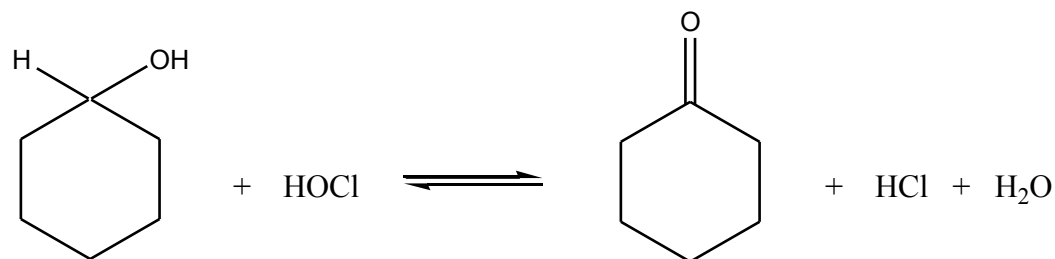
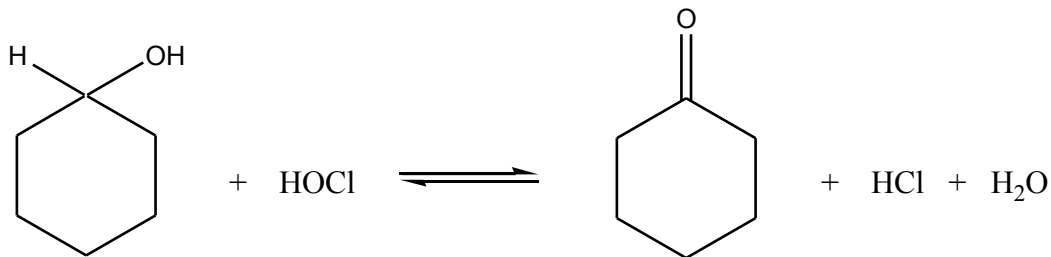


Preparação da ciclohexanona pela oxidação de ciclohexanol com HOCl



Procedimento: Fieser, L.F., Williamson, K.L., Organic Experiments, 7th ed., p. 261 – 268.

- (i) Hypochloride oxidation of ciclohexanol (p. 265);
- (ii) Isolation of ciclohexanone from steam distillate (p. 264).



Quantidades 4 x a receita (32,0 mL de ciclohexanol);

Fazer a reação na capela;

Usar ~ 230 mL de solução de NaOCl (~ 10-12 %);

Adicionar através de funil de separação;

Manter a temperatura entre 40 e 50 °C;

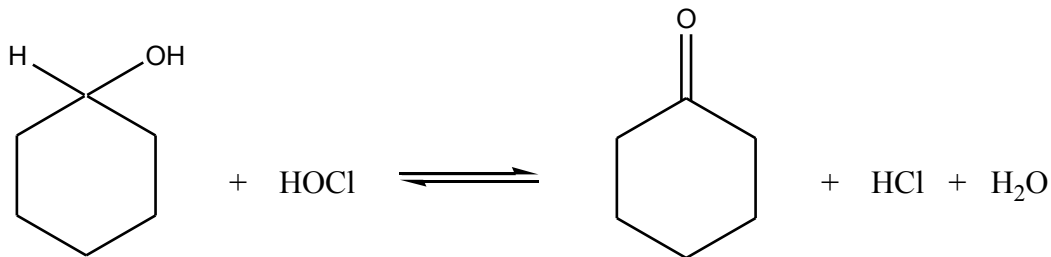
usar banho de gelo/água **somente** quando necessário;

Deixar a reação completar por mais 20 min;

Testar excesso de HOCl com iodeto/amido:

- excesso de HOCl: destruir com de solução de Na₂SO₃ (1 mL);
 - Sem excesso de HOCl: adicionar + 10 mL de solução de HOCl;
- Neutralizar a mistura com solução de NaOH (6 M) (60 – 80 mL)

contra azul de timola (fica azul); (*testar com papel indicador!*)



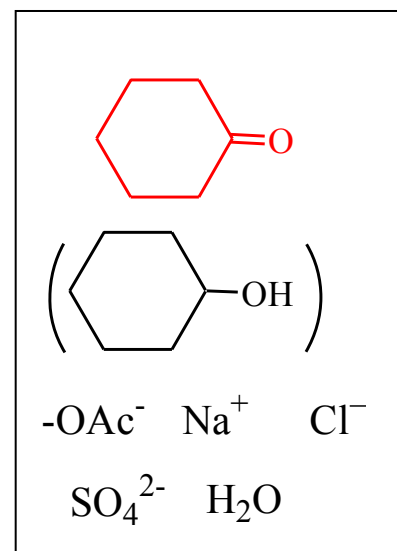
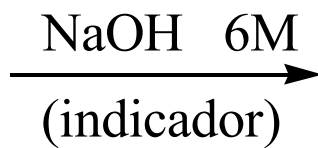
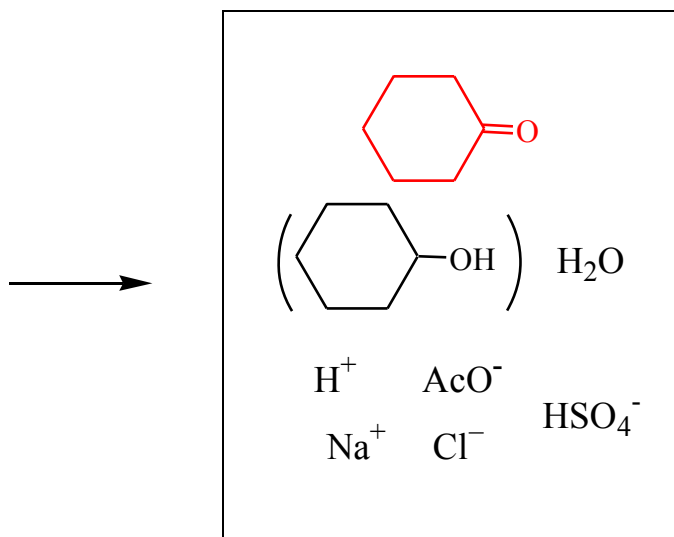
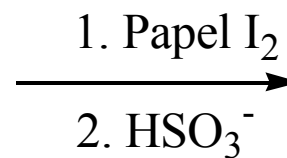
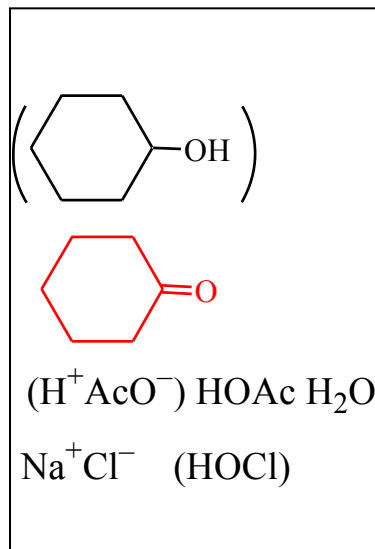
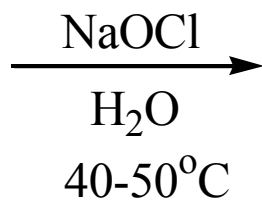
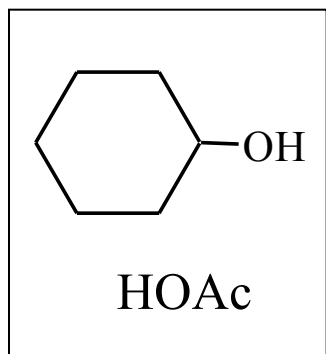
Para o isolamento da ciclo-hexanona por extração adicionar 0,2 g NaCl / mL água; extrair com 3 x 30 mL de CH₂Cl₂;

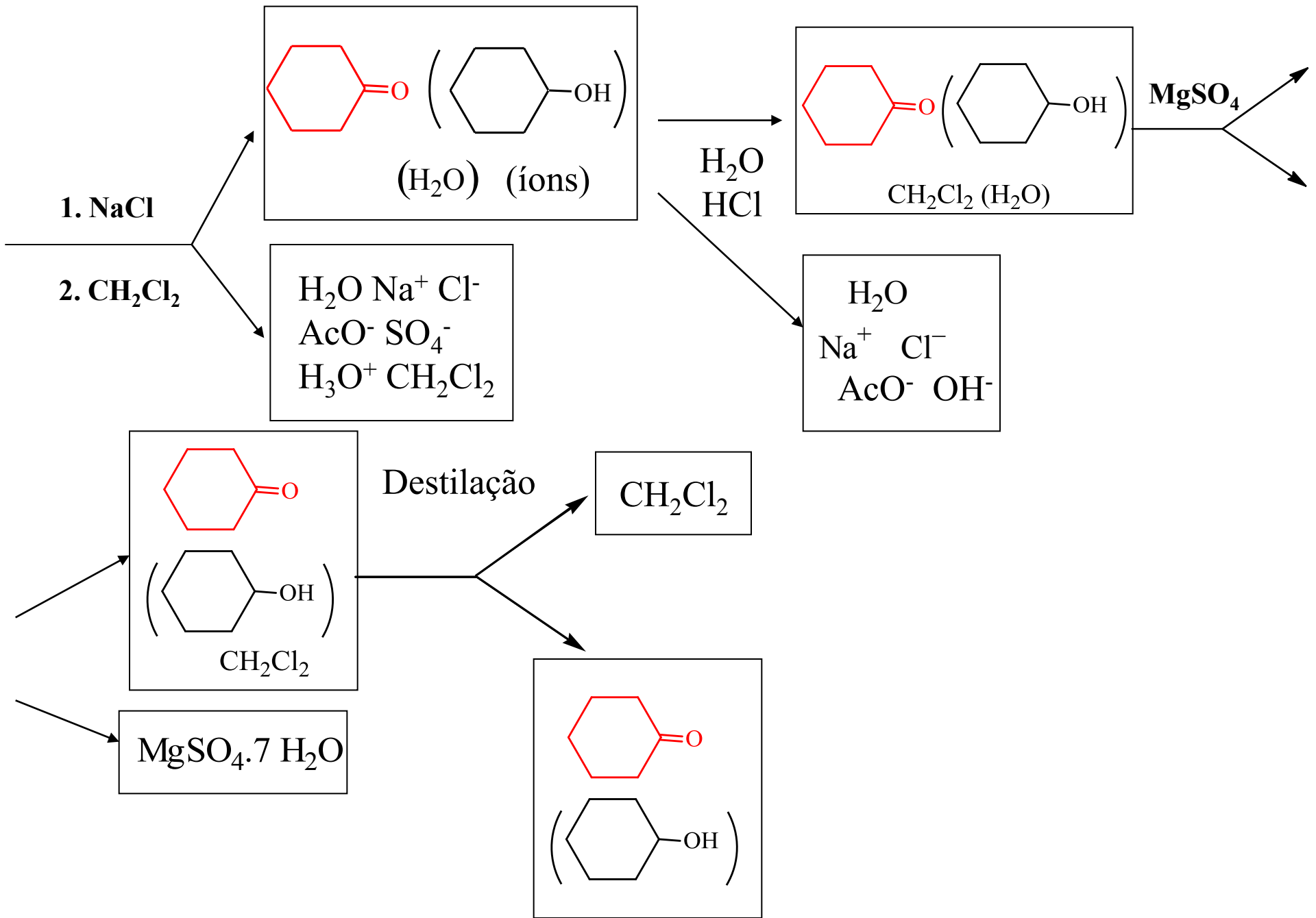
Lavar a fase orgânica com 50 mL de água saturada com NaCl;

Secar com MgSO₄; **até o próximo dia;**

Filtrar, evaporar o CH₂Cl₂ (rotaevaporador) e fazer destilação fracionada com manta da ciclohexanona (P.E. 157 °C a 760 mm);

Análise do produto por índice de refração, IV e RMN-¹H;





Distribuição de Grupos que vão iniciar o laboratório na 2ª feira 19/10/2015 às 14:00 ou às 15:30 horas.

Lab. A:

Grupo 1: 14:00 horas

06; 08; 10; 14; 18; 22; 26; 30; 34; 38.

Grupo 2: 15:30 horas

02; 04; 12; 16; 20; 24; 28; 32; 36; 40.

Lab. B:

Grupo 1: 14:00 horas

42; 48; 50; 52; 62; 64; 68; 74; 78.

Grupo 2: 15:30 horas

44; 46; 54; 56; 58; 60; 66; 72; 76; 80.

Na distribuição de grupos foi feito o contrário da distribuição da 2ª feira 05/10/2015.