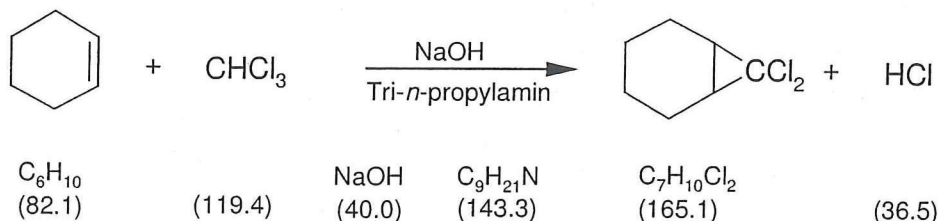


3005 Synthese von 7,7-Dichlorbicyclo[4.1.0]heptan (7,7-Dichlornorcaran) aus Cyclohexen



Klassifizierung

Reaktionstypen und Stoffklassen

Addition an Alkene, Eliminierung, Cycloaddition

Alken, Carben, Chloralkan

Arbeitsmethoden

Rühren mit Magnetrührer, Zutropfen mit Tropftrichter, Destillieren unter vermindertem Druck, Abrotieren, Ausschütteln, Extrahieren, Abfiltrieren, Kühlen mit Eisbad, Heizen mit Ölbad

Versuchsvorschrift (Ansatzgröße 100 mmol)

Geräte

100 mL Dreihalskolben, Rückflusskühler, Tropftrichter mit Druckausgleich, heizbarer Magnetrührer, Magnetrührstab, Innenthermometer, Scheidetrichter, Destillationsapparatur, Rotationsverdampfer, Ölbad, Eisbad, Vakuumpumpe

Chemikalien

Cyclohexen (Sdp. 83 °C)	8.21 g (10.1 mL, 100 mmol)
Chloroform (Sdp. 61 °C)	48.0 g (32.7 mL, 400 mmol)
Natriumhydroxid	16.0 g (400 mmol)
Tri- <i>n</i> -propylamin (Sdp. 156 °C)	0.14 g (0.19 mL, 1.0 mmol)
Wasser	16 mL
Ethanol (Sdp. 78 °C)	1 mL
Pentan (Sdp. 36 °C)	120 mL
Natriumsulfat	etwa 5 g
Natriumchlorid	etwa 18 g

Durchführung der Reaktion

In einen 100 mL Dreihalskolben mit Rückflusskühler, Tropftrichter, Innenthermometer und Magnetrührstab werden 8.21 g (10.1 mL, 100 mmol) Cyclohexen, 0.14 g (0.19 mL,

1.0 mmol) Tri-*n*-propylamin, 48.0 g (32.7 mL, 400 mmol) Chloroform und 1 mL Ethanol gegeben. Man kühlt diese Mischung im Eisbad auf 0 °C und lässt bei dieser Temperatur unter Rühren eine Lösung von 16.0 g (400 mmol) Natriumhydroxid in 16 mL Wasser aus dem Tropftrichter einfließen. Man rührt mit möglichst hoher Rührgeschwindigkeit zunächst noch 20 Minuten bei 0 °C weiter, dann 1 Stunde bei Raumtemperatur und schließlich noch 3 Stunden bei 50 °C.

Aufarbeitung

Man entfernt das Chloroform am Rotationsverdampfer und überführt den Rückstand mit etwa 50 mL Wasser und etwa 30 mL Pentan in einen Scheidetrichter. Die organische Phase wird abgetrennt und die wässrige Phase noch dreimal mit je 30 mL Pentan ausgeschüttelt. Sollte sich dabei eine Emulsion bilden, sättigt man die wässrige Phase mit Natriumchlorid. Die vereinigten organischen Phasen werden über Natriumsulfat getrocknet, das Trockenmittel wird abfiltriert und das Lösungsmittel abrotiert. Als Rückstand bleibt eine fast farblose Flüssigkeit. Rohausbeute: 14.6 g

Das Rohprodukt wird im Vakuum destilliert.

Ausbeute: 13.6 g (82.3 mmol, 82%), farblose Flüssigkeit; Sdp. 77 °C (11 hPa)

Abfallbehandlung

Entsorgung

Abfall	Entsorgung
abrotiertes Chloroform (kann Cyclohexen enthalten)	Lösungsmittel, halogenhaltig
abrotiertes Pentan (kann Chloroform enthalten)	Lösungsmittel, halogenhaltig
wässrige Phase nach dem Ausschütteln	Lösungsmittel-Wasser-Gemische, halogenhaltig
Destillationsrückstand	Lösungsmittel, halogenhaltig
Natriumsulfat	Feststoffabfall, quecksilberfrei

Zeitbedarf

6 Stunden

Unterbrechungsmöglichkeit

Vor der Aufarbeitung

Schwierigkeitsgrad

Leicht