

Procedimento: Preparação de 1-butilciclo-hexanol

Em um balão de 3 bocas de 250 mL, condensador de refluxo, tubo secante, funil de adição e agitação magnética adicione 0,10 mols de raspas de Mg, seguido por 25 mL de éter “super-seco” e alguns cristais de iodo. Em seguida, adicione, gota a gota, 0,10 mols de brometo de n-butila dissolvido em 25 mL de éter “super-seco”. A reação deve iniciar-se antes de adicionar 1/4 do brometo (observações!). Após a adição de todo o brometo de n-butila, a mistura de reação é refluxada (aquecimento com manta) até desaparecimento quase total do Mg. Em seguida, adicionam-se 0,10 mols de ciclohexanona dissolvida em 10 mL de éter “super-seco”, gota a gota, de maneira a manter um leve refluxo da mistura. Após o término da adição, a mistura de reação é refluxada durante cerca de 1 h (manta) e deixar em repouso durante a noite.

A mistura de reação é adicionada à 50 g de gelo e adiciona-se HCl 10% até dissolução do precipitado. Separar as fases no funil de separação e extrair a fase aquosa com 2 x 30 mL de éter (“normal”, não usar éter “super-seco”). Secar a solução etérea com K_2CO_3 anidro, filtrar e evaporar o solvente no rota-evaporador. Para purificação final, destilar o produto impuro à vácuo em aparelhagem simples (sem coluna). Utilize um balão “grande” para evitar “espumas”. Determinar o rendimento e o índice de refração e separar amostra para CG.

Dados:

octano: PE: 125°C

ciclo-hexanona: 157°C

1-butilciclo-hexanol: ca. 90°C, 10 mmHg

2-butilciclo-hexanol: 111°C, 16 mmHg

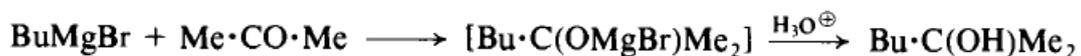
1-etilciclo-hexanol: 166°C, 760 mmHg

1-propilciclo-hexanol: 180°C, decomp.; 85°C, 20 mmHg

Calcular as quantidades com base na massa de ciclo-hexanona obtida no experimento anterior. Todos os grupos devem usar, no mínimo, 0,10 mols de ciclo-hexanona. Quem obteve menos deve completar a massa com o reagente fornecido pelo técnico. Quem obteve massa maior pode usar até o máximo de 0,15 mols de ciclo-hexanona (quantidades maiores devem ser entregues ao técnico). As quantidades de éter utilizadas deve ser sempre as mesmas.

Procedimento análogo do Livro Vogel:

Experiment 5.41 2-METHYLHEXAN-2-OL (*tertiary alcohol from a ketone*)



The apparatus and experimental details are similar to those given in the previous sections. Prepare a Grignard reagent from 24.5 g (1 mol) of magnesium turnings, 137 g (107 ml, 1 mol) of butyl bromide and 450 ml of sodium-dried ether. Add slowly with rapid stirring, and cooling with ice if necessary, a solution of 58 g (73.5 ml, 1 mol) of dry acetone in 75 ml of anhydrous ether. Allow the reaction mixture to stand overnight. Decompose the product by pouring it on to 500 g of crushed ice; dissolve the precipitated magnesium compound by the addition of 10 per cent hydrochloric acid or of 15 per cent sulphuric acid. Transfer to a separatory funnel, remove the ether layer and extract the aqueous solution with three 50 ml portions of ether. Dry the combined etheral solutions over anhydrous potassium carbonate or anhydrous calcium sulphate, filter, distil off the ether, and fractionally distil the residue. Collect the 2-methylhexan-2-ol at 137–141 °C. The yield is 105 g (90%). Assign the ¹³C n.m.r. absorptions which occur at δ 14.1, 23.4, 26.8, 29.3, 44.0 and 70.8.