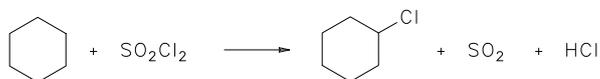


5.1.1. Chlorcyclohexan

Reaktion:



Ansatz:

20,2 g Cyclohexan

27,0 g Sulfurylchlorid

1 Spatelspitze (ca.75 mg) Azobisisobutyronitril

Kaliumhydroxid, Natriumchlorid, Natriumcarbonat, Natriumsulfat

Vorschrift: Cyclohexan, Sulfurylchlorid und eine Spatelspitze Azobisisobutyronitril werden gemischt. Um die Reaktion verfolgen zu können, soll der Kolben gewogen werden. Anschließend wird das Gemisch unter leichtem Rückfluß und Rühren erhitzt, wobei SO_2 und HCl frei werden. Wegen der Flüchtigkeit des Produktes sollte intensiv gekühlt werden. Nach einer Stunde wird der Reaktionskolben erneut gewogen, um festzustellen, ob der theoretische Gewichtsverlust (20.1 g) eingetreten ist. Wenn dies noch nicht der Fall ist, wird nach Zugabe einer weiteren Spatelspitze Azobisisobutyronitril nochmals eine Stunde unter Rückfluß erhitzt. Die Reaktion ist beendet, wenn keine Gasentwicklung mehr zu beobachten ist. Dann wird das Reaktionsgemisch abgekühlt und im Scheidetrichter mit 25 mL Eiswasser extrahiert. Es bilden sich (ggf. nach Zugabe von etwas NaCl) zwei Phasen. Die organische Phase wird so lange mit 5 %iger Na_2CO_3 -Lösung gewaschen, bis die gesamte Säure vollständig entfernt ist (Überprüfung mit Indikatorpapier). Anschließend wird mit gesättigter NaCl -Lösung gewaschen, über Natriumsulfat getrocknet und die Reaktionslösung fraktioniert destilliert, wobei nach einem Vorlauf mit dem Siedebereich $80\text{-}135^\circ\text{C}$ (hauptsächlich Cyclohexan) das reine Produkt überdestilliert.

Bemerkung: Vom Produkt soll ein NMR-Spektrum angefertigt werden.

Mechanismus: radikalische Substitution - Halogenierung

Produkt: Chlorcyclohexan: Sdp.: $141\text{-}142^\circ\text{C}$

Literatur:

[1] Autorenkollektiv, *Organikum*, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften der DDR, **1999**, 20. Auflage, 194;

[2] Eicher und Tietze, *Organisch-chemisches Grundpraktikum*", Georg Thieme Verlag Stuttgart **1993**, 1. Auflage, 37-40

Gefährdung: Sulfurylchlorid und Chlorwasserstoff wirken ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Cyclohexan ist leichtentzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten. Schwefeldioxid ist giftig (T), jeglichen Kontakt mit dem menschlichen Körper sowie Einatmen der Dämpfe vermeiden. Chlorcyclohexan und Natriumcarbonat wirken reizend (Xi), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Augen und Haut vermeiden. Azoisobutyronitril ist 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 in Sammelbehälter für halogenhaltige, organische Lösungsmittel. Reaktionslösung und Waschwasser in Sammelbehälter für Spül- und Waschwasser (neutral). Kalilauge in Sammelbehälter für Laugen und Laugengemische. 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
Chlorcyclohexan	118,61	-44	142	Xi	H226, H315, H319, H335	P210, P240, P241, P242, P243, P261, P264, P280, P302+P352, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P312, P321, P332+P313, P337+P313, P370+P378, P403+P233, P403+P235, P405, P501
Cyclohexan	84,16	4-7	80,7	F, Xn, N	H225, H304, H315, H336, H410	P210, P261, P273, P301+P310, P310, P331, P501
Sulfurylchlorid	134,97	-54	68-70	C	EUH014, H314, H335	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P403+P233, P405, P501
Azobisisobutyronitril	164,21	102-104		Xn, E	H242, H302, H332, H412	P210, P220, P234, P261, P264, P273, P280, P301+P312, P304+P340, P330, P370+P378, P403+P235, P411, P420, P501
Kaliumhydroxid	56,11	361	1320	C	H302, H314	P260, P264, P280, P301+P312, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P405, P501
Natriumchlorid	58,45	801	1461			
Natriumcarbonat	165,99	851	1600	Xi	H319	P264, P280, P305+P351+P338, P337+P313
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
Chlorcyclohexan	DK	BK	WK	W	L	WE	WCSchP
Cyclohexan	ADKL	BHK	WK	WA	L	FA	CSchP
Sulfurylchlorid	DLK	BHK	WKF	WA	LA	WA	
Azobisisobutyronitril	DK	BK	WK	WA	L	WAE	WSchP
Kaliumhydroxid	TD	BHK	WK	WA	LA	WA	
Natriumchlorid	AD	BK	W	W	L	A	
Natriumcarbonat	DT	BK	WK	WA	L	WEA	
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	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