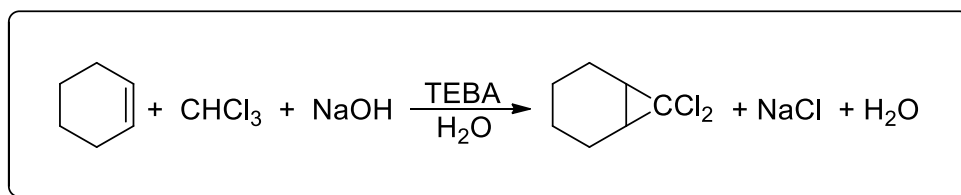


7,7-DICHLOROBICYKLO[4.1.0]HEPTAN

(dichloronorkaran)



Odczynniki

Cykloheksen	8,20 g (100 mmoli)
Chloroform	25 ml
TEBA	0,40 g
Wodorotlenek sodu	16,00 g
Kwas solny 2M	25 ml
Siarczan(VI) magnezu bezw.	

Aparatura

Kolba trójszyjna, 100 ml
Termometr (do 100°C)
Wkraplacz z boczną rurką
Chłodnica zwrotna
Zestaw do destylacji
Zestaw do destylacji pod
zmniejszonym ciśnieniem
Mieszadło magnetyczne
Rozdzielacz
Płaszcz grzejny

W kolbie trójszyjnej zaopatrzonej w termometr, wkraplacz, chłodnicę zwrotną i mieszadło umieszcza się cykloheksen (8,20 g, 100 mmoli), chloroform (25 ml) i chlorek trietylobenzyloamoniowy (TEBA) (0,40 g). Mieszając, wkrapla się roztwór wodorotlenku sodu (16,0 g w 16 ml wody) utrzymując temperaturę mieszaniny 30–40°C (w razie potrzeby kolbę należy chłodzić). Następnie miesza się w tej temperaturze przez 2 godziny, dogrzewając kolbę przy użyciu płaszcza grzewczego. Po ochłodzeniu dodaje się wodę (40 ml), oddziela się warstwę chloroformową, przemywa wodą, rozcieńczonym kwasem solnym i ponownie wodą do odczynu obojętnego. Roztwór suszy się bezwodnym siarczanem(VI) magnezu.

Po przesączeniu do kolbki destylacyjnej oddestylowuje się nadmiar chloroformu, a produkt poddaje się destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem, t. wrz. 28-32 °C/1 mm Hg. Wydajność około 10,20 g (62%).

Analizy

n_D^{20} – współczynnik załamania światła – porównać z wartością literaturową dla produktu i substratu,

IR – porównać z widmem cykloheksenu.

BHP

Cykloheksen jest łatwopalny, drażniący dla oczu, skóry i układu oddechowego.

Chloroform jest szkodliwy przy wdychaniu i spożyciu.

Wodorotlenek sodu jest silnie żrący, powoduje dotkliwe oparzenia. W razie kontaktu zmyć natychmiast dużą ilością wody.