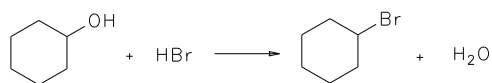


## 4.1.4. Bromcyclohexan

### Reaktion:



Ansatz: 13,0 g (14,3 mL) Cyclohexanol  
32,89 g (22,75 mL) Bromwasserstoffsäure (48 %)  
konz. Salzsäure  
Methanol  
NaHCO<sub>3</sub>-Lösung (5 %)  
Natriumsulfat

Vorschrift: Nachdem zunächst Cyclohexanol unter Kühlung (Wasserbad) mit Bromwasserstoffsäure versetzt wurde, wird anschließend das Gemisch 5 bis 6 Stunden unter Rühren und Rückfluß erhitzt. Die Abtrennung von Bromcyclohexan erfolgt durch eine Wasserdampfdestillation. Sie soll solange durchgeführt werden, bis das Destillat nur noch aus Wasser besteht (klare Lösung).

Anschließend wird die organische Phase abgetrennt und zweimal mit je 10 mL kalter konz. Salzsäure (Vorsicht !) extrahiert, um unumgesetztes 1-Cyclohexanol herauszulösen. Es ist eine Emulsionsbildung möglich. Aber die Schichten trennen sich gewöhnlich nach 5 min. Danach wird mit 20 mL eines Gemisches aus Methanol und Wasser im Verhältnis 2:1 sowie nacheinander zweimal mit je 10 mL Wasser, 20 mL 5%-iger NaHCO<sub>3</sub>-Lösung und erneut 10 mL Wasser gewaschen. Nach Trocknung über Natriumsulfat wird das Produkt destilliert.

Mechanismus: Nukleophile Substitution am gesättigten Kohlenstoffatom - Ersatz der Hydroxylgruppe in Alkoholen durch anorganische Säurereste

Produkt: Bromcyclohexan: Sdp.: 163 -165°C;  $\eta = 1.4956$  (15°C)

### Literatur:

- [1] Vogel's *Textbook of practical organic chemistry*, Longman, **1978**, 4.Auflage, 387 –388; Autorenkollektiv,  
[2] H.G.O. Becker u.a., *Organikum*, 24. Auflage, Wiley-VCH, Weinheim, **2015**, S. 231-232.

### Bemerkungen:

- (1) Beim Extrahieren ist auf eine sorgfältige Trennung der Schichten zu achten, damit möglichst kein Produkt verloren geht.
- (2) Beim letztmaligen Ausschütteln sollte darauf geachtet werden, dass das Wasser möglichst vollständig abgetrennt wird, damit nur wenig Natriumsulfat zur Trocknung verwendet werden muss.
- (3) Sorgfältiges Waschen (säurefrei) ist erforderlich, da Reste von Schwefelsäure bei der Destillation zur Bildung von Cyclohexen führen.

Gefährdung: Cyclohexanol ist gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Salzsäure und Bromwasserstoffsäure wirken ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Methanol ist giftig (T), jeglichen Kontakt mit dem menschlichen Körper sowie Einatmen der Dämpfe vermeiden. Methanol ist leichtentzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten

Entsorgung: Destillationsvorlauf und -rückstand in Sammelbehälter für halogenhaltige, organische Lösungsmittel. die methanolische Waschlösung in Sammelbehälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel. Salzsäure in Sammelbehälter für anorganische Säuren. 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   |
|----------------------------------|----------------|-----------------|---------------|-------------------|------------------------------|---|
| 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   |
| Bromwasserstoff, in Lösung, 47 % |                | -11             | 126           | C                 | H314, H335                   | P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P403+P233, P405, P501  |
| Salzsäure, >25 %                 |                | -70             | 107           | C                 | H314, H335                   | P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P403+P233, P405, P501  |
| Methanol                         | 32,04          | -98             | 64,6          | T, F              | H225, H301, H311, H331, H370 | P210, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P280, P301+P310, P302+P352, P303+P361+P353, P304+P340, P307+P311, P321, P330, P370+P378, P403+P233, P403+P235, P405, P501 |
| Natriumhydrogencarbonat          | 84,10          | 270             |               |                   |                              |   |
| Natriumsulfat                    | 142,04         | 888             |               |                   |                              |   |
| Bromcyclohexan                   | 163,056        | -57 °C          | 166-167       | Xn                | H315, H319, H335             | P261, P280, P304+P340, P305+P351+P338, P405, P501   |

##### 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 |
|----------------------------------|---------------------------|------------------------|-----------------------------------|------------------------------------|---|---|------------------------------------|
| Cyclohexanol                     | AD                        | BHK                    | WK                                | W                                  | LA                                      | WEA                                       | CSchP                              |
| Bromwasserstoff, in Lösung, 47 % | ADL                       | BK                     | WFK                               | WA                                 | LA                                      | WA  | WSch                               |
| Salzsäure > 25 %                 | ADL                       | BHK                    | WFK                               | WA                                 | LA                                      | WA  |                                    |
| Methanol                         | ADL                       | BHK                    | WK                                | WA                                 | LB                                      | EFA                                       | PSch                               |
| Natriumhydrogencarbonat          | AD                        | BK                     | W                                 | W                                  | L                                       |   |                                    |
| Natriumsulfat                    | AD                        | BK                     | W                                 | W                                  | L                                       |   |                                    |
| Bromcyclohexan                   | D                         | BK                     | WK                                | W                                  | L                                       | WE  | PCSch                              |