

Eksperiment 5 - Eliminasjon

Sammendrag

I dette eksperimentet ble sykloheksen syntetisert fra sykloheksanol ved syrekatalysert eliminasjon. Det ble deretter isolert i 62% utbytte ved destillasjon.

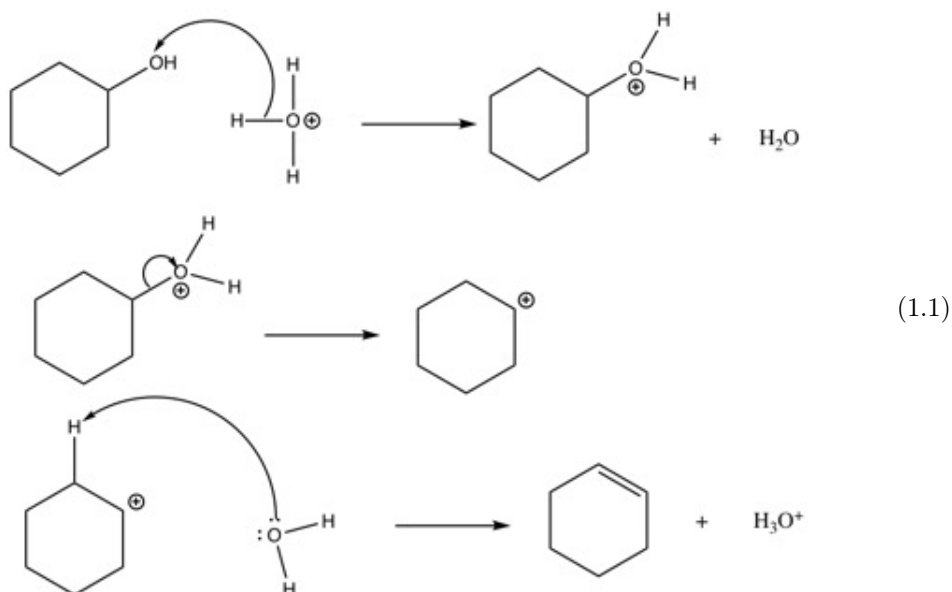
1 Teori

Eliminasjonsreaksjoner er reaksjoner der to grupper fjernes fra et hydrokarbon og det dannes en ny karbon-karbon-binding. Dersom den de utgående gruppene er hydrogen og en OH-gruppe kalles dette dehydrogenering, hvis de utgående gruppene er et halogen og en OH-gruppe kalles det dehydrohalogenering. Tertiære og sekundære hydrokarboner er mer reaktive i eliminasjonsreaksjoner enn primære hydrokarboner.

1.1 E1-eliminasjonsreaksjoner

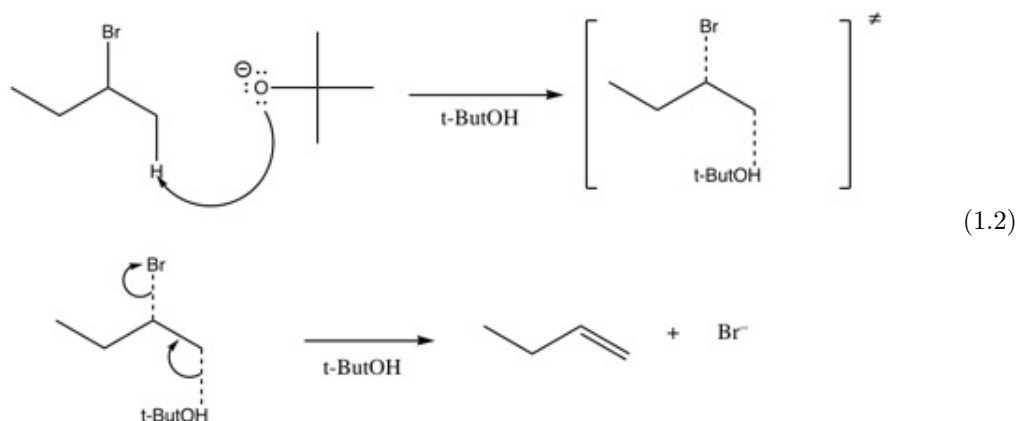
En E1-eliminasjon har et hastighetsbestemmende trinn som er felles med den tilsvarende S_N1 reaksjonen. Dette er et monomolekylært trinn hvor den utgående gruppen solvatiseres og det dannes et karbokasjon på substratet. I neste trinn vil en lewis-base ta et β -proton og det vil dannes en π -binding mellom det resulterende karbanionet og karbokationen som ble dannet i trinn 1.

Faktorer som påvirker reaksjonshastighet i en E1-reaksjon er den utgående gruppen, hvorvidt denne er primær, sekundær eller tertiær. Mekanismen for en E1-reaksjon er som vist i likning 1.1^[1].



1.2 E2-eliminerasjonsreaksjoner

En E2-eliminering er en elimineringsreaksjon som skjer i konkurranse med en S_N2 substitusjon. Her er det hastighetsbestemmende trinnet bimolekylært. Reaksjonen starter ved at en sterk base angriper et β -proton på substratet og danner en ustabil bimolekylær tilstand. I neste trinn elimineres β -protonet fra substratet, samtidig som den utgående gruppen forlater substratet og det dannes en ny π -binding mellom karbonet den utgående gruppen satt på, og karbonet det utgående hydrogenet ble fjernet fra. Mekanismen for dette er vist i likning 1.2^[2].



1.3 Jones-reagens

Jones-reagens er en blanding av CrO_3 og H_2SO_4 i vann. Dette gir kromsyre etter reaksjon 2.1. Jones reagens brukes til å påvise alkoholer, ved at alkoholet oksideres til et aldehyd, samtidig som kromat reduseres til Cr^{3+} etter reaksjon 2.2. Cr^{3+} er blågrønt i vannløsning, mens H_2CrO_4 er rødoransje i vannløsning, dermed er det lett å se om løsningen inneholder alkoholer.

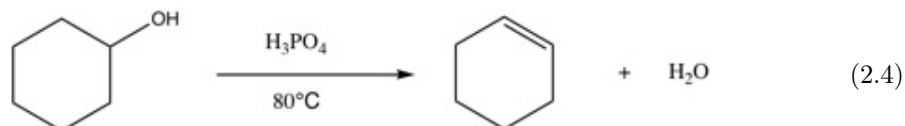
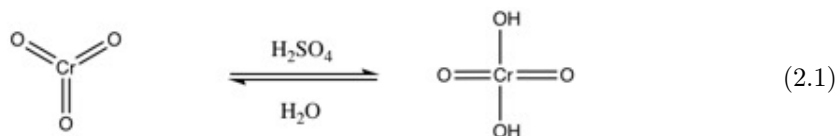
1.4 Bromtest

Bromtesten brukes for å påvise alkener eller alkyner. Når en løsning som inneholder molekylært brom tilsettes en løsning med alkener vil det molekylære bromet reagere etter likning 2.3. Brom løst i diklormetan har en mørk brun farge. Dersom denne fargen forsvinner tyder det på at bromet har reagert.

1.5 Azeotroper

En azeotrop er en blanding av to væsker som ikke kan skilles ved destillasjon. Grunnen til dette er at blandingen har samme sammensetning i gassfase som i væskefase. Noen forbindelser som kan danne azeotroper sammen er etanol og vann, sykloheksanol og vann og benzen og metanol^[3].

2 Reaksjonslikninger



3 Fysikalske data

Tabell 3.1: Relevante fysikalske data for aktuelle forbindelser

Forbindelse	Kokepunkt [$^\circ\text{C}$]	Molar masse [g mol^{-1}]
Vann	100	
Sykloheksen	83	100,16
Sykloheksanol	162	82,14
Sykloheksen/vann azeotrop	71	-
Sykloheksanol/vann azeotrop	98	-

4 Eksperimentelt

Sykloheksanol (10.36 g) ble tilsatt fosforsyre (85%, ca. 2 mL) og noen kokesteiner. Blandingen ble destillert ved 80-85°C, destillatet ble samlet under avkjøling i et isbad.

Destillatet ble tilsatt NaHCO_3 (mettet, 2 mL). Blandingen ble ekstrahert med vann. Den organiske fasen ble tørket over vannfri magnesiumsulfat før den ble filtrert og veid.

Produktet ble testet for alkener og alkoholer med hhv. bromtest og Jones-reagens.

5 Resultater

Det ble isolert 5.42 g sykloheksen. Dette tilsvarer 0.064 mol, som gir et utbytte på 62%. Resultat av påvisningsreaksjoner er vist i tabell 5.1.

Tabell 5.1: Resultat av påvisningsreaksjoner

Forbindelse som testes	Reagens	Observasjoner
Produkt	Jones-reagens	Ingen fargeendring
Produkt	Bromløsning	Blandingen blir momentant klar
Sykloheksanol	Jones-reagens	Blandingen blir brungrønn
Aceton	Jones-reagens	Ingen fargeendring

6 Diskusjon

6.1 Urenheter

Produktet ble isolert i 62% utbytte, og ga negativt utslag ved testing for alkoholer med Jones-reagens. Produktet ga momentant positivt utslag ved brom-test. Dette tyder på at temperaturen ved destillasjon var tilstrekkelig lav til at sykloheksanol ikke fordampet. Utbyttet på 62% tyder på at destillasjonen med fordel kunne pågått lenger, da det ikke er forventet stort tap av produkt i forbindelse med ekstraksjon.

Destilatet ble vasket med NaHCO_3 for å trekke ut vann som fulgte med under destillasjonen som følge av at det danner en azeotrop med sykloheksen. I tillegg vil NaHCO_3 fungere som en base og nøytralisere eventuelle rester av H_3PO_4 som har fulgt med fra destillasjonen. Løseligheten av sykloheksen i en vannfase reduseres ved salting av vannfasen, altså kan vann fjernes fra en blanding av med sykloheksen ved ekstraksjon med en vandig saltløsning.

Store mengder vann i produktet ville medført at bromtesten ikke ga momentant positivt resultat, da vann ikke slår positivt ut på bromtest. Momentant utslag på bromtest tyder på at ekstraksjon med vandig NaHCO_3 løsning og tørking over vannfri magnesiumsulfat lyktes i å fjerne mye av vannet som fulgte med fra destillasjonen.

6.2 Reaksjonsmekanisme

Substratet er en sekundær alkohol, og reagerer ved syrekatalysert dehydrering. Dette er en prosess som følger E1-mekanismen, som vist i likning 1.1.

Trondheim, 19. juni 2019

Vegard G. Jervell

Referanser

- [1] E. E. Jacobsen, førsteamanuensis. Forelesning, TKJ4102, Organisk kjemi grunnkurs.
- [2] G. Solomons, C. Fryhle, and S. Snyder, *Organic Chemistry*. Singapore: Wiley, 11th ed., **2014**. s. 275-282
- [3] L. Harwood, C. Moody, and J. Percy, *Experimental Organic Chemistry: Standard and Microscale*. Oxford: Wiley, 2nd ed., **1999**. s. 214-215