

Síntese da ciclohexanona

Reagentes		Vidraria	
Nome / CAS	Quantidade	Bandeja (fornecida)	Armário (aluno)
Ciclohexanol (108-93-0)	8mL	Cabeça de destilação (01) Coletor de frações (01)	Erlenmeyer 250mL (01) Erlenmeyer 125mL (01)
Ácido acético (64-19-7)	4mL	Termômetro de Hg (01) Adaptador p/termômetro 10/30 (01)	Proveta 10mL (01) Proveta 50mL (01)
Hipoclorito de sódio (6-10%) (1310-73-2)	115mL	Coluna de vigreux JT 14/20 (01) Balão 250mL, 24/40 (01)	Proveta 25mL (01) Funil de separação 125mL (03)
Bissulfito de sódio saturado (7631-90-5)	5mL	Balão de 50mL JT 14/20 (01) Balões de 25mL JT 14/20 (03)	Funil de transferência (01) Termômetro (01)
Hidróxido de sódio (6M) (1310-73-2)	20mL	Balão de 100mL JT 24/40 (01) Rolha de vidro JT 14/20 (03)	Bastão de vidro Pipeta de Pasteur
Hidróxido de sódio (10%) (1310-73-2)	25mL	Elástico (03)	Tetina de silicone Espátula
Éter etílico (60-29-7)	30mL		Béquer 50mL
Cloreto de sódio (7647-14-5)	0,2g/mL		
Sulfato de sódio (7757-82-6)	3g		
Cloreto de sódio saturado (7647-14-5)	30mL		
Azul de timol (sol) (76-61-9)	0,5mL		
Papel de amido-iodetado	~3		

Outros materiais	Disponibilizar
Agitador magnético	"dedos" de silicone (03)
Suporte elevatório (01)	Papel de filtro 100mm
Suporte universal (02)	Pedra de ebulição
Garras c/mufas (02)	Barra magnética
Tela de amianto (01)	Tubo secante
Argola (01)	Gelo
Manta de aquecimento 50mL	Panela
Bombinha d'água (01)	Frasco de dewar
Balança (04)	Acetona
Rotaevaporador (06)	Descarte orgânico
	Descarte aquoso

Procedimento Experimental

Em um erlenmeyer de 250mL com agitação magnética, introduzir ciclohexanol (8,0mL, 0,075 mol) e ácido acético (4,0 mL). Introduzir um termômetro e adicionar lentamente (15-20mL) em um funil de separação uma solução aquosa de hipoclorito de sódio (6-10%), controlando a temperatura entre 45-50°C, usando banho de gelo, se necessário (não resfriar demais). Agitar por mais 20 minutos,

mantendo a temperatura. Ao final, testar o excesso de hipoclorito com papel de amido-iodetado. Se houver reação (mancha roxa), adicionar 5 mL de solução aquosa de bissulfito de sódio e testar novamente. Repetir até que o teste der negativo (sem mancha roxa).

Transferir a solução para um balão de fundo redondo de 250 mL e adicionar 2-3 gotas de azul de timol à solução. Lentamente, adicionar através de um funil de separação 15-20mL de solução de hidróxido de sódio 6M, até a viragem do indicador (azul claro). Montar o sistema de destilação e destilar a ciclohexanona coletando em um erlenmeyer de 125mL. Destilar cerca de 40mL de solução ou até que seja perceptível a passagem de fase oleosa (insolúvel).

Ao destilado, adicionar cloreto de sódio suficiente para a saturação. Ao final, transferir a solução para um funil de separação. Proceder a extração da solução com duas porções de éter etílico (2 x 20mL). Secar a solução com sulfato de magnésio anidro.

Filtrar para um balão de fundo redondo de 100mL JT 24/40 e remover o solvente por evaporação rotatória. Transferir o resíduo para um balão de 50mL JT 14/20, montar o sistema de destilação fracionada e destilar a ciclohexanona a pressão atmosférica, usando o coletor de frações. Remover a cabeça de destilação e anotar o ponto de ebulição final.

Observações:

Preparação de solução de bissulfito de sódio saturado: Pesa-se 420g e dissolve-se em de água destilada até completar 1L.

Preparação de solução de hidróxido de sódio 6M: pesa-se 240g de hidróxido de sódio e dissolve-se em de água destilada suficiente para completar 1L.

Preparação de solução de hidróxido de sódio 10%: pesa-se 100g de hidróxido de sódio e dissolve-se em 900mL de água destilada.

Preparação de cloreto de sódio saturado: Pesa-se 391g de cloreto de sódio e adiciona-se a 1L de água destilada a 100°C.

Preparação de solução de azul de timol: tritura-se em gral de vidro limpo 1g de azul de timol, com 21,5mL de solução de hidróxido de sódio 0,1M. Dilui-se esta solução a 1L com água destilada.

Preparação de solução de hidróxido de sódio 0,1M: Pesa-se 4g de hidróxido de sódio e dissolve-se com água destilada suficiente para completar 1L.

Preparação de papel amido-iodetado: tritura-se 5g de amido com alguns mililitros de água destilada até formar uma pasta. Em um béquer de 1000mL, adicionar 500mL de água e aquecer até entrar

em ebulição. Adicione então a pasta na água e ferver a solução por mais 2 minutos. Deixar a solução em repouso até que a solução esfrie. Dissolver 20g de KI ou 19g de NaI na solução. Transferir a solução para um recipiente adequado ao tamanho do papel que se deseja aplicar a solução. Secar o papel a vácuo, pois se o mesmo for seco ao ambiente tende a escurecer e perderá suas propriedades.

Propriedades físico-químicas dos reagentes

Propriedades	Ciclohexanol	Ácido acético	Hipoclorito de sódio	Éter etílico
Fórmula molecular	C ₆ H ₁₁ OH	CH ₃ C(O)OH	NaOCl	C ₄ H ₁₀ O
Massa molar	100,1602 g/mol	60,04 g/mol	74,44 g/mol	74,12 g/mol
Densidade	0,962 g/mL	1,049 g/mL	1,07-1,14 g/mL	0,71 g/mL
Ponto de fusão	25,4 °C	16,5 °C	18 °C	-116 °C
Ponto de ebulição	160,8 °C	118,1 °C	101 °C	35 °C
Solubilidade em água	36 g/L	miscível	solúvel	69 g/L (20°C)
Viscosidade	Nd	1,22 mPa s (25°C)	nd	0,224 cP (25°C)

Propriedades	Sulfato de sódio	Hidróxido de sódio	Cloreto de sódio	Bissulfito de sódio
Fórmula molecular	Na ₂ SO ₄	NaOH	NaCl	NaHSO ₃
Massa molar	142,04 g/mol	39,9971 g/mol	58,443 g/mol	104,06 g/mol
Densidade	2,68 g/mL	2,13 g/mL	2,165 g/mL	1,48 g/mL
Ponto de fusão	884 °C	332 °C	801 °C	150 °C
Ponto de ebulição	nd	nd	1465 °C	nd
Solubilidade em água	427g/L (100 °C)	1090 g/L (20 °C)	391 g/L (100 °C)	420 g/L
Viscosidade	nd	Nd	nd	Nd

Propriedades	Azul de timol	Amido	Iodeto de potássio	Iodeto de sódio
Fórmula molecular	C ₂₇ H ₃₀ O ₅ S	(C ₆ H ₁₀ O ₅) _n	KI	NaI
Massa molar	466,59 g/mol	nd	166 g/mol	149,89 g/mol
Densidade	nd	1,5 g/mL	3,13 g/mL	3,67 g/mL
Ponto de fusão	221 °C	200 °C	681 °C	660 °C
Ponto de ebulição	nd	nd	1330 °C	1304 °C
Solubilidade em água	insolúvel	50 g/L (90 °C)	1280 g/L (20 °C)	1840 g/L (25 °C)
Viscosidade	nd	nd	nd	nd