

sotto i 40° durante l'aggiunta dell'acido. Raffreddare a circa 15° (sotto acqua corrente) e filtrare il precipitato di bisolfato di potassio su un imbuto di Buchner usando una beuta da vuoto asciutta. Spremere il precipitato sul filtro aiutandosi con l'estremità larga di un tappo di vetro; non è necessario lavare il solido con acqua. Trasferire il filtrato in un pallone a fondo rotondo da 250 ml ed aggiungere 11 g (14 ml) di alcool *n*-butilico. Introdurre lentamente e mantenendo in costante agitazione il contenuto del pallone, 28 g (15 ml) di acido solforico concentrato; se questa operazione viene effettuata attentamente si avrà solo un piccolo svolgimento di acido bromidrico. Aggiungere alcuni piccoli pezzetti di porcellana porosa, collegare un condensatore a ricadere al pallone e scaldare a ricadere per 3-4 ore.

Allontanare il ricadere, collegare all'imboccatura del pallone un tubo piegato e disporre il condensatore per la distillazione (Fig. II, 13, 3, ma senza il termometro). Distillare lentamente su una reticella finchè non passano più gocce di olio. Trasferire il distillato in un imbuto separatore, separare la fase inferiore costituita dal bromuro di butile grezzo e scartare la fase superiore acquosa. Lavare l'alogenuro grezzo nell'imbuto separatore successivamente con 10-15 ml di acido cloridrico concentrato (questo servirà per allontanare qualunque traccia di alcool *n*-butilico non reagito), 25 ml di acqua, 20 ml di una soluzione di carbonato di sodio circa al 10% ed infine con 25 ml di acqua: la fase costituita dal bromuro è sempre la fase inferiore. Seccare il prodotto con 2-3 g di calcio cloruro anidro; è preferibile lasciare l'alogenuro a contatto con l'essiccante per circa 30 minuti ed agitare di tanto in tanto dopo averlo fatto all'inizio per 2-3 minuti. Filtrare il prodotto secco, per mezzo di un imbuto munito di un filtro a pieghe o di un batuffolo di cotone idrofilo, in un pallone da distillazione asciutto da 50 ml e distillare su una reticella o per mezzo di un bagno d'aria (Fig. II, 5, 3). Raccogliere la frazione con p.e. 100-103°. La resa di bromuro di *n*-butile è 18-19 g.

