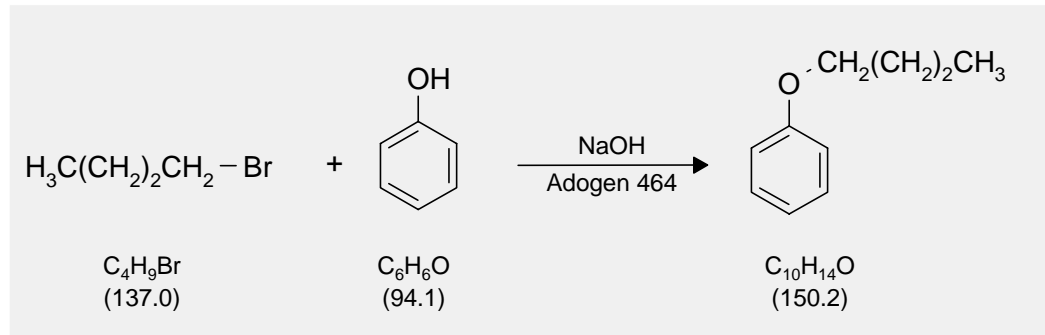


### 3.3 Umsetzung von 1-Brombutan (*n*-Butylbromid) mit Phenolat zu *n*-Butyl-phenylether unter Phasentransferkatalyse



**Arbeitsmethoden:** Ausschütteln, Destillation bei vermindertem Druck

#### Chemikalien

**1-Brombutan:** R 11-36/37/38; S 16-26-33; Sdp. 102 °C, d = 1.28 g/ml; Flammpunkt: 16 °C.

**Phenol:** R 24/25-34; S 28-45; Schmp. 40 °C; Sdp. 182 °C; Dampfdruck bei 25 °C: 41 hPa.

Phenole können auf der Haut starke Verätzungen und Entzündungen hervorrufen. Einatmen der Dämpfe über längere Zeit führt zu chronischen Effekten. Zum Abfüllen unbedingt Einmalhandschuhe benutzen.

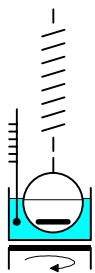
**Natriumhydroxid:** R 35; S 26-36/37/39-45; hygroskopisch, **verursacht Verätzungen**.

**Adogen 464 (techn. Methyltrioctylammoniumchlorid):** R 22-36/38; S -; d=0.89 g/ml, **verursacht Verätzungen**.

#### Durchführung

*Betriebsanweisung beachten!*

In einem 100 ml-Rundkolben mit Magnetrührstab werden 4.00 g (0.10 mol) Natriumhydroxid und 9.50 g (0.10 mol) Phenol in 25 ml Wasser gelöst. Nach Zusatz von 12.9 ml (16.4 g, 0.12 mol) 1-Brombutan und 0.5 g Adogen 464 wird ein Rückflusskühler aufgesetzt und die Mischung 3 h unter Rückfluss (Badtemperatur 100 °C) zum Sieden erhitzt.

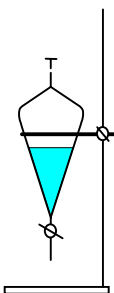


#### Isolierung und Reinigung

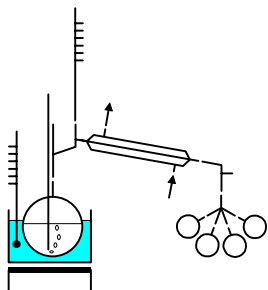
Man lässt die Reaktionsmischung erkalten und gießt sie mit Hilfe eines Trichters in einen 100 ml-Scheidetrichter. Die wässrige Phase wird abgetrennt und verworfen

(→ **E**<sub>1</sub>).

Die organische Phase wird mit 20 ml 5proz. Natronlauge (1 g Natriumhydroxid auf 20 ml Lösung auffüllen) ausgeschüttelt. Nach dem Abtrennen der wässrigen Phase (→ **E**<sub>1</sub>) wird die organische Phase nochmals mit 20 ml Wasser gewaschen, die wässrige Phase abgetrennt (→ **E**<sub>1</sub>) und die organische Phase über Natriumsulfat getrocknet. Die Menge des Trockenmittels wird so bemessen, dass bei portionsweiser Zugabe mit einem Löffelspatel die letzte zugegebene Menge nach dem Umschwenken pulvrig bleibt. Man lässt mit dem Trockenmittel rühren,



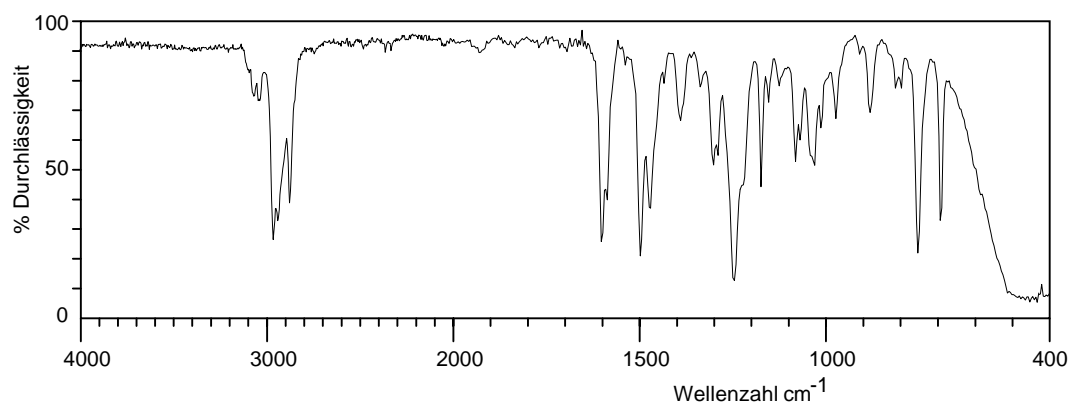
bis die organische Phase klar ist (mindestens 30 min). Mit Hilfe eines Hirschtrichters bzw. Alihn'schen Rohres und des Witt'schen Topfes wird vom Trockenmittel ( $\rightarrow$  **E**<sub>2</sub>) direkt in einen tarierten 50 ml-NS 14.5-Rundkolben abgesaugt, der - nach Bestimmung der Rohausbeute - anschließend sofort als Destillationskolben verwendet wird. Das Rohprodukt wird in einer Destillationsapparatur mit Spinne mit tarierten Kölbchen ( $\leq 25$  ml) bei vermindertem Druck (ca. 16 hPa) im Ölbad destilliert. Die fraktionierende Destillation liefert nach Abtrennung eines Vorlaufs den *n*-Butylphenylether bei 84 - 87 °C/18 hPa, Ausbeute 11.0 g (73%)  $n_D^{20} = 1.4969$ .



### Hinweise zur Entsorgung (E), Redestillation (R) der Lösungsmittel

- E**<sub>1</sub>: Die wässrigen Phasen werden nach der Neutralisation in den halogenhaltigen wässrigen org. Sonderabfall **B**<sub>1</sub> gegeben.
- E**<sub>2</sub>: Trockenmittel und Filterpapier werden zum organischen Sonderabfall für Feststoffe **F**<sub>2</sub> gegeben.
- E**<sub>3</sub>: Destillationsrückstand mit wenig Aceton lösen und in den halogenfreien org. Sonderabfall **A**<sub>2</sub> geben.

### IR-Spektrum von *n*-Butylphenylether (Film)



**Valenzschwingungen:** =C-H (aromatisch): 3080, 3050; C-H: 2980; 2950, 2890, C=C (arom.): 1600, 1500  $cm^{-1}$ .

### Versuchsergebnisse und Schlussfolgerungen

- Das aus Phenol und NaOH gebildete Natriumphenolat reagiert als Nucleophil in einer  $S_N2$ -Reaktion mit 1-Brombutan zum Phenylether. Die baseninduzierte Eliminierung von HBr zu 1-Buten kommt nicht zum Zuge, da die Nucleophilie des Phenolats stärker als seine Basizität ist.
- Der Phasentransfer-Katalysator (Adogen 464) ermöglicht die Durchführung der Reaktion im wässrigen Medium.