

Eksperiment 5: Eliminerasjonsreaksjoner - syntese av sykloheksen

Sammendrag

Sykloheksen er syntetisert fra sykloheksanol i en fosforsyrekatalysert dehydreringsreaksjon, og bromtest og Jones-reagens er brukt til å analysere produktet. Utbytte var på 7,53 g som er 76 % av teoretisk utbytte og testene indikerte tilstedeværelse av sykloheksen, med lite/ingen tilstedeværelse av sykloheksanol.

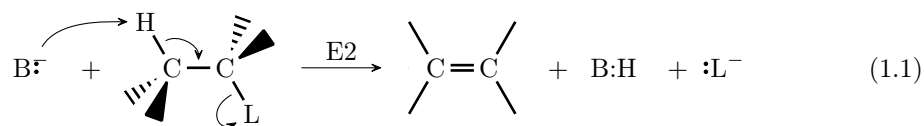
1 Teori

1.1 Eliminerasjonsreaksjoner

Eliminerasjonsreaksjoner, generelt er reaksjoner hvor et hydrogen og en annen utgående gruppe elimineres fra et organisk molekyl og etterlater en dobbeltbinding eller trippeltbinding. Disse reaksjonene følger oftest en av de to hovedmekanismene, E2 eller E1^[1].

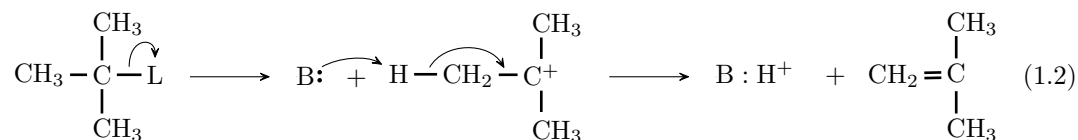
1.2 E2 mekanismen

Denne mekanismen skjer i ett steg hvor en sterk base reagerer med et hydrogen i utgangstoffet og danner en dobbeltbinding til et karbonatom ved siden av hvor en utgående gruppe går ut. Mekanismen er bimolekylær og er hastighetsavhengig av konsentrasjonen til både basen og substratet. Mekanismen er beskrevet i ligning 1.1

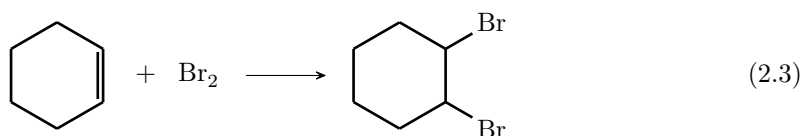
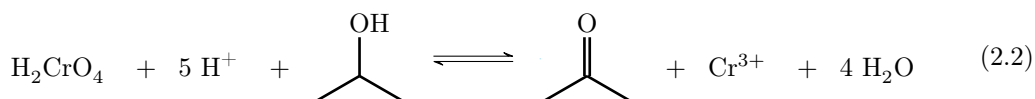
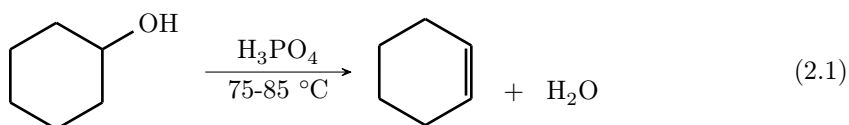


1.3 E1 mekanismen

Denne mekanismen er en unimolekylær mekanisme hvor det hastighetsbestemende trinnet er dannelsen av et karbokasjon. I neste steget vil en base ved høye temperaturer reagere med et hydrogen som i E2 reaksjonen. Ved lave temperaturer vil heller en S_N1 substitusjon skje. Eliminering av vann (dehydrering) i alkoholer vil kreve et ekstra steg for å gjøre hydroksylgruppen til en bedre utgående gruppe. Dette gjøre ofte med å protonere med en syre, eller reagere med mesylat eller tosylat^[1]. Mekanismen er beskrevet i ligning 1.2



2 Reaksjonsligninger



3 Fysikalske data

Tabell 3.1 viser relevante fysikalske data til forbindelser brukt i dette forsøket.

Tabell 3.1: Fysikalske data for aktuelle forbindelser [2] [3]

Forbindelse	Molar masse [g/mol]	Kokepunkt [$^{\circ}\text{C}$]	Kokepunkt av azeotrop [$^{\circ}\text{C}$]
Sykloheksanol	100,16	161,8	97,8
Sykloheksen	82,14	83	70,8

4 Eksperimentelt

4.1 Destillasjon og ekstraksjon

Sykloheksanol (12.00 g) ble tilsatt fosforsyre (85%, 2 mL) og satt opp til fraksjonert destillasjon. Løsningen ble kokt på lav temperatur i 10 minutter før den ble destillert over på 75-85 $^{\circ}\text{C}$.

Destillatet ble tilsatt NaHCO_3 (mettet, 2 mL) og kaldt vann (5 mL), fasene ble separert og den organsike fasen ble tørket over vannfri MgSO_4 . Produktet ble pipetert ut og filtrert gjennom glassull.

4.2 Analyse av produkt

4.2.1 Test for alken

Produkt (1 dråpe) ble tilsatt bromløsning (1 M i aceton, 4 dråper).

4.2.2 Test for utganstoff

Produkt (1 dråpe) ble løst i aceton (1 mL) og tilsatt Jones-reagens (1 dråpe).

5 Resultat

Resultater for utbytte er listet i tabell 5.1.

Tabell 5.1: Resultat for utbytte og produktanalyser

Produkt	Masse [g]	Stoffmengde [mmol]	Utbytte
Sykloheksen	7,53	91,7	76 %
Forbindelse	Tilstedeværelse		
sykloheksen	Ja		
sykloheksanol	Lite/ingen		

6 Diskusjon

Test med Jones-reagens viste ingen synlig avvik fra test av ren sykloheksanol, altså ingen grønnfarge fra Cr^{3+} (ligning 2.2) som indikerer veldig lite forurensing av utgangstoffet. Forurensning av sykloheksanol ville lett skjedd om temperaturen ble holdt for høyt da på grunn av azeotroper (tabel 3.1) er kokepunktet til sykloheksanol mye lavere og har lett for å bli destilert over før alt har reagert. Bromtesten mistet all farge umiddelbart som viser god tilstedeværelse av alken (ligning 2.3). Fosforsyre katalyserer dehydreringen av sykloheksanol i en E1 eliminasjonsreaksjon, som vist i ligning 2.1. Spor av fosforsyre i produktet nøytraliseres med natriumbikarbonat og hindrer addisjon av vann i ekstraksjonen.

Trondheim, 3. mars 2018

Marcus Takvam Lexander

Referanser

- [1] Solomons Graham, T.W., Fryhle B. Craig, Snyder A. Scott, *Solomons' Organic Chemistry*. Wiley, 12th ed., 2016. s. 287-298
- [2] W. Haynes, *CRC handbook of chemistry and physics*. Boca Raton: CRC Press, 95th ed., **2014**. Physical constants of organic compounds
- [3] W. Tamplin, *Azeotropic Data II - ACS Publications*. Washington: DC, **1973**.