

den 13. Februar 1939.

3453 - 30/5.01 - 12

Herrn: Dr. Naha,  
Dr. Schrieber,  
Dr. Kolling,  
Schmitz.

Betr.: Eine einfache, schnell ausführbare Methode zur Herstellung von Isobuten.

Im Verlauf von Versuchen zur Isomerisierung von Butan ergab sich die Notwendigkeit, zu analytischen Zwecken ca. 20 - 30 l gasförmiges, möglichst reines Isobutan herzustellen. Unter Anwendung der unten beschriebenen Methode gelang es, innerhalb höchstens 4 Std. pro Ansatz 7 l praktisch reines Isobutan herzustellen.

#### Herstellung von Isobutylchlorid.

75 g Trimethylkarbinol wurden in einem 750 ccm-Erlenmeyer mit 250 ccm konz. Salzsäure übergossen. Unter schwacher Erwärmung schied sich das Isobutylchlorid sofort aus. Nach dem Abtrennen im Scheidetrichter wurde mehrmals mit Natriumbikarbonathaltigem Wasser ausgewaschen - zur Entfernung von HCl - und einige Zeit über  $MgClO_4$  oder  $P_2O_5$  getrocknet. Wenn man das Gemisch von Trimethylkarbinol und Salzsäure über Nacht stehen lässt erhöht sich die Ausbeute an Isobutylchlorid etwas. Sie beträgt im Durchschnitt 83 - 85 g d. h. über 90% der Theorie.

#### Herstellung von Isobutan.

Ein 500 ccm-Weithals-Rundkolben wurde mit einem 2-fach durchbohrten Korkstopfen versehen. In den Löchern befanden sich ein Tropftrichter und ein Kugelmühler. Auf dem Kugelmühler war zur Ausschaltung von Feuchtigkeit ein Ca- $Cl_2$ -Rohr angebracht. Die ganze Apparatur muss tadellos sauber und trocken sein. In den Rundkolben wurden 100 ccm Äther, der über  $P_2O_5$  getrocknet worden war und 9 g Mg-päne nach Grignard gegeben ferner einige Körnchen Jod. Durch den Tropftrichter wurden 35 g Isobutylchlorid allmählich zutropfen, gleichzeitig wurde der Äther mittels Wasserbades zum schwachen Sieden erhitzt. Nach ca. 1 Std. war das Magnesium bis auf geringe Reste gelöst, die Lösung hatte

sich dunkel gefärbt. Nun wurde der Kolben von  $H_2O$ -Bade abgenommen und mittels Kältemischung auf ca.  $-10^{\circ}$  abgekühlt.

#### Zersetzung der Grignard-Verbindunge

Apparatur wie oben beschrieben. Statt der  $Ca-Cl_2$  Röhre war der Kugelhühler mit einem Gasableitungsrohr versehen, dgg an 2 Kondensentfallen angeschlossen war. Die Fellen wurden auf ca.  $-25^{\circ}$  gekühlt. In dem Kolben befanden sich 150 ccm 20%ige Schwefelsäure die ebenfalls auf  $-10^{\circ}$  gekühlt worden war. Die gekühlte Grignard-Lösung wurde nun allmählich durch den Tropftrichter zu der Schwefelsäure gegeben und zwar so, dass die Temperatur möglichst nicht bis zum Siedepunkt des Athers anstieg. Das anfallende praktisch reine Isobutan kann flüssig bei  $-20^{\circ}$  aufbewahrt werden oder wird in einer 10 l-Flasche abgemast. Die Ausbeute beträgt ca. 7,5 l gasförmiges Isobutan, d.h. ca. 17 g oder 77% der Theorie. Bei Verwendung des flüssigerproduktes ist zu beachten, dass außer Isobutan nicht unerhebliche Mengen Ather vorhanden sein können.