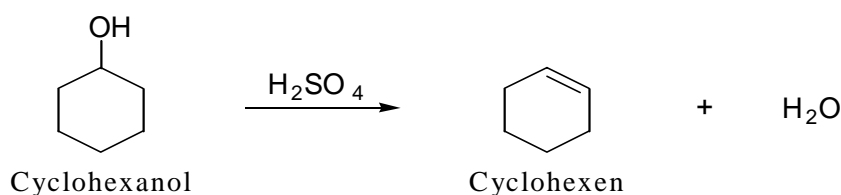


Alkene aus Alkoholen: **Cyclohexen**

Microscale



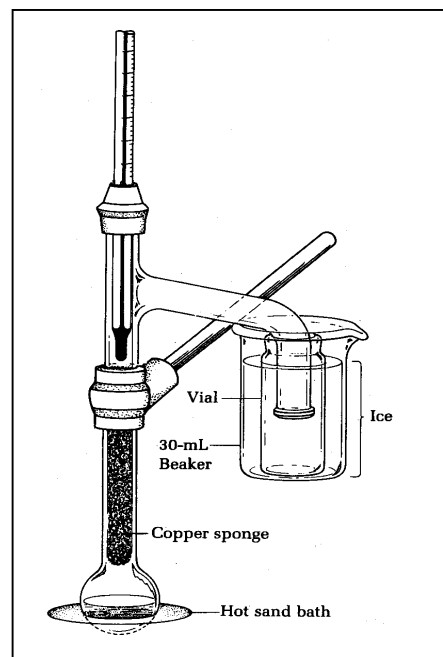
Dest. ND,
Produktana-
lyse mit GC

Chemikalien:

Cyclohexanol : 2.0 g **Xn**
Schwefelsäure konz.: 0.40 ml **C**
Toluol: 2.0 ml **F, Xn**
Natriumchlorid-Lösung (gesättigt)
Calciumchlorid **Xi**
Aceton **F**
Ethanol **F**

Durchführung der Reaktion:

Nacheinander gibt man 0.3 ml Wasser, 0.4 ml konzentrierte Schwefelsäure und 2.0 ml Cyclohexanol sowie einige Siedesteine in einen 5 ml-Langhals-Rundkolben. In den Hals des Kolbens wird ein Propf von Glaswolle geschoben und die Phasen werden durch Schütteln durchgemischt. Man beachte die Wärmeentwicklung! Es wird die in der Abbildung dargestellte Apparatur für eine fraktionierte Destillation benutzt. Man beachte, dass die Spitze des Thermometers vollständig unter dem Seitenarm des Destillationsbrückenkopfes sitzt. Die Kolonne und der Brückenkopf werden mit Alufolie umwickelt.



Das Reaktionsgemisch wird vorsichtig auf dem Sandbad erhitzt. Es wird destilliert, bis der Rückstand im Destillationskolben etwa 0.5 bis 1 ml beträgt und sich nur noch sehr wenig Destillat bildet. Man beobachte den Temperaturbereich!

Nachdem das Sandbad entfernt wurde, lässt man die Apparatur etwas abkühlen, entfernt kurz das Thermometer und gibt mit einer Pasteur-Pipette 2 ml Toluol durch die Kolonne in den Kolben. Man halte fest, wie groß die obere Phase im Destillationskolben ist und destilliert erneut, bis das Volumen dieser Phase nur noch etwa halb so groß ist.

Isolierung und Reinigung

Das Destillat wird in ein Reagenzglas überführt, der Vorlagekolben mit etwas Toluol ausgespült. Toluol wird zum Nachspülen bei allen folgenden Arbeitsschritten benutzt.

Das Destillat wird mit dem gleichen Volumen gesättigter Natriumchlorid-Lösung gewaschen. Die wässrige Phase wird abgetrennt und zur organischen Phase wird solange wasserfreies Calciumchlorid gegeben, bis es nicht mehr zusammen klumpt. Man lässt etwa 15 min. trocknen und schüttelt dabei die organische Phase mit dem Trockenmittel mehrmals. Währenddessen wird die Destillationsapparatur nacheinander mit Wasser, Ethanol und etwas Aceton gereinigt. Es ist essentiell wichtig, dass die Apparatur völlig trocken wird, andernfalls wird das Produkt später mit Lösungsmittelresten verunreinigt.

Das trockene Cyclohexen wird in den Destillationskolben überführt, es werden einige Siedesteine hinzu gegeben und destilliert. Sobald die Temperatur 83 °C überschreitet, bricht man die Destillation ab, um Verunreinigung des Destillats mit Toluol zu verhindern.

Identifizierung

Vermerken Sie Ihre Ausbeute in Gramm und Prozent. Überprüfen Sie das Produkt mit Gaschromatographie auf Reinheit.