



PRÁCTICA

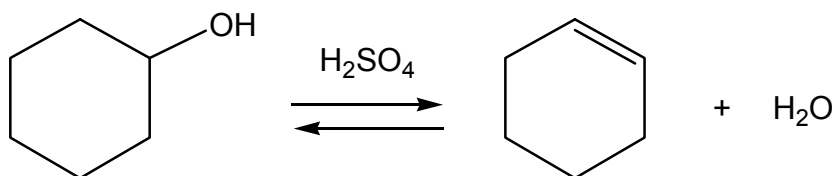
3

Deshidratación de Alcoholes. Obtención de Ciclohexeno.

I. OBJETIVOS.

- Preparar ciclohexeno por deshidratación catalítica de ciclohexanol.
- Comprender la influencia de factores experimentales que modifican una reacción reversible.

REACCIÓN:



	Ciclohexanol	Ácido sulfúrico (98%)	Ciclohexeno
Masa molar (g/mol)			
Densidad (g/mL)			
Punto de fusión (°C)			
Punto de ebullición (°C)			
Masa (g)			
Volumen (mL)			
Cantidad de sustancia (mol)			



II. MATERIAL.

Agitador de vidrio	1	Probeta graduada de 25 mL	1
Anillo metálico	1	Pipeta graduada de 5 mL	1
Colector	1	Refrigerante con mangueras	1
Columna vigreux	1	Tubo de vidrio de 20 cm	1
Embudo de separación con tapón	1	Pinzas de tres dedos con nuez	3
Matraces erlenmeyer de 50 mL	2	Termómetro de -10 a 400 °C	1
Matraz kitazato	1	Tubo de goma de 30 cm	1
Matraz bola quickfit de 25 mL	1	Tela alambre con asbesto	1
Mechero con manguera	1	Porta-termómetro	1
"T" de destilación	1	Tubos de ensayo	2
Vaso de precipitados de 250 mL	2	Matraz pera de una boca de 50 mL	1
"T" de vacío	1	Tapón monohoradado	1
Espátula	1	Recipiente de peltre	1

III. SUSTANCIAS.

Ciclohexanol	10.0 mL	Tetracloruro de carbono	5.0 mL
Ácido sulfúrico conc. (98 %)	0.5 mL	Disol. de KMnO_4 al 0.2%	25 mL
Disol. de NaHCO_3 al 5%	15 mL	Disol. de bromo en CCl_4	1 mL
Sulfato de sodio anhidro	2.0 g	Disol. saturada de NaHCO_3	15 mL
Bicarbonato de sodio	2.0 g	Cloruro de sodio Q. P.	2.0 g

IV. INFORMACIÓN.

La reacción para obtener ciclohexeno a partir de ciclohexanol es reversible.

La reversibilidad de una reacción se puede evitar:

- Si se elimina el producto del medio de reacción a medida que ésta sucede.



- ii) Si se aumenta la concentración de uno o varios de los reactivos.
- iii) Si se aumenta o disminuye la temperatura en el sentido que se favorezca la reacción directa, etc.

Por lo tanto, las condiciones experimentales en las que se efectúa una reacción determinan los resultados de ésta, en cuanto a calidad y cantidad del producto obtenido.

V. PROCEDIMIENTO.

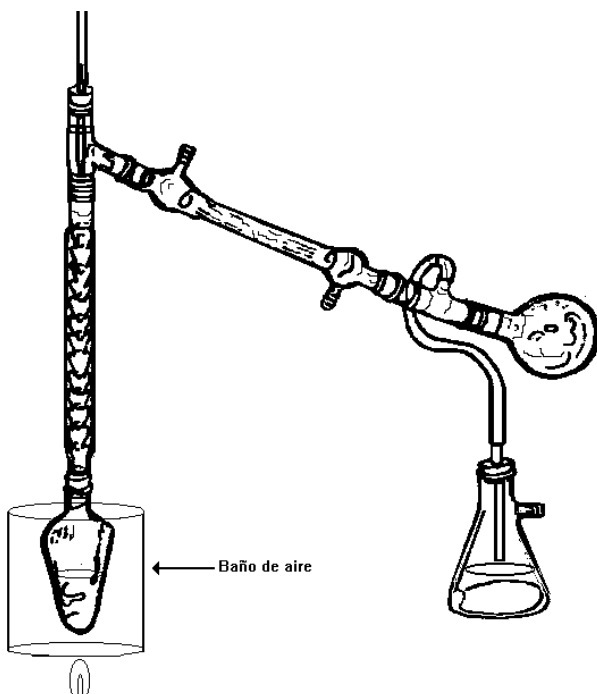
Preparar el ciclohexeno a partir de ciclohexanol por dos procedimientos diferentes (**Método A y Método B**) y comparar los resultados obtenidos en cuanto a calidad y cantidad del producto, con el fin de determinar qué método es más eficiente.

Luego se comprobará a través de reacciones específicas de identificación, la presencia del enlace doble C=C en el ciclohexeno obtenido (pruebas de insaturación).

Método A. Por eliminación del producto del medio de reacción por un proceso de destilación.

Monte un equipo de destilación fraccionada (*Nota 1*). En el matraz pera de una boca de 50 mL coloque 10 mL de ciclohexanol, agregue gota a gota y agitando 0.5 mL de ácido sulfúrico concentrado, agregue cuerpos de ebullición y adapte el resto del equipo. Posteriormente vierta en la trampa 25 mL de la disolución de permanganato de potasio.

Emplee un baño de aire y caliente moderadamente el vaso de precipitados con el mechero, a través de la tela de asbesto. Reciba el destilado en el matraz de bola y colecte todo lo que destile entre 80-85 °C enfriando con un baño de hielo.



Suspenda el calentamiento cuando sólo quede un pequeño residuo en el matraz o bien empiecen a aparecer vapores blancos de SO_3 (Nota 2).

Sature el destilado con cloruro de sodio y decántelo en el embudo de separación, lávelo 3 veces con una disolución de bicarbonato de sodio al 5 % empleando porciones de 5 mL cada vez.

Coloque la fase orgánica en un vaso de precipitados y

séquela con sulfato de sodio anhidro. Esta fase orgánica debe ser ciclohexeno, el cual deberá purificar por destilación simple, empleando un baño de aire (Nota 3). Colecte la fracción que destila a la temperatura de ebullición del ciclohexeno (Nota 4).

La cabeza y la cola de la destilación pueden utilizarse para hacer las pruebas de insaturación, que se indican al final de este procedimiento. Mida el volumen obtenido del producto y calcule el rendimiento de la reacción.

Método B. Por reflujo directo, manteniendo el producto en el medio de reacción.

La realización de este método tiene por objetivo establecer una comparación con el anterior en cuanto a los resultados que se obtengan. Por esta razón, sólo un alumno pondrá en práctica este método en tanto los demás deberán tomar en cuenta este resultado para hacer la comparación respectiva.

Monte un equipo de reflujo directo. En el matraz pera de una boca coloque 10 mL de ciclohexanol, agregue gota a gota y agitando 0.5



mL de ácido sulfúrico concentrado, agregue cuerpos de ebullición y adapte el resto del equipo.

Caliente el sistema con el mechero a través de la tela de alambre con asbesto, empleando un baño de aire, durante 45 minutos. Luego déjelo enfriar un poco y vierta la mezcla de reacción en una suspensión de 2 g de bicarbonato de sodio en 10 mL de agua.

Separe entonces la fase orgánica, lávela con 3 porciones de 5 mL de una disolución saturada de bicarbonato de sodio y séquela con sulfato de sodio anhidro. Purifique el ciclohexeno obtenido por destilación simple, empleando un baño de aire (*Nota 4*). Mida el volumen obtenido del producto y calcule el rendimiento de la reacción.

REALICE LAS SIGUIENTES PRUEBAS DE INSATURACIÓN:

1) Reacción con Br_2/CCl_4 .

En un tubo de ensayo coloque 1 mL de disolución de bromo en tetracloruro de carbono, agregue 1 mL de ciclohexeno y agite. Observe e interprete los resultados. Escriba la ecuación de la reacción que se lleva a cabo.

2) Reacción con KMnO_4 .

En un tubo de ensayo coloque 1 mL de disolución de permanganato de potasio y acidifíquela a pH 2 ó 3 (puede utilizarse la disolución de KMnO_4 de la trampa), agregue 1 mL de ciclohexeno y agite. Observe e interprete los resultados. Escriba la ecuación de la reacción que se lleva a cabo.



Resuma en el siguiente cuadro los datos experimentales de los dos métodos de obtención del ciclohexeno.

Método	Condiciones experimentales	Temperatura de la destilación (°C)	Volumen del destilado (mL)	Rendimiento de la reacción (%)
A				
B				

Notas:

- 1) Para aumentar el gradiente de temperatura en la columna cúbrala exteriormente con fibra de vidrio.
- 2) Enfríe muy bien el aparato antes de desmontar y coloque el matraz de bola con su tapón en un baño de hielo.
- 3) Tenga cuidado de utilizar el material bien limpio y seco.
- 4) El punto de ebullición del ciclohexeno es de 83-84 °C a 760 mm Hg y como la presión atmosférica en la Ciudad Universitaria, D. F. es de 570-590 mm Hg, el punto de ebullición del ciclohexeno es de 71-74 °C.

VI. ANTECEDENTES.

- a) Propiedades físicas, químicas y toxicidad de reactivos y productos.
- b) Deshidratación catalítica de alcoholes para obtener alquenos. Mecanismo de reacción.



- c) Influencia de las condiciones experimentales en la reversibilidad de una reacción.
- d) Reacciones de adición a enlaces dobles.

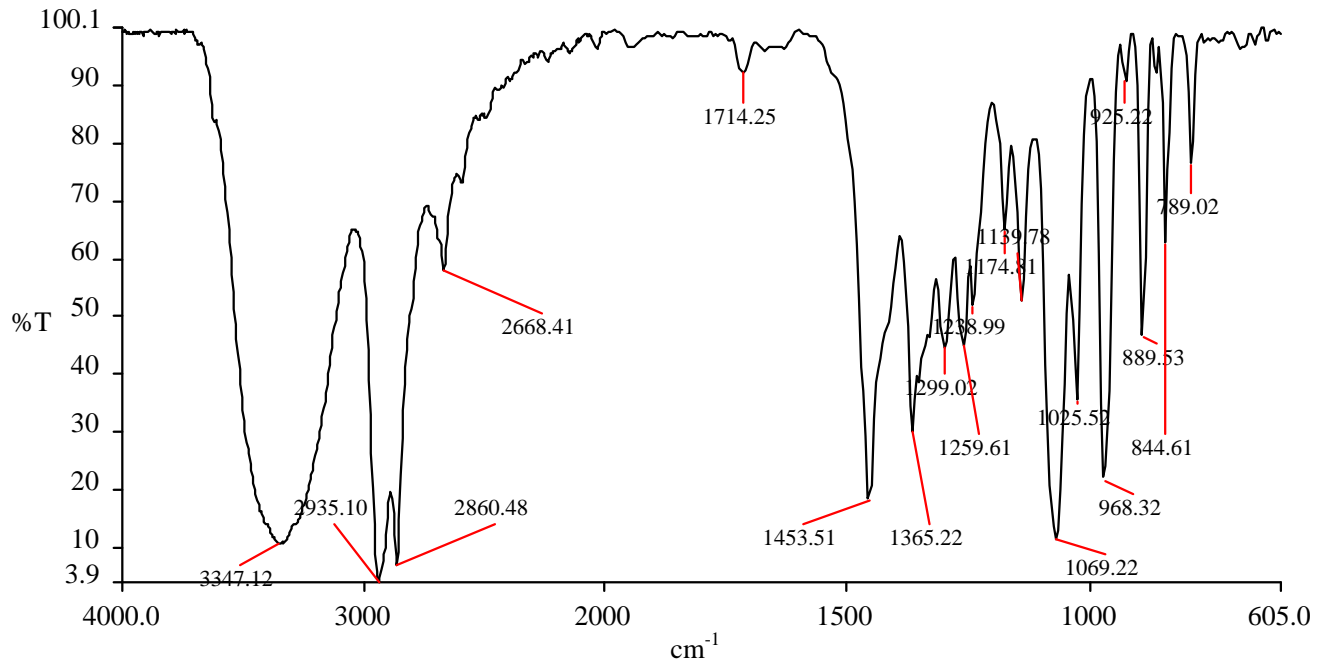
VII. CUESTIONARIO.

- 1) Con base en los resultados obtenidos, ¿cuál de los dos métodos es el más eficiente para obtener ciclohexeno? Explique.
- 2) a) ¿Qué es una reacción reversible?
b) ¿Qué es una reacción irreversible?
c) ¿Qué es una reacción en equilibrio?
- 3) ¿Cuáles fueron los principales factores experimentales que se controlaron en esta práctica?
- 4) ¿Qué debe hacer con los residuos de la reacción depositados en el matraz antes de desecharlos por el drenaje?
- 5) ¿Cuál es la toxicidad de los productos que se forman al realizar las pruebas de instauración?
- 6) Asigne las bandas principales presentes en los espectros de IR a los grupos funcionales de reactivos y productos.

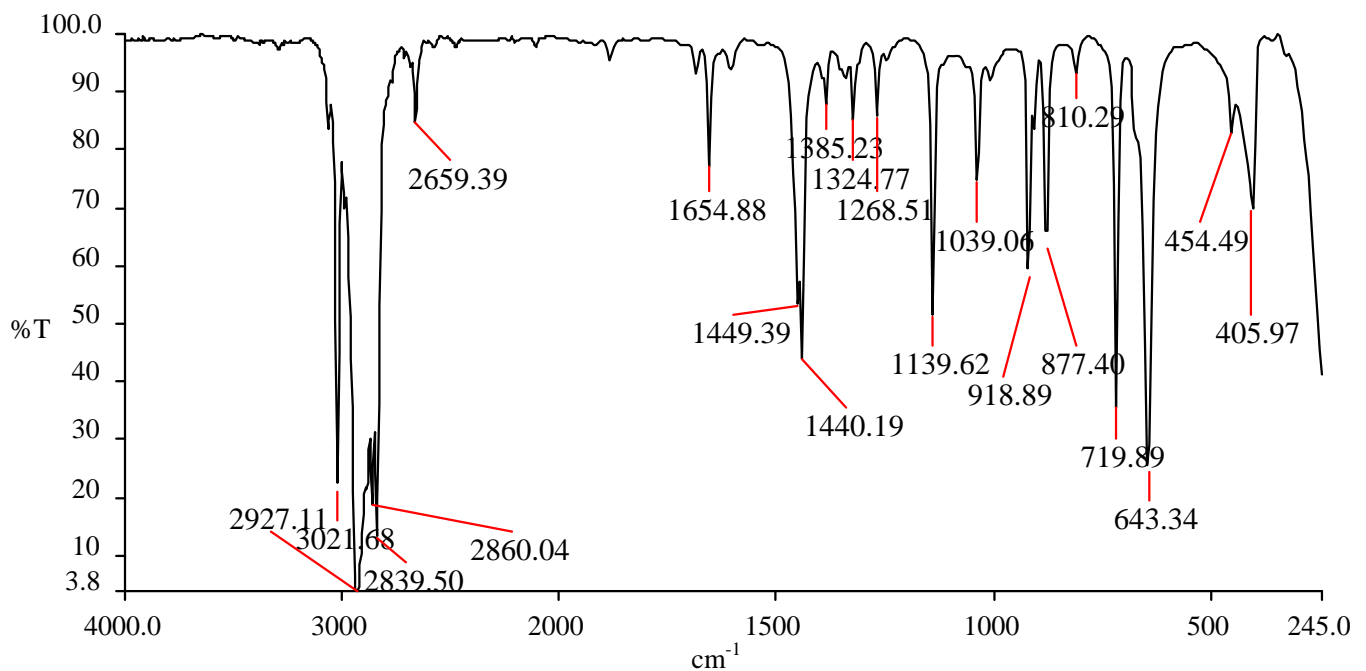


VIII. ESPECTROS DE IR.

a) Espectro de IR del ciclohexanol.



b) Espectro de IR del ciclohexeno.



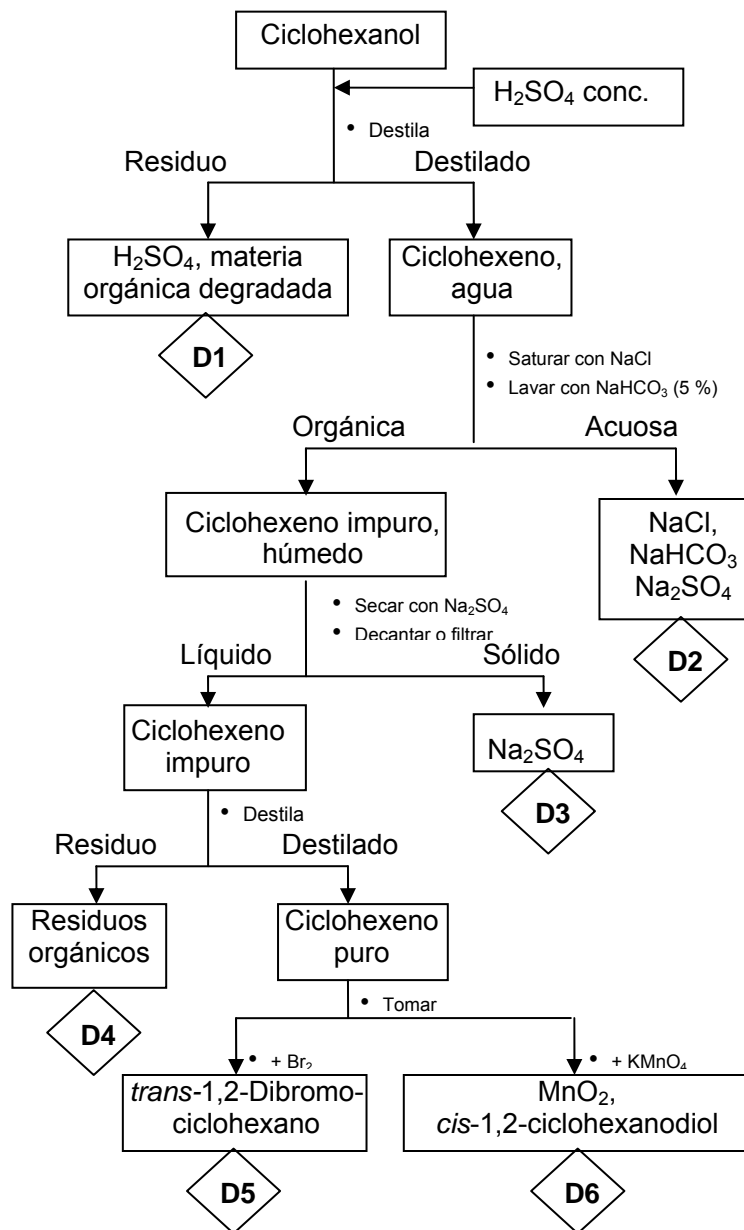


IX. BIBLIOGRAFÍA.

- 1) Brewster, R. Q., Vanderwerf, C. A., Curso de Química Orgánica Experimental, Alambra, Madrid, 1974.
- 2) Vogel, A. I., Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry, John Wiley, New York, 1989.
- 3) Pavia, D., Lampman, G. M., Kriz, Jr. G. S., Introduction to Organic Laboratory Techniques: A Microscale Approach, Thomson Brooks, California, 2007.
- 4) Lehman, J. W., Operational Organic Chemistry: A Laboratory Course, Allyn & Bacon, Boston, 1988.
- 5) Mohring, J. R., Neckers, D. C., Laboratory Experiments in Organic Chemistry, D. van Nostrand Company, Inc., New York, 1973.



OBTENCIÓN DE CICLOHEXENO.



D1: Separar fases, mandar a incineración la fase orgánica, utilizar la fase acuosa para neutralizar D2.

D2: Neutralizar con D1 y revisar el pH.

D3: Secar para uso posterior.

D4, D5: Mandar a incineración.

D6: Filtrar el MnO₂, etiquetarlo y confinarlo. Revisar el pH al líquido y desechar por el drenaje.