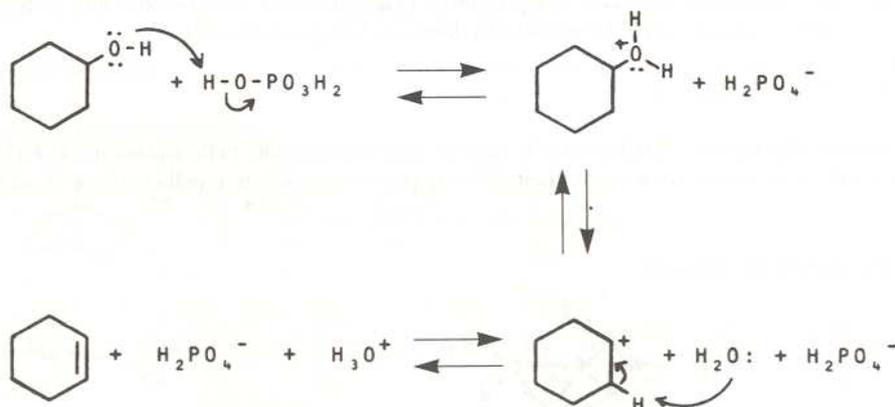


Preparazione del cicloesene per disidratazione del cicloesanololo

Principi teorici

La disidratazione di un alcool è una reazione catalizzata da acidi minerali forti e concentrati, tipo acido solforico o fosforico. Gli acidi protonano l'ossidrilico, che esce quindi come acqua; l'intermedio perde un protone dando l'alchene. Poiché l'acido solforico è spesso causa di una parziale carbonizzazione, in questa esercitazione viene usato l'acido fosforico, che non presenta tale inconveniente.



L'equilibrio della reazione viene spostato verso destra distillando il cicloesene mano a mano che si forma; si ottengono così alte rese. Il cicloesene (p.eb. 83 °C) distilla assieme all'acqua che si forma dalla reazione; siccome il reagente di partenza, il cicloesanololo (p.eb. 161 °C) è relativamente bassobollente, è bene che la temperatura della distillazione non superi di molto 100 °C. Inevitabilmente una piccola quantità di acido fosforico distilla assieme ai prodotti; essa viene eliminata per lavaggio del distillato con soluzione acquosa di carbonato sodico. Per eliminare ogni traccia di acqua passata nel distillato o ceduta durante il lavaggio con base, si secca il prodotto su solfato sodico anidro.

I composti contenenti doppi legami decolorano una soluzione di bromo; questa reazione viene spesso usata come saggio qualitativo per stabilire o meno la presenza di una insaturazione organica.

Reattivi

Nome IUPAC	P.M.	Densità (g/mL)	Punto eb. (°C)	Rischio	Frasi R	Frasi S
Cicloesanololo	100,16	0,963	161	Xn	20/22 – 37/38	16 – 23 – 24/25 36/37/39
Cicloesene	82,14	0,811	83	F	11	16-23- 24/25 33
Acido fosforico 85%	98	1,685	-	C	34	26
Sodio cloruro	58,44	2,165	-	-	-	-
Sodio carbonato 10%	-	-	-	Xi	36	22 - 26
Sodio solfato anidro	142,04	2,68	-	-	-	-
Bromo in CCl ₄	-	-	-	C - T+	26 26/27 – 35 - 40	2 – 7/9 – 26 -38 - 45

Procedimento

Montare un apparecchio per la distillazione semplice, impiegando un pallone da distillazione di 100 mL ed una beuta di raccolta da 50 mL. Quest'ultima deve essere immersa in un bagno a ghiaccio per ridurre al minimo la possibilità che i vapori di cicloesene si disperdano nel laboratorio.

Versare nel pallone di distillazione 20 mL di cicloesanololo ($d = 0,96 \text{ g/mL}$) e 5 mL di acido fosforico all'85%, mescolando accuratamente la miscela. Aggiungere qualche pallina di vetro, far circolare l'acqua di raffreddamento e scaldare la miscela con una piastra elettrica fino a inizio di ebollizione. Il riscaldamento deve essere regolato in modo tale che la temperatura del liquido che distilla non superi $100 \text{ }^\circ\text{C}$.

Quando il residuo nel pallone è ridotto a pochi millilitri, interrompere il riscaldamento e saturare il distillato con cloruro sodico solido, aggiungendolo poco alla volta e agitando dopo ogni aggiunta. Si aggiunge il sale per ottenere una migliore separazione dello strato organico dall'acqua, data la parziale solubilità del cicloesene nell'acqua. Quando il sale non si scioglie più, aggiungere una soluzione di carbonato sodico acquoso al 10 %, in quantità tale da rendere la miscela distillata basica alla cartina indicatrice. Quest'ultimo serve per neutralizzare l'eccesso di acido fosforico secondo la seguente reazione:



Versare la miscela neutralizzata in un imbuto separatore e separare i due strati. Scartare lo strato acquoso aprendo il rubinetto e versare poi lo strato superiore rimasto attraverso il collo dell'imbuto in una beuta da 125 mL. Aggiungervi circa 2-3 g di solfato sodico anidro e agitare di tanto in tanto con movimento rotatorio fino a che il liquido è diventato limpido e quindi anidro (circa 10 – 15 minuti). Se non c'è tempo per continuare l'esperimento, si può interrompere a questo punto, lasciando il cicloesene su solfato sodico e tappando la beuta con un tappo a vite.

Rimontare un apparecchio di distillazione usando un pallone di distillazione da 50 mL e raffreddando la beuta di raccolta con ghiaccio. Decantare il cicloesene seccato nel pallone di distillazione, aggiungere un ebollitore e distillare il cicloesene raccogliendo il prodotto che distilla tra 80 e $85 \text{ }^\circ\text{C}$. Pesare il distillato e calcolare la resa. Effettuare il saggio con bromo e annotare la reazione avvenuta.