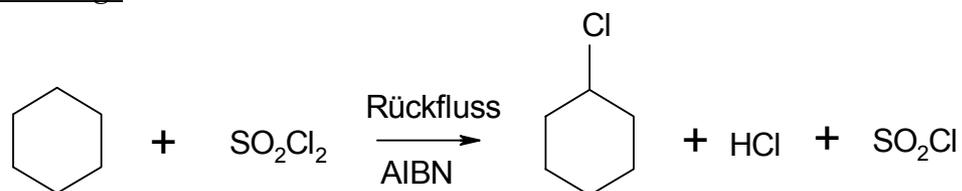


## 1. Präparat: Chlorcyclohexan

### Literatur:

Autorenkollektiv; „Organikum – Organisch chemisches Grundpraktikum; Wiley-VCH Verlag GmbH Weinheim; 21. Auflage ; 2000; S. 200  
 Streitwieser/Heathcock; „Organische Chemie“; Wiley-VCH Verlag GmbH Weinheim; 2. Nachdruck; 1995; Seiten 94-106

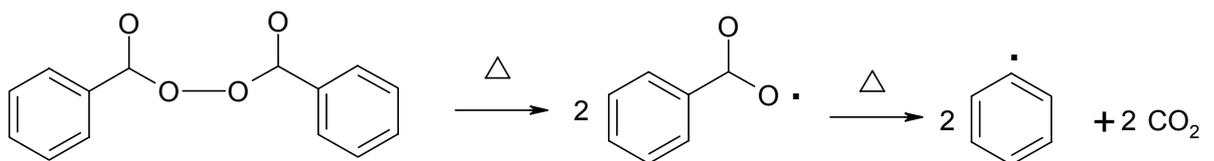
### Reaktionsgleichung:



### Mechanismus :

Wichtige Initiatoren sind:

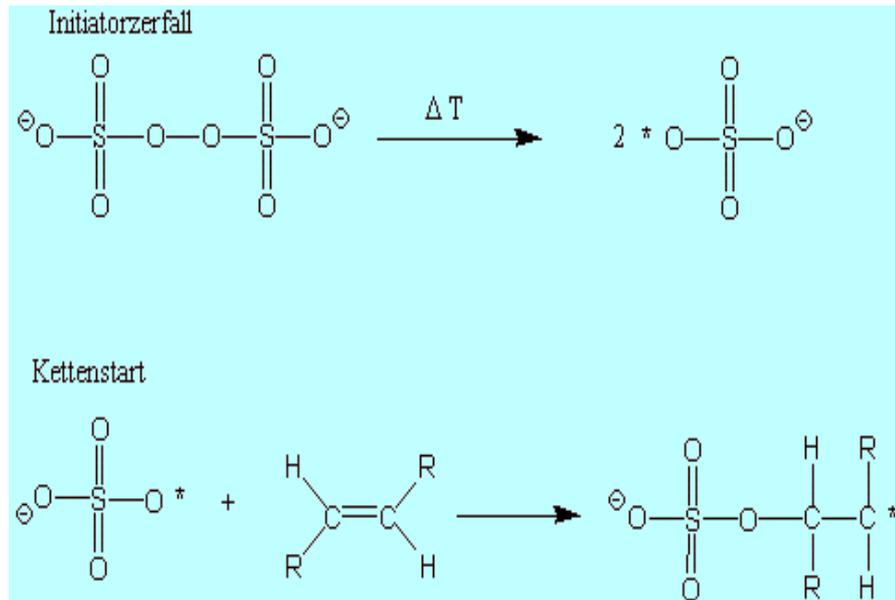
Benzoylperoxid:



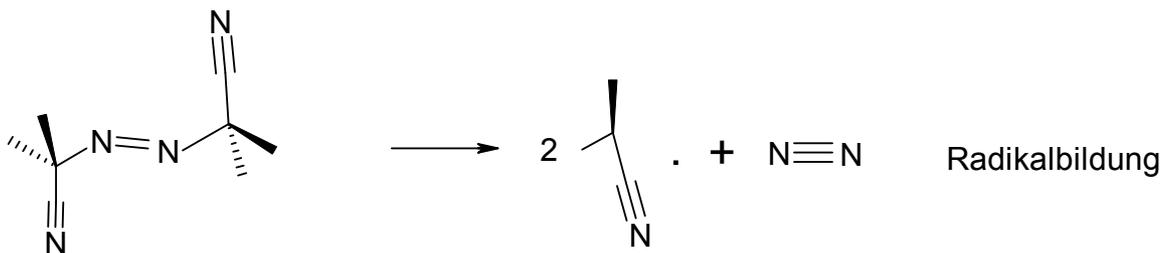
Das Benzencarboxyl – Radikal zerfällt weiter.

Das CO<sub>2</sub> ist eine gute Abgangsgruppe und das freie Elektron kann sich über das aromatische System gut verteilen.

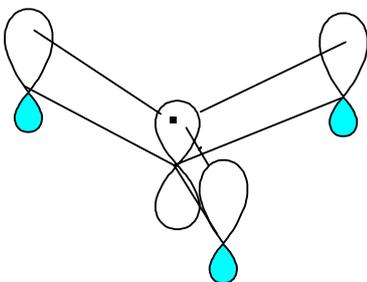
Peroxydisulfate:



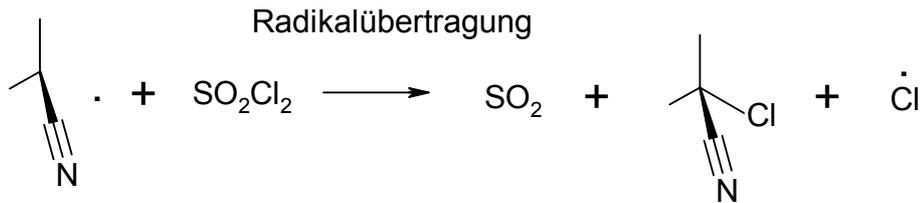
Die Reaktion verläuft nach einem radikalischen Kettenmechanismus. Zuerst wird der Initiator (AIBN = Azobisisobutyronitril) mit Hilfe von thermischer Energie homolytisch gespalten.



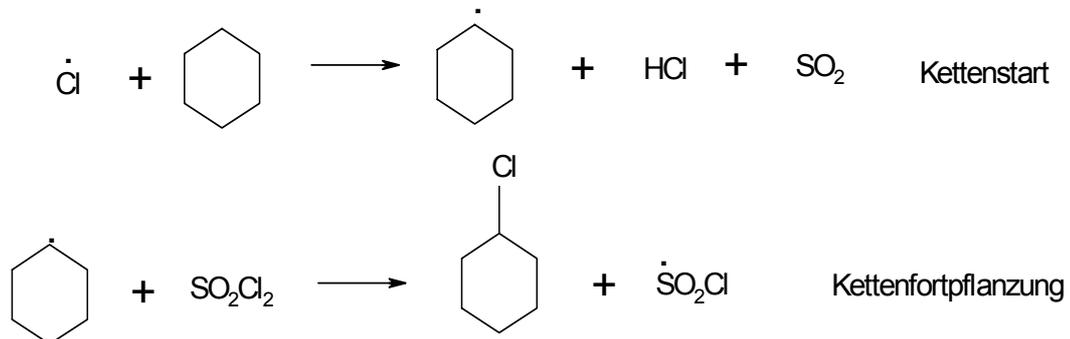
Die tertiären Radikale sind durch Hyperkonjugation stabilisiert. Das freie Elektron kann mit den senkrecht zur Kohlenstoff-Kohlenstoff-Bindung stehenden p-Orbitalen des zentralen Kohlenstoff-Atoms wechselwirken.



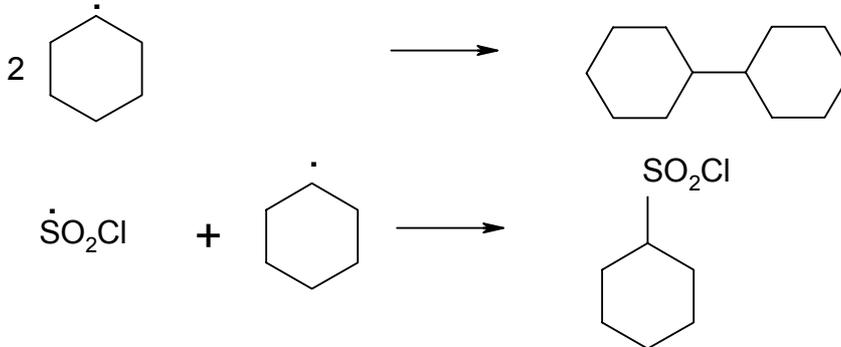
So kann sich das freie Elektron frei über das Molekül verteilen. Die Radikalbildung wird durch die leichte Abspaltung des stabilen Stickstoffs erleichtert. Das freie Elektron wird nun auf das Chlorierungsmittel übertragen indem ein Chlormolekül abgespalten, und auf den AIBN-Rest übertragen wird..



Die Sulfurylchlorid-Radikale sind die eigentlichen Kettenträger, da hier das Chlorradikal sehr leicht abgespalten werden kann. Die Radikalübertragung ist somit die eigentliche Startreaktion. Die Reaktion hat deswegen praktischen Nutzen, weil die H-Atome im Ring äquivalent sind und somit nur ein Monochlorierungsprodukt auftreten kann. Höher substituierte Produkte könne destillativ abgetrennt werden.



Nun wird der Zyklus der Kettenfortpflanzung mehrmals durchlaufen. Bis wieder 2 der möglichen Radikalfragmente aufeinander stoßen und sich somit stabilisieren.



Ansatz :

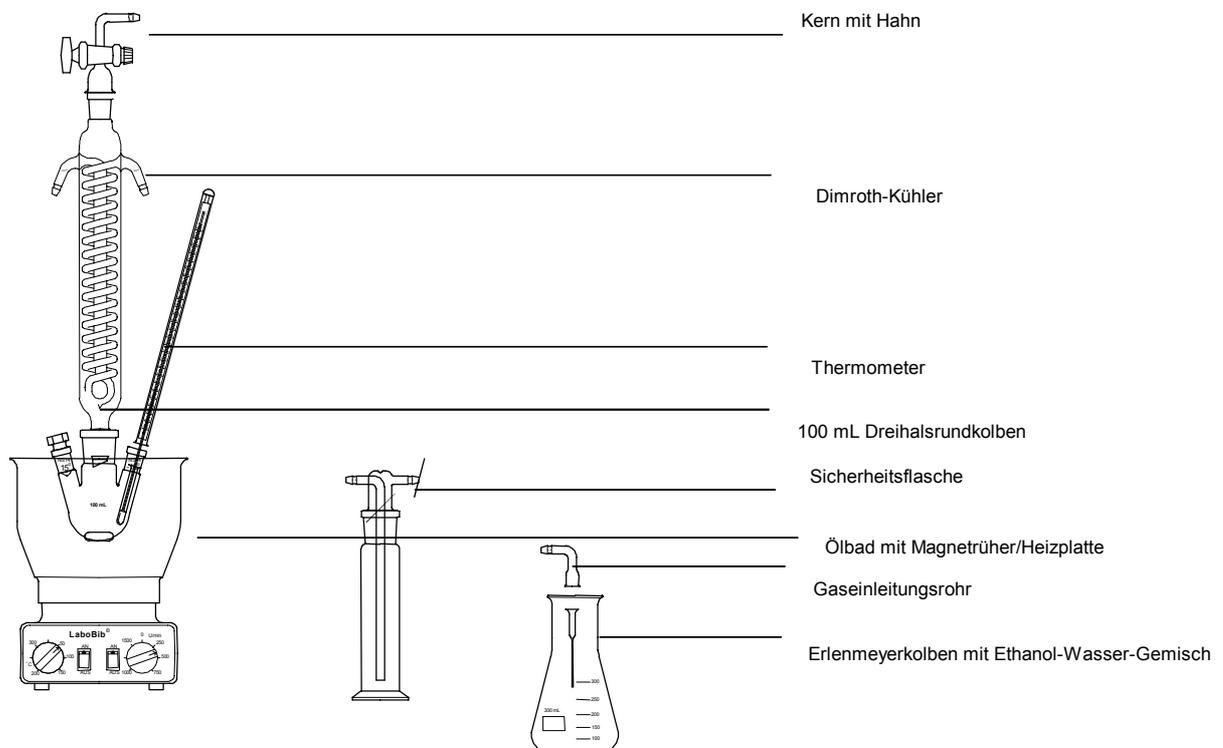
Stoff	Stoffmenge [mol]	Molare Masse [g/mol]	Masse [g]	Dichte [g/mL]	Volumen [mL]
Cyclohexan	0,200	84,156	16,83	0,780	21,57
Sulfurylchlorid	0,250	134,958	33,74	1,670	20,20
AIBN		164,204			

### Durchführung:

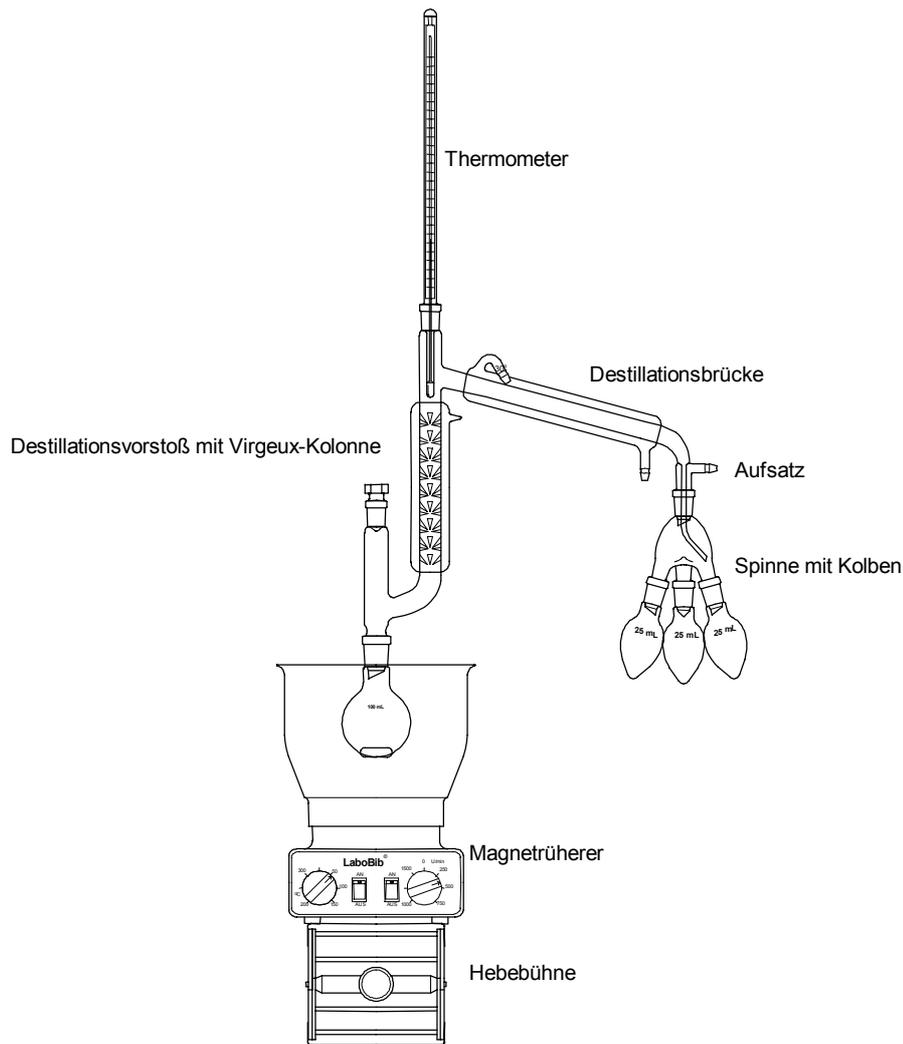
Zuerst wurden 22mL (0,2mol) Cyclohexan und dann 20mL (0,25mol) Sulfurylchlorid abgemessen und in den Kolben gefüllt. Anschließend wurde eine Spatelspitze AIBN zugegeben. Die entstehenden Gase wurden in einem mit einer wässrigen NaOH-Lösung gefüllten Erlenmeyerkolben geleitet. Nach 8 Stunden kochen unter Rückfluss und stundenweise Zugabe von AIBN wurde die Reaktion abgebrochen. Die Gasentwicklung war am Anfang heftig und hörte nach einer Stunde auf. Wahrscheinlich war sie so gering, das sich die Gase in der NaOH- Lösung lösen konnten und keine Blasenbildung erfolgte. Nach Abkühlen wurde der Kolbeninhalt 3 mal mit 10 ml Wasser gewaschen und über Natriumsulfat getrocknet. Nach Filtration wurde fraktioniert destilliert bis kein Rückstand mehr im Sumpfkolben verblieb. Von den einzelnen Fraktionen wurde die Masse, Brechzahl und Retentionszeit (GC) bestimmt.

### Apparatur:

#### Syntheseapparatur



#### Fraktionierte Destillation



Beobachtung:

Die Gasentwicklung war am Anfang nicht zu beobachten. Erst nachdem der Schlauch gewechselt wurde waren Gasblasen zu sehen. Nach 10 Minuten heftiger Gasentwicklung lies die Reaktion stark nach. Die kleine Gasmenge löste sich wahrscheinlich komplett in der NaOH- Lösung.

Auswertung :

Als Rohprodukt wurden 16,97g erhalten. Die Reindarstellung erfolgte mittels fraktionierter Destillation.

Fraktionen	Kopftemperatur [°C]	Druck [mbar]	m [g]	$n_D$	RT	Reinheit [%]
1	22	32	1,619	1,463	2,87	98,569
2	40	27	1,153	1,4645	2,86	98,649
3	34	25	0,472	1,465	2,86	98,129
4	46	26	10,811	1,463	2,87	97,512
5	83	23	9,003	1,4875	8,73	0

GC-Bedingungen: Säulentyp: SE 30  
Länge: 2 m  
Temperatur: 100°C  
Injektionsvolumen: 0,5 µl

Die Retentionszeiten der Fraktionen 1-4 sind gleich und die Brechzahlen liegen dicht beieinander. Die Reinheit beträgt der vereinigten Fraktionen beträgt somit 98,21%. Die Fraktionen 1-4 wurden vereinigt. Die Masse an Chlorcyclohexan beträgt 14,055g. Die Masse muss noch halbiert werden, mit einer Komilitonin zusammen destilliert habe.

Es wurde folgende Ausbeute berechnet.

$$\begin{aligned}n(\text{Cyclohexan}) &= n(\text{Chlorcyclohexan}) = 0,2\text{mol} \\m(\text{Chlorcyclohexan}) &= M(\text{Chlorcyclohexan}) \cdot n(\text{Chlorcyclohexan}) \\m(\text{Chlorcyclohexan}) &= 23,63\text{g}\end{aligned}$$

$$23,63\text{g} = 100\%$$

$$7,0\text{g} = x$$

$$x = 29,74\%$$

Die Ausbeute beträgt 29,74%. Die Literaturangabe ist mit 60% doppelt so groß. Die durchschnittliche Brechzahl von 1,46388 liegt nahe am Literaturwert von 1,4626.

Chlorcyclohexan ist eine farblose, erstickend riechende Flüssigkeit. Der Siedepunkt liegt bei 143°C, der Feststoff schmilzt bei -44°C.

### Zusammenfassung:

Die Reaktion war sehr langwierig. Am Anfang war keine Gasentwicklung zu beobachten. Deshalb wurde mehr AIBN zugegeben. Erst nachdem der kaputte Schlauch gewechselt wurde, war zu sehen, dass die Reaktion sehr heftig war. Nach einer halben Stunde Reaktionszeit war keine Gasentwicklung mehr zu beobachten.

Marcus Wolf