

# PRÁCTICA

# 2

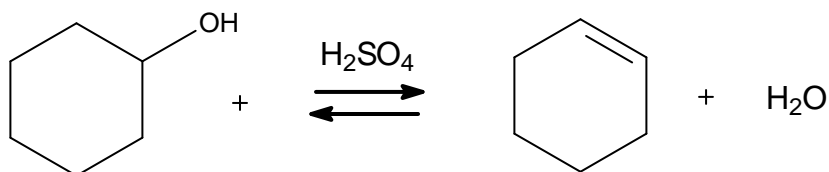
## DESHIDRATACIÓN DE ALCOHOLES:

### PREPARACIÓN DE CICLOHEXENO

#### I. OBJETIVOS

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

#### II. REACCIÓN



|                                   | Ciclohexanol | Ciclohexeno |
|-----------------------------------|--------------|-------------|
| Masa molar (g/mol)                |              |             |
| Densidad (g/mL)                   |              |             |
| Punto de fusión o ebullición (°C) |              |             |
| Masa (g)                          |              |             |
| Volumen (mL)                      |              |             |
| Cantidad de sustancia (mol)       |              |             |

#### III. MATERIAL

|                                |   |                               |   |
|--------------------------------|---|-------------------------------|---|
| Agitador de vidrio             | 1 | Pinzas de tres dedos con nuez | 3 |
| Anillo metálico                | 1 | Portatermómetro               | 1 |
| Colector                       | 1 | Probeta graduada de 25 mL     | 1 |
| Columna Vigreux                | 1 | Recipiente de peltre          | 1 |
| Embudo de separación           | 1 | Refrigerante                  | 1 |
| Espátula de acero Inoxidable   | 1 | "T" de destilación            | 1 |
| Manguera de hule para conexión | 1 | "T" de vacío                  | 1 |
| Mangueras para refrigerante    | 2 | Tapón esmerilado 14/23        | 1 |
| Matraz bola QF de 25 mL        | 1 | Tapón monohoradado            | 1 |
| Matraz Erlenmeyer de 50 mL     | 2 | Tela de alambre con asbesto   | 1 |
| Matraz Kitazato                | 1 | Termómetro -10 a 400 °C       | 1 |
| Matraz pera de 50 mL           | 1 | Tubos de ensayo               | 2 |
| Mechero con manguera           | 1 | Tubo de vidrio de 20 cm       | 1 |
| Pipeta graduada de 10 mL       | 1 | Vaso de pp de 100 mL          | 1 |
|                                |   | Vaso de pp de 250 mL          | 1 |

#### IV. SUSTANCIAS

|                                  |         |   |         |
|----------------------------------|---------|---|---------|
| Ciclohexanol                     | 10.0 mL | Tetracloruro de carbono                   | 5.0 mL  |
| Ácido sulfúrico conc.            | 0.5 mL  | Disol. de $\text{KMnO}_4$ al 0.2%         | 25.0 mL |
| Disol. de $\text{NaHCO}_3$ al 5% | 15.0 mL | Disol. saturada de $\text{NaHCO}_3$       | 15.0 mL |
| Sulfato de sodio anhidro         | 2.0 g   | Cloruro de sodio                          | 2.0 g   |
| Bicarbonato de sodio             | 2.0 g   | Disol. de $\text{Br}_2$ en $\text{CCl}_4$ | 1.0 mL  |

#### V. INFORMACIÓN

- a) La reacción para obtener ciclohexeno a partir de ciclohexanol es reversible.
- b) La reversibilidad de una reacción se puede evitar:
- i) 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.

- c) 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.

## VI. PROCEDIMIENTO

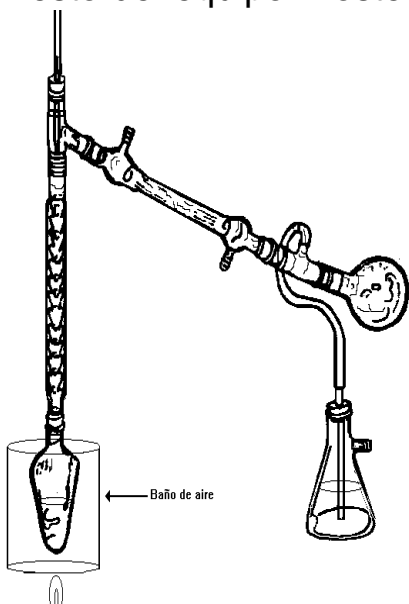
Preparar el ciclohexeno a partir de ciclohexanol por dos procedimientos diferentes (**Método A y Método B**) y comparar los resultados obtenidos en cuanto a calidad y cantidad del producto, con el fin de determinar qué método es más eficiente.

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

### Método A. Por destilación fraccionada.

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 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<sub>2</sub>. (*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 y entréguelo al profesor. Calcule el rendimiento de la reacción.

### **Método B.** Por reflujo directo.

La realización de este método tiene por objeto 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 que 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.

Mida el volumen obtenido y entréguelo al profesor. Calcule el rendimiento de la reacción.

## REALICE LAS SIGUIENTES PRUEBAS DE INSATURACIÓN.

### 1) Reacción con $\text{Br}_2/\text{CCl}_4$ .

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 reacción que se lleva a cabo.

### 2) Reacción con $\text{KMnO}_4$ .

En un tubo de ensayo coloque 1 mL de disolución de permanganato de potasio (acidule a pH 2 ó 3), agregue 1 mL de ciclohexeno y agite. Observe e interprete los resultados. Escriba 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 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 de Hg, y como la presión atmosférica en la Ciudad Universitaria, D. F., es de 570-590 mm de Hg, el punto de ebullición del ciclohexeno es de 71-74 °C.

## VII. ANTECEDENTES

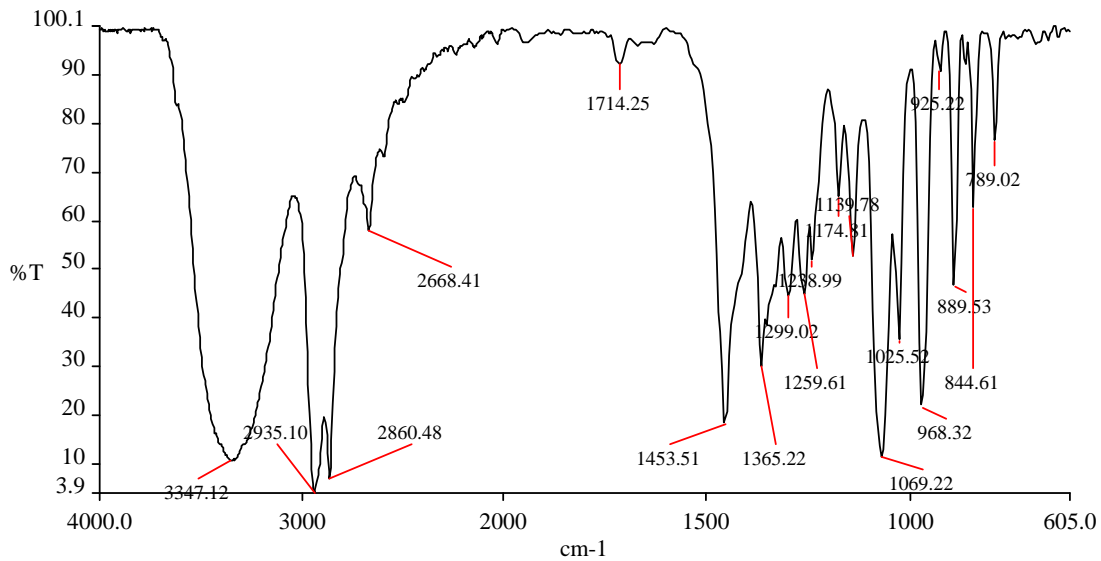
- 1) Propiedades físicas, químicas y toxicidad de reactivos y productos.
- 2) Deshidratación catalítica de alcoholes para obtener alquenos. Mecanismo de reacción.
- 3) Influencia de las condiciones experimentales en la reversibilidad de una reacción.
- 4) Reacciones de adición a dobles enlaces.

## VIII. CUESTIONARIO

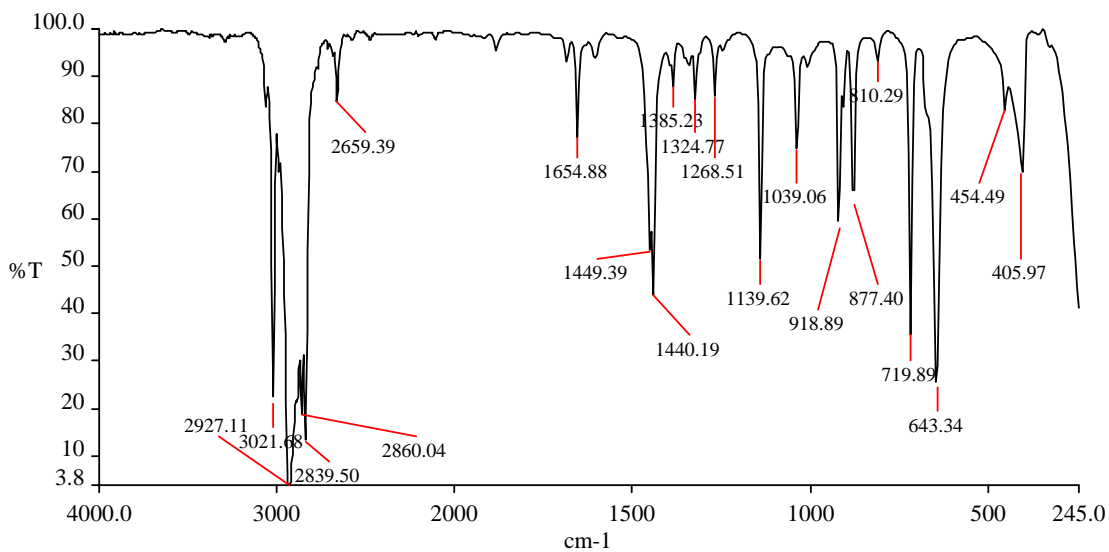
- 1) Con base en los resultados obtenidos, ¿cuál de los dos métodos es el más eficiente para obtener ciclohexeno? Explique por qué.
- 2) a) ¿Qué es una reacción reversible?  
b) ¿Qué es una reacción irreversible?  
c) ¿Qué es una reacción en equilibrio?
- 3) ¿Cuáles fueron los principales factores experimentales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

## Espectros de IR.

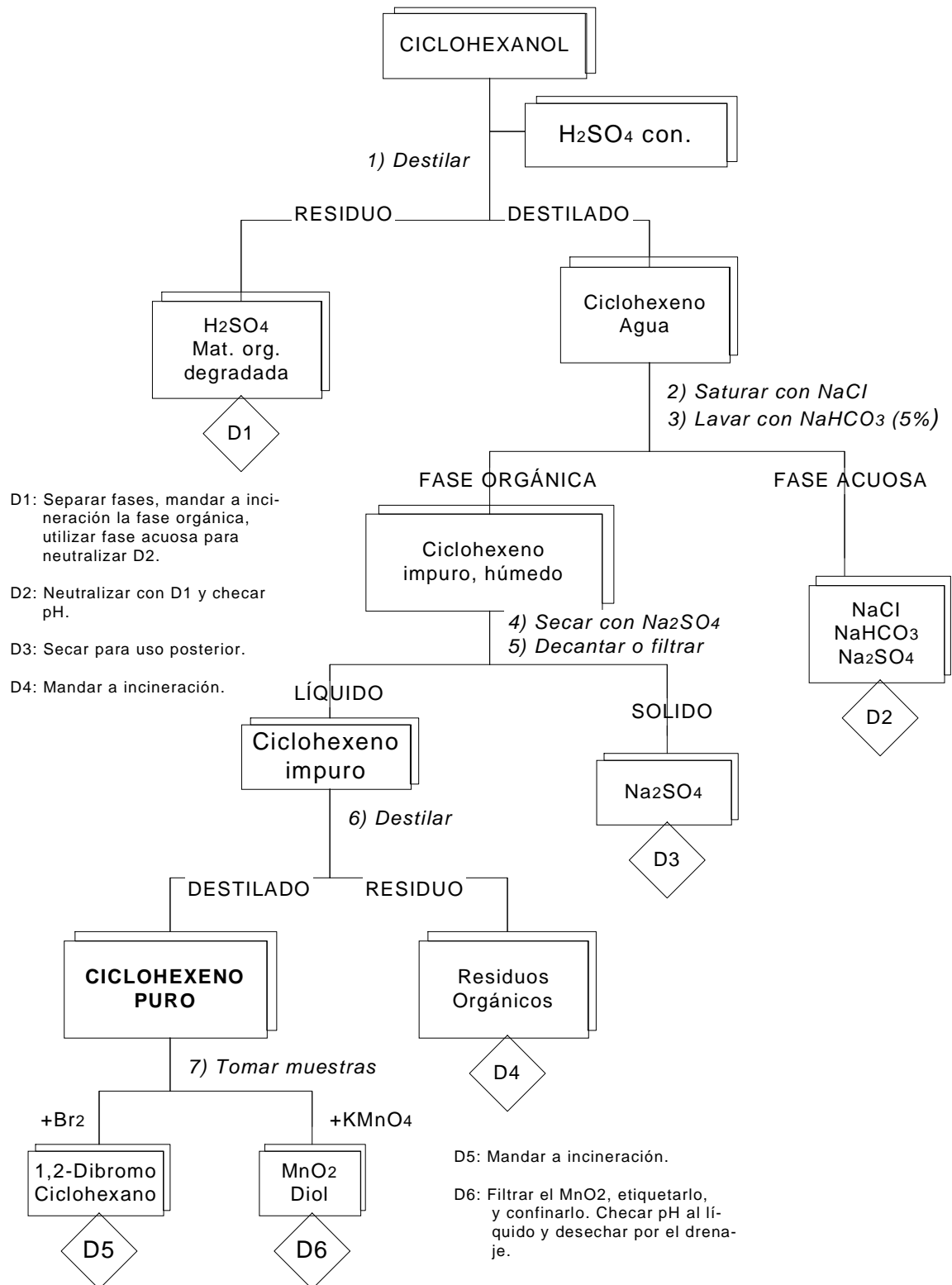
### a) *Ciclohexanol*



### b) *Ciclohexeno*



# OBTENCIÓN DE CICLOHEXENO





## IX. BIBLIOGRAFÍA

- a) R. Q. Brewster, C. A. Vander Werf y W. E. Mc. Ewen.  
Curso Práctico de Química Orgánica.  
2<sup>a</sup> edición, Editorial Alhambra, Madrid (1979).
- b) A. I. Vogel.  
A Textbook of Practical Organic Chemistry.  
5<sup>th</sup> edition, Longmans Scientific and Technical, NY (1989).
- c) D. L. Pavia, G. M. Lampman y G. S. Kriz.  
Introduction to Organic Laboratory Techniques.  
W. B. Saunders Co., Philadelphia (1976).
- d) J. W. Lehman.  
Operational Organic Chemistry.  
3<sup>rd</sup> edition, Prentice Hall, New Jersey, USA (1999).
- e) J. R. Mohring, C. N. Hammond, T. C. Morrill y D. C. Neckers.  
Experimental Organic Chemistry.  
W. H. Freeman and Company, New York, USA (1997).