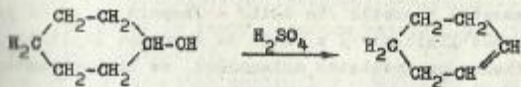


PARTEA A 3-A
SINTEZE ORGANICE

A. HIDROCARBURI

I. Hidrocarburi nesaturate

1. Sinteza ciclohexenei prin deshidratarea ciclohexanolului.



Intr-un balon cu fund rotund de 100 ml./prevăzut cu o coloniță de distilare cu umplură de tuburi de sticlă, cu termometru, refrigerent descendent răcit cu apă, prevăzut cu alonjă și vas de colectare răcit într-o baie de gheață/ se introduce 50 g ciclohexanol (90-95%, p.f.158-163/ și 5 ml H₂SO₄ conc. Se încălzește balonul la 130-140°, într-o baie de nisip. Se distilă încet ciclohexena și apa, pînă ce în balon nu mai rămîne decît un mic reziduu și apare miros de SO₂ /aprox.2,5-3 ore/ Spre sfîrșitul distilării temperatura băii poate crește pînă la 150°. Distilatul se saturează apoi cu sare și se separă stratul de ciclohexenă de cel apos, cu ajutorul unei pîlni de separare. Se usucă cu CaCl₂ anh. și se distilă cu o coloană. Se culege fracțiunea 80-82°. Frațiunile culese înainte și după aceasta se pot redistila, pentru a mai obține ciclohexenă. Frațiunea cu p.f. mai înalt se poate introduce în altă garjă.

Se obțin 32-36 g (79-87%).

Indicații asupra completării jurnalului de laborator.

Asupra fiecărei sinteze efectuate în laborator se va întocmi un referat, care va cuprinde:

1/. Introducere: prezentarea pe scurt a temei lucrării ce se efectuează.

2/. Reacții principale și mecanisme: Se dau reacțiile ce duc la obținerea produsului dorit și, dacă e posibil, se includ și mecanismele acestor reacții.

3/. Tabel de reactanți și produse: se prezintă în formă de tabel greutatea moleculară ale fiecărui reactant și produs și se calculează numărul de moli din fiecare reactiv ce se folosește. Se stabilește reactantul limitativ, adică acel reactant care determină cantitatea maximă de produs ce se poate obține.

4/. Modul de lucru: Se indică bibliografia după care se lucrează, consemnându-se observațiile personale.

5/. Randamentul: Folosind tabelul de reacții și produse, se calculează randamentul teoretic maxim ce se poate obține, pe baza numărului de moli de reactant limitativ și a raportului molar de produs față de reactantul limitativ:

Randamentul teoretic /in moli/ = /raport molar de produs față de reactant limitativ / x /moli de reactant limitativ/. Prin multiplicare cu greutatea moleculară, se obține randamentul teoretic așteptat.

Randamentul real, obținut în sinteză se raportează la randamentul teoretic, exprimându-se în procente:

$$\text{Rand. \%} = \frac{\text{Randament real, în grame}}{\text{Randament teoretic, în grame}} \times 100$$

6/. Proprietățile produsului: Se indică proprietățile fizice ale produsului obținut: p.t., p.f., n_D^{20} , culoare, formă cristalină, eventual spectre I.R., R.M.N., etc.

7/. Reacții secundare: se indică toate reacțiile secundare ce pot avea loc.

8/. Alte metode de preparare: se indică, pe baza studierii cursului, alte posibilități de a obține același produs, justificându-se, dacă este cazul, alegerea sintezei adoptate.

9/. Metodele de purificare: se întocmește o schemă a purificării, sub forma unui flux de materiale, arătând cum se elimină substanțele nedorite și cum se ajunge la produsul pur.

10/. Exerciții și răspunsuri.

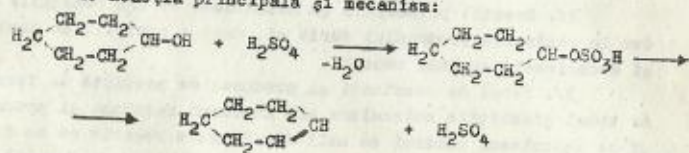
Exemplu:

Sinteza ciclohexenei prin deshidratarea ciclohexanolului.

1. Introducere:

Se prepară ciclohexena din ciclohexanol, prin eliminarea unei molecule de apă, cu ajutorul acidului sulfuric.

2. Reacția principală și mecanism:



3. Tabel de reacții și de produse

Compusul	Caracteristici		M.	Greutate		Volu	Moli	Raport molar
	conc. d.	g/ml		Substanță	Tehn. Pură			
Ciclohexanol	93	0,945	100	50	46,5	47	0,465	1
H ₂ SO ₄	96	1,84	98	9,2	9,2	5	0,094	0,2
Ciclohexenă	100	0,81	82	-	-	-	-	1

4. Modul de lucru: conform rețetei, pag.57

5. Randamentul:

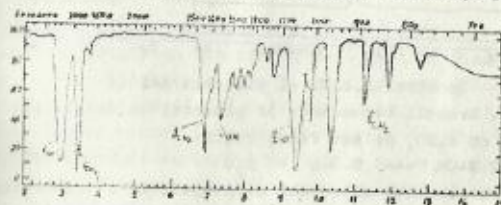
Randamentul teoretic maxim: $1 \times 0,465 \times 82 = 38,13 \text{ g}$

În sinteză s-au obținut G grame

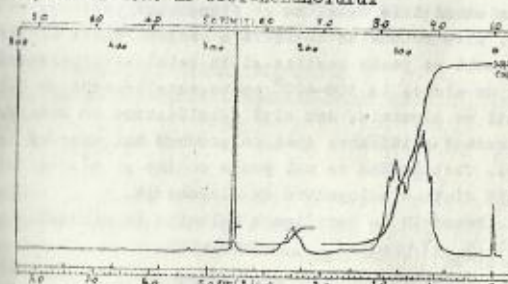
Rand. % = $\frac{G}{38,13} \times 100$. Rezultatul obținut se compară cu randamentul indicat în rețetă.

6. Proprietățile fizice ale produsului: Ciclohexena este un lichid incolor, cu p.t. -80° , p.f. 83° , $d_4^{20} = 0,8098$, $n_D^{20} = 1,4465$, greu solubil în apă, solubil în alcool, eter, etc.

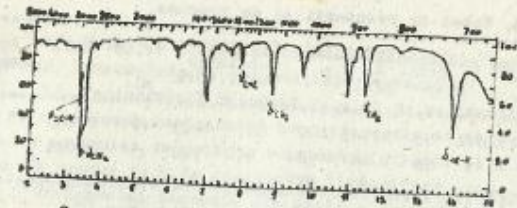
Spectrele I.R. și RMN ale materiei prime și produsului:



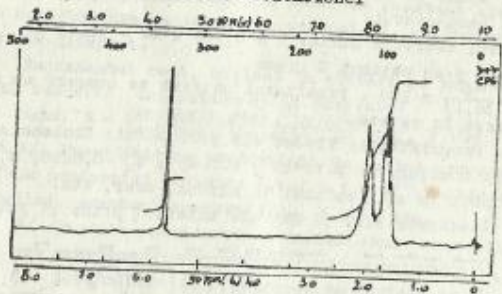
Spectrul I.R. al ciclohexanolului



Spectrul R.M.N. al ciclohexanolului

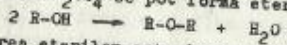


Spectrul I.R. al ciclohexenei



Spectrul R.M.N. al ciclohexenei

§. Reacții secundare: În procesul de deshidratare al alcoolilor cu H_2SO_4 se pot forma eteri:



Formarea eterilor este însă avantajată de o temperatură mai scăzută și de o proporție mai mare de H_2SO_4 . În cazul ciclohexanolului, în condițiile date, nu se scamează prezența eterilor.

§. Alte metode de obținere a ciclohexenei: Eliminarea apei din alcoolii se poate realiza și în cataliză heterogenă, conducând vapori de alcool la $300-400^\circ$ peste catalizatori pe bază de Al_2O_3 silicați de aluminiu, sau alți catalizatori de deshidratare. La ciclohexanol eliminarea apei se produce mai ușor ca la alcoolii primari. Ciclohexena se mai poate obține și prin eliminare de hidracid dintr-o halogenură de ciclohexil.

§. Metodele de purificare folosite în sinteză :

Compuși în amestecul de reacție, dist: $C_6H_{10}, C_6H_{11}OH, H_2O$	} separare	NaCl	strat apos	} Fract. -30° " $80-82^\circ$ C_6H_{10} Rez: $C_6H_{11}OH$
		$CaCl_2$	strat organic $C_6H_{10}, C_6H_{11}OH$ uscare, dist	