СИНТЕЗ **7,7-**ДИХЛОРОБИЦИКЛО**[4.1.0]**ГЕПТАНА

ОБОРУДОВАНИЕ ДЛЯ СИНТЕЗА

Коническая колба V= 250 мл, магнитная мешалка, термометр, делительная воронка, колба Вюрца, установка для простой перегонки, вакуумная смазка, штатив с подъемным стоиком, стеклянные стаканы V=100мл, круглодонные колбы V=50 мл, резиновые шланги, колбодержатели, резиновые пробки с фольгой, фильтровальная бумага, прямой холодильник.

РЕАГЕНТЫ

Название	М. вес, г/моль	Т кип	моль	М,гр	V, мл
Гидроксид натрия	40	1390	0,34	13,5	
ТЭБАХ				0,5	
Циклогексен	82	83	0,1	8,1	10
Хлороформ для экстракции	119	61,2	0,29	35	25
Сульфат натрия	142				
Вода	18	102			

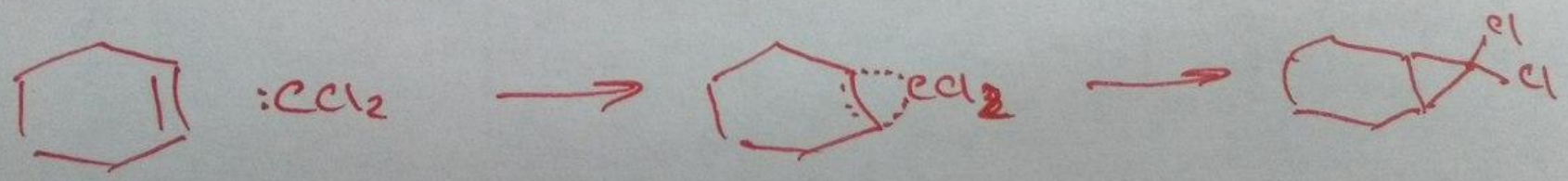
ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРОДУКТА РЕАКЦИИ

Название	М вес	Внешний вид	Т кип	n_D^{20}
7,7-Дихлорбицикло[4.1.0]гептан	164	Бесцветная жидкость	197-200 С	1,5088

МЕТОДИКА СИНТЕЗА

После получения реагентов и сбора установки в коническую колбу вместимостью 250 мл помещают 13,5г гидроксида натрия и прибавляют 14 мл воды. К охлажденному до 20 С раствору щелочи прибавляют 0,5 г триэтилбензиламмоний хлорида и смесь 10 мл циклогексена с 25 мл хлороформа. Содержимое колбы перемешивают на магнитной мешалке в течении 1,5 часов (в первые 15-20 минут наблюдается самопроизвольное разогревание реакционной смеси до 50-60 С). Смесь охлаждают до комнатной температуры, разбавляют 100 мл воды, переносят в делительную воронку и экстрагируют хлороформом 2 раза по 25 мл. Экстракты объединят, промывают водой 2 раза по 25 мл и сушат сульфатом натрия. Смесь переносят в колбу Вюрца, собирают установку для простой перегонки и отгоняют хлороформ и непрореагировавший циклогексен (до 120 С). Затем перегоняют целевой продукт, собирая фракцию в интервале 190-200 С. Лучше провести перегонку в вакууме, собирая фракцию в интервале 78-80 С про остаточном давлении 15 мм рт.ст. или 68-72 С при 8 мм рт.ст.

МЕХАНИЗМ РЕАКЦИИ

$$HCCl_3 + OH^- \rightleftharpoons CCl_3^- + H_2O \longrightarrow :CCl_2 + Cl^-$$

дихлоркарбен