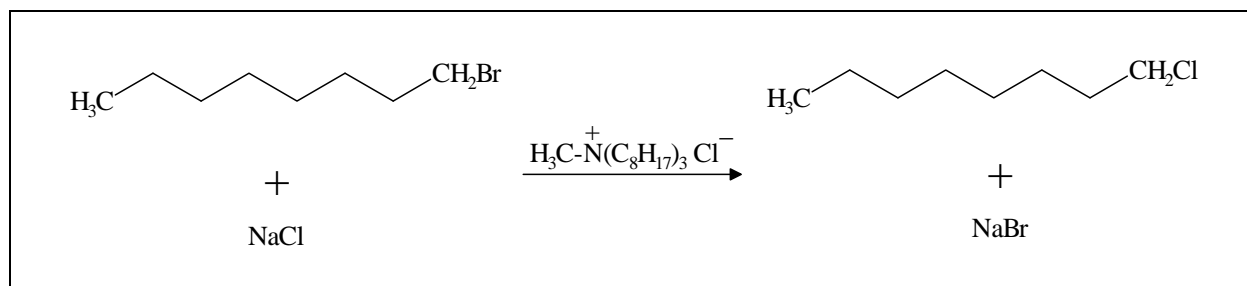








### 1.3 1-Chloroctan aus 1-Bromooctan und Natriumchlorid unter Phasen-Transfer-Katalyse



**Zeitbedarf:** 2 – 3 d

#### Apparatur, Geräte

250-ml-Dreihalskolben mit Rückflusskühler und großem Rührfisch, 250-ml-Scheidetrichter, 100-ml-Kolben, Rotationsverdampfer, kleine Apparatur zur Destillation im Vakuum

Ausgangsverbindungen, Reagenzien, Lösungsmittel		Signalwort	Hazard Statements	Precautionary Statements
1-Bromooctan	17.0 ml (0.10 mol)	Achtung 	H410	P273
Natriumchlorid	13.6 g (0.20 mol)			
Adogen 464 (= Aliquat 336 = technisches Methyl- trioctylammonium- chlorid, Phasen- Transfer-Katalysator)	2.00 g (5.00 mmol)	Gefahr   	H302, H315, H319	P210, P280, P301 + P312, P305 + P351 + P338
<i>tert</i> -Butylmethylether		Gefahr  	H225, H315	P210, P302 + P352

#### Alte Kennzeichnung:

Ausgangsverbindungen, Reagenzien, Lösungsmittel	R-Sätze	S-Sätze
1-Bromooctan		
Natriumchlorid		
Adogen 464 (= Aliquat 336 = technisches Methyltrioctylammoniumchlorid, Phasen-Transfer-Katalysator)	Xn	
<i>tert</i> -Butylmethylether	F	
	22-36/38	
	11-66	16-23.2-29-33

#### Arbeitsvorschrift

In den Dreihalskolben gibt man 1-Bromooctan und eine Lösung von Natriumchlorid in Wasser (70 ml). Man rührt mit ca. 500 Umdrehungen pro min, gibt Adogen 464 zu und erhitzt 5 h zum schwachen Sieden (Badtemperatur 110 – 120 °C).

Das abgekühlte Gemisch überführt man in den Scheidetrichter und gibt *tert*-Butylmethylether (30 ml) zu. Man schüttelt vorsichtig und trennt die Phasen. Die organische Phase wäscht man mit Wasser (30 ml) und trocknet sie mit Natriumsulfat (ca. 5 g, ca. 0.5 h, Lösung wird klar) (Vorgehensweise siehe Trocknen der Extrakte **Teil A, Kapitel 8**). Man dekantiert vom Trockenmittel durch einen Trichter mit Filter in einen 100-ml-Kolben und destilliert den *tert*-Butylmethylether am Rotationsverdampfer (40 °C, 300 hPa; Achtung: Lösungsmittel schäumt bei der Destillation). Den Rückstand destilliert man in der Apparatur zur Destillation im Vakuum (Ölbadtemperatur ca. 90 °C, 15 hPa<sup>\*)</sup>. Man fängt als erste Fraktion einen Vorlauf auf, bis die Siedetemperatur konstant ist, und erhält danach eine farblose Flüssigkeit als Hauptfraktion [50 – 60 %, Sdp. 63 °C / 15 hPa (Umrechnung siehe **Teil A, Kapitel 3**),  $n_D^{20}$  1.4305]. Steigt die Temperatur gegen Ende der Destillation, so nimmt man eine dritte Fraktion. Notieren Sie die Siedepunkte und bestimmen Sie die Mengen der einzelnen Fraktionen.

---

<sup>\*)</sup> Sollte das Vakuum der Membranpumpe nicht ausreichen, empfiehlt sich die Verwendung einer Ölpumpe.