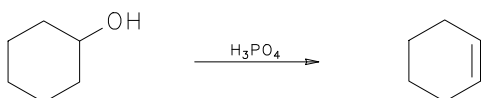


3.5. Cyclohexen

Cyclohexen ist die erste Stufe eines Vierstufenpräparates:

1. Stufe : Cyclohexen ;
2. Stufe : trans-1,2-Dibromcyclohexan (2.1.1.) ;
3. Stufe: 1,3-Cyclohexadien (3.1.) ;
4. Stufe : Bis-(endomethylen)-octahydroanthrachinon (2.3.3.)

Reaktion:



<u>Ansatz:</u>	falls Einstufen- oder Zweistufenpräparat <u>Cyclohexen</u> → 2.1.1.	falls Drei- oder Vierstufenpräparat <u>Cyclohexen</u> → 2.1.1. → 3.1. → 2.3.3.
	25,0 g Cyclohexanol ⁽¹⁾ ; 6,5 ml 85%-ige Phosphorsäure; Magnesiumsulfat, Kochsalz	62,5 g Cyclohexanol; 16,5 ml 85%-ige Phosphorsäure; Magnesiumsulfat, Kochsalz

Vorschrift:

Zunächst werden Cyclohexanol und Phosphorsäure unter Rühren gemischt, wobei sich die Reaktionsmischung erwärmt. Anschließend wird die Mischung zügig erhitzt, wobei die Ölbadtemperatur 140 – 160 °C betragen soll und das gebildete Olefin abdestilliert. Das Destillat, dessen Siedetemperatur während der Destillation von 72 °C auf 90 °C steigt, soll in einer eisgekühlten Vorlage aufgefangen werden.

Die Destillation ist zu beenden, wenn der Rückstand im Kolben zwischen 5 und 10 ml beträgt oder die Dampftemperatur unter 90°C fällt. Am Ende kann die Badtemperatur kurzzeitig auf 200°C erhöht werden.

Zur Aufarbeitung des Reaktionsproduktes wird zum zweiphasigen Destillat bis zur Sättigung der wässrigen Phase Kochsalz gegeben. Anschließend soll die organische Phase abgetrennt, über Magnesiumsulfat getrocknet und destilliert werden.^(3,4)

Bemerkungen:

- (1) Bitte verwenden Sie zur Bestellung von Cyclohexanol eine Flüssigkeitsflasche.
- (2) Das Destillat ist ein Gemisch aus Cyclohexen und Wasser.
- (3) Die Phasentrennung muss sehr sorgfältig erfolgen, so dass die organische Phase möglichst wenig Wasser enthält und deshalb nur wenig Magnesiumsulfat zuzusetzen ist.
- (4) Aufgrund des hohen Dampfdruckes und niedrigen Siedepunktes von Cyclohexen muss bei der Abtrennung des Trockenmittels aufgepasst und schnell gearbeitet werden. Folgende Möglichkeiten bestehen: a. Das Rohprodukt wird vom Trockenmittel abdekantiert bzw. mit einer Pasteupipette abgenommen, b. Es wird zügig saugfiltriert mit einem kleinen Büchnertrichter und einem Unterdruck von ca. 800 mbar. Eventuell kann zur Verdünnung etwas Diethylether zugesetzt werden. Die Abtrennung erfolgt während der Destillation.
- (5) Bei Weiterverwendung des Produktes im Folgepräparat muss ein eventueller Überschuss bei Frau Leon abgeben werden.

Mechanismus: Eliminierung unter Bildung von C-C-Mehrfachbindungen

Produkt: Cyclohexen: Sdp.: 82 - 84°C

[1] G.H.Coleman, H.F.Johnstone, *Org. Synth. Coll. Vol. I*, 183 - 185;

[2] Gatermann, Wieland, *Praxis des organischen Chemikers*, de Gruyter (43.Auflage) **1982**, 186;

[3] Autorenkollektiv, *Organikum*, 18. Auflage, **1990**, 228 - 229

Gefährdung:

Phosphorsäure 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. Cyclohexen und Cyclohexanol sind gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden.

Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

Heizbad entfernen, Stecker ziehen, evtl. Notausschalter bedienen, abkühlen lassen

Abzug schließen

Entsorgung: Destillationsvorlauf und -rückstand (nach Neutralisation) in Sammelbehälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel. Waschwasser in Sammelbehälter für Spül- und Waschwasser (neutral). Natriumsulfat in Behälter für Filter- und Aufsaugmassen.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
Cyclohexen	82,14	-104	83	Xn, F	H225, H302, H312	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P264, P280, P301+P312, P302+P352, P303+P361+P353, P322, P330, P370+P378, P403+P235, P501
Magnesiumsulfat	120,37	1224				
Natriumchlorid	58,44	802	1413			
Cyclohexanol	100,16	24	161	Xn	H302, H315, H332, H335	P261, P264, P280, P301+P312, P302+P352, P304+P340, P321, P330, P332+P313, P362, P403+P233, P405, P501
<i>ortho</i> -Phosphorsäure, 85%		40	158	C	H314	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P405, P501

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

Substanzname	Schutzmaßnah.		Anweisungen zur Ersten Hilfe				Störfallverhalten/ kleine Unfälle
	allgem.	Körper	Haut	Augen	Inhalati.	Verschl.	
Cyclohexen	DKL	BHK	WK	WA	L	W	PSch
Natriumchlorid	AD	BK	W	W	L	A	
Magnesiumsulfat	DT	BK	WK	W	L	A	
Cyclohexanol	AD	BHK	WK	W	LA	WEA	CSchP
ortho-Phosphorsäure, 85 %	ADTL	BHK	WFK	WA	LA	WA	

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	Frischlufzt 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