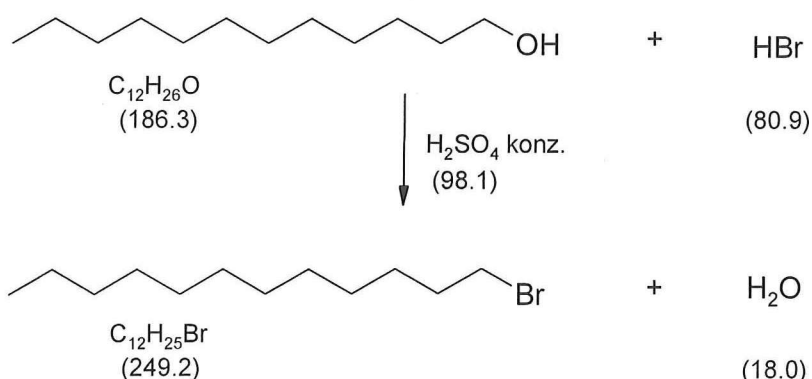


4028 Synthese von 1-Bromdodecan aus 1-Dodecanol**Klassifizierung****Reaktionstypen und Stoffklassen**

Nukleophile Substitution

Alkohol, Bromalkan, Säurekatalysator

Arbeitsmethoden

Erhitzen unter Rückfluss, Rühren mit Magnetrührer, Ausschütteln, Extrahieren, Abfiltrieren, Rektifizieren, Abrotieren, Destillieren unter vermindertem Druck, Destillieren über eine Kolonne, Heizen mit Ölbad

Versuchsvorschrift (Ansatzgröße 10 mmol)**Geräte**

10 mL Zweihalskolben oder 10 mL Rundkolben mit Anschützaufsatz, Rückflusskühler, heizbarer Magnetrührer, Magnetrührstab, Scheidetrichter, Rotationsverdampfer, Mikrodestillationsapparatur, 10 cm Vigreux-Kolonne, Vakuumpumpe, Ölbad

Chemikalien

1-Dodecanol (Schmp. 22-24 °C, Sdp. 258-265 °C)	1.86 g (10 mmol)
Bromwasserstoffsäure (48%) (Sdp. 126 °C)	3.4 g (2.3 mL, 20 mmol)
konz. Schwefelsäure	0.59 g (0.32 mL, 6.0 mmol)
Cyclohexan (Sdp. 81 °C)	20 mL
Natriumhydrogencarbonat	etwa 2 g (für 20 mL gesättigte wässrige Lösung)
Natriumsulfat zum Trocknen	etwa 1 g

Durchführung der Reaktion

In einem 10 mL Zweihalskolben mit Magnetrührstab und Rückflusskühler werden 1.86 g (10 mmol) 1-Dodecanol vorgelegt. Unter Rühren werden nacheinander 0.59 g (0.32 mL,

1- Bromdodecan

NOP

<http://www.oc-praktikum.de>

6.0 mmol) konz. H_2SO_4 und 3.4 g (2.3 mL, 20 mmol) Bromwasserstoffsäure(48%) zugegeben. Anschließend wird das Reaktionsgemisch unter Rühren bei 140 °C Ölbadtemperatur 5 Stunden unter Rückfluss erhitzt. Der Rückflusskühler wird einmal mit Wasser gefüllt und der Wasserdurchlauf dann abgestellt, um ein Abscheiden von Dodecanol am Rückflusskühler zu vermeiden. Der Reaktionsverlauf wird dünnschichtchromatographisch überprüft (siehe Analytik).

Aufarbeitung

Die Reaktionslösung wird auf Raumtemperatur abgekühlt, mit 6 mL Eiswasser versetzt und im Scheidetrichter mit 10 mL Cyclohexan ausgeschüttelt. Die Phasen werden getrennt, die organische Phase wird aufbewahrt, die wässrige Phase wird erneut mit 10 mL Cyclohexan ausgeschüttelt. Die vereinigten organischen Phasen werden mit 20 mL gesättigter NaHCO_3 -Lösung ausgeschüttelt. Bei schlechter Phasentrennung kann man das Gemisch über Nacht stehen lassen. Die organische Phase wird abgetrennt und mit Na_2SO_4 getrocknet. Anschließend wird vom Trockenmittel abfiltriert und das Lösungsmittel abrotiert. Es bleibt eine Flüssigkeit als Rückstand. Rohausbeute: 2.20 g

Das Rohprodukt wird in einer Mikrodestillationsapparatur über eine 10 cm Vigreux-Kolonne bei etwa 0.1 hPa fraktionierend destilliert.

Ausbeute: 1.60 g (6.42 mmol, 64%); Sdp. 72 °C ($2.3 \cdot 10^{-1}$ hPa, Ölbadtemperatur 118 °C), farblose Flüssigkeit; $n_D^{20} = 1.4581$

Anmerkungen

Das Produkt wird in Versuch 4029 als Edukt eingesetzt.

Abfallbehandlung

Recycling

Das abrotierte Cyclohexan wird gesammelt und rektifiziert.

Entsorgung

Abfall	Entsorgung
wässrige Phase	Lösungsmittel-Wasser-Gemische, halogenhaltig
Destillationsvorlauf und -rückstand	in wenig Aceton lösen, dann: Lösungsmittel, halogenhaltig
Natriumsulfat	Feststoffabfall, quecksilberfrei

Zeitbedarf

8-9 Stunden

Unterbrechungsmöglichkeit

Nach dem Erhitzen unter Rückfluss (5 Stunden)

Nach dem Ausschütteln

Vor dem Destillieren

Schwierigkeitsgrad

Mittel