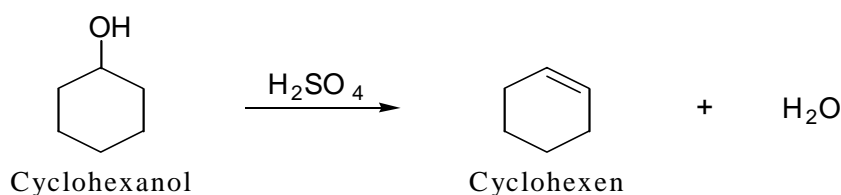


Alkene aus Alkoholen: **Cyclohexen**

Macroscale



Dest. ND,
Vigreuxkol.
Produktana-
lyse mit GC

Chemikalien:

Cyclohexanol : 20 g **Xn**

Schwefelsäure konz.: 4.0 ml **C**

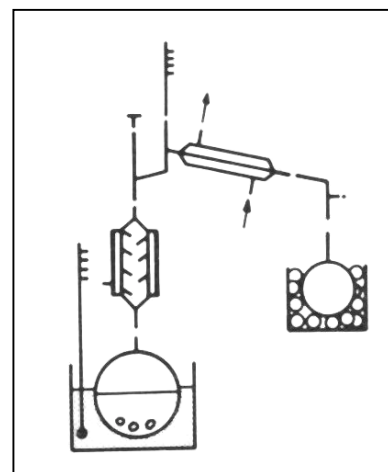
Natriumchlorid-Lösung (gesättigt)

Calciumchlorid

Durchführung der Reaktion:

Nacheinander gibt man 3 ml Wasser, 4 ml konzentrierte Schwefelsäure und 20 g Cyclohexanol sowie einige Siedesteine in einen 100 ml-Spitzkolben. Die Phasen werden durch Schütteln durchmischt. Man beachte die Wärmeentwicklung! Es wird die in der nebenstehenden Abbildung dargestellte Apparatur für eine fraktionierte Destillation mit Vigreuxkolonne benutzt und der Vorlagekolben eisgekühlt.

Man beachte den reaktionsstartenden Effekt des Erwärmens! Es wird destilliert, bis kein Cyclohexen mehr überdestilliert und der Rückstand im Destillationskolben nur noch etwa 5 bis 7 ml beträgt. Man beobachte den Siedetemperaturbereich!



Isolierung und Reinigung

Das Destillat wird mit Natriumchlorid versetzt, bis sich nichts mehr löst, dann das Cyclohexen abgetrennt, mit Calciumchlorid getrocknet und über eine Vigreux-Kolonne fraktionierend destilliert. Zum Schluß entfernt man die Vigreux-Kolonne (vorher abkühlen lassen!) und destilliert in einen leeren Vorlagekolben weiter bis K_p ca. 86°C . Man vergleicht Siedepunkt und Brechungsindex mit dem zuerst gewonnenen Produkt und vereint die Fraktionen bei guter Übereinstimmung.

Identifizierung

Fertigen Sie ein Gaschromatogramm Ihres Cyclohexens an; versuchen Sie, eventuelle Verunreinigungen zu identifizieren.

Lit.-Ausbeute: ca. 72 % der Theorie

Lit.-nD: 1.446-1.447