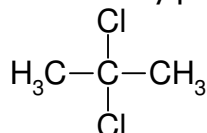


Synthese, Aufbereitung und Reinigung von 2-chlor-2-methylpropan

GRAND PRIX CHIMIQUE 1993, STRASSBURG PRÄPARATIVER TEIL

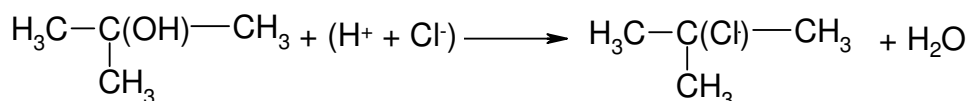
1. Allgemeines über die synthese

2-chlor-2-methylpropan



1. 1. Reaktion

Diese Synthese erfolgt durch säurekatalysierte Umwandlung von 2-methyl propan-2-ol in das entsprechende Alkylchlorid, das hergestellt werden soll, nach der Gleichung :



1. 2. Angaben über die Edukte und die Produkte

2-methyl propan-2-ol	Dichte : $\rho = 0,78 \text{ g.cm}^{-3}$ Schmelzpunkt : 24 °C Siedepunkt : 82 °C Löslichkeit in Wasser : unbegrenzt Brechungsindex : $n(20^\circ/\text{D}) = 1,3838$
Salzsäure handelsübliche Lösung	Dichte : $\rho = 1,19 \text{ g.cm}^{-3}$ Reinheit : $w = 37 \%$ (Masse)
2-chlor-2-methylpropan	Dichte : $\rho = 0,84 \text{ g.cm}^{-3}$ Schmelzpunkt : - 26 °C Siedepunkt : 51 °C Löslichkeit in Wasser : sehr begrenzt Brechungsindex : $n(20^\circ/\text{D}) = 1,3857$

2. Arbeitsvorschrift

2. 1. Synthese

In den 250 mL Vierhalskolben, versehen mit Rührwerk, Rückflusskühler, Tropftrichter und Thermometer, gibt man 75 mL konzentrierte Salzsäure $w(\text{HCl}) = 37\%$ und kühlt auf $10\text{ }^\circ\text{C}$ ab.

Mit dem Tropftrichter gibt man dann 22 g der Chemikalie 2-methylpropan-2-ol dazu. Da giftige Gase durch den Rückflusskühler entweichen können, werden diese über einen Schlauchansatz an die Wasserstrahlpumpe geleitet. Zur Sicherheit wird ein T Stück auf den Schlauch eingebaut.

Nun wird das Rührwerk eingeschaltet und man lässt die Mischung 20 Minuten bei ständigem Rühren reagieren.

2. 2. Aufbereitung

Organische und wässrige Phase werden getrennt.

Die organische Phase wird rasch mit einer Natriumhydrogencarbonat-Lösung $w(\text{NaHCO}_3) = 5\%$ gewaschen und danach mit 25 mL demineralisiertem Wasser zweimal nachgewaschen.

Das Rohprodukt wird in einem Becherglas mit 2 g wasserfreiem Magnesiumsulfat getrocknet.

Nach dem abfiltrieren wird das Rohprodukt abgewogen.

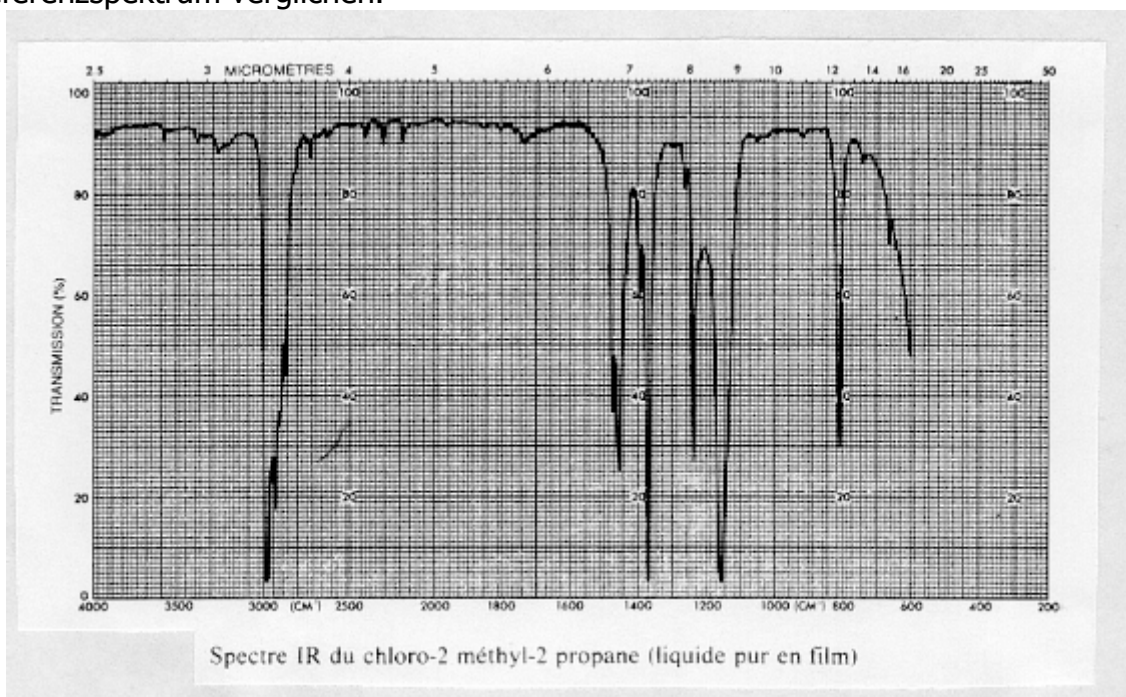
2. 3. Reinigung

Das Rohprodukt ist durch eine geeignete Destillation zu reinigen.

2. 4. Reinheitsüberprüfung

2. 4. 1. Die Reinheit des erhaltenen Produktes ist refraktometrisch zu überprüfen.

2. 4. 2. Es wird ein IR-Spektrum des Reinproduktes aufgenommen und mit dem Referenzspektrum verglichen.



3. Protokoll – Ergebnis

3. 1. Arbeitssicherheit

Für alle Chemikalien, mit denen gearbeitet wird, sind die Hauptgefahren und die R – S Sätze anzugeben.

3. 2. Fragen zum Präparat

- 3. 2. 1. Warum ist die Säure im grossen Überschuss ?
- 3. 2. 2. Welches Gas könnte bei dieser Reaktion entweichen ?
- 3. 2. 3. Warum muss jeweils schnell gewaschen werden ?
- 3. 2. 4. Warum verwendet man eine Natriumhydrogencarbonat-Lösung und nicht eine Natriumhydroxid-Lösung ?

3. 3. Berechnung der Ausbeute

- 3. 3. 1. Rohprodukt
- 3. 3. 2. Reinprodukt

3. 4. Siedetemperatur des Reinproduktes

Die Siedetemperatur muss von einem Juroren festgestellt werden.

3. 5. Brechungsindex

Dieser muss auch von einem Juroren festgestellt werden.

- 3. 5. 1. Rohprodukt
- 3. 5. 2. Reinprodukt

3. 6. IR Spektrum

Wird von einer Lehrkraft vom lycée Jean Rostand durchgeführt.