

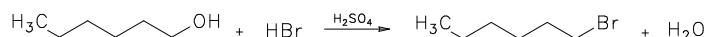
4.1.3. 1-Bromhexan

1-Bromhexan ist eine Stufe eines Zweistufenpräparates:

1. Stufe: 1-Bromhexan

2. Stufe: Phenylhexylether (4.2.2)

Reaktion:



Ansatz: 20,4 g (25 mL) 1-Hexanol

50,6 g (35 mL) Bromwasserstoffsäure (48%)

9,8 g (5,3 mL) konz. Schwefelsäure

Methanol, 10 mL konz. H_2SO_4 , NaHCO_3 , Natriumsulfat

Vorschrift: Nachdem 1-Hexanol unter Kühlung mit 5,3 mL konz. Schwefelsäure vermischt wurde, wird das Gemisch mit Bromwasserstoffsäure versetzt. Anschließend wird unter Rühren 5 bis 6 Stunden unter Rückfluß erhitzt.

Die Abtrennung von 1-Bromhexan erfolgt durch eine Wasserdampfdestillation. Sie soll solange durchgeführt werden, bis das Destillat nur noch aus Wasser besteht (klare Lösung).

Anschließend wird die organische Phase abgetrennt und zweimal mit je 10 mL kalter konz. Schwefelsäure (Vorsicht!) geschüttelt, um unumgesetztes 1-Hexanol sowie 1-Hexen als Eliminierungsprodukt herauszulösen. Es ist eine Emulsionsbildung möglich. Die Schichten trennen sich gewöhnlich nach 5 min. Danach wird mit 20 mL eines Gemisches aus Methanol und Wasser im Verhältnis 2:1 sowie nacheinander zweimal mit je 10 mL Wasser, 20 mL 5%-iger NaHCO_3 -Lösung und erneut 20 mL Wasser gewaschen. Nach Trocknung über Natriumsulfat wird das Produkt destilliert.

Bemerkungen:

Achtung! Wenn 4.2.2 nicht hergestellt wird, dann soll der Ansatz verkleinert werden: auf $\frac{3}{4}$!

15,3 g (19 mL) 1-Hexanol, 37,95 g (26 mL) Bromwasserstoffsäure (48%), 7,35 g (4 mL) konz. Schwefelsäure
Methanol, 7,5 mL konz. H_2SO_4 , NaHCO_3 , Natriumsulfat

(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) Sorgfältiges Waschen (säurefrei) ist erforderlich, da Reste von Schwefelsäure bei der Destillation zur Bildung von 1-Hexen führen.

(4) Bei Weiterverwendung des Produktes im Folgepräparat soll ein eventueller Überschuss abgeben werden.

(5) Vom Produkt soll ein NMR angefertigt werden!

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

Produkt: 1-Bromhexan: Sdp.: 154 °C;

Literatur:

[1] Hünig, Märkel, Sauer; *Integriertes organisches Praktikum*, Verlag Chemie, **1979**, S.20; Autorenkollektiv,

[2] H.G.O. Becker u.a., *Organikum*, 24. Auflage, Wiley-VCH, Weinheim, **2015**, S. 231-232.

Gefährdung: 1-Hexanol ist gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Schwefelsäure und Bromwasserstoffsäure wirken ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und

Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Methanol ist giftig (T), jeglichen Kontakt mit dem menschlichen Körper sowie Einatmen der Dämpfe vermeiden.

Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

Heizbad entfernen, Stecker ziehen, evtl. Notausschalter bedienen, abkühlen lassen

Abzug schließen, bei Kontakt mit Säure mit viel Wasser spülen

Entsorgung: Destillationsvorlauf und -rückstand in Sammelbehälter für halogenhaltige, organische Lösungsmittel. Die methanolische Waschlösung in Sammelbehälter für halogenfreie, 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-Bromhexan	165,07	-85	155,3	Xi	H315, H319, H335	P261, P264, P280, P302+P352, P304+P340, P305+P351+P338, P312, P321, P332+P313, P337+P313, P362, P403+P233, P405, P501
1-Hexanol	102,18	-52	157,6	Xn	H302	P264, P301+P312, P330, P501
Bromwasserstoff, in Lösung, 47 %		-11	126	C	H314, H335	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P403+P233, P405, P501
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
Methanol	32,04	-98	64,6	T, F	H225, H301, H311, H331, H370	P210, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P280, P301+P310, P302+P352, P303+P361+P353, P304+P340, P307+P311, P321, P330, P370+P378, P403+P233, P403+P235, 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-Bromhexan	D	BK	WK	W	L	WE	PCSch
1-Hexanol	ADL	BK	WK	WA	L	WEA	WCSchP
Bromwasserstoff, in Lösung, 47 %	ADL	BK	WFK	WA	LA	WA	WSch
Schwefelsäure, konz.	ADL	BHK	WA	WA	LA	WA	Nicht Wasser
Methanol	ADL	BHK	WK	WA	LB	EFA	PSch
Natriumhydrogencarbonat	AD	BK	W	W	L		
Natriumsulfat	AD	BK	W	W	L		