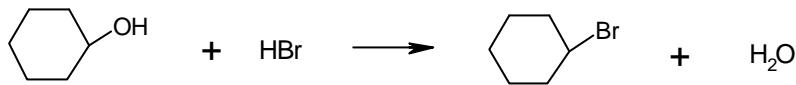


## Nucleophil. Substitution: Cyclohexylbromid



**Macroscale**

Rückfluß

Wasserdampf-  
dest.

Vakuumdest.

### Chemikalien:

Cyclohexanol  
Bromwasserstoffsäure  
Schwefelsäure konz.  
Methanol/Wasser  
Natriumhydrogencarbonat  
Calciumchlorid

### Durchführung der Reaktion:

100 mmol Cyclohexanol werden im 250 ml Rundkolben vorsichtig mit einer 48%igen wäßrigen Lösung von Bromwasserstoff (150 mmol HBr, richtig rechnen!) vermischt und nach Aufsetzen eines Rückflußkühlers 4.5 Stunden unter Rückfluß erhitzt.

Am nächsten Tag wird der Rückflußkühler durch die Claisenbrücke ersetzt, darauf ein Tropftrichter mit Wasser aufgesetzt und ein großer Vorlagekolben angebracht. Man gibt ca. 50 ml Wasser zu und destilliert so lange ein Gemisch aus Wasser und Produkt, bis keine Produkttröpfchen mehr übergehen. Aus dem Tropftrichter wird immer wieder Wasser in den Kolben gegeben, um die Wassermenge etwa konstant zu halten.

### Isolierung und Reinigung

*Bei den folgenden Arbeitsschritten ist es empfehlenswert, die jeweils abgetrennten Phasen aufzubewahren, bis das Produkt isoliert ist!*

Die Bromcyclohexan-Phase wird in einem Scheidetrichter abgetrennt. Dann wäscht man das rohe Bromid mit 10 ml von 40%igem wässrigen Methanol. Das Bromcyclohexan wird dann mit Natriumhydrogencarbonat-lösung gewaschen, danach nochmal mit Wasser ausgeschüttelt und dann in einem Spitzkolben mit gerade so viel Calciumchlorid getrocknet, dass die Flüssigkeit klar wird. Nach ca. 10 Minuten Trockenzeit wird vom Trockenmittel abdekantiert oder abpipettiert und das Rohprodukt wird im Vakuum fraktioniert destilliert (rühren!). Der Siedepunkt ist bei 20 Torr bei ca. 62 °C zu erwarten.

Man bestimmt das Gewicht und den Brechungsindex des Produktes und fertigt ein Gaschromatogramm an.

Lit.-ausbeute: 65 % der Theorie

Lit.-n<sub>D</sub><sup>20</sup>: 1.4950