

Sintesi dell' 1-bromo butano dall'1-butanolo

Introdurre 12 grammi di NaBr (R=36/37/38; S=26-36) in un pallone a fondo piano da 250 ml, aggiungere 12,5 ml di acqua e 8,5 ml di alcool n-butilico (n-butanolo) densità 0,81 g/ml (R=10-20; S=16). Raffreddare la miscela in un bagno a ghiaccio e aggiungere lentamente 10 ml di acido solforico concentrato (densità 1,84 g/ml) (R=35; S=26-30-45), agitando in continuazione e mantenendo sempre il pallone nel bagno a ghiaccio. Aggiungere qualche sferetta di vetro alla miscela e montare il refrigerante a bolle. Far bollire a ricadere per 30 minuti, cominciando il calcolo del tempo dal momento in cui la miscela comincia a bollire. Trascorso il tempo stabilito staccare il refrigerante a bolle e montare l'apparecchiatura per la distillazione semplice. Raccogliere il distillato in un recipiente di raccolta raffreddato in un bagno a ghiaccio. L'alogenuro alchilico distilla insieme con l'acqua e si separa in due fasi nel recipiente di raccolta. Distillare la miscela sino a che il distillato appare limpido. La temperatura dovrebbe raggiungere i 110 - 115 °C. Mentre la distillazione è in corso, togliere il recipiente di raccolta e far cadere qualche goccia di distillato in una provetta contenente un po' d'acqua. Controllare se il distillato è completamente solubile (miscibile). Se è così vuol dire che non vi è più alogenuro alchilico e la distillazione può essere interrotta. Se invece il distillato produce goccioline insolubili nell'acqua si deve continuare la distillazione sino a che il prodotto diventa completamente idrosolubile. Il materiale raccolto nel recipiente contiene soprattutto bromuro di n-butile (R=11-20/21/22; S=9-16-29) e acqua, con quantità più piccole di acido solforico e di acido bromidrico (R=34-37; S=7/9-26-45).

Versare il distillato in un imbuto separatore e aggiungere 10 ml di acqua, agitare bene e permettere ai due strati di separarsi. In questa fase è molto importante effettuare una energica agitazione.

Far gocciolare la fase organica più pesante in una beutina da 50 ml e far riposare per qualche minuto. Scartare la fase acquosa soprastante facendo attenzione a versarla dall'imboccatura superiore dell'imbuto separatore per evitare di contaminare con acqua il beccuccio dell'imbuto stesso.

Travasare il contenuto della beutina nell'imbuto separatore e aggiungere 10 ml di NaOH 3 M (R=35; S=26-37/39-45), agitare bene (vigorosamente) e permettere ai due strati di formarsi e di separarsi. Pesare 1 grammo di Na₂SO₄ anidro in una beutina da 50 ml. Far gocciolare la fase organica più pesante nella beutina contenente il disidratante, coprire e far riposare per 10 minuti. Pesare un contenitore pulito e asciutto. Versare il bromuro di n-butile nel contenitore tarato. Determinare la resa teorica, la resa pratica e l'indice di rifrazione.

1-bromo butano

PM = 137,03

D = 1,275 g/ml

p.f. = - 112,4 °C

p. eb. = 101,6 °C

indice di rifrazione = 1,4398