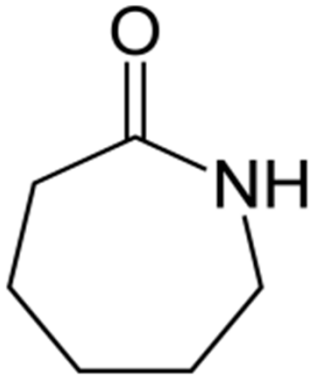
การสังเคราะห์ caprolactam

วัตถุประสงค์

1) เพื่อศึกษาปฏิกิริยาการควบแน่นระหว่างไซโคลเฮกซะโนนและไฮดรอกซิลามีน

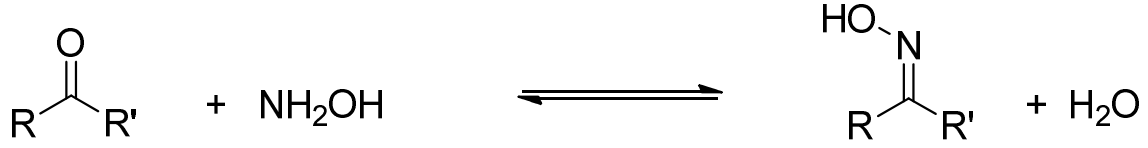
2) เพื่อศึกษาวิธีการสังเคราะห์ เอไมด์โดยผ่านปฏิกิริยาการจัดเรียงตัวใหม่ของไซโคลเฮกซะโนนออกซีม

Caprolactam เป็นสารประกอบอินทรีย์ประเภทไซคลิกเอไมด์หรือแลคแทมที่มีโครงสร้างเป็นวงแหวนเจ็ดเหลี่ยมมีหมู่เอไมด์อยู่ในโครงสร้าง ใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ Nylon 6 หรือ polycaprolactam ซึ่งเป็นพอลิเมอร์ที่ใช้ทำพรม สิ่งทอและยาง รวมทั้งพลาสติกไนลอน 6 และ โคพอลิ เมอร์อื่น ๆ



4.1 ออกซีม (Oxime)

สารประกอบออกซีมเกิดจากปฏิกิริยาควบแน่น (condensation) ระหว่างไฮดรอกซีลามีน (hydroxylamine, NH_2OH) กับสารประกอบแอลดีไฮด์หรือคีโตน โดยทั่วไปสารประกอบออกซีมมักจะเป็นของแข็งไม่มีสี และละลายน้ำได้ยาก นอกจากนี้การเกิดออกซีมยังสามารถใช้ในการพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารประกอบแอลดีไฮด์และคีโตน

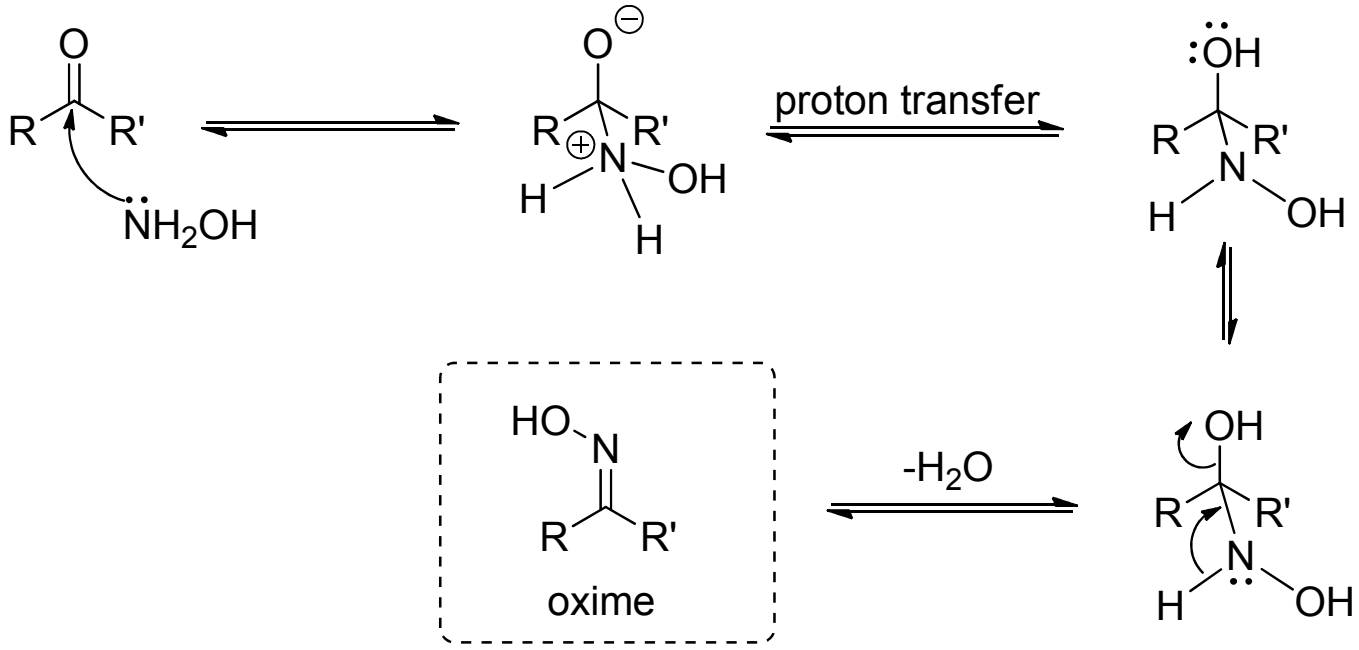


aldehyde or ketone oxime

สารประกอบออกซีมเป็นสารประกอบที่มีสูตรโครงสร้าง ดังรูป ออกซีมที่มาจากแอลดีไฮด์ เรียกว่า “อัลดอกซีม (aldoxime)” ส่วนออกซีมที่มาจากคีโตน เรียกว่า “คีทอกซีม (ketoxime)”

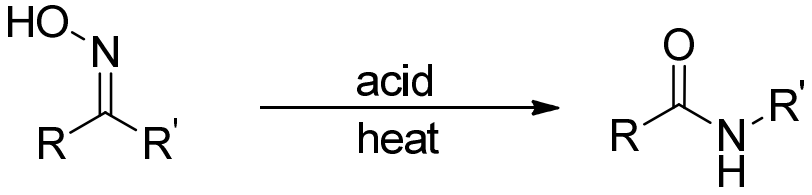
aldoxime ketoxime

กลไกในการเกิดออกซีมจากปฏิกิริยาระหว่างไฮดรอกซีลามีน (hydroxylamine, NH_2OH) กับสารประกอบแอลดีไฮด์หรือคีโตน เป็นดังต่อไปนี้



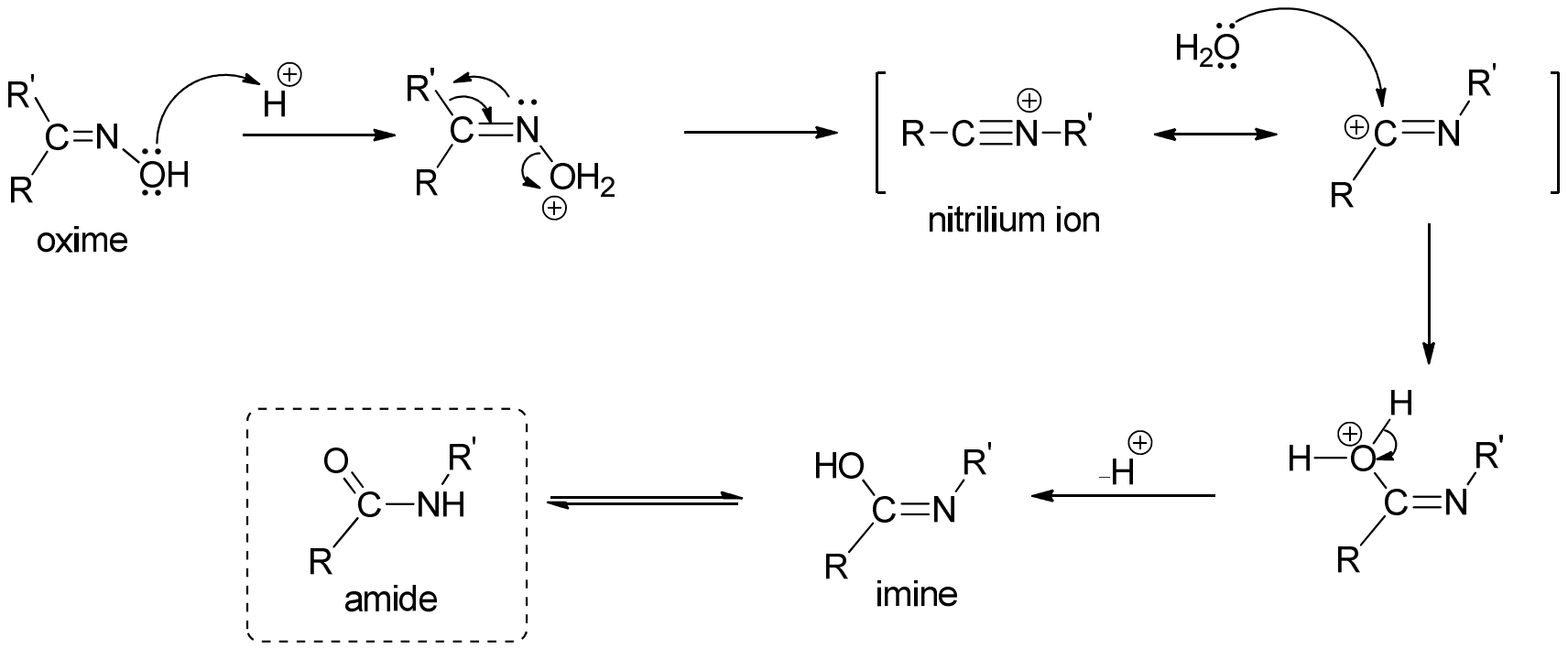
4.2 Beckmann Rearrangement

Beckmann rearrangement เป็นปฏิกิริยาการจัดเรียงตัวใหม่ของสารประกอบออกซีมเกิดเป็นสารประกอบเอไมด์ ซึ่งตั้งชื่อตามนักวิทยาศาสตร์ชาวเยอรมันผู้ค้นพบ คือ Ernst Otto Beckmann โดยใช้กรดซัลฟูริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กรดซัลฟูริกที่ใช้ต้องมีความเข้มข้นมากกว่า 85% ถ้าหากใช้กรดที่มีความเข้มข้นต่ำจะทำให้ออกซีมเกิดปฏิกิริยาไฮโรไลซิสกลับไปเป็นไซโคลเฮกซาโนน และไม่เกิดผลิตภัณฑ์ที่เป็นเอไมด์ นอกจากนั้นยังมีตัวเร่งปฏิกิริยาอื่น ๆ ที่สามารถใช้เร่งปฏิกิริยานี้ได้ เช่น polyphosphoric acid สารละลายผสมระหว่าง acetic acid hydrochloric acid และ acetic anhydride รวมทั้งสารละลาย sulfur trioxide ใน sulfuric acid หรือที่เรียกว่า Oleum หรือ fuming sulfuric acid



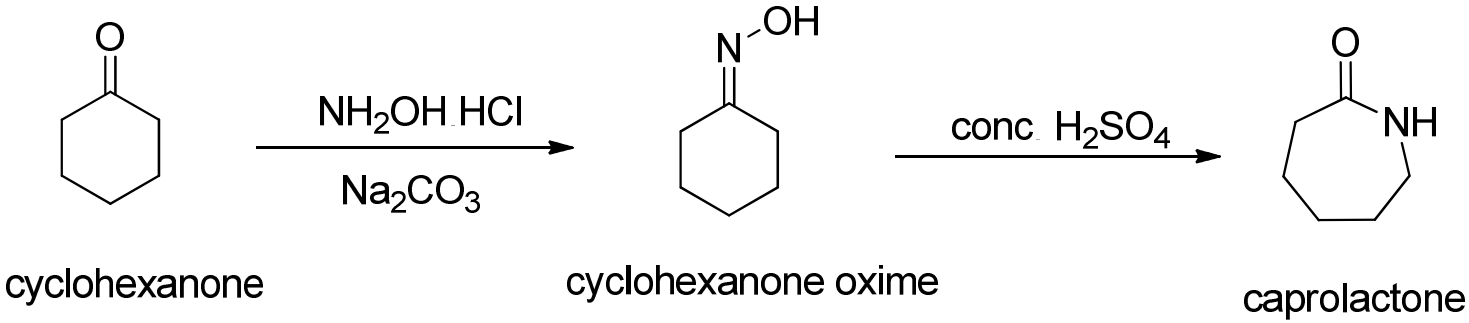
oxime amide

มีกลไกในการเกิดปฏิกิริยาดังนี้



4.3 การทดลอง

การทดลองนี้เป็นการสังเคราะห์ Caprolactam จากการนำไซโคลเฮกซาโนนมาทำปฏิกิริยาควบแน่นกับไฮดรอกซิลามีนเกิดเป็นไซโคลเซกซาโนนออกซีม จากนั้นจึงนำออกซีมที่ได้ไปทำปฏิกิริยาจัดเรียงตัวใหม่โดยใช้กรดซัลฟูริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาได้ Caprolactam เป็นผลิตภัณฑ์ ดังสมการ



ตอนที่ 4.1 การสังเคราะห์ไซโคลเฮกซาโนนออกซีม

1) ชั่งไฮดรอกซีลามีน ปริมาณ 3.6 กรัม ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร ละลายด้วยน้ำ 50 มิลลิลิตร

2) ปิเปตไซโคลเฮกซาโนน ปริมาตร 5.2 มิลลิลิตร ลงในสารละลายข้อ 1)

3) ชั่ง โซเดียมคาร์บอเนต ปริมาณ 2.8 กรัม ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วละลายด้วยน้ำ 40 มิลลิลิตร

4) เติมสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต ในข้อ 3 ลงในสารละลายในข้อ 2 ทีละหยด พร้อมทั้งแกว่งขวดรูปชมพู่ตลอดเวลาในขณะที่เติมสารละลาย หลังจากเติมสารละลายหมดแล้วให้แกว่งต่อเป็นเวลา 15 นาที

5) ทำการกรองตะกอนที่ได้และล้างด้วยน้ำกลั่น กรองจนกระทั่งตะกอนแห้งและเก็บตะกอนไว้เพื่อทำการทดลองในตอนต่อไป

ตอนที่ 4.2 การสังเคราะห์ Caprolactam

1) ตวง conc. H_2SO_4 (>85%) 5 มิลลิลิตร ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด ทำการ stir ด้วยแม่เหล็ก

2) ชั่ง ไซโคลเฮกซาโนน ออกซีม ในตอนที่ 1 มา 2.5 กรัม แล้วค่อยๆ เติมลงในขวดรูปชมพู่ข้อ 1 (ปฏิกิริยานี้เป็นปฏิกิริยาคายความร้อนจะเกิดความร้อนขึ้น ถ้าไม่เกิดความร้อนให้นำบีกเกอร์ไปให้ความร้อนในอ่างน้ำร้อน เป็นเวลา 5 นาที) ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง แล้วจึงนำขวดรูปชมพู่ไปแช่ในอ่างน้ำเย็น

3) เทสารผสมในข้อ 2 ลงในบีกเกอร์ที่มีน้ำแข็งประมาณ 80 กรัม แล้วนำบีกเกอร์ไปแช่ในอ่างน้ำเย็น

ตอนที่ 4.2 การสังเคราะห์ Caprolactam

4) ค่อยๆ เติมสารละลาย 25% sodium hydroxide จนกระทั่งสารละลายเป็นเบส (ระวังอย่าให้อุณหภูมิของปฏิกิริยาเกิน 10 ^{o}C ถ้าเกิดตะกอนของ sodium sulphate ให้เติมน้ำเพิ่ม

5) สกัดสารละลายในข้อ 4 ด้วย ไดคลอโรมีเทน 3 ครั้ง ครั้งละ 35 มิลลิลิตร รวมชั้นไดคลอโรมีเทนทั้งสามครั้งเข้าด้วยกันในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร แล้วเติม Sodium sulphate anhydrous เพื่อกำจัดน้ำที่อยู่ในไดคลอโรมีเทน แล้วจึงกรอง Sodium sulphate ออก

6) นำสารละลายที่ได้มาทำการระเหยตัวทำละลายออกด้วยเครื่อง evaporator ชั่งน้ำหนักผลิตภัณฑ์ที่ได้ (crude product) คำนวณร้อยละผลิตภัณฑ์จาก crude product

คำถามท้ายการทดลอง

ในการทดลองตอนที่ 4.1 มีการเติมสารละลายโซเดียมคาร์บอเนตลงไปเพื่อจุดประสงค์ใด

ในการทดลองตอนที่ 4.2 การเติมสารละลาย 25% sodium hydroxide ทำไมจึงต้องทำในอ่างน้ำเย็น