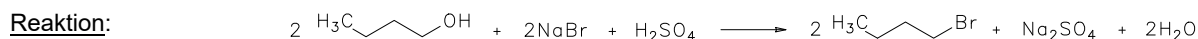


## 4.1.2. 1-Brombutan

1-Brombutan ist jeweils eine Stufe von zwei Zweistufenpräparaten:

1. Stufe: 1-Brombutan; 2. Stufe: Butylethylether (4.2.1.)

1. Stufe: 1-Brombutan; 2. Stufe: → Butylpropylether (4.2.4.)



Ansatz: 24,3 g (30 mL) 1-Butanol;  
40,5 g Natriumbromid;  
62,4 g (34,5 mL) konz. Schwefelsäure  
10 mL konz. Schwefelsäure, NaHCO<sub>3</sub>, NaSO<sub>4</sub>

Vorschrift: Zur Lösung von 40,5 g Natriumbromid in 45 mL Wasser werden 30 mL 1-Butanol geben. Nun wird die Lösung in einem Eis-/ Wasserbad gekühlt und langsam unter Rühren mit 34,5 mL Schwefelsäure versetzt. Danach soll das Reaktionsgemisch 45 Minuten zum Rückfluß erhitzt werden. Dabei bilden sich bald zwei Schichten - die obere ist das Alkylbromid.

Nach einer kurzen Abkühlphase wird der Rückflußkühler durch eine einfache Destillationsapparatur ersetzt und das 1-Brombutan mit Wasser azeotrop solange destilliert bis das Destillat nicht mehr trübe ist. Das erhaltene Rohprodukt wird mit 10 mL Wasser ausgeschüttelt und abgetrennt. Zur Entfernung des als Nebenprodukt gebildeten Ethers werden nun zum Rohprodukt unter Rühren vorsichtig 10 mL kalte konz. Schwefelsäure gegeben. Die organische Phase wird von der Schwefelsäureschicht getrennt, wobei die Trennung der Schichten mitunter fünf Minuten dauert. Anschließend wird mit 15 mL Wasser, 15 mL 5%-iger NaHCO<sub>3</sub>-Lösung und erneut mit 15 mL Wasser gewaschen. Nach Trocknung mit Natriumsulfat wird über eine kleine Destillationsbrücke mit Vigreux-Kolonnen destilliert.

### Bemerkungen:

- (1) Beim Extrahieren ist auf eine sorgfältige Trennung der Schichten zu achten, damit möglichst kein Produkt verloren geht.
- (2) Beim letzten Ausschütteln sollte darauf geachtet werden, dass das Wasser möglichst vollständig abgetrennt wird, damit nur wenig Natriumsulfat zur Trocknung verwendet werden muss.
- (3) Bei Weiterverwendung des Produktes im Folgepräparat soll der eventuelle Überschuss abgegeben werden.
- (4) Vom Produkt soll ein NMR-Spektrum angefertigt werden.

Mechanismus: Nukleophile Substitution am gesättigten Kohlenstoffatom - Ersatz der Hydroxylgruppe in Alkoholen durch anorganische Säurereste

Produkt: 1-Brombutan (Butylbromid): Sdp.: 101 °C

### Literatur:

- [1] K. L. Williamson, *Macroscale and microscale organic experiments*, Heath (2.Auflage) **1989**, 204-206;
- [2] O. Kamm, C. S. Marvel, *Org. Syn. Coll. Vol. I*, 28-29

Gefährdung: n-Butanol ist gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Schwefelsäure wirkt ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Natriumbromid und 1-Brombutan wirken reizend (Xi), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Augen und Haut vermeiden.

Entsorgung: Destillationsrückstand in Sammelbehälter für halogenhaltige, organische Lösungsmittel. Schwefelsäure in Sammelbehälter für anorganische Säuren. Waschwasser in Sammelbehälter für Spül- und Waschwasser (neutral). Natriumsulfat in Behälter für Filter- und Aufsaugmassen.

### Betriebsanweisung

#### 1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
1-Brombutan	137,03	-112	102	Xi, F, N	H225, H315, H319, H335, H411	P210, P240, P241, P242, P243, P261, P264, P273, P280, P302+P352, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P312, P321, P332+P313, P337+P313, P370+P378, P391, P403+P233, P403+P235, P405, P501
Butanol	74,12	-90	118	Xn	H226, H302, H315, H318, H335, H336	P210, P240, P241, P242, P243, P261, P264, P280, P301+P312, P302+P352, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P330, P332+P313, P370+P378, P403+P233, P403+P235, P405, P501
Natriumbromid	102,90	755				
Schwefelsäure, konz.	98,08	3	290	C	H314	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P405, P501
Natriumhydrogencarbonat	84,10	270				
Natriumsulfat	142,04	888				

#### 2. Schutzmaßnahmen sowie Anweisungen zur Ersten Hilfe und Verhaltensregeln bei kleinen Unfällen

Substanz	Schutzmaßnahmen allgemein	Schutzmaßnahmen Körper	Anweisungen zur ersten Hilfe Haut	Anweisungen zur ersten Hilfe Augen	Anweisungen zur ersten Hilfe Inhalation	Anweisungen zur ersten Hilfe Verschlucken	Störverhalten bei kleinen Unfällen
1-Brombutan	KDL	BK	WK	WA	L	WEA	WCSchP
Butanol	ADL	BK	WK	WA	L	AW	WCSchP
Natriumbromid	D	BK	W	W	L	WEA	
Schwefelsäure, konz.	ADL	BHK	WA	WA	LA	WA	Nicht Wasser
Natriumhydrogencarbonat	AD	BK	W	W	L		
Natriumsulfat	AD	BK	W	W	L		