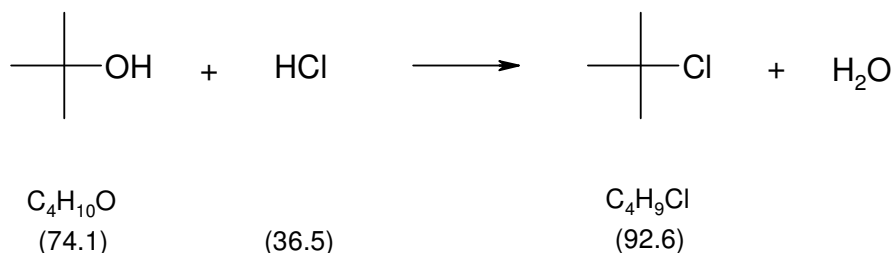


4026 Sintesi del 2-cloro-2-metilpropano (*tert*-butil cloruro) dal *tert*-butanolo



• Classificazione

Tipo di reazione e classi di sostanze

Sostituzione nucleofila;

Cloroalcano, alcol;

Tecniche usate

Agitazione con ancoretta magnetica, distillazione su colonna, filtrazione, bagno di raffreddamento a ghiaccio, bagno riscaldante ad olio;

• Istruzioni (scala dell'esperimento: 1 mol)

Attrezzatura

Pallone a tre colli da 500 mL, condensatore a riflusso, contabolle, agitatore magnetico riscaldante con ancoretta magnetica, bagno di ghiaccio, imbuto separatore, apparato per distillazione, colonna Vigreux (lunghezza: 10 cm);

Sostanze

<i>tert</i> -butanolo (pe 82-83 °C)	74,1 g (95,0 mL, 1,00 mol)
acido cloridrico concentrato (36%)	304 g (256 mL, 3,00 mol)
cloruro di sodio	
solfato di sodio per seccare	

Reazione

Predisporre un pallone a tre colli da 500 mL e dotarlo di ancoretta magnetica e condensatore a riflusso (su cui è innestato un contabolle riempito con olio di paraffina); mettere nel recipiente 304 g (256 mL, 3,00 mol) di acido cloridrico concentrato (36%), quindi trasferire tutta l'apparecchiatura in un bagno di ghiaccio. Mantenendo sotto vigorosa agitazione, aggiungere quindi 74,1 g (95,0 mL, 1,00 mol) di *tert*-butanolo; una volta terminato, eliminare il bagno refrigerante e continuare ad agitare la miscela per una notte a temperatura ambiente.

Work up

Aggiungere alla miscela di reazione una quantità di cloruro di sodio sufficiente a saturarne la fase acquosa. Trasferire il sistema bifasico in un imbuto separatore, eliminare la porzione acquosa e seccare quella organica su solfato di sodio. Dopo aver eliminato l'agente essiccante tramite filtrazione, purificare il prodotto mediante distillazione (a pressione atmosferica) su una colonna Vigreux da 10 cm: da questo processo si ottiene una singola frazione di prodotto.

Resa: 78,1 g (843 mmol, 84%); punto di ebollizione: 50-52 °C; aspetto: liquido incolore; indice di rifrazione: $n_D^{20} = 1,384$;

Commenti

Nel prodotto grezzo (prima della distillazione) è possibile riscontrare una piccola quantità di *tert*-butanolo non reagito; in seguito alla distillazione, invece, rimangono solo poche tracce (< 5%) di sotto-prodotti.

Durante la reazione si ha anche la formazione di un piccolo quantitativo di isobutene.

Gestione dei rifiuti

Suggerimenti per lo smaltimento dei rifiuti

Rifiuto/i	Smaltimento
Fase acquosa	Miscele acquose di solventi, contenenti alogeni
Residuo di distillazione	Solventi organici, contenenti alogeni
Solfato di sodio	Rifiuti solidi, non contenenti mercurio

Durata dell'esperimento

5 ore.

Quando posso interrompere l'esperimento?

Prima della distillazione.

Grado di difficoltà

Facile

• Istruzioni (scala dell'esperimento: 100 mmol)

Attrezzatura

Pallone a tre colli da 100 mL, condensatore a riflusso, contabolle, agitatore magnetico riscaldante con ancoretta magnetica, bagno di ghiaccio, imbuto separatore, apparato per distillazione, colonna Vigreux (lunghezza: 10 cm);

Sostanze

<i>tert</i> -butanolo (pe 82-83 °C)	7,41 g (9,50 mL, 100 mmol)
acido cloridrico concentrato (36%)	30,4 g (25,6 mL, 300 mmol)
cloruro di sodio	
solfato di sodio per seccare	

Reazione

Predisporre un pallone a tre colli da 100 mL e dotarlo di ancoretta magnetica e condensatore a riflusso (su cui è innestato un contabolle riempito con olio di paraffina); mettere nel recipiente 30,4 g (25,6 mL, 300 mmol) di acido cloridrico concentrato (36%), quindi trasferire tutta l'apparecchiatura in un bagno di ghiaccio. Mantenendo sotto vigorosa agitazione, aggiungere quindi 7,41 g (9,50 mL, 100 mmol) di *tert*-butanolo; una volta terminato, eliminare il bagno refrigerante e continuare ad agitare la miscela per una notte a temperatura ambiente.

Work up

Aggiungere alla miscela di reazione una quantità di cloruro di sodio sufficiente a saturarne la fase acquosa. Trasferire il sistema bifasico in un imbuto separatore, eliminare la porzione acquosa e seccare quella organica su solfato di sodio. Dopo aver eliminato l'agente essiccante tramite filtrazione, purificare il prodotto mediante distillazione (a pressione atmosferica) su una colonna Vigreux da 10 cm: da questo processo si ottiene una singola frazione di prodotto.

Resa: 7,60 g (82,1 mmol, 82%); punto di ebollizione: 50-52 °C; aspetto: liquido incolore; indice di rifrazione: $n_D^{20} = 1,3858$;

Commenti

Nel prodotto grezzo (prima della distillazione) è possibile riscontrare una piccola quantità di *tert*-butanolo non reagito; in seguito alla distillazione, invece, rimangono solo poche tracce (< 5%) di sotto-prodotti.

Durante la reazione si ha anche la formazione di un piccolo quantitativo di isobutene.

Gestione dei rifiuti

Suggerimenti per lo smaltimento dei rifiuti

Rifiuto/i	Smaltimento
Fase acquosa	Miscele acquose di solventi, contenenti alogeni
Residuo di distillazione	Solventi organici, contenenti alogeni
Solfato di sodio	Rifiuti solidi, non contenenti mercurio

Durata dell'esperimento

4 ore.

Quando posso interrompere l'esperimento?

Prima della distillazione.

Grado di difficoltà

Facile

- **Istruzioni (scala dell'esperimento: 10 mmol)**

Attrezzatura

Pallone a due colli da 10 mL, condensatore a riflusso, contabolle, agitatore magnetico riscaldante con ancoretta magnetica, bagno di ghiaccio, imbuto separatore, apparato per distillazione, colonna Vigreux (lunghezza: 10 cm);

Sostanze

<i>tert</i> -butanolo (pe 82-83 °C)	741 mg (0,950 mL, 10,0 mmol)
acido cloridrico concentrato (36%)	3,04 g (2,56 mL, 30,0 mmol)
cloruro di sodio	
solfato di sodio per seccare	

Reazione

Predisporre un pallone a due colli da 10 mL e dotarlo di ancoretta magnetica e condensatore a riflusso (su cui è innestato un contabolle riempito con olio di paraffina); mettere nel recipiente 3,0 g (2,6 mL, 30 mmol) di acido cloridrico concentrato (36%), quindi trasferire tutta l'apparecchiatura in un bagno di ghiaccio. Mantenendo sotto vigorosa agitazione, aggiungere quindi 741 mg (0,950 mL, 10,0 mmol) di *tert*-butanolo; una volta terminato, eliminare il bagno refrigerante e continuare ad agitare la miscela per una notte a temperatura ambiente.

Work up

Aggiungere alla miscela di reazione una quantità di cloruro di sodio sufficiente a saturarne la fase acquosa. Trasferire il sistema bifasico in un imbuto separatore, eliminare la porzione acquosa e seccare quella organica su solfato di sodio. Dopo aver eliminato l'agente essiccante tramite filtrazione, purificare il prodotto mediante distillazione (a pressione atmosferica) su una colonna Vigreux da 10 cm: da questo processo si ottiene una singola frazione di prodotto.

Resa: 639 mg (6,90 mmol, 69%); punto di ebollizione: 50-52 °C; aspetto: liquido incolore; indice di rifrazione: $n_D^{20} = 1,384$;

Commenti

Nel prodotto grezzo (prima della distillazione) è possibile riscontrare una piccola quantità di *tert*-butanolo non reagito; in seguito alla distillazione, invece, rimangono solo poche tracce (< 5%) di sotto-prodotti.

Durante la reazione si ha anche la formazione di un piccolo quantitativo di isobutene.

Gestione dei rifiuti**Suggerimenti per lo smaltimento dei rifiuti**

Rifiuto/i	Smaltimento
Fase acquosa	Miscele acquose di solventi, contenenti alogeni
Residuo di distillazione	Solventi organici, contenenti alogeni
Solfato di sodio	Rifiuti solidi, non contenenti mercurio

Durata dell'esperimento

4 ore.

Quando posso interrompere l'esperimento?

Prima della distillazione.

Grado di difficoltà

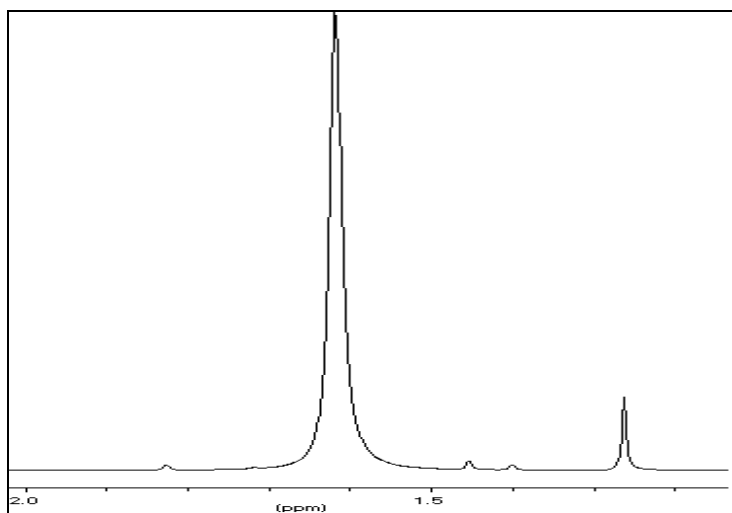
Facile

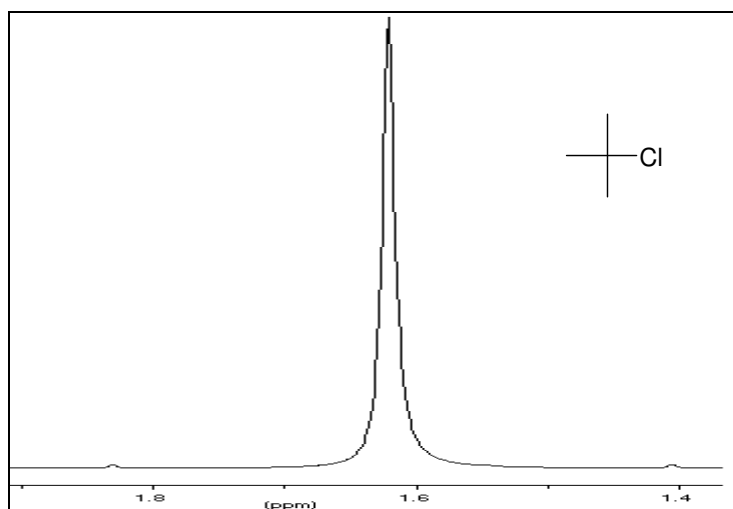
- **Caratterizzazione**

Monitoraggio della reazione tramite spettroscopia IR

Prelevare 1 g di fase organica dalla miscela di reazione e distillare il campione risultante in un piccolo apparato; il distillato può essere utilizzato direttamente per l'analisi IR.

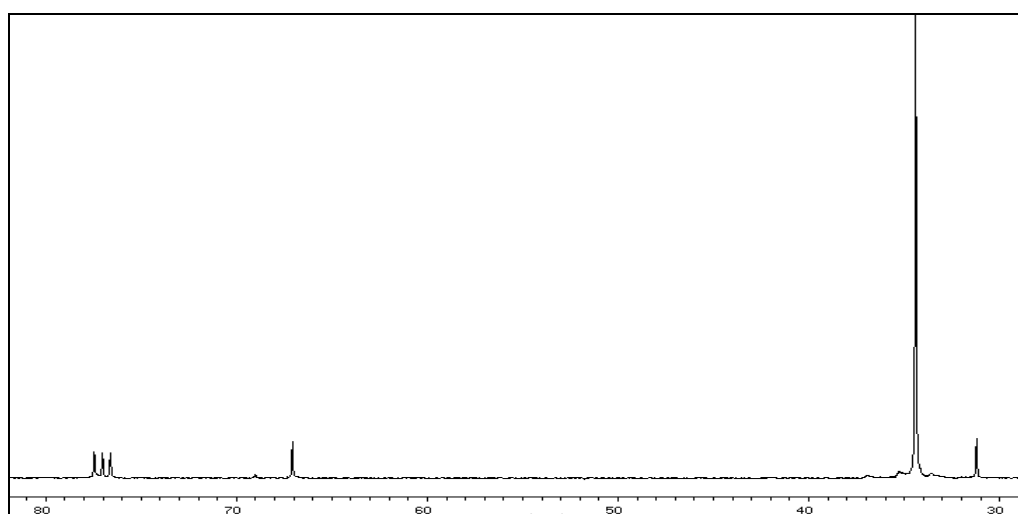
La mancanza della banda relativa al gruppo -OH (a 3400 cm^{-1} circa) indica il completamento della reazione.

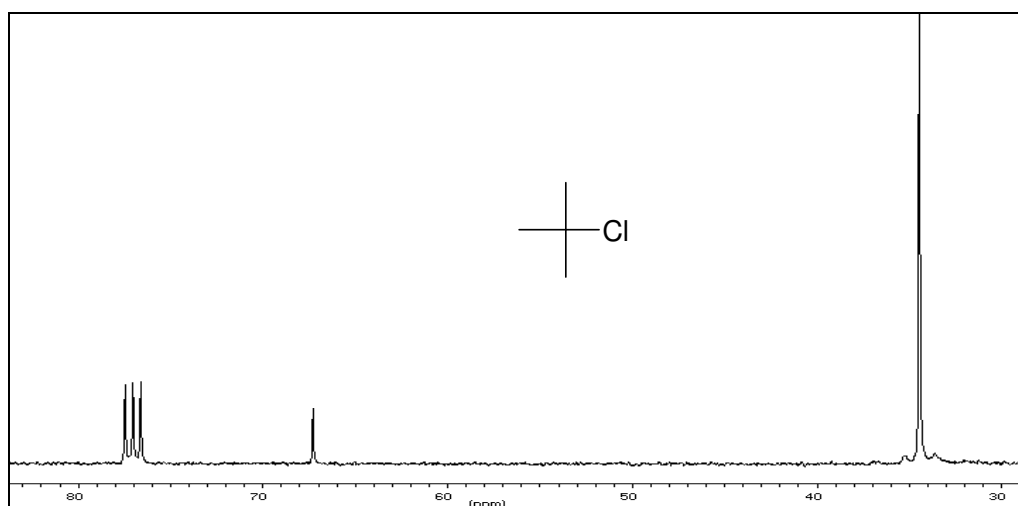
Spettro ^1H NMR del prodotto grezzo (300 MHz, CDCl_3)

Spettro ^1H NMR del prodotto puro (300 MHz, CDCl_3)

δ [ppm]	Molteplicità	Numero di H	Assegnazione
1,62	s	9	CH_3

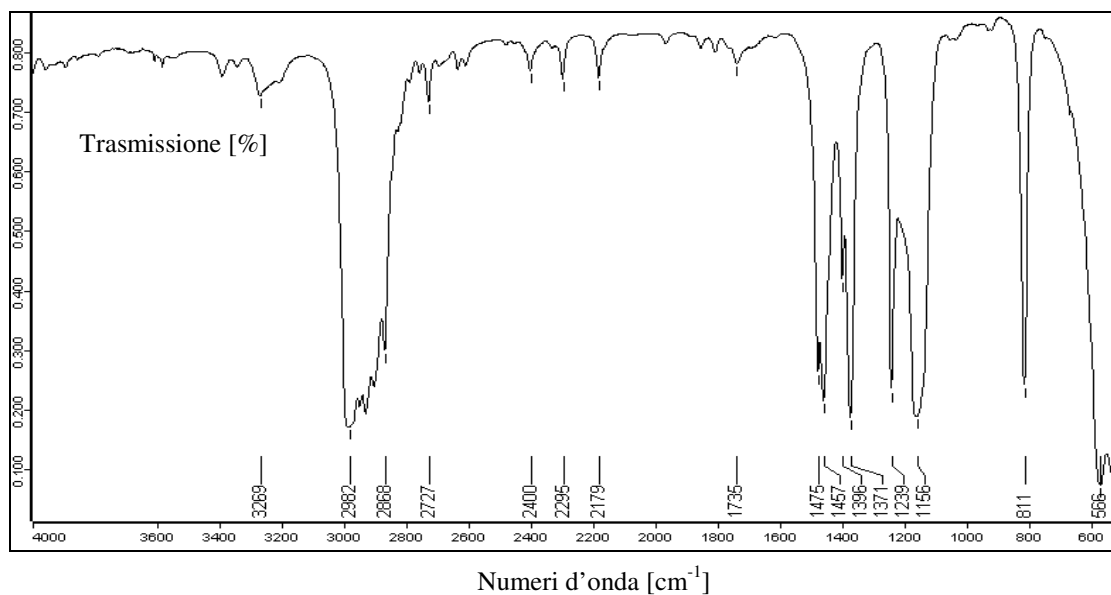
Lo spettro ^1H NMR del prodotto grezzo presenta i segnali tipici dei gruppi metilici del *tert*-butanolo (a 1,27 ppm).

Spettro ^{13}C NMR del prodotto grezzo (75,5 MHz, CDCl_3)

Spettro ^{13}C NMR del prodotto puro (75,5 MHz, CDCl_3)

δ [ppm]	Assegnazione
67.25	C-CH ₃
34.43	CH ₃
76.5-77.5	solvente

Lo spettro ^{13}C NMR del prodotto grezzo presenta i segnali tipici dei gruppi metilici del *tert*-butanolo (a 31,3 ppm).

Spettro IR del prodotto puro (film)

[cm^{-1}]	Assegnazione
2982, 2868	C-H stretching, alcano
1457	C-H bending
811	C-Cl stretching