

## SINTESI DEL BROMURO DI N-BUTILE A PARTIRE DALL'ALCOOL N-BUTILICO

### REAZIONI:

#### COMPOSTI INIZIALI:



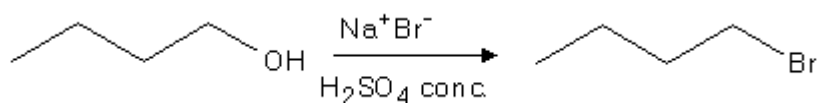
p.eb 117,5 °C  
mm 74,124  
indice di rifrazione 20°/D = 1,3992 +/- 0,0020  
Densità 20°/4° = 0,810 +/- 0,001

#### COMPOSTI FINALI:



p.eb 101,3 °C  
mm 137,03  
indice di rifrazione 20°/D = 1,4398 +/- 0,0020  
Densità 20°/4° = 1,276 +/- 0,002

### REAZIONE:



### PROCEDIMENTO:

Caricare in pallone a due colli da 250 ml 24 g di NaBr, 25 ml di acqua e 17 ml di n-BuOH.

In un imbuto gocciolatore inserire 20 ml di  $\text{H}_2\text{SO}_4$  conc. e iniziare a gocciolare nel pallone di reazione agitando energicamente la miscela con ancoretta magnetica.

In parte l'alcol tenderà a solidificarsi ostacolando l'agitazione, ma la cosa più importante è raffreddare l'ambiente con un bagno di ghiaccio.

Terminato il gocciolamento bisogna scaldare con un bagno d'olio per circa un'ora ad una temperatura di 80-100°C. Durante le operazioni sopra descritte si utilizza la configurazione strumentale descritta nella fotocopia allegata.

Per intrappolare i bromuri si utilizza una valvola al  $\text{CaCl}_2$  con un tubo pescante nell'acqua.

Terminato il riscaldamento con il bagno d'olio si distilla in corrente di vapore la mix finale e si raccoglie il n-BuBr condensato in testa. La distillazione con Claisen deve essere fatta con termomanto ed ebollitori. Il condensato sarà anche formato da acqua, più leggera del n-BuBr per la minore densità.

Dopo raffreddamento si separano le due fasi in un imbuto separatore

FASE ORGANICA: Formata da Bromuro di n-butile. Più pesante in quanto il prodotto ha una densità superiore a quella dell'acqua.

Si separa e si esegue un lavaggio con  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{NaHCO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{O}$  in sequenza, poi si anidifica con  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  per assorbire l'eventuale acqua rimasta, e si filtra su cotone.

Dopo la filtrazione del prodotto si purifica su Claisen e si pesa per restituire la resa complessiva.

FASE ACQUOSA: Più pesante. Costituita da H<sub>2</sub>O. Può venire eliminata in quanto non è più necessaria per le operazioni successive, controllare prima il pH.

### CONSIDERAZIONI PRATICHE

Questa sintesi segue un meccanismo di tipo S<sub>N</sub>2 in quanto la molecola che reagisce è una molecola poco ingombrata, avendo il gruppo uscente legato a un carbonio primario.

Il prodotto di questa reazione è un alogenuro primario, questa avviene in due passaggi, uno iniziale lento e uno finale veloce.

Questa reazione si esegue con NaBr che fornisce il nucleofilo e con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> conc. come catalizzatore.

Dalla reazione si formerà HBr volatile, altamente corrosivo e caustico, il quale dovrà essere intrappolato.

Inoltre con l'aggiunta dell'acido la reazione svolgerà molto calore, da abbattere con un bagno di ghiaccio.

Per purificare il prodotto si farà una distillazione in corrente di vapore con un Claisen stando bene attenti alla temperatura dei vapori. Infatti al termine della distillazione del prodotto (T°C compresa tra 70-90°), un improvviso aumento di temperatura determina l'evaporazione dell'acqua ed eventuali impurezze.

Il prodotto e l'acqua costituiscono una miscela azeotropica di minima che formerà due frazioni, smiscelate in due fasi, nel pallone di raccolta.

Gli scarti di reazioni quali il pallone di reazione e la trappola di bromuri devono subire un trattamento di neutralizzazione prima di venire scartati.