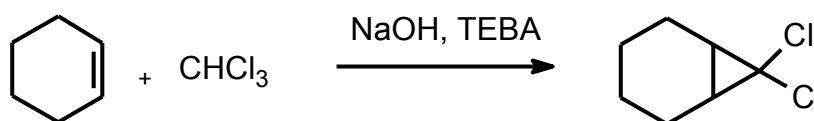


**7,7-DICHLOROBICYKLO[4.1.0]HEPTAN****Odczynniki:**

<a href="#">cykloheksen</a>	10,1 cm <sup>3</sup> (8,2 g, 0,10 m)
<a href="#">chloroform</a>	16,1 cm <sup>3</sup> (4,0 g, 0,20 m)
<a href="#">wodorotlenek sodu</a>	10,0 g (0,25 m) (roztwór w 10 cm <sup>3</sup> wody)
<a href="#">chlorek benzylotrietyloamonowy (TEBA)</a>	0,3 g (1,3 mmola)
<a href="#">chlorek metylenu</a>	40 cm <sup>3</sup>
<a href="#">kwas chlorowodorowy rozc. (ok. 5 %)</a>	20 cm <sup>3</sup>
<a href="#">chlorek wapnia bezw.</a>	

**UWAGA: Praca z substancjami toksycznymi w rękawicach ochronnych, wyłącznie pod wyciągiem.**

Syntezę przeprowadza się w jednym z dwóch proponowanych zestawów **A** lub **B**:

**zestaw A:** kolba trój szyjnej o poj. 250 cm<sup>3</sup>, zaopatrzona w chłodnicę zwrotną, wkraplacz i termometr, umieszczona na w łaźni wodnej na mieszadle magnetycznym;

**zestaw B:** kolba trój szyjnej o poj. 250 cm<sup>3</sup>, zaopatrzona w mieszadło mechaniczne z uszczelnieniem (w środkowej szyi) oraz chłodnicę zwrotną i termometr (w bocznych szyjach); wkraplacz mocuje się nad wylotem chłodnicy, kolbę ogrzewa się łągodnie nad płaszczem grzejnym.

W kolbie umieszcza się cykloheksen, chloroform i TEBA. Podczas energicznego mieszania z wkraplacza dodaje się roztwór wodorotlenku sodu, utrzymując temperaturę wewnątrz kolby w granicach 30 - 40 °C (w razie potrzeby kolbę należy chłodzić wodą). Po zakończeniu reakcji egzotermicznej kolbę ogrzewa się do temp. 40 - 50 °C w ciągu 2 godz., cały czas intensywnie mieszając jej zawartość. Następnie dodaje się ok. 30 cm<sup>3</sup> wody i po ochłodzeniu przenosi się do rozdzielacza, oddziela warstwę organiczną, a warstwę wodną ekstrahuje się dwukrotnie chlorkiem metylenu (2 x 20 cm<sup>3</sup>)<sup>1</sup>. Ekstrakty łączy się z warstwą organiczną, przemywa wodą<sup>1</sup>, rozcieńczonym kwasem chlorowodorowym<sup>1</sup>, ponownie wodą<sup>1</sup> i suszy nad bezwodnym chlorkiem wapnia<sup>2</sup>. Po oddestylowaniu rozpuszczalnika<sup>3</sup> na wyparce obrotowej, oleistą pozostałość destyluje się pod zmniejszonym ciśnieniem<sup>4</sup> zbierając frakcję o temp. wrz. 76 - 79 °C przy ciśnieniu 15 mmHg i mierzy współczynnik załamania światła otrzymanego produktu (lit. n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,5020, d = 1,212 g/cm<sup>3</sup>).<sup>5</sup>

<sup>1</sup> Połączone wszystkie warstwy wodne należy starannie oddzielić od resztek rozpuszczalników i umieścić w pojemniku **W-Z** (wodne roztwory zasad nieorganicznych). Resztki rozpuszczalników wlać do pojemnika **F** (ciekłe, palne, zawierające fluorowce).

<sup>2</sup> Po odparowaniu resztek rozpuszczalnika pod wyciągiem, zużyty chlorek wapnia można rozpuścić w dużej ilości wody, a roztwór wylać do kanalizacji.

<sup>3</sup> Oddestylowany chlorek metylenu można umieścić w butelce "chlorek metylenu do ekstrakcji" lub w pojemniku **F**.

<sup>4</sup> W trakcie destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem zawartość kolby może się pnieć - należy użyć odpowiednio większą kolbkę.

<sup>5</sup> Przedgon i pozostałości po destylacji umieścić w pojemniku **F**.