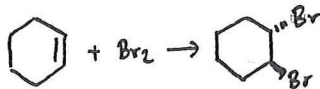


2.1.1. *trans*-1,2 Dibromcyclohexan

trans-1,2-Dibromcyclohexan ist eine Stufe eines Vierstufenpräparates:

Cyclohexen (3.5.) → *trans*-1,2-Dibromcyclohexan → 1,3-Cyclohexadien (3.1.) → Bis-[*endo*-ethylen]-octahydroanthrachinon (2.3.3.)

Reaktion:



Ansatz: 13,2 g Cyclohexen;
23,0 g (7,4 ml) Brom;
80 ml Chloroform
KOH, K₂CO₃, Natriumsulfat

Vorschrift:

Zur gekühlten Lösung (0 °C) des Cyclohexens in 50 ml Chloroform wird bei 0 bis 5 °C und unter gutem Rühren das in 30 ml Chloroform gelöste Brom so zugetropft. Die Temperatur soll stets in den angegebenen Grenzen gehalten werden. Außerdem keine größere Konzentration unverbrauchten Broms auftreten (Farbe!).

Nach Abtrennung des Chloroforms wird das Produkt über eine kleine Destillierbrücke mit kurzer Vigreuxkolonne destilliert.

Literatur:

Hünig, Märkel, Sauer; *Integriertes organisches Praktikum*, Verlag Chemie, 1979, S.1;

Autorenkollektiv, *Organikum*, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften der DDR, 1999, 20. Auflage, S. 289

Produkt: *trans*-1,2 Dibromcyclohexan: Sdp.: 96°C/ 11 Torr; $\eta = 1,5540$ (16 °C) *14,67 mbar*

Mechanismus: elektrophile Addition an nichtaktivierte C-C-Doppelbindungen *1,551 - 1,553*

Bemerkungen:

Um Substitutionen zu vermeiden, die die Ausbeute verringern, wird mit einem 10 %-igen Bromunterschub gearbeitet.

Außerdem empfiehlt sich vor der Destillation die Reinigung des Rohprodukts oder der Reaktionslösung. Dazu soll 5 Minuten mit 20 %-iger alkoholischer Kalilauge (1/3 des Rohproduktvolumens) geschüttelt werden. Nachdem dann mit dem gleichem Volumen Wasser verdünnt wurde, soll alkalifrei gewaschen und über Natriumsulfat getrocknet werden. Eine andere Möglichkeit ist die Zugabe von 12,0 g wasserfreiem K₂CO₃ zur Reaktionslösung, nach der Reaktion. Dieses Gemisch soll dann über Nacht im verschlossenen Kolben stehen. Nach Abfiltrieren des K₂CO₃ wird wie beschrieben aufgearbeitet.

Als Edukt wird Präparat 3.5. (Cyclohexen) eingesetzt. Das Produkt ist Vorstufe für das Präparat 3.1. (1,3 Cyclohexadien).

Gefährdung: Brom ist sehr giftig (T+), jeglichen Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Cyclohexen, Chloroform und Kaliumcarbonat sind gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Brom wirkt ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Augen, Haut und Kleidung vermeiden. Cyclohexen ist leichtentzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

Haus 1.2 - Dibromcyclohexan

Entsorgung: Chloroform und Destillationsrückstand in Sammelbehälter für halogenhaltige, organische Lösungsmittel. Alkoholische Kalilauge nach Neutralisation in Sammelbehälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel. Natriumsulfat und Kaliumcarbonat in Behälter für Filter- und Aufsaugmassen.

Zeitaufwand: Apparaturaufbau: 1,0 h; Reaktionsdauer: 1,5 h; Aufarbeitung: 3,5 h.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	R-Sätze	S-Sätze
Dibromcyclohexan-trans-1,2-	241,97		96 (11)	A		
Brom	159,82	-7	58,8	T+, C, N	26-35-50	7/9-26-45-61
Cyclohexen	82,15	-104	83	Xn, F	11-21/22	16-23.2-33-36/37
Chloroform	119,38	-63	61	Xn	22-38-40-48/20/22	36/37
Kaliumcarbonat	138,21	891		Xn	22-36/37/38	22-26
Kaliumhydroxid	56,11	360	1320	C	22-35	26-36/37/39-45
Natriumsulfat	142,04	888				

2. Schutzmaßnahmen sowie Anweisungen zur Ersten Hilfe und Verhaltensregeln bei kleinen Unfällen

Substanz	Schutzmaßnahmen allgemein	Schutzmaßnahmen Körper	Anweisungen zur ersten Hilfe Haut	Anweisungen zur ersten Hilfe Augen	Anweisungen zur ersten Hilfe Inhalation	Anweisungen zur ersten Hilfe Verschlucken	Störverhalten bei kleinen Unfällen
Dibromcyclohexan-trans-1,2-			WK	W		W	
Brom	ATDKL	BHK	WK*	WA	LA	WA	
Cyclohexen	DKL	BHK	WK	WA	L	W	PSch
Chloroform	ADKL	BHK	WK	WA	LBA	FKA	
Kaliumcarbonat	DT	B	WK	WA	L	WE	
Kaliumhydroxid	TD	BHK	WK	WA	LA	WA	
Natriumsulfat	AD	BK	W	W	L		

Kürzel

Allgemeine Schutzmaßnahmen		Körperschutzmaßnahmen		Störverhalten/ Maßnahmen bei kleinen Unfällen	
A	Arbeiten nur unter dem Abzug	A	Atemschutzmaske mit Filter	T	Trockenlöscher verwenden
D	Behälter dicht verschlossen halten	B	Schutzbrille	W	mit Wasser löschen
K	Behälter kühl aufbewahren	G	Gesichtsschutzschirm	F	mit flüssigkeitsbindendem Mittel aufnehmen
L	Aufbewahrung und Verarbeitung an gut belüfteten Ort	H	Schutzhandschuhe	C	CO ₂ -Löscher verwenden
S	Sichern mit Schutzscheibe	K	Schutzkittel oder Schürze	S	Mit Sand löschen
T	Behälter trocken halten			Sch	Schaumlöscher
G	Behälter im Gefrierschrank lagern			P	Pulverlöscher

Anweisungen zur Ersten Hilfe							
bei Hautkontakt		bei Augenkontakt		bei Inhalation		bei Verschlucken	
K	Kontaminierte Kleidung sofort entfernen	T	gesondert aufgeführte Augentropfen benutzen	L	Frischlucht zuführen	F	gesondert aufgeführte Flüssigkeit trinken
F	mit gesondert aufgeführter Flüssigkeit waschen oder spülen	F	mit gesondert aufgeführter Flüssigkeit waschen oder spülen	B	Atmung kontrollieren, künstliche Beatmung	W	Wasser trinken
W	mit Wasser spülen, waschen oder duschen	W	mit Wasser spülen	A	Arzt aufsuchen	A	Arzt aufsuchen
V	Verband als Infektionsschutz erforderlich	V	Augenverband erforderlich	D	Dexamethason-Spray anwenden	E	Erbrechen auslösen
A	Arzt aufsuchen	A	Augenarzt aufsuchen			K	Aktivkohleschlammung trinken