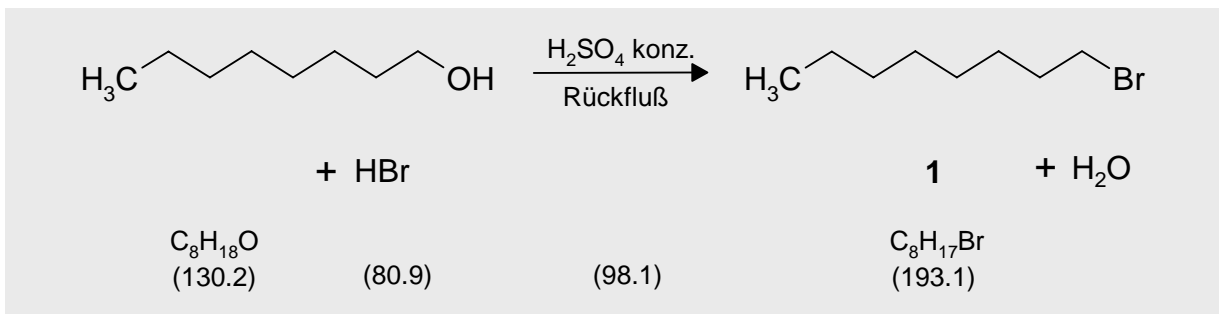
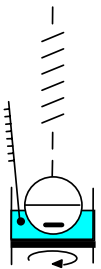
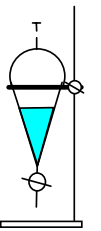


**1.1.1 Umsetzung von 1-Octanol mit Bromwasserstoffsäure zu 1-Bromoctan (1)****Arbeitsmethoden:** Destillation**Chemikalien**

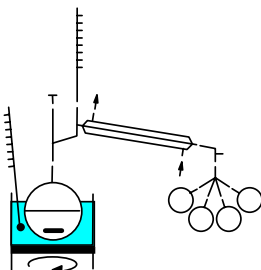
1-Octanol	Sdp. 195 °C, $d = 0.83$ g/ml.
Bromwasserstoffsäure	48proz. wässrige Lösung, $d = 1.49$ g/ml. Verursacht <b>Verätzungen</b> . Sofort mit viel Wasser abspülen.
Konz. Schwefelsäure	95–98proz., $d = 1.84$ g/ml. Verursacht <b>schwere Verätzungen</b> . Sofort mit viel Wasser abspülen.
Cyclohexan	Sdp. 80 °C, $d = 0.78$ g/ml, Dampfdruck bei 20 °C: 104 hPa.

**Durchführung**Vor Beginn **Betriebsanweisung** erstellen.

In einem 100 ml-Rundkolben mit Rückflusskühler wird die Mischung von 0.10 mol (13.0 g, 15.7 ml) 1-Octanol, 0.50 mol (5.0 g, 2.7 ml) konz. Schwefelsäure<sup>1</sup> und 0.15 mol (25.3 g, 17.0 ml) 48proz. Bromwasserstoffsäure in einem Heizbad 5 h unter schwachem Rückfluss zum Sieden erhitzt (Badtemperatur ca. 140–160 °C).

**Isolierung und Reinigung**

Nach dem Abkühlen gießt man die Mischung in einem Scheidetrichter auf 60 ml Eiswasser, fügt 50 ml Cyclohexan zu,<sup>2</sup> schüttelt gut durch und trennt die Phasen. Die wässrige Phase wird mit weiteren 20 ml Cyclohexan ausgeschüttelt (→ **E**<sub>1</sub>). Die organischen Phasen werden vereinigt und mit je 15 ml konz. Schwefelsäure und Wasser gewaschen (→ **E**<sub>1</sub>). Danach wird die organische Phase bis zur neutralen Reaktion über festem Kaliumcarbonat gerührt (→ **E**<sub>2</sub>).<sup>3</sup>



Nach dem Abdestillieren des Lösungsmittels am Rotationsverdampfer (→ **R**<sub>1</sub>) wird das Rohprodukt bei vermindertem Druck in einer kleinen Destillationsapparatur mit Spinne und tarierten Vorlagekölbchen fraktionierend destilliert. Man führe ein Destillationsprotokoll und bestimme Menge und Brechungsindizes der erhaltenen Fraktionen, die bei gleichem Brechungsindex vereinigt werden (→ **E**<sub>3</sub>). Ausbeute an **1**: 65–75%, Sdp. 81 °C/16 hPa,  $n_D^{20} = 1.4524$ .

Das 1-Bromoctan **1** kann in [Versuch 1.4.2](#) weiter zu 1-Chloroctan umgesetzt werden.

<sup>1</sup> Wozu dient die Schwefelsäure?<sup>2</sup> Weshalb ist Cyclohexan hier geeignet, nicht z.B. Diethylether?<sup>3</sup> Welchen Zweck hat das Rühren über Kaliumcarbonat?

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

**E<sub>1</sub>:** Wässrige Phasen mit Spuren organischen Verunreinigungen → **Entsorgung** (H<sub>2</sub>O mit RHal/Halogenid).

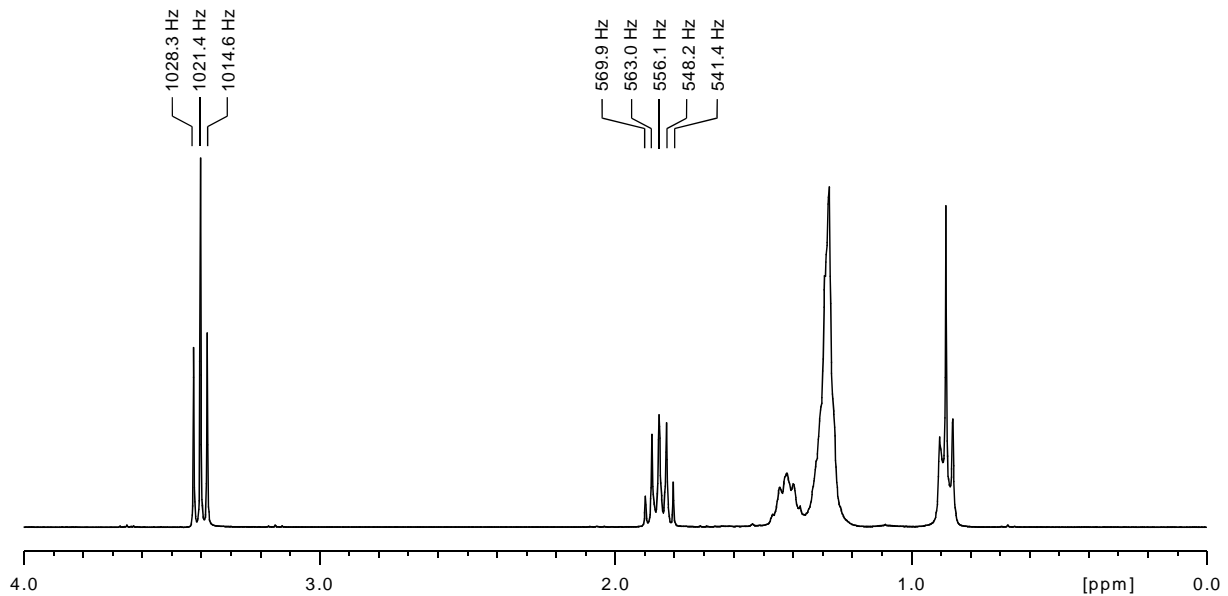
**E<sub>2</sub>:** Kontaminiertes Trockenmittel → **Entsorgung** (Anorg. Feststoffe).

**E<sub>3</sub>:** Verunreinigte Fraktionen und Destillationsrückstand → **Entsorgung** (RHal).

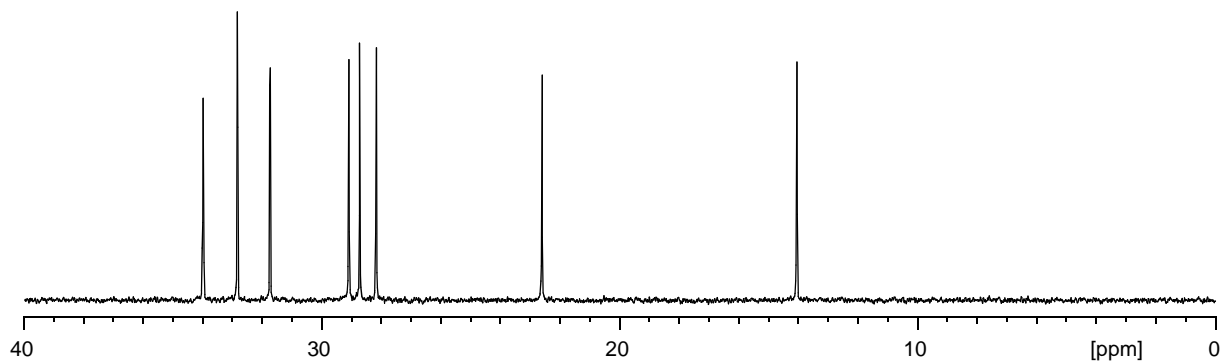
**R<sub>1</sub>:** Abdestilliertes Lösungsmittel → **Recycling** (Cyclohexan).

## Auswertung des Versuchs

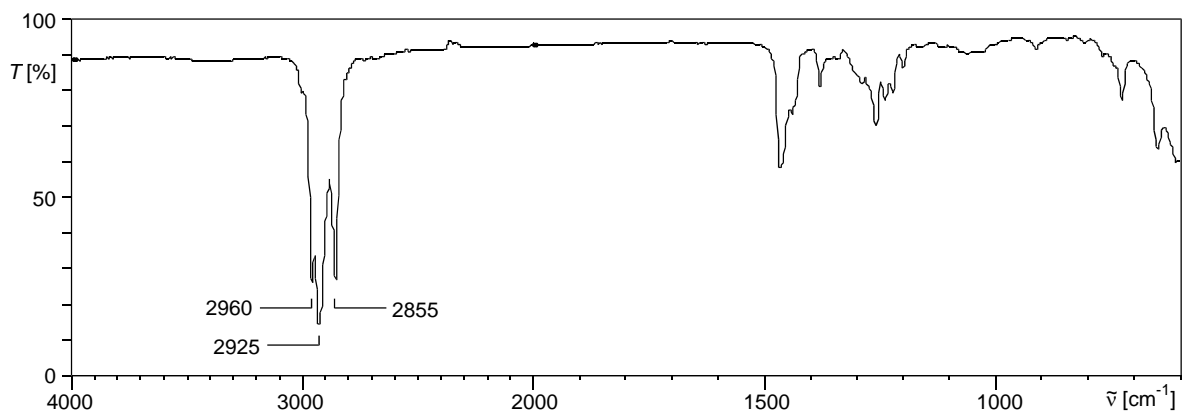
**<sup>1</sup>H-NMR-Spektrum** von **1** (300 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ = 0.88 (3 H), 1.17–1.36 (8 H), 1.36–1.50 (2 H), 1.85 (2 H), 3.40 (2 H).



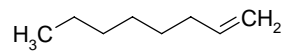
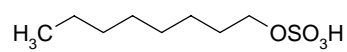
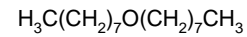
**<sup>13</sup>C-NMR-Spektrum** (75.5 MHz, CDCl<sub>3</sub>) von **1**: δ = 14.08 (CH<sub>3</sub>), 22.63 (CH<sub>2</sub>), 28.20 (CH<sub>2</sub>), 28.75 (CH<sub>2</sub>), 29.12 (CH<sub>2</sub>), 31.77 (CH<sub>2</sub>), 32.87 (CH<sub>2</sub>), 34.01 (CH<sub>2</sub>).



**IR-Spektrum** von **1** (Film):



- \* Formulieren Sie den zu **1** führenden Reaktionsmechanismus.

**Weitere denkbare Reaktionsprodukte:****A****B****C**

- \* Mit welchen spektroskopischen Daten und einfachen Versuchen lassen sich **A–C** ausschließen?
- \* Diskutieren Sie die denkbaren Reaktionsmechanismen.

**Literatur, allgemeine Anwendbarkeit der Methode**

Diese Arbeitsvorschrift kann allgemein zur Umsetzung von *n*-Alkoholen (ca. C<sub>4</sub>–C<sub>12</sub>) zu primären Bromalkanen verwendet werden. Sekundäre und tertiäre Alkohole unterliegen leicht – insbesondere bei höheren Temperaturen – Umlagerungen und Eliminierungen zu Alkenen.