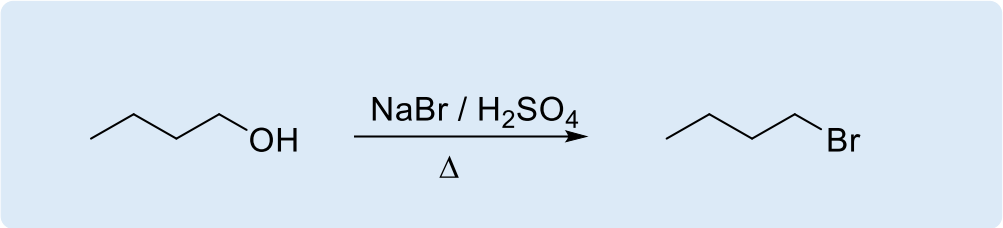
Bromek butylu



Odczynniki

n-Butanol	13,7 mL	(0,15 mol; 1 ekw.)
Bromek sodu	18,2 g	(0,177 mol; 1,2 ekw.)
Kwas siarkowy stęż.	18 mL	(0,34 mol, 2,3 ekw.)
Wodorowęglan sodu (10% roztwór wodny)	15 mL	
Chlorek wapnia	1-2 g	

Procedura

W kolbie okrągłodennej o pojemności 250 mL umieszcza się bromek sodu (18,2 g) oraz wodę (20 mL) i miesza się aż do rozpuszczenia większości bromku. Następnie dodaje się butanol (13,7 mL), a otrzymaną mieszaninę ochładza się w łaźni z lodem do temperatury ok. 5˚C. Do ochłodzonej mieszaniny dodaje się powoli stężony kwas siarkowy (18 mL). Kolbę z reagentami zaopatruje się w chłodnicę zwrotną z zestawem do pochłaniania bromowodoru, dodaje kamyki wrzenne i ogrzewa do łagodnego wrzenia przez 1,5 godziny. Po ostygnięciu zawartości kolby, usuwa się chłodnicę zwrotną i montuje zestaw do destylacji prostej. Mieszaninę destyluje się tak długo, aż przestaną spływać oleiste krople bromku butylu. Destylat przenosi się do rozdzielacza, dodaje wodę (15 mL), wytrząsa i oddziela warstwę wodną. Następnie warstwę organiczną wytrząsa się z zimnym, stężonym kwasem siarkowym (2 mL). Po oddzieleniu kwasu, warstwę organiczną przemywa się kolejno: wodą (15 mL), 10% wodnym roztworem wodorowęglanu sodu (10 mL) i ponownie wodą (15 mL). Surowy bromek butylu suszy się nad bezwodnym chlorkiem wapnia minimum 30 minut. Po odsączeniu środka suszącego, przeprowadza się destylację prostą, zbierając frakcję o temperaturze wrzenia 99-103˚C.

Po dodaniu każdej porcji kwasu, należy zamieszać reagenty w kolbie

Kwas siarkowy **musi być** ochłodzony w łaźni lodowej do ok. 5˚C.

Na tym etapie możesz przerwać i kontynuować na kolejnych zajęciach.

Wydajność: ok. 50%

Postać: Bezbarwna ciecz

Gęstość: 1,276 g/mL

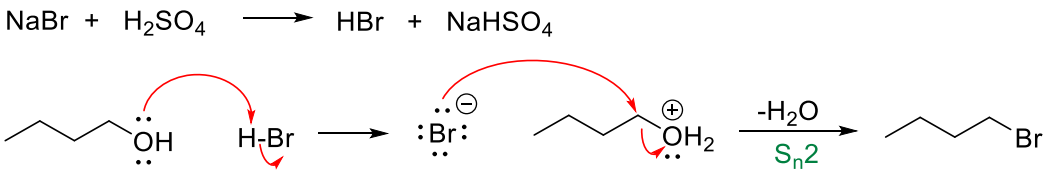
^{1} **H NMR** (400 MHz, $CDCl_3$) δ: 3.42 (t, *J* = 6.9 Hz, 2H), 1.84 (qn, *J* = 7.2 Hz, 2H), 1.47 (sx, *J* = 7.4 Hz, 2H), 0.93 (t, *J* = 7.4 Hz, 3H).

IR (KBr) cm–1: 3294, 3261, 3196, 3137, 3083, 3059, 3046, 3022, 1620, 1699, 1538, 1501, 1489, 1436, 1395, 1369, 1324, 1307, 1266, 1180, 1042, 1014, 999, 962, 608, 768.

Piktogramy określające rodzaj zagrożenia na etykietach związków chemicznych

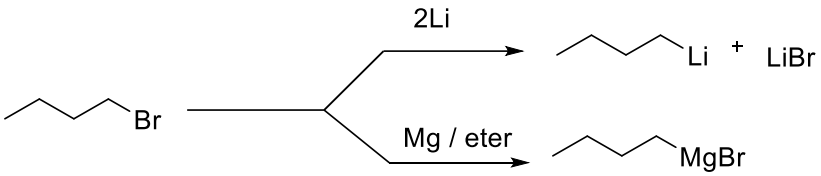
n-Butanol	
Bromek sodu	
Kwas siarkowy stężony (96%)	
Chlorek wapnia	
Bromek butylu	

Mechanizm reakcji



Informacje dodatkowe

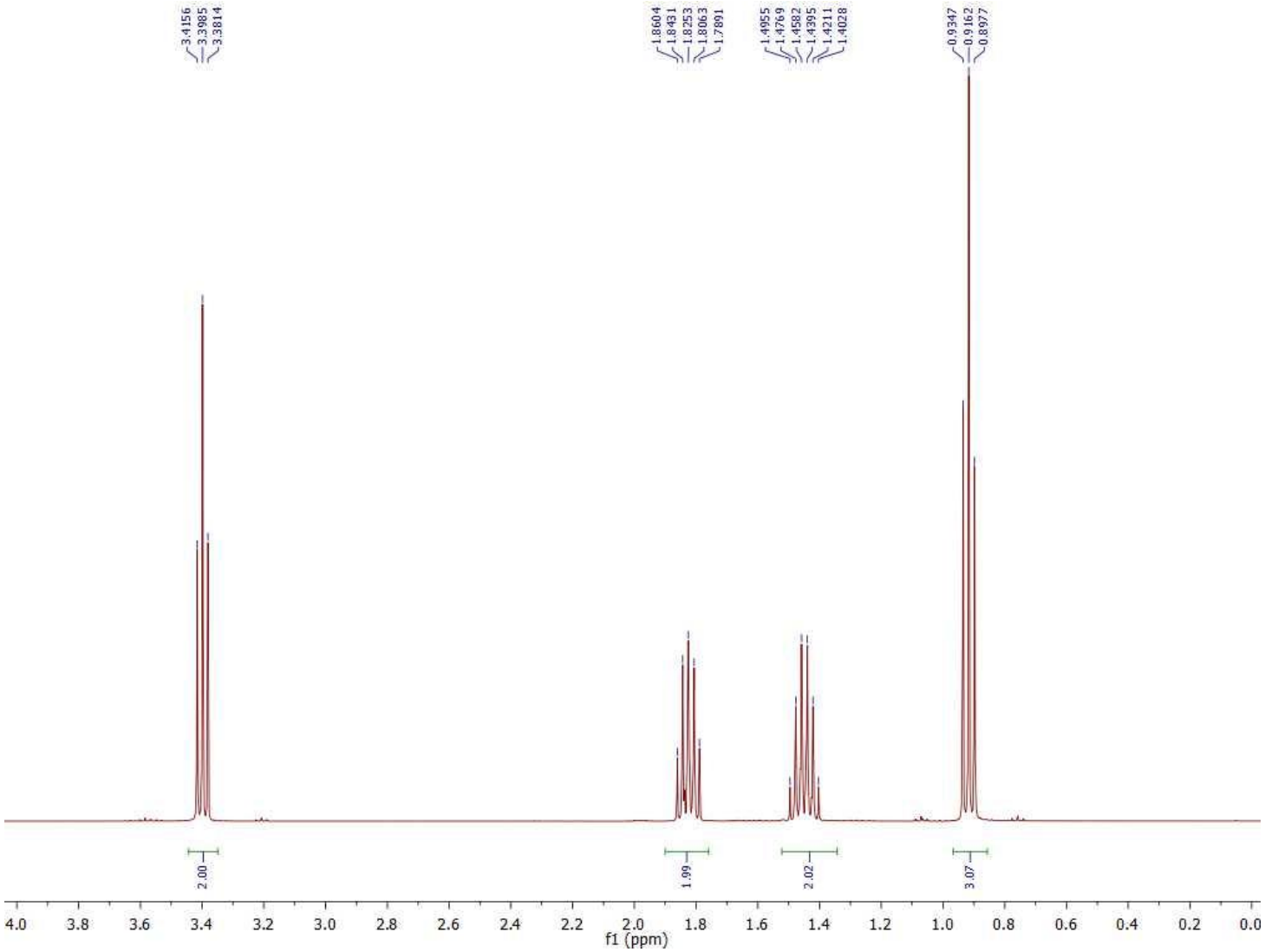
Bromek butylu (1-bromobutan) jest bezbarwną cieczą stosowaną głównie jako pośredni produkt w syntezie organicznej oraz jako rozpuszczalnik do czyszczenia i odtłuszczania. Jako halogenek I-rzędowy wykazuje podatność na uleganie reakcjom substytucji dwucząsteczkowej S_n2 i dlatego wykorzystywany jest jako czynnik alkilujący (np. synteza czwartorzędowych soli amoniowych). Drugim ważnym zastosowaniem syntetycznym jest tworzenie związków metaloorganicznych. W reakcji z litem bromek butylu tworzy butylolit, natomiast w reakcji z metalicznym magnezem, prowadzonej w eterze jako rozpuszczalniku daje odczynnik Grignarda.[1]



Literatura uzupełniająca

1. T.W.G. Solomons, C.B. Fryhle, Organic Chemistry, wyd. 7, John Wiley & Sons, Nowy York **2000**, s.544-546.

Widmo ^{1}H NMR


3.4156
3.3985
3.3814
1.8604
1.8431
1.8253
1.8063
1.7891
1.4955
1.4769
1.4582
1.4395
1.4211
1.4028
0.9347
0.9162
0.8977
2.00
1.99
2.02
3.07
4.0 3.8 3.6 3.4 3.2 3.0 2.8 2.6 2.4 2.2 2.0 1.8 1.6 1.4 1.2 1.0 0.8 0.6 0.4 0.2 0.0
f1 (ppm)