen tarierten 250 ml NS29-Rundkolben abfiltriert ( $\rightarrow E_2$ ).

Das Solvens wird am Rotationsverdampfer bei vermindertem Druck abdestilliert ( $\rightarrow R_1$ ). Der ölige Destillationsrückstand ist das Rohprodukt, man bestimme die Rohausbeute!

Das Rohprodukt wird den tarierten 50 ml-Destillationskolben einer einfachen Destillationsapparatur mit Spinne und tarierten Kölbchen ( $< 25$  ml) überführt. Die Destillation bei vermindertem Druck (ca. 16 hPa) ( $\rightarrow E_3$ ) liefert nach Abtrennung eines Vorlaufs das 1-Bromooctan bei 80-83 °C/16 hPa als farblose, ölige Flüssigkeit, Ausb. 11.5 - 13.5 g (60-70 %),  $n_D^{20} = 1.4524$ .



### Hinweise zur Entsorgung (E), Redestillation (R) der Lösungsmittel

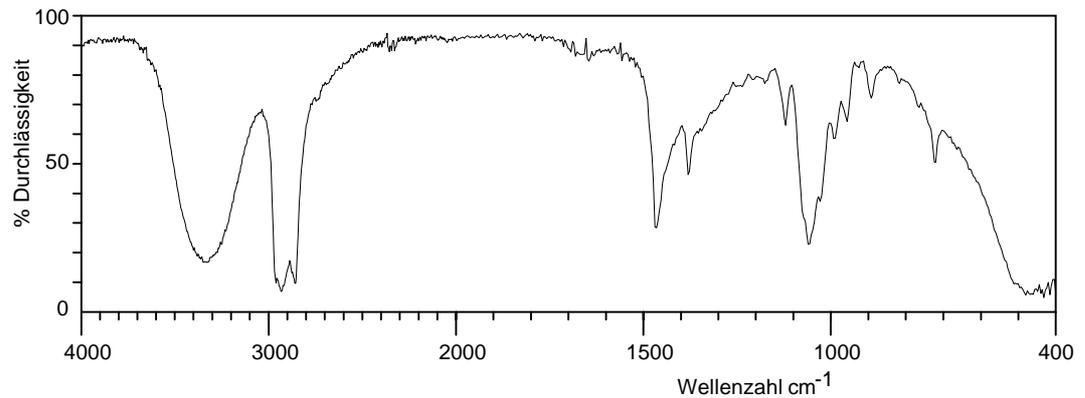
**E<sub>1</sub>** : Wässrige, schwefelsaure Phasen werden neutralisiert und in den wässrigen halogenhaltigen org. Sonderabfall **B<sub>1</sub>** gegeben.

**E<sub>2</sub>**: Trockenmittel und Filterwatte in den organischen Sonderabfall für Feststoffe **F<sub>2</sub>**.

**E<sub>3</sub>**: Destillationsrückstand mit wenig Aceton lösen und in den halogenhaltigen org. Sonderabfall **A<sub>1</sub>** gegeben.

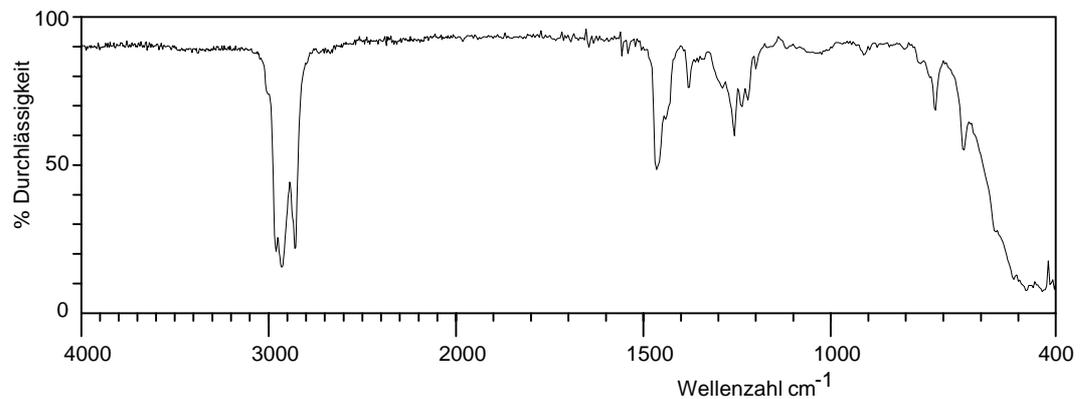
**R<sub>1</sub>**: Das abdestillierte Lösungsmittel in den Sammelbehälter für *Recycling-Cyclohexan* geben.

### IR-Spektrum von 1-Octanol (Film)



Valenzschwingungen: O-H: 3370; C-H: 2930, 2860; C-O: 1060  $cm^{-1}$ ;

### IR-Spektrum von 1-Bromooctan (Film)



Valenzschwingungen: C-H: 2960, 2930, 2860  $cm^{-1}$