

### 1.1.2 Umsetzung von 2-Methyl-2-butanol mit konzentrierter Salzsäure zu 2-Chlor-2-methylbutan (2)



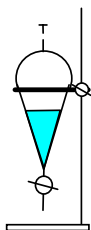
**Arbeitsmethoden:** Destillation

#### Chemikalien

2-Methyl-2-butanol  
Konz. Salzsäure

Sdp. 102 °C,  $d = 0.81$  g/ml.  
38proz.,  $d = 1.19$  g/ml. Verursacht **schwere Verätzungen**. Sofort mit viel Wasser abspülen.

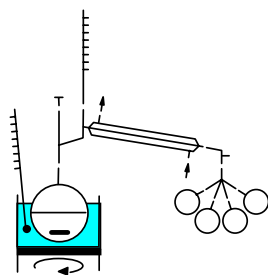
#### Durchführung



Vor Beginn **Betriebsanweisung** erstellen.

0.20 mol (17.6 g, 21.7 ml) 2-Methyl-2-butanol und 0.60 mol (57.6 g, 48.4 ml) konz. Salzsäure werden getrennt voneinander im Eisbad auf 0 °C vorgekühlt und anschließend in einem Scheidetrichter vorsichtig gemischt.<sup>1</sup> Man schüttelt 10 min kräftig (mehrmaliger Druckausgleich!) und lässt danach etwa 15 min zur Phasentrennung stehen.<sup>2</sup>

#### Isolierung und Reinigung



Die wässrige Phase wird verworfen ( $\rightarrow \mathbf{E}_1$ ), die organische Phase über festem Kaliumcarbonat bis zur neutralen Reaktion gerührt. Man dekantiert vom Kaliumcarbonat ( $\rightarrow \mathbf{E}_2$ ) in einen 50 ml Rundkolben ab und destilliert das Rohprodukt in einer kleinen Destillationsapparatur mit Spinne und tarierten Vorlagekölbchen fraktionierend unter Normaldruck. Man führe ein Destillationsprotokoll und bestimme Menge und Brechungsindizes der erhaltenen Fraktionen, die bei gleichem Brechungsindex vereinigt werden ( $\rightarrow \mathbf{E}_3$ ). Ausbeute an **2**: 66–75%, Sdp. 83–85 °C,  $n_D^{25} = 1.4055$ .

<sup>1</sup> Was ist zu beobachten?

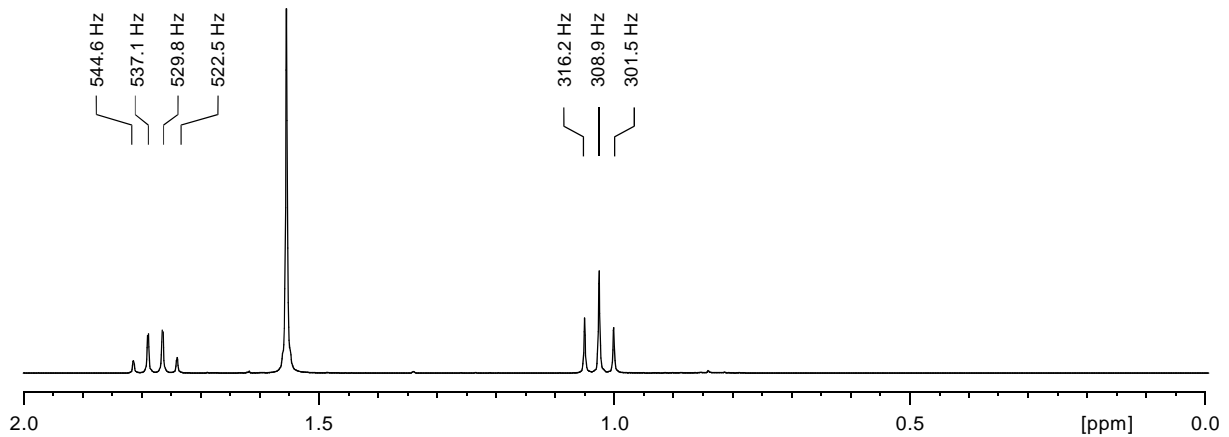
<sup>2</sup> Man prüfe, wo sich die organische Phase befindet.

#### Hinweise zur Entsorgung (E)

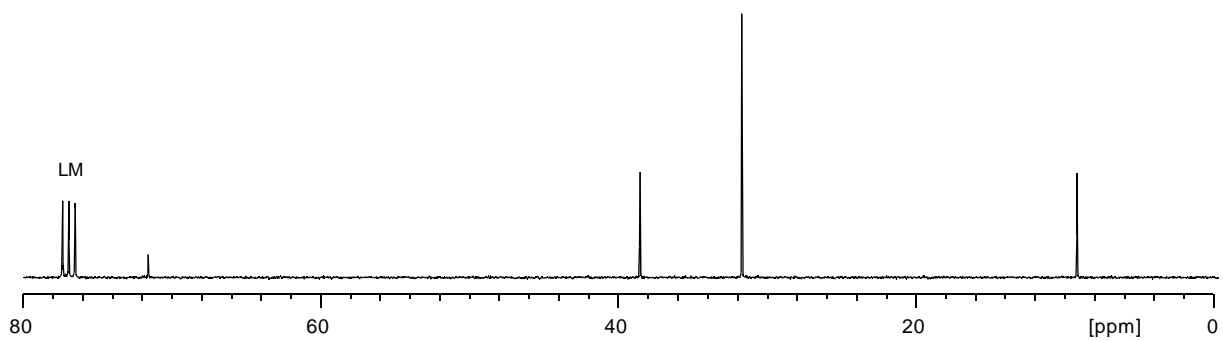
- E<sub>1</sub>:** Wässrige Phasen mit Spuren organischen Verunreinigungen  $\rightarrow$  Neutralisation  $\rightarrow$  Entsorgung (H<sub>2</sub>O mit RHal/Halogenid).  
**E<sub>2</sub>:** Kontaminiertes Trockenmittel  $\rightarrow$  Entsorgung (Anorg. Feststoffe).  
**E<sub>3</sub>:** Verunreinigte Fraktionen und Destillationsrückstand  $\rightarrow$  Entsorgung (RHal).

## Auswertung des Versuchs

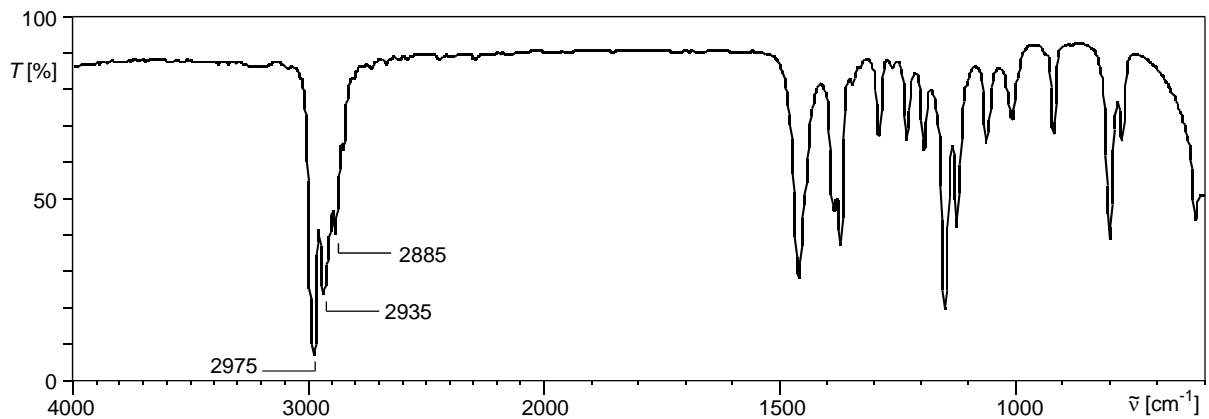
**<sup>1</sup>H-NMR-Spektrum** von **2** (300 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ = 1.05 (3 H), 1.56 (6 H), 1.78 (2 H).



**<sup>13</sup>C-NMR-Spektrum** (75.5 MHz, CDCl<sub>3</sub>) von **2**: δ = 9.51 (CH<sub>3</sub>), 31.95 (CH<sub>3</sub>), 38.78 (CH<sub>2</sub>), 71.69 (C).

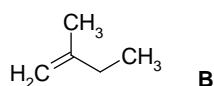
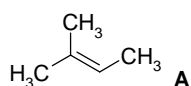


**IR-Spektrum** von **2** (Film):



\* Formulieren Sie den zu **2** führenden Reaktionsmechanismus.

**Weitere denkbare Reaktionsprodukte:**



\* Mit welchen spektroskopischen Daten und einfachen Versuchen lassen sich **A** und **B** ausschließen?

\* Diskutieren Sie die denkbaren Reaktionsmechanismen.

### Literatur, allgemeine Anwendbarkeit der Methode

Tertiäre Alkohole lassen sich generell mit konz. Salzsäure bei niedrigen Temperaturen (Vermeidung von Eliminierungen) in die Chloralkane überführen. Primäre und sekundäre Alkohole führen, insbesondere bei höheren Temperaturen, durch Umlagerung häufig zu Gemischen isomerer Chloralkane. Unter milden Bedingungen lassen sich primäre und sekundäre Alkohole mit  $\text{ZnCl}_2/\text{HCl}_{\text{konz.}}$  (Lukas-Reagens) in die Chloride überführen.<sup>[1]</sup>

- [1] J.E. Copenhaver, A.M. Wharley in *Organic Syntheses Coll. Vol. 1*, 2<sup>nd</sup> Ed., (Hrsg. H. Gilman, A.H. Blatt), J. Wiley & Sons, New York, **1941**, S. 142–143.