



Cyclohexanol의 탈수반응

I. 시약 및 기구

1. 시약

: Cyclohexanol, 무수 Na_2SO_4 , 9M H_2SO_4 , KMnO_4 , 3M NaOH

* 9M의 H_2SO_4 만들기

: 보통의 H_2SO_4 는 18M이다.

그래서 18M \rightarrow 9M이 되려면 원하는 양과 동일한 부피의 증류수를 혼합

2. 기구

: round bottom flask, ice-bath, separatory funnel, hot plate, magnetic bar, stand, 고무호스, Erlenmeyer flask, 리트머스 종이, vigreux distilling column, 시험관, adapter, 온도계, still head, 거름종이

II. 실험방법

1. 21.2ml의 cyclohexanol과 9M의 H_2SO_4 10ml를 round bottom flask에 넣고 잘 혼합한다.

2. 분별증류장치를 하고 receiver flask에 ice-bath를 설치한다.

3. round bottom flask를 기름중탕하여 가열시킨다.

\rightarrow still head 부분이 90°C 이하가 되게 유지한다.

4. 약 10ml 정도의 용액이 남았을 때 가열을 중지한다.

5. receiver flask에 나온 증류물을 funnel에 옮기고 10ml의 3M NaOH 용액과 섞는다.

\rightarrow 층분리가 일어나면 수용액을 분리한 후 pH paper를 이용하여 염기성을 확인한다.

6. 유기층을 건조 Erlenmeyer flask에 옮기고 1~2g의 무수 Na_2SO_4 를 첨가하여 탈수시킨다.

\rightarrow 중력여과로 거르고 용액은 건조된 50ml round bottom flask에 받아낸다.

물과 cyclohexene은 minimum-boiling azeotrope를 형성하므로 반드시 건조시킴

7. 정제가 안 된 cyclohexene은 단순증류로 증류하고 얼음으로 냉각한 질량을 잰 receiver flask 속에서 생성물을 분리, 수집한다.

\rightarrow $80 \sim 85^\circ\text{C}$ 사이에서 끓는점을 이용하여 실험한다.

8. 반응생성물의 수율을 계산하고 결과물은 bayer test로 확인한다.

**Bayer test

① 0.1M KMnO_4 30ml 제조

KMnO_4 M : 158.04 g/mol

$xg = 0.1\text{M}(\text{mol/L}) \times 0.030\text{L} \times 158.04\text{g/mol} = 0.47\text{g}$

\therefore 0.47g KMnO_4 를 증류수에 녹여 30ml가 되게 한다.

② 시험관에 ethanol 2ml, cyclohexene(실험에서 합성한 것) 1~2방울을 넣은 후 0.1M KMnO_4 용액을 첨가한다.

\rightarrow 보라색에서 짙은 갈색으로 색 변화가 나타난다.