

2.14

Herstellung von 1-Phenylcyclohex-1-en

Chemikalien

0,76 g (31,2 mmol) Magnesiumspäne	R: 11, 15 S: 7, 8, 43.12	
Diethylether (absolut trocken)	R: 12, 19 S: 9, 16, 29, 33	$K_p=35\text{ °C}$
4,9 g (31,2 mmol) Brombenzol	R: 10, 38, 51, 53 S: 61	$K_p=154-155\text{ °C}$
Iod	R: 20, 21 S: 23, 25	
3,06 g (31,2 mmol) Cyclohexanon	R: 10, 20, 40 S: 25	$K_p=154-156\text{ °C}$
Ammoniumchlorid	R: 22, 36 S: 22	
Natriumsulfat	R: – S: 22, 24, 25	
Schwefelsäure	R: 14, 35, 37 S: 20, 30, 45	
Essigsäure	R: 10, 35 S: 2, 23, 26	
MTBE	R: 11, 36, 37, 38 S: 9, 16, 26, 29, 33, 36	$K_p=55\text{ °C}$

R 10:	Entzündlich
R 11:	Leichtentzündlich
R 12:	Hochentzündlich
R 15:	Reagiert mit Wasser unter Bildung hochentzündlicher Gase
R 19:	Kann explosionsfähige Peroxide bilden
R 20:	Gesundheitsschädlich beim Einatmen
R 21:	Gesundheitsschädlich bei Berührung mit der Haut
R 22:	Gesundheitsschädlich beim Verschlucken
R 35:	Verursacht schwere Verätzungen
R 36:	Reizt die Augen
R 37:	Reizt die Atmungsorgane
R 38:	Reizt die Haut
R 40:	Irreversibler Schaden möglich
R 51:	Giftig für Wasserorganismen
R 53:	Kann in Gewässern längerfristige schädliche Wirkungen haben
S 2:	Darf nicht in die Hände von Kindern gelangen
S 7:	Behälter dicht geschlossen halten
S 8:	Behälter trocken halten
S 9:	Behälter an einem gut gelüfteten Ort aufbewahren
S 16:	Von Zündquellen fernhalten – Nicht rauchen
S 22:	Staub nicht einatmen
S 23:	Dampf nicht einatmen
S 24:	Berührung mit der Haut vermeiden
S 25:	Berührung mit den Augen vermeiden
S 26:	Bei Berührung mit den Augen gründlich mit Wasser ausspülen und Arzt konsultieren

Durchführung

In einer im Trockenschrank getrockneten Apparatur wurden 0,76 g Magnesiumspäne, in 2 mL Diethylether, und etwas Iod vorgelegt. Nachdem eine Lösung von 4,90 g Brombenzol in 13 mL Diethylether langsam zugetropft und eine Stunde unter Rückfluss erhitzt wurde, wurde unter leichtem Sieden eine Lösung von 3,06 g Cyclohexanon, in 3 mL Diethylether, zugegeben und 30 min. erneut unter Rückfluss erhitzt. Die im Eisbad gekühlte Reaktionslösung wurde mit 25 mL einer gesättigten Ammoniumchlorid-Lösung versetzt. Die organische Phase wurde abgetrennt und die wässrige Phase mit MTBE gewaschen. Danach wurden die vereinigten organischen Phasen getrocknet und im Vakuum eingeeengt. Der Rückstand, 45 min. mit einer Lösung aus 7 mL Eisessig und 3,25 mL Schwefelsäure erhitzt, wurde in eine Mischung aus 20 mL MTBE und 30 mL Wasser geschüttet. Die organische Phase wurde zweimal mit gesättigter Natriumhydrogencarbonat-Lösung gewaschen und getrocknet. Nach dem Einengen im Vakuum wurde das Rohprodukt fraktioniert destilliert.

Auswertung

Einwaage an Cyclohexanon: 3,06 g (31,2 mmol)
theoretische Ausbeute an Produkt: 4,93 g
Literaturgesamtausbeute: 4,54 g (92 % der Theorie)
experimentelle Rohausbeute: 4,16 g (84,4 % der Theorie, 91,6 % der Literatur)
Literaturbrechungsindex: $n_D^{20} = 1,5665$

Fraktion:	1	2	3
Gewicht des Destillats:	0,28 g	0,39 g	3,49 g
experimenteller Brechungsindex (n^{22}):	1,559	1,562	1,563

Literatur

[1] T. Eicher, L. F. Tietze, *Organisch-chemisches Grundpraktikum*, Georg Thieme Verlag Stuttgart, 1993.