

## Chlorierung von Cyclohexan

Reaktionstyp: Radikalische Substitution am gesättigten C-Atom.

### Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren, Vakuumdestillation

### Geräte:

Standgeräte

### Chemikalien:

- Cyclohexan (10 g)
- Sulfurylchlorid (10.5 g)
- Azobis-isobuttersäurenitril (0.13 g)
- 4 N NaOH (ca. 50 mL)
- Petrolether
- K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> zur Aufarbeitung
- Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (wasserfrei) zum Trocknen

### Warnhinweise:

Cyclohexan ist leicht entzündlich und geruchsbelästigend. Azobis-isobuttersäurenitril ist gesundheitsschädlich, explosionsgefährlich und leicht entzündlich. Sulfurylchlorid und NaOH sind ätzend. Chlorcyclohexan ist entzündlich und gewässergefährdend.

### Ausführung:

Die Apparatur wird im Trockenschrank ausgeheizt und zügig aufgebaut. Cyclohexan wird zusammen mit Sulfurylchlorid unter Feuchtigkeitsausschluss in den Kolben gegeben. Nach der Zugabe von AIBN (AIBN wird unter Stickstoffgegenstrom im Abzug abgewogen und zügig in die Reaktion gefüllt) wird zum Rückfluss (Badtemperatur ca. 100 °C) erhitzt.

Die entstehenden Gase werden über ein mit Calciumchlorid gefülltes Trockenrohr mit einfachdurchbohrtem Stopfen über zwei Gaswaschflaschen, bei dem die zweite Gaswaschflasche zur Hälfte mit 10%iger NaOH-Lösung über einen Schlauch in den Abzug geleitet. Die Badtemperatur wird 30 min lang bei 100 °C gehalten und dann noch für weitere 15 bis 20 min auf 120 bis 130 °C erhöht. Nach dieser Zeit soll die Gasentwicklung beendet sein (keine Schlieren mehr im Absorptionsgefäß) und aufgearbeitet werden.

### Aufarbeitung:

Die Reaktionslösung wird nach dem Erkalten in einen Schütteltrichter gegeben, wobei der Kolben mit Petrolether ausgespült wird. Anschließend wird vorsichtig (*Warum?*) mit 20 mL einer 30%igen K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-Lösung gewaschen (*Welchen Grund hat diese Operation?*). Nach dem Trennen der beiden Phasen (*Welche ist die organische Phase?*) wird diese Operation noch zweimal wiederholt. Nach Beenden des Ausschüttelns (*Welchen pH Wert muss die wässrige Phase haben?*) werden die vereinigten organischen Phasen über MgSO<sub>4</sub> getrocknet, vom Feststoff getrennt und im Rotationsvakuum eingeeengt.

Nach dem Bestimmen der Rohausbeute wird zur Reinigung im Vakuum über eine Vigreux-Kolonne destilliert. Achten Sie auf die Dimension der Destillationsapparatur! (*Was müssen Sie beim Destillieren mit Vigreux-Kolonne unbedingt machen?*). Führen Sie ein genaues Destillationsprotokoll!

Fraktion	1	2	3
Siedepunkt (°C)			
Druck (mbar)			
Badtemp. (°C)			
Menge (g)			
Brechungsindex			

### Fragen vor Ausführung des Versuchs:

1. Geben Sie Reaktionsgleichung und Mechanismus der durchzuführenden Reaktion im Detail an.
2. Welche Nebenprodukte können entstehen?
3. Wie kann das Reaktionsende festgestellt werden?
4. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit der Produkte und deren Struktursicherung.
5. Berechnen Sie die benötigte Menge an K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, um eine 50 mL 30%ige K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-Lösung zu erhalten.

### Aufgaben nach Durchführung des Versuchs:

6. Sichern Sie Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanz entsprechend Frage 4!

### Literatur:

*Organikum*, 21. Aufl., S. 200;

*JOC* (1962), 27, 3391 ff;

*J. Chem. Soc.* (1965), 3939 ff.