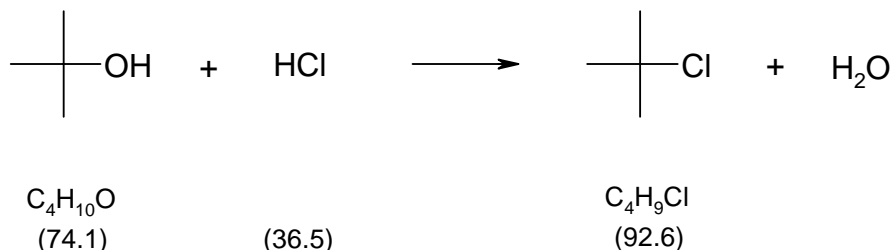


4026 Synthese von 2-Chlor-2-methylpropan (*tert*-Butylchlorid) aus *tert*-Butanol



Klassifizierung

Reaktionstypen und Stoffklassen

Nukleophile Substitution

Chloralkan, Alkohol

Arbeitsmethoden

Rühren mit Magnetrührer, Destillieren über eine Kolonne, Abfiltrieren, Kühlen mit Eisbad, Heizen mit Ölbad

Versuchsvorschrift (Ansatzgröße 10 mmol)

Geräte

10 mL Zweihalskolben, Rückflusskühler, Blasenähler, heizbarer Magnetrührer, Magnetrührstab, Eisbad, Scheidetrichter, Destillationsapparatur, 10 cm Vigreux-Kolonne

Chemikalien

tert-Butanol (Sdp. 82-83 °C) 741 mg (0.950 mL, 10.0 mmol)

konz. Salzsäure (36%) 3.04 g (2.56 mL, 30.0 mmol)

Kochsalz

Natriumsulfat zum Trocknen

Durchführung der Reaktion

In einem 10 mL Zweihalskolben mit Magnetrührstab und aufgesetztem Rückflusskühler mit Blasenähler, der mit Paraffinöl gefüllt ist, werden 3.0 g (2.6 mL, 30 mmol) konz. Salzsäure vorgelegt und im Eisbad gekühlt. Unter weiterer Kühlung und starkem Rühren werden 741 mg (0.950 mL, 10.0 mmol) *tert*-Butanol zugegeben. Die Reaktionslösung wird über Nacht bei Raumtemperatur gerührt.

Aufarbeitung

Dem Reaktionsgemisch wird Kochsalz bis zur Sättigung der wässrigen Phase zugesetzt. Die Phasen werden im Scheidetrichter getrennt, die organische Phase wird mit Natriumsulfat

getrocknet. Nach Abfiltrieren des Trockenmittels wird das Rohprodukt über eine 10 cm lange Vigreux-Kolonne bei Normaldruck destilliert. Man erhält eine einheitliche Produktfraktion. Ausbeute: 639 mg (6.90 mmol, 69%); Sdp. 50–52 °C, farblose Flüssigkeit; $n_D^{20} = 1.384$

Anmerkungen

Im Rohprodukt können geringe Mengen von nicht umgesetztem *tert*-Butanol nachgewiesen werden. Nach der Destillation sind nur noch wenige Nebenprodukte (< 5%) nachweisbar. Bei der Reaktion werden kleine Mengen Isobuten gebildet.

Abfallbehandlung

Entsorgung

Abfall	Entsorgung
wässrige Phase	Lösungsmittel-Wasser-Gemische, halogenhaltig
Destillationsrückstand	Lösungsmittel, halogenhaltig
Natriumsulfat	Feststoffabfall, quecksilberfrei

Zeitbedarf

4 Stunden

Unterbrechungsmöglichkeit

Vor der Destillation

Schwierigkeitsgrad

Leicht

Versuchsvorschrift (Ansatzgröße 100 mmol)

Geräte

100 mL Dreihalskolben, Rückflusskühler, Blasenähler, heizbarer Magnetprüher, Magnetprührstab, Eisbad, Scheidetrichter, Destillationsapparatur, 10 cm Vigreux-Kolonne

Chemikalien

tert-Butanol (Sdp. 82–82 °C) 7.41 g (9.50 mL, 100 mmol)

konz. Salzsäure (36%) 30.4 g (25.6 mL, 300 mmol)

Kochsalz

Natriumsulfat zum Trocknen

Durchführung der Reaktion

In einem 100 mL Dreihalskolben mit Magnetprührstab und aufgesetztem Rückflusskühler mit Blasenähler, der mit Paraffinöl gefüllt ist, werden 30.4 g (25.6 mL, 300 mmol) konz. Salzsäure vorgelegt und im Eisbad gekühlt. Unter weiterer Kühlung und starkem Prühren werden 7.41 g (9.50 mL, 100 mmol) *tert*-Butanol zugegeben. Die Reaktionslösung wird über Nacht bei Raumtemperatur gerührt.

Aufarbeitung

Dem Reaktionsgemisch wird Kochsalz bis zur Sättigung der wässrigen Phase zugesetzt. Die Phasen werden im Scheidetrichter getrennt, die organische Phase wird mit Natriumsulfat getrocknet. Nach Abfiltrieren des Trockenmittels wird das Rohprodukt über eine 10 cm lange Vigreux-Kolonne bei Normaldruck destilliert. Man erhält eine einheitliche Produktfraktion.

Ausbeute: 7.60 g (82.1 mmol, 82%); Sdp. 50–52 °C, farblose Flüssigkeit; $n_D^{20} = 1.3858$

Anmerkungen

Im Rohprodukt können geringe Mengen von nicht umgesetztem *tert*-Butanol nachgewiesen werden. Nach der Destillation sind nur noch wenige Nebenprodukte (< 5%) nachweisbar.

Bei der Reaktion werden kleine Mengen Isobuten gebildet.

Abfallbehandlung

Entsorgung

Abfall	Entsorgung
wässrige Phase	Lösungsmittel-Wasser-Gemische, halogenhaltig
Destillationsrückstand	Lösungsmittel, halogenhaltig
Natriumsulfat	Feststoffabfall, quecksilberfrei

Zeitbedarf

4 Stunden

Unterbrechungsmöglichkeit

Vor der Destillation

Schwierigkeitsgrad

Leicht

Versuchsvorschrift (Ansatzgröße 1 mol)**Geräte**

500 mL Dreihalskolben, Rückflusskühler, Blasenähler, heizbarer Magnetprüher, Magnetprührstab, Eisbad, Scheidetrichter, Destillationsapparatur, 10 cm Vigreux-Kolonne

Chemikalien

tert-Butanol (Sdp. 82-82 °C) 74.1 g (95.0 mL, 1.00 mol)

konz. Salzsäure (36%) 304 g (256 mL, 3.00 mol)

Kochsalz

Natriumsulfat zum Trocknen

Durchführung der Reaktion

In einem 500 mL Dreihalskolben mit Magnetprührstab und aufgesetztem Rückflusskühler mit Blasenähler, der mit Paraffinöl gefüllt ist, werden 304 g (256 mL, 3.00 mol) konz. Salzsäure vorgelegt und im Eisbad gekühlt. Unter weiterer Kühlung und starkem Prühren werden 74.1 g

(95.0 mL, 1.00 mol) *tert*-Butanol zugegeben. Die Reaktionslösung wird über Nacht bei Raumtemperatur gerührt.

Aufarbeitung

Dem Reaktionsgemisch wird Kochsalz bis zur Sättigung der wässrigen Phase zugesetzt. Die Phasen werden im Scheidetrichter getrennt, die organische Phase wird mit Natriumsulfat getrocknet. Nach Abfiltrieren des Trockenmittels wird das Rohprodukt über eine 10 cm lange Vigreux-Kolonne bei Normaldruck destilliert. Man erhält eine einheitliche Produktfraktion.

Ausbeute: 78.1 g (843 mmol, 84%); Sdp. 50–52 °C, farblose Flüssigkeit; $n_D^{20} = 1.384$

Anmerkungen

Im Rohprodukt können geringe Mengen von nicht umgesetztem *tert*-Butanol nachgewiesen werden. Nach der Destillation sind nur noch wenige Nebenprodukte (< 5%) nachweisbar.

Bei der Reaktion werden kleine Mengen Isobuten gebildet.

Abfallbehandlung

Entsorgung

Abfall	Entsorgung
wässrige Phase	Lösungsmittel-Wasser-Gemische, halogenhaltig
Destillationsrückstand	Lösungsmittel, halogenhaltig
Natriumsulfat	Feststoffabfall, quecksilberfrei

Zeitbedarf

5 Stunden

Unterbrechungsmöglichkeit

Vor der Destillation

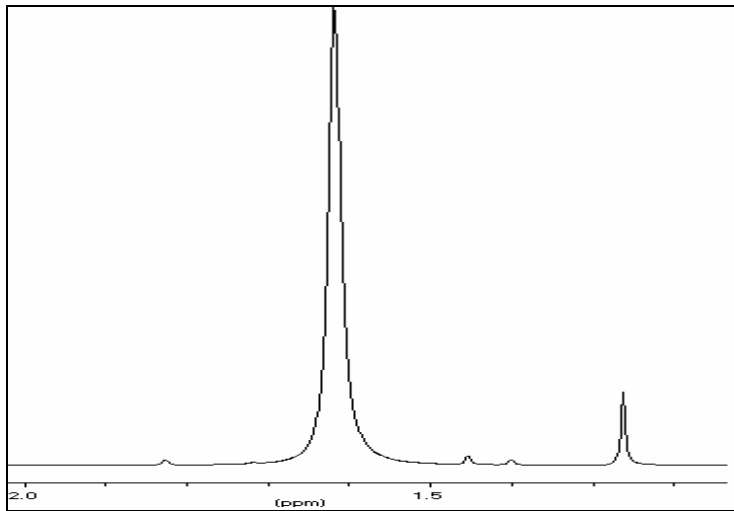
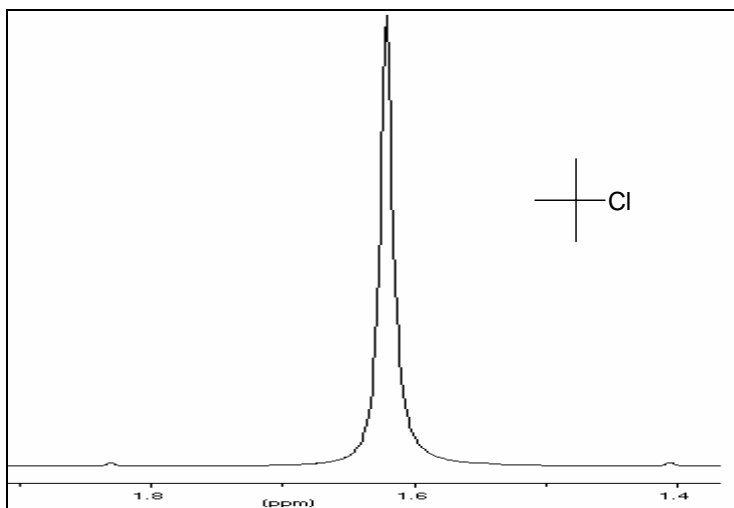
Schwierigkeitsgrad

Leicht

Analytik

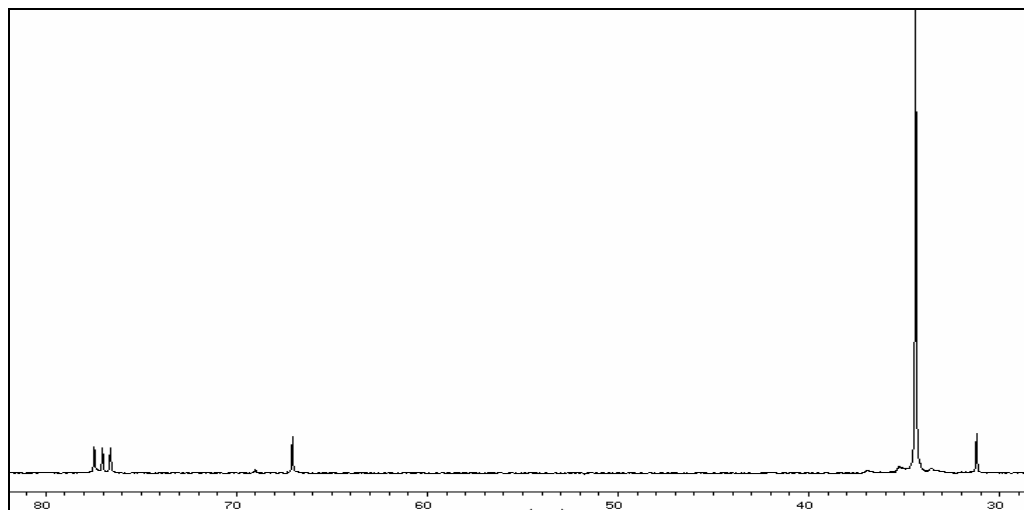
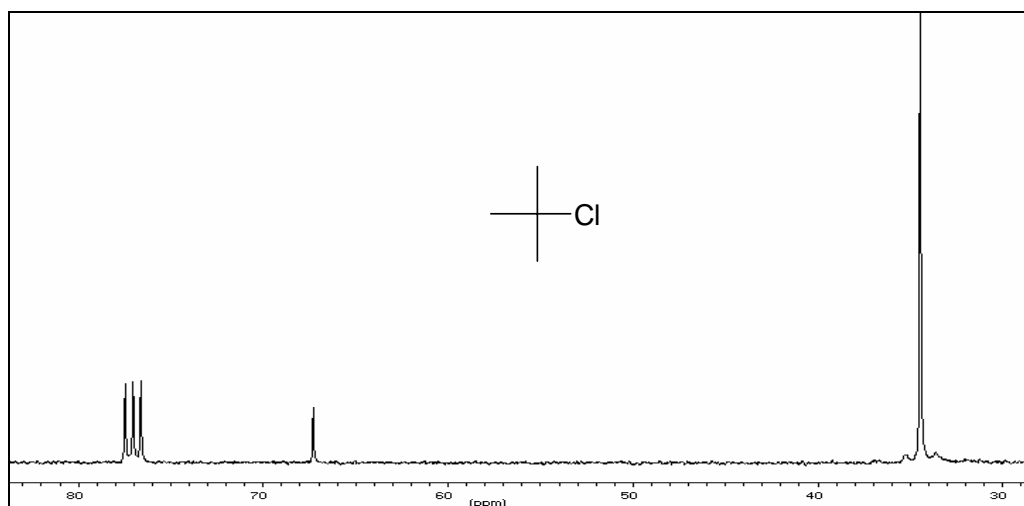
Reaktionskontrolle mit IR-Spektroskopie

Aus dem Reaktionsgemisch wird 1 g der organischen Phase entnommen und über eine Mikro-Kurzweg-Destillationsapparatur ohne Kolonne destilliert. Alternativ kann über einen Umfüllbogen in einen mit Eis gekühlten Kolben destilliert werden. Das Destillat wird unverdünnt für die IR-Spektroskopie eingesetzt. Das Fehlen der OH-Bande bei etwa 3400 cm^{-1} zeigt vollständigen Umsatz an.

^1H NMR-Spektrum vom Rohprodukt (300 MHz, CDCl_3) **^1H NMR-Spektrum vom Reinprodukt (300 MHz, CDCl_3)**

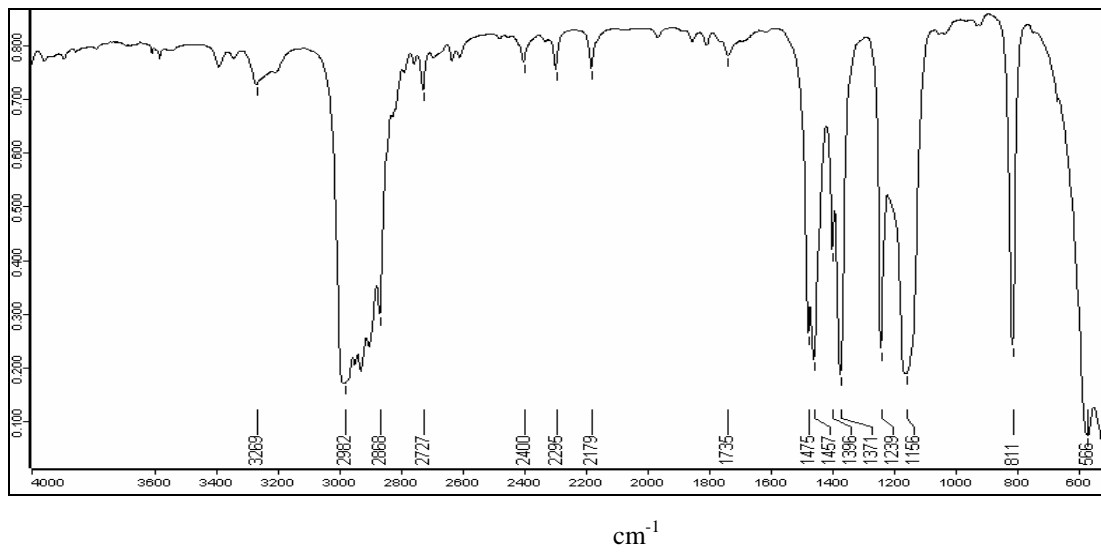
δ (ppm)	Multiplizität	Anzahl H	Zuordnung
1,62	s	9	CH_3

Das ^1H NMR-Spektrum vom Rohprodukt zeigt bei 1.27 ppm das Signal für die Methylgruppen von *tert*-Butanol.

^{13}C NMR-Spektrum vom Rohprodukt (75.5 MHz, CDCl_3) **^{13}C NMR-Spektrum vom Reinprodukt (75.5 MHz, CDCl_3)**

δ (ppm)	Zuordnung
67.25	C- CH_3
34.43	CH_3
76.5-77.5	Lsgm.

Das ^{13}C NMR-Spektrum vom Rohprodukt zeigt bei 31.3 ppm das Signal für die Methylgruppen von *tert*-Butanol.

IR-Spektrum vom Reinprodukt (Film)

Wellenzahl (cm ⁻¹)	Zuordnung
2982, 2868	C-H-Valenz, Alkan
1457	C-H-Deformation
811	C-Cl-Valenz