



Präparat 7: 7,7-Dichlorbicyclo[4.1.0]heptan (Carbenaddition an Olefine)

Allgemeine Arbeitsvorschrift zur Addition von Dichlorcarbenen an Olefine

Literatur: H. G. O. Becker et al., *Organikum*, Wiley-VCH, Weinheim, 23. Auflage, **2009**, S.329.

0.1 mol Olefin und 1 mmol Benzyltriethylammoniumchlorid werden in 0.4 mol Chloroform unter Zusatz von 1 ml Ethanol gelöst und im Eisbad auf 0°C gekühlt. Nach der Zugabe von 0.4 mol eiskalter, frisch bereiteter 50 %iger Natronlauge (bei 0°C) rührt man intensiv 1 Stunde bei Raumtemperatur, danach 5 Stunden bei 50°C. Das erkalte Gemisch wird in 500 ml Wasser eingegossen, die organische Phase abgetrennt und die wässrige Schicht mit 100 ml Chloroform extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden mit ges. Natriumchloridlösung gewaschen und über Natriumsulfat getrocknet. Nach dem Entfernen des Lösemittels (Rotationsverdampfer!) wird das Rohprodukt fraktioniert destilliert.

Ausgangsverbindungen: Chloroform, Cyclohexen.

Produkt: 7,7-Dichlorbicyclo[4.1.0]heptan; Ausbeute: 78 %; Sdp._{2,0(15)} 78-79°C; $n_D^{20} = 1.5028$.

Betriebsanweisung (nach § 14 GefStoffV (Gefahrstoffverordnung) vom 26.11.2010, geändert durch Artikel 2 der Verordnung vom 03.02.2015)

1. Verwendete Chemikalien

Bezeichnung	H-Sätze	P-Sätze	Gefahrenpiktogramme + Signalwort
Benzyltriethylammoniumchlorid	315 319 335	261 305+351+338	 Achtung
Chloroform	302 315 319 331 336 351 361d 372	261 281 305+351+338	 Gefahr
Cyclohexen	225 302 304 311	210 280 301+310 312 331	 Gefahr
7,7-Dichlorbicyclo[4.1.0]heptan	302 319 411	273 305+351+338	 Achtung
Natriumchlorid	–	–	–
Natriumhydroxid	290 314	280 303+361+353 304+340+310 305+351+338	 Gefahr
Natriumsulfat	–	–	–

2. Gefahren für Mensch und Umwelt

eingesetzte Stoffe	Anmerkungen
Benzyltriethylammoniumchlorid	Verursacht Hautreizungen. Verursacht schwere Augenreizung. Kann die Atemwege reizen.
Chloroform	Gesundheitsschädlich bei Verschlucken. Verursacht Hautreizungen. Verursacht schwere Augenreizung. Giftig beim Einatmen. Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen. Kann vermutlich Krebs erzeugen. Kann vermutlich das Kind im Mutterleib schädigen. Schädigt die Organe bei längerer oder wiederholter Exposition.

Cyclohexen	Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar. Gesundheitsschädlich bei Verschlucken. Kann bei Verschlucken und Eindringen in die Atemwege tödlich sein. Giftig bei Hautkontakt.
7,7-Dichlorbicyclo[4.1.0]heptan	Gesundheitsschädlich beim Verschlucken. Verursacht schwere Augenreizung. Giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.
Natriumchlorid	–
Natriumhydroxid	Kann gegenüber Metallen korrosiv sein. Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.
Natriumsulfat	–

3. Schutzmaßnahmen und Verhaltensregeln

eingesetzte Stoffe	Anmerkungen
Benzyltriethylammoniumchlorid	Einatmen von Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol vermeiden. BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Vorhandenen Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.
Chloroform	Einatmen von Dampf vermeiden. Vorgeschriebene persönliche Schutzausrüstung verwenden. BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Vorhandenen Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen. GIFT-INFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
Cyclohexen	Von Hitze/Funken/offener Flamme/heißen Oberflächen fernhalten. Nicht rauchen. Schutzhandschuhe/Schutzkleidung tragen. BEI VERSCHLUCKEN: Sofort GIFT-INFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen. KEIN Erbrechen herbeiführen.
7,7-Dichlorbicyclo[4.1.0]heptan	Freisetzung in die Umwelt vermeiden. BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Vorhandenen Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.
Natriumchlorid	–
Natriumhydroxid	Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen. BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit viel Wasser abwaschen/duschen. BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. Sofort GIFT-INGORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen. BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Vorhandenen Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.
Natriumsulfat	–

4. Verhalten im Gefahrfall

Verschüttetes Chloroform, Cyclohexen und 7,7-Dichlorbicyclo[4.1.0]heptan vorsichtig mit einem Lappen (o.ä.) aufnehmen (Schutzhandschuhe!) und im vorgesehenen Behälter entsorgen. Dabei sollte Einatmung vermieden werden. Zündquellen sind fernzuhalten. Im Brandfall Pulver- oder Kohlendioxidlöscher verwenden.

Verschüttetes Benzyltriethylammoniumchlorid mit einem Lappen (o.ä.) aufnehmen und im vorgesehenen Behälter entsorgen.

Verschüttetes Natriumhydroxid vorsichtig in Wasser lösen (exotherm!), mit verdünnter Salzsäure neutralisieren und im vorgesehenen Behälter entsorgen (Schutzhandschuhe!).

Verschüttetes Magnesiumsulfat und Natriumchlorid mit einem Lappen (o.ä.) aufnehmen und im vorgesehenen Behälter entsorgen.

Nach dem Verschütten von Substanzen ist die Laboraufsicht/der Assistent zu benachrichtigen!

5. Erste Hilfe-Maßnahmen

Benzyltriethylammoniumchlorid

Nach Hautkontakt: Mit Seife und Wasser abwaschen. Arzt konsultieren.

Nach Augenkontakt: Mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen (mindestens 15 Minuten). Augenarzt hinzuziehen.

Nach Verschlucken: Mund mit Wasser spülen. Arzt konsultieren.

Nach Inhalation: Frischluft. Arzt konsultieren.

Chloroform

Nach Hautkontakt: Mit Seife und viel Wasser abwaschen. Arzt konsultieren.

Nach Augenkontakt: Mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen (mindestens 15 Minuten). Augenarzt hinzuziehen.

Nach Verschlucken: Mund mit Wasser ausspülen. Arzt konsultieren.

Nach Inhalation: Frischluft. Arzt konsultieren.

Cyclohexen

Nach Hautkontakt: Mit Seife und viel Wasser abwaschen. Arzt konsultieren.

Nach Augenkontakt: Mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen (mindestens 15 Minuten). Ggf. Augenarzt hinzuziehen.

Nach Verschlucken: KEIN Erbrechen herbeiführen. Mund mit Wasser ausspülen. Arzt konsultieren.

Nach Inhalation: Frischluft. Arzt konsultieren.

7,7-Dichlorbicyclo[4.1.0]heptan

Nach Hautkontakt: Mit Seife und Wasser abwaschen. Arzt konsultieren.

Nach Augenkontakt: Mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen (mindestens 15 Minuten). Ggf. Augenarzt hinzuziehen.

Nach Verschlucken: KEIN Erbrechen herbeiführen. Mund mit Wasser ausspülen. Arzt konsultieren.

Nach Inhalation: Frischluft. Arzt konsultieren.

Natriumchlorid

Nach Hautkontakt: Mit Seife und Wasser abwaschen.

Nach Augenkontakt: Mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen.

Nach Verschlucken: Mund mit Wasser ausspülen.

Nach Inhalation: Frischluft.

Natriumhydroxid

Nach Hautkontakt: Mit Seife und viel Wasser abwaschen. Arzt konsultieren.

Nach Augenkontakt: Mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen (mindestens 15 Minuten). Ggf. Augenarzt hinzuziehen.

Nach Verschlucken: KEIN Erbrechen herbeiführen. Mund mit Wasser ausspülen. Arzt konsultieren.

Nach Inhalation: Frischluft. Arzt hinzuziehen.

Natriumsulfat

Nach Hautkontakt: Mit Seife und Wasser abwaschen.

Nach Augenkontakt: Mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen.

Nach Verschlucken: Mund mit Wasser ausspülen.

Nach Inhalation: Frischluft.

6. Entsorgung

Alle halogenhaltigen, organischen Lösungen (nur organische Halogenide, z.B. Chloroform, Brombenzol; keine anorganischen Salze, wie z.B. NaCl, KI, CaCl₂) werden in den Behälter für **Lösemittel und Lösemittelgemische halogenhaltig** gegeben.

Alle halogenfreien, organischen Lösungen werden in den Behälter für **Lösemittel und Lösemittelgemische halogenfrei** gegeben.

Alle wässrigen Lösungen (pH-Wert sollte zwischen 6 und 8 liegen) werden in den Behälter für **Sonstige Konzentrate schwermetallhaltig, organisch** gegeben. Dies gilt auch für wässrige Lösungen bzw. Phasen, die in Kontakt mit organischen Halogeniden waren!

Aufsaug- und Filterpapiermaterial, Lappen, Wischtücher und Schutzkleidung die mit Gefahrstoffen verunreinigt sind, werden in den Behälter für **Chemisch verunreinigte Betriebsmittel, Aufsaug- und Filtermaterialien** gegeben.