

Skrevet av: T. Alexander Lystad, 3AFC
Utført av: T. Alexander Lystad, 3AFC

Skrevet: 18.09.04
Utført: 14.09.04

Fag: 3KJ

III – Sykloheksanol til sykloheksen

Hensikt

- Hvordan kan man syntetisere sykloheksen fra sykloheksanol?
- Hvordan kan man teste produktet for å se om det er umettet?

Utstyr

- Aluminiumsfolie
- Pærekoble, 5 mL
- Hickmankolonne
- Kokstein
- To dråpetellere
- Sandbad
- Stativ med muffe og klemme
- Tre halvdramsglass
- Reagenser

Reagenser

| Systematisk navn | Molekylformel | Trivialnavn |
|---------------------------|---------------|------------------------|
| sykloheksanol | $C_6H_{11}OH$ | |
| | H_2SO_4 | konsentrert svovelsyre |
| natriumhydroksid | $NaOH$ | lut |
| (vannfritt) kalsiumklorid | $CaCl_2$ | |
| brom-løsning | Br_2 | |

Sikkerhetsanmerkninger

I dette forsøket er det brom vi må være ekstra påpasselige med. Brom er meget giftig ved innånding, sterkt etsende og ekstra skadelig for vannorganismer (altså f.eks. mennesker). Brom kan blant annet gi lungeødem og hjertebeviser ved innånding. Stoffet er veldig reaktivt, og et sterkt oksidasjonsmiddel. Vi unngår oppvarming og kontakt med reduksjonsmidler. Vi bruker briller, hansker og frakk, og vi jobber med brom i avtrekk. Vi har en løsning for uskadeliggjøring av brom hvis vi skulle søle e.l. Svovelsyren etser, så vi bruker sikkerhetsutstyr også av denne grunn. Vi bruker sandbad og kokstein som innebærer en større overflate og mindre sjanse for støtkoking. Ellers utøver vi vanlig labratoriesikkerhet.

Fremgangsmåte

Jeg kontrollerte overflatevarmen på sandbadet med en termometer. I dette forsøket er det viktig å ha omtrent 140° C. Først veide jeg pærekolben. Jeg målte så ut omtrent 1,3 mL sykloheksanol i pærekolben, og veide den på nytt. Så tilsatte jeg tre dråper konsentrert svovelsyre og 4-5 kokstein. Jeg stilte opp utstyret slik tegningen viser. Når blandingen i pærekolben begynte å koke, varmeisoleret jeg den med aluminiumsfolie. Jeg avbrøt reaksjonen før all sykloheksanol var kondensert. Så sugde jeg opp sykloheksen fra folden i Hickmankolonnen og overførte stoffet til et halvdramsglass. Jeg fjernet utstyret fra sandbadet og la utstyret i et begerglass med Zalo. Jeg vasket råproduktet med en like stor mengde 2 M NaOH. Deretter sugde jeg ut vannfasen med en

dråpeteller og overførte det til dunken for organisk avfall da løsningen kunne inneholde spor av sykloheksen. Jeg veide pærekolben igjen, før jeg tilsatte 4-5 korn vannfritt CaCl_2 . Jeg ristet forsiktig og lot det stå i 10 minutter. Jeg helte sykloheksen over i et tørt og veid prøveglass. Så testet jeg produktet med bromløsning.

Resultater

Første gang jeg veide den tomme pærekolben veide den 14,78 g. Med bare sykloheksanol i, veide den 15,46 g. Jeg hadde altså 0,68g sykloheksanol til å begynne med.

Etter syntesen og vaskingen satt jeg igjen med et dramsglass på 14,20 g, som veide 13,75 g tomt. Jeg fikk altså ut 0,45 g sykloheksen.

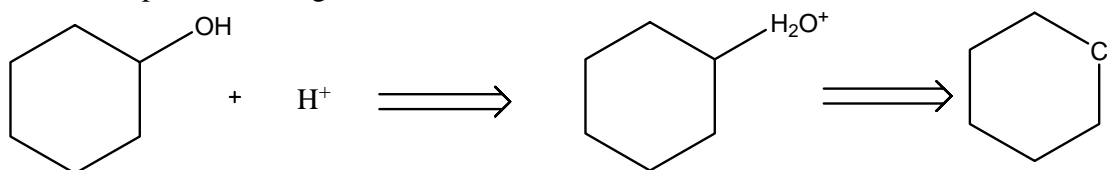
Teori

Temperatur

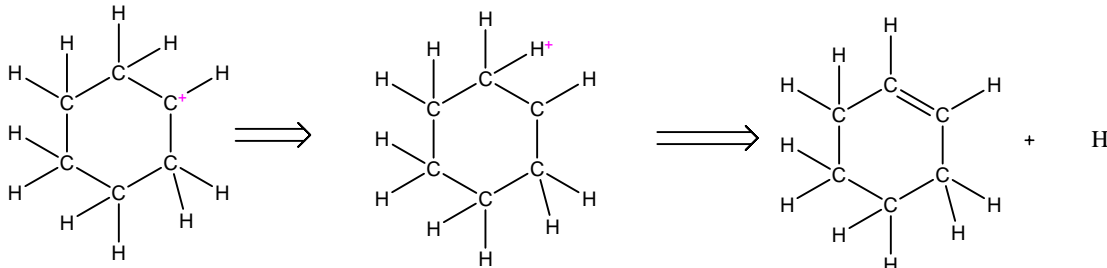
I dette forsøket var det viktig å jobbe ved 140°C . Dette er fordi sykloheksen har et kokepunkt på 83°C , og sykloheksanol har et kokepunkt på 161°C . (Svovelsyren har et kokepunkt på 213°C .) Vi ville at bare sykloheksen skulle fordampe, og en temperatur på 140°C betød en høy reaksjonstid og en grei sikkerhetsmargin.

Reaksjonsmekanisme

I dette forsøket fungerer svovelsyren som en katalysator; Et H^+ -ion fra svovelsyren setter seg på $-\text{OH}$ -gruppen i sykloheksanolmolekylet, da kan et H_2O -molekyl spaltes av. Når dette skjer stjeler H^+ -ionet, som "mangler" to elektroner, to elektroner fra det nærmeste karbonatomet. Dette får dermed en positiv ladning, kalt et *karbokation*.



Et karbokation er ustabil og reagerer videre. Karbokationet "stjeler" et elektron fra et hydrogenatom, og hydrogenatomet som da blir et ion, spaltes av. Det blir da dannet en dobbeltbinding mellom karbokationet som nå har blitt et karbonatom og karbonatomet som mistet et hydrogenatom. Stoffet blir da et alken.



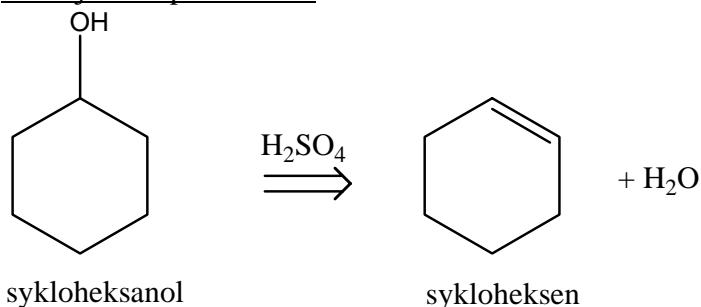
Hvis denne reaksjonen, (som kalles en eliminasjonsreaksjon fordi et like molekyl spaltes av et stort), går andre veien, kalles den en addisjonsreaksjon, fordi det da blir "lagt til" en $-\text{OH}$ -gruppe

Svovelsyre som katalysator

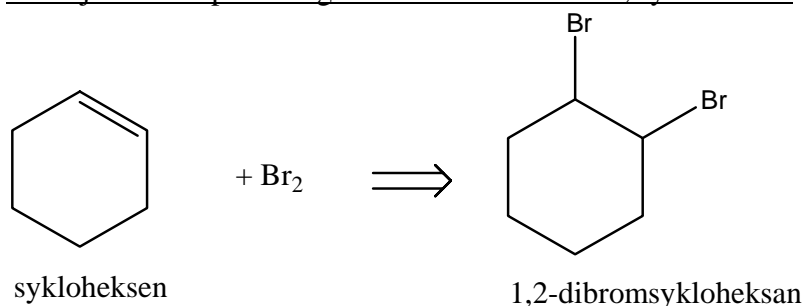
Svovelsyren trekker også til seg vann, og dette gjør at reaksjonen blir forskjøvet mot høyre. Vi får altså et større utbytte sykloheksen.

Reaksjonslikninger

Reaksjonen i pørekolben

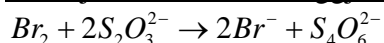


Reaksjonen ved påvisning av vårt umettede alken, sykloheksen



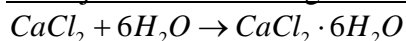
Sykloheksen er fargeløs, Br₂ har en brunfarge og 1,2-dibromsykloheksan er fargeløs. Vi kan påvise umettede forbindelser (alkener) ved at brunfargen på løsningen forsvinner. (Hvis vi da ikke har alt for mye brom.) Dette er en addisjonsreaksjon. Vi må huske på at brom kan avfarges ved substitusjonsreaksjon med noen forbindelser, for eksempel aceton.

Reaksjonen ved uskadeliggjøring av brom



brom + tiosulfat \rightarrow brom-anion + tetrationsat

Reaksjonen ved tilsetning av vannfritt kalsiumklorid



Kalsiumkloridet blir altså tilsatt for å binde opp vann.

Konklusjon

1 mol sykloheksanol tilsvarer 1 mol sykloheksen, og ved 100% utbytte ville vi fått n antall mol eller m gram sykloheksen:

$$n_{\text{sykloheksen}} = n_{\text{sykloheksanol}} = \frac{m}{M_m} = \frac{0,68\text{g}}{100,12 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 0,00679\text{mol}$$

$$m_{\text{sykloheksen}} = n \cdot M_m = 0,00679\text{mol} \cdot 82,14 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 0,56\text{g}$$

Vi fikk ut 0,45 g sykloheksen, av 0,56 g teoretisk mulige. Dette tilsvarer da en utbytteprosent på:

$$\%_{m_{\text{sykloheksen}}} = \frac{m_{\text{praktisk}}}{m_{\text{teoretisk}}} \cdot 100\% = \frac{0,45\text{g}}{0,56\text{g}} \cdot 100\% = 80,36\%$$

Feilkilder

I dette forsøket mister vi mye stoff på veien. Noe sykloheksen fordamper ut av Hickmankolonnen, noe blir liggende igjen i folden og ved hver overføring fra glass til glass vil det være noe stoff igjen i det ene glasset.

Foruresning av stoffene før oppmåling, under, eller etter kan forstyrre eller ødelegge resultatet vi er ute etter. Vi må være påpasselige med å bruke samme dråpeteller i samme flaske, eller bruke en ren en. Vi må også observere nøye, slik at vi ikke ”går glipp av” reaksjoner.