***Ćwiczenie 9***

**Odwodnienie cykloheksanolu do cykloheksenu**

Synteza β-bromostyrenu przeprowadzona w ćwiczeniu 7 jest przykładem otrzymywania związku z wiązaniem podwójnym C=C, aczkolwiek była to nietypowa, jednoczesna eliminacja HBr i CO2 z kwasu 2,3-dibromo-3-fenylopropanowego pod wpływem zasady – węglanu sodu. Natomiast klasyczną reakcją prowadzącą do alkenów jest eliminacja wody z alkoholi zachodząca w podwyższonej temperaturze pod wpływem silnych kwasów.

W niniejszym doświadczeniu eliminacji w ww. warunkach zostanie poddany cykloheksanol, a produktem będzie cykliczny nienasycony węglowodór – cykloheksen. Identyfikację produktu przeprowadzimy jak poprzednio, wykonując test na obecność wiązania C=C.

Sposób wykonania ćwiczenia.

UWAGA

🡪 Opary związków organicznych są szkodliwe dla zdrowia. Produkt charakteryzuje się nieprzyjemnym zapachem. Kwas fosforowy jest żrący. Ćwiczenie należy wykonywać pod działającym wyciągiem.

1. W kolbie kulistej 100ml umieszczamy 20 ml (19,248g, 0,1921mola) cykloheksanolu, do którego dodajemy 5ml stężonego kwasu ortofosforowego oraz kamyki wrzenne.
2. Po dokładnym wymieszaniu warstw montujemy zestaw do destylacji frakcyjnej (patrz Rysunek 1).
3. Dodatkowo, aby zapobiec stratom produktu, odbieralnik umieszcza się w naczyniu wypełnionym wodą z lodem.
4. Po zatwierdzeniu zestawu przez prowadzącego włączamy ogrzewanie i po pewnym czasie obserwujemy pojawienie się destylującej cieczy – cykloheksenu, który jako najniżej wrzący składnik mieszaniny reakcyjnej pierwszy opuszcza kolbę.
5. Kontrolujemy moc grzania (~70%) w taki sposób aby temperatura oparów nie przekraczała 95°C. Temperatura kolby jest oczywiście wyższa.
6. Destylację przerywamy, gdy w kolbie zostanie około 5 – 10 ml cieczy (po ~20 minutach).
7. Do mętnej cieczy w odbieralniku dodajemy porcjami kilka gramów chlorku sodu, mieszając intensywnie zawartość po każdej porcji. Następuje wydzielenie warstwy wodnej (dolnej), a górna warstwa organiczna staje się klarowna. Zaprzestajemy dodawania, gdy widzimy, że sól nie rozpuszcza się już więcej.
8. Przenosimy zawartość kolby do rozdzielacza (patrz Rysunek 2). Oddzielamy dolną warstwę, a górną (organiczną) przemywamy 5% roztworem Na2CO3 (uwaga: może wydzielać się CO2, należy często wyrównywać ciśnienie).
9. Przemyty cykloheksen zlewamy do kolbki, zasypujemy niewielką ilością MgSO4 i odstawiamy na kilka minut do suszenia.



chłodnica Liebiga

naczynie z lodem

podnośnik

wlot wody chłodzącej

nasadka destylacyjna

łapa

kolba

czasza grzejna

autotransformator

odbieralnik

łuk z tubusem

Kolumna Vigreux

wylot wody

statywy

termometr

Rysunek 1. Zestaw do syntezy cykloheksenu.

1. Odsączamy środek suszący na sączku karbowanym, zbierając przesącz do zważonej uprzednio kolby (Rysunek 3).
2. Ważymy kolbę z produktem, obliczamy wydajność syntezy cykloheksenu z cykloheksanolu.
3. Aby potwierdzić przebieg reakcji dodajemy do jednej probówki ~1 ml substratu, a do drugiej ~1 ml produktu. Lekko wstrząsamy probówkami – zauważalna jest znaczna różnica lepkości związków. Substrat jest cieczą oleistą, a produkt znacznie rzadszą i ruchliwą. Następnie do każdej probówki dodajemy kilka mililitrów 0,01M roztworu KMnO4 i wstrząsamy, aby wymieszać zawartość. W probówce z produktem następuje natychmiastowa zmiana barwy będąca wynikiem reakcji wiązania podwójnego C=C w cykloheksenie. W probówce z substratem barwa nie zmienia się od razu, lecz dopiero po kilku minutach (cykloheksanol również utlenia się pod działaniem KMnO4 , lecz jest to proces wyraźnie wolniejszy).



kolba

tu stożkowa, można też użyć kulistą

rozdzielacz

łapa

statyw

Rysunek 2. Zestaw do ekstrakcji.



kolba

tu kulista, można też użyć stożkową

statyw

lejek szklany

sączek karbowany

łapa

Rysunek 3. Zestaw do sączenia grawitacyjnego.

Cykloheksanol: M = 100,16g/mol, t. wrzenia = 161°C, d = 0,9624 g/cm3.

Cykloheksen: M = 82,14g/mol, t. wrzenia = 83°C, d = 0,811 g/cm3.