

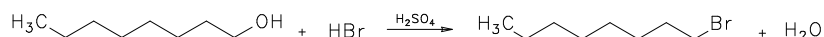
4.1.5. 1-Bromooctan

1-Bromooctan ist eine Stufe eines Zweistufenpräparates:

1. Stufe: 1-Bromooctan

2. Stufe: Phenyloctylether (4.2.3.)

Reaktion:



Ansatz: 26,1 g (31,5 mL) 1-Octanol

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

9,8 g (5,3 mL) konz. Schwefelsäure

konz. Schwefelsäure, Methanol, NaHCO₃, Natriumsulfat

Vorschrift: Nachdem zunächst 1-Octanol unter Kühlung mit konz. Schwefelsäure (5,3 mL) und dann mit Bromwasserstoffsäure versetzt wurde, wird anschließend das Gemisch unter Rühren 5 bis 6 Stunden unter Rückfluß erhitzt. Die Abtrennung von 1-Bromooctan erfolgt durch eine Wasserdampfdestillation. Sie soll solange durchgeführt werden, bis sich im Kühler keine öligen Tropfen mehr abscheiden. Danach wird die organische Phase abgetrennt und zweimal mit je 10 mL kalter konz. Schwefelsäure (Vorsicht!) geschüttelt, um unumgesetztes Octanol sowie 1-Octen als Eliminierungsprodukt herauszulösen. Es ist eine Emulsionsbildung möglich. Die Schichten trennen sich gewöhnlich nach 5 min. Anschließend 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 NaHCO₃-Lösung und erneut 20 mL Wasser gewaschen. Nach Trocknung über Natriumsulfat wird das Produkt destilliert.

Bemerkungen:

Achtung! Wenn 4.2.3 nicht hergestellt wird, dann soll der Ansatz verkleinert werden: auf $\frac{3}{4}$!

17,4 g (13 mL) 1-Octanol, 37,95 g (26 mL) Bromwasserstoffsäure (48%), 7,35 g (4 mL) konz. Schwefelsäure
Methanol, 7,5 mL konz. H₂SO₄, NaHCO₃, Natriumsulfat

(1) Bei den verschiedenen Reinigungsoperationen im Schütteltrichter ist jeweils genau zu überlegen, welche der Schichten das Produkt enthält. Als Test können einige Tropfen der unteren Schicht auf ihre Mischbarkeit mit Wasser geprüft werden. 1-Bromooctan ist nicht in Wasser löslich.

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

(3) Vom Produkt soll ein NMR angefertigt werden!

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

Produkt: 1-Bromooctan: Sdp.: 201°C (93°C/22 Torr)

Literatur: Autorenkollektiv, *Organikum*, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften der DDR, 1999, 20. Auflage, S.220

Gefährdung: 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. Octanol ist gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Methanol ist leichtentzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten

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
Bromoctan	193,13	-55	201-202	N	H400	P273
Octanol	130,23	-16	195,1	Xi	H315, H319	P264, P280, P302+P352, P305+P351+P338, P321, P332+P313, P337+P313, P362
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
Bromoctan	ADL	BK	WK	W	L	WE	PCSch
Octanol	ADL	BK	WK	WA	L	WEA	PschFeuerlöscher K, P
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		

Kürzel

Allgemeine Schutzmaßnahmen		Körperschutzmaßnahmen		Störverhalten/ Maßnahmen bei kleinen Unfällen	
A	Arbeiten nur unter dem Abzug	A	Atemschutzmaske mit Filter	T	Trockenlöscher verwenden
D	Behälter dicht verschlossen halten	B	Schutzbrille	W	mit Wasser löschen
K	Behälter kühl aufbewahren	G	Gesichtsschutzschirm	F	mit flüssigkeitsbindendem Mittel aufnehmen
L	Aufbewahrung und Verarbeitung an gut belüfteten Ort	H	Schutzhandschuhe	C	CO ₂ -Löscher verwenden
S	Sichern mit Schutzscheibe	K	Schutzkittel oder Schürze	S	Mit Sand löschen
T	Behälter trocken halten			Sch	Schaumlöscher
G	Behälter im Gefrierschrank lagern			P	Pulverlöscher

Anweisungen zur Ersten Hilfe							
bei Hautkontakt		bei Augenkontakt		bei Inhalation		bei Verschlucken	
K	Kontaminierte Kleidung sofort entfernen	T	gesondert aufgeführte Augentropfen benutzen	L	Frischlucht zuführen	F	gesondert aufgeführte Flüssigkeit trinken
F	mit gesondert aufgeführter Flüssigkeit waschen oder spülen	F	mit gesondert aufgeführter Flüssigkeit waschen oder spülen	B	Atmung kontrollieren, künstliche Beatmung	W	Wasser trinken
W	mit Wasser spülen, waschen oder duschen	W	mit Wasser spülen	A	Arzt aufsuchen	A	Arzt aufsuchen
V	Verband als Infektionsschutz erforderlich	V	Augenverband erforderlich	D	Dexamethason-Spray anwenden	E	Erbrechen auslösen
A	Arzt aufsuchen	A	Augenarzt aufsuchen			K	Aktivkohleschlammung trinken