

zweimal mit Chloroform aus. Die Chloroformphasen wäscht man mit ges. NaHCO_3 -Lsg., trocknet sie über Magnesiumsulfat und destilliert über eine 20 cm-Vigreux-Kolonne.

Butanol-1



HBr



Chloroform



Physikalische Daten des Produktes:

$K_p = 100 \text{ } ^\circ\text{C}$

$n_D (20 \text{ } ^\circ\text{C}) = 1.4398$

B) 1-Iod-3-methylbutan



In einem 250 ml Mehrhalskolben wird zu einer Lösung von 0.11 mol NaI in 100 ml wasserfreiem Aceton unter Rühren innerhalb von 30 min eine Lösung von 0.1 mol 1-Brom-3-methylbutan in 30 ml Aceton zugetropft und anschließend 1h unter Rückfluß gerührt. Der entstandene Niederschlag wird abfiltriert und mit 50 ml Aceton gewaschen (Rückstand entsorgen). Die vereinigten Lösungen werden am Rotationsverdampfer eingeeengt. Der Rückstand mit je 50 ml Ether und verd. Natriumthiosulfat-Lösung versetzt und in einem Scheidetrichter durchgeschüttelt, wobei sich die obere Phase entfärbt. Die untere Wasserphase wird abgelassen und der Ether dann noch zweimal mit je 25 ml Wasser gewaschen. Man trocknet die org. Phase über MgSO_4 , filtriert dieses ab und destilliert den Rückstand über eine Mikrodestille.

1-Iod-3-methylbutan



Anmerkungen:

- Aceton vortrocknen z.B. durch Abrotieren über MgSO_4
- Produkt noch am Tag der Herstellung abnehmen lassen!
- Apparatur mit Alufolie abdunkeln!

Physikalische Daten des Produktes:

$K_p = 145\text{-}147 \text{ } ^\circ\text{C}$

$n_D (20 \text{ } ^\circ\text{C}) = 1.4923$

C) Phenoxyessigsäure überprüfen



5 g Phenol werden in 20 ml 10 N Natronlauge gelöst und mit 6.5 g Monochloressigsäure und 10 ml Wasser versetzt, um eine homogene Lösung herzustellen. Nach einstündigem Erhitzen auf dem Wasserbad wird die Lösung abgekühlt, mit 60 ml Wasser verdünnt und mit Salzsäure angesäuert. Man extrahiert mit 250 ml Ether und schüttelt den Ether mit 50 ml Wasser und anschließend nochmals mit 130 ml 5proz. Natriumcarbonat-Lsg. aus (Vorsicht, Überdruck!).