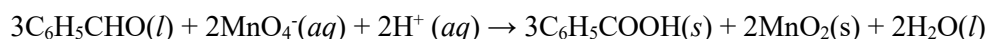


1. Oxidation af benzaldehyd med kaliumpermanganat

Formål

Ved denne metode bruges kaliumpermanganat som oxidationsmiddel. Reaktionen gøres sur af kaliumdihydrogenphosphat. Den samlede afstemte, reaktion er følgende:



Materialer

Udstyr:

- 50 mL bægerglas: 2 stk.
- 50 mL konisk kolbe: 2 stk.
- Reagensglas, små: 2 stk.
- Isbad
- Magnet
- Magnetrører og varmeplade
- Glastragt
- Filtrepapir
- Büchnertragt med vakuumudsug
- Plastpipetter (1 mL)
- Pincet
- Vejebåd
- Reagensholder
- Urglas

Reagenser:

- Kaliumdihydrogenphosphat (KH_2PO_4)
- 3% frisklavet kaliumpermanganatopløsning (KMnO_4)
- Benzaldehyd ($\text{C}_6\text{H}_5\text{CHO}$)
- Demineraliseret vand (dem.vand), iskoldt
- 0,1 M natriumthiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)
- Koncentreret saltsyre (HCl)
- 2,4-dinitrophenylhydrazin opløsning (0,2 % i 2M HCl)

Sikkerhed og forarbejde

Du skal bære sikkerhedsbriller og kittel til forsøget.

I skal selv have styr på sikkerheden i virksomhedens laboratorium, og der indbefatter at have styr på faresymboler, faresætninger i form af H- sætninger (H for Hazard) og sikkerhedssætninger i form af P-sætninger (P for Precaution) for de anvendte kemikalier. Du kan læse mere om H- og P-sætninger på dette Kiros.dk. Det er også her i finder faresymboler, H- og P-sætninger for mange kemikalier.

Prøv som en indledende øvelse, at søge på ethanol og læg mærke til faresymbol, H og P sætninger:

Nu skal I selv finde og indsætte H og P sætninger, både som tal/bogstaver og som sætninger, samt faresymboler. Et eksempel er vist for den første opløsning:

Benzaldehyd

Faresymbol:

H-sætninger:

H302 Skadelig ved indtagelse

P-sætninger:

Udfyld selv



Kaliumpermanganatopløsning, 3%

Faresymboler:

For denne opløsning, kan I bruge dette [link](#). Indsæt H og P sætninger og faresymbol

Kaliumdihydrogenphosphat

Faresymboler:

Mærkning ikke påkrævet

Ingen faresymboler

Natriumthiosulfat (0,1M)

Faresymboler:

For dette kemikalie, kan I bruge kiros databasen: [Kiros.dk](#)

Indsæt H og P sætninger og faresymbol

Koncentreret saltsyre

Faresymboler:

For dette kemikalie, kan I bruge kiros databasen: [Kiros.dk](#)

Indsæt H og P sætninger og faresymbol

2,4 dinitrophenylhydrazin opløsning (0,2 %)

Faresymboler:

For dette kemikalie, kan I bruge kiros databasen: [Kiros.dk](#)

Indsæt H og P sætninger og faresymbol

Fremgangsmåde

Syntese:

1. Vej 0,50 g KH_2PO_4 af i et 50 mL bægerglas. Tilsæt 20 mL kaliumpermanganatopløsning og en røremagnet. Stil det på en magnetomrører og rør, indtil alt er opløst, ca. 2-3 minutter.
2. Vej 0,40 g benzaldehyd af i en 50 mL konisk kolbe, og noter massen i resultatskemaet. Placer kolben på magnetrøreren, og overfør opløsningen fra trin 1 til kolben. Skyl bægerglasset med 1-2 mL vand for at sikre, at al opløsning overføres. Lad opløsningen omrøre i 15 minutter.
3. **Fjernelse af overskydende KMnO_4 :** Hvis opløsningen er lyserød/lilla, tilsættes $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -opløsning dråbevis, indtil farven forsvinder.
4. **Filtrering:** Fjern brunsten (MnO_2) ved at filtrere opløsningen gennem en glastragt med foldet filtrerpapir og opsamle væsken i en konisk kolbe. Hvis væsken stadig er lyserød, tilsæt lidt mere $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -opløsning.
5. **Udfældning af benzoesyre:** Tilsæt 2 mL koncentreret HCl til filtratet og placer kolben i et isbad. Benzoesyren vil udfælde.

- Efter 5 minutter filtreres benzoesyren med en Büchnertragt og vaskes med 5 mL dem. iskoldt vand. Tør produktet let i tragten med vakuum.
- Tag filteret med benzoesyren ud af tragten med en pincet, og lad det lufttørre på et urglas i 5 minutter. Dette er jeres råprodukt.
- Vej et 50 mL bægerglas, overfør benzoesyren hertil og noter massen af råproduktet nøjagtigt (gerne 2 decimaler) i resultatskemaet.
- Tag en lille spatelspids af råproduktet fra til senere analyse, læg det i en vejebåd.

Omkrystallisering:

- Beregn ud fra massen af råproduktet, hvor meget vand, der skal tilsættes (30 mL vand/g benzoesyre, maks. 12 mL).
- Tilsæt dem.vand til råproduktet og varm blandingen på en varmeplade, indtil al benzoesyre er opløst.
- Køl opløsningen i et isbad, så benzoesyren krystalliserer som nåleformede krystaller.
- Filtrer krystallerne som tidligere beskrevet (gentag pkt. 6 og 7)
- Lufttør krystallerne og vej det færdige produkt.

Simpel test for renhed:

Her laves en simpel test for, om der stadig er uomdannet benzaldehyd tilbage i jeres færdige produkt. Det gøres ved at teste for tilstedeværelsen af carbonylforbindelsen med reagenset 2,4-dinitrophenylhydrazin.

- To små reagensglas tilsættes hver ca. 20 dråber 2,4-dinitrophenylhydrazin opløsning.
- Til det ene reagensglas tilsættes en lille smule af råproduktet (en lille spatelspids) fra pkt. 7.
- Til det andet reagensglas tilsættes en lille smule af det færdige produkt (en lille spatelspids) fra pkt. 14.
- Iagttag evt. farveskift til orange/rød. Hvis der er en carbonylforbindelse tilstede dannes et tungtopløseligt bundfald bestående af en hydrazonforbindelse. Det ses som et gult/orange/rødt bundfald. Er der benzaldehyd til stede i råproduktet eller i det færdige produkt?

Oprydning

Ryd op og stil tingene på plads. Tør bordet af, hvor du har lavet forsøget, så du sikrer dig, at der ikke er spildt noget, som de næste elever kommer til at røre ved.

Resultater

Saml jeres resultater i et resultatskema:

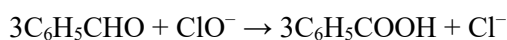
Masse af benzaldehyd:	Masse af råprodukt:	Masse af omkrystalliseret produkt:	Var der en rest af carbonylforbindelse i produktet eller råprodukt?

Databehandling og konklusion laves i et andet dokument.

2. Oxidation af benzaldehyd med calciumhypochlorit

Formål

Ved denne metode bruges calciumhypochlorit som oxidationsmiddel. Følgende reaktion foregår:



Materialer

Udstyr:

- 50 mL bægerglas
- 50 mL konisk kolbe
- Isbad
- Måleglas
- Magnet
- Filtrepapir
- Büchnertragt med udsug
- Magnetomrører og varmeplade
- Reagensglas med prop
- Plastpipetter, 1 mL
- Vejebåd

Reagenser:

- Calciumhypochlorit ($\text{Ca}(\text{ClO})_2$)
- Benzaldehyd ($\text{C}_6\text{H}_5\text{CHO}$)
- 2-methyl-propan-2-ol (tertbutyl alkohol) ($\text{CH}_3\text{C}(\text{CH}_3)_2\text{OH}$)
- Koncentreret eddikesyre (CH_3COOH)
- Demineraliseret vand (dem.vand), iskoldt
- Koncentreret saltsyre (HCl)
- Propan-2-ol (isopropanol)
- 2,4-dinitrophenylhydrazin opløsning

Sikkerhed og forarbejde

Du skal bære sikkerhedsbriller og kittel til forsøget.

I skal selv have styr på sikkerheden i virksomhedens laboratorium. Nedenfor er vist faresymboler, faresætninger i form af H- sætninger (H for Hazard) og sikkerhedssætninger i form af P-sætninger (P for Precaution). Du kan læse mere om H- og P-sætninger på Kiros.dk. Nu skal I selv finde og indsætte H og P sætninger, både som tal/bogstaver og som sætninger, samt faresymboler. Et eksempel er vist for den første opløsning:

Benzaldehyd

Faresymbol:

H-sætninger:

H302 Skadelig ved indtagelse

P-sætninger:

Udfyld selv

..



Calciumhypochlorit ($\text{Ca}(\text{ClO})_2$)

Faresymbol:

For dette kemikalie, kan I bruge kiros databasen: Kiros.dk

Indsæt H og P sætninger og faresymbol

2-methyl-propan-2-ol

For dette kemikalie, kan I bruge kiros databasen: [Kiros.dk](https://kiros.dk) . Men I skal nok søge stoffet frem med det gamle systematiske navn: tert-Butyl Alkohol.

Indsæt H og P sætninger og faresymbol

Koncentreret eddikesyre (iseddikesyre)

For dette kemikalie, kan I bruge kiros databasen: [Kiros.dk](https://kiros.dk)

Indsæt H og P sætninger og faresymbol

Koncentreret saltsyre

For dette kemikalie, kan I bruge kiros databasen: [Kiros.dk](https://kiros.dk)

Indsæt H og P sætninger og faresymbol

Propan-2-ol

For dette kemikalie, kan I bruge dette [link](#).

Indsæt H og P sætninger og faresymbol

2,4 dinitrophenylhydrazin opløsning (0,2 %)

For dette kemikalie, kan I bruge kiros databasen: [Kiros.dk](https://kiros.dk)

Indsæt H og P sætninger og faresymbol

Fremgangsmåde

Syntesen udføres i stinkskab

1. Vej 1,00 g calciumhypochlorit af i en 50 mL konisk kolbe. Tilsæt 30 mL vand og en røremagnet, og sæt kolben til omrøring på en magnetomrører.
2. Vej 1,00 g benzaldehyd af i et 50 mL bægerglas, noter massen i resultatskemaet. Tilsæt 5 mL 2-methyl-propan-2-ol (4,0g) og 3 mL koncentreret eddikesyre (3,0 g), og bland grundigt. Overfør blandingen til den konisk kolbe med calciumhypochlorit i, ved at hælde benzaldehydblandingen i gradvist over ca. 30 sekunder.
3. Lad blandingen røre i 20 minutter.
4. Tilsæt 2 mL propan-2-ol for at mindske effekten af overskydende hypochlorit.
5. **Udfældning af benzoesyre.** Tilsæt 2 mL koncentreret saltsyre (2,4g) til den koniske kolbe med reaktionsblandingen. Sæt kolben i et isbad. Benzoesyre vil udfælde.
6. Efter 5 minutter filtreres benzoesyren med en Büchnertragt og vaskes med 5 mL isvand. Tør produktet let i tragten med vakuum.
7. Fjern filtrerpapiret fra tragten med en pincet, og lad det lufttørre i 5 minutter.
8. Vej et 50 mL bægerglas, overfør benzoesyren hertil og noter massen af råproduktet, gerne med 2 decimaler i resultatskemaet.

9. Tag en lille spatelspids af dette 'råprodukt' fra til senere analyse, læg det i en vejebåd.

OmkrySTALLISERING:

10. Beregn mængden af demi. vand, der skal tilsættes – 30 mL vand pr. gram benzoesyre, men maksimalt 20 mL vand.

11. Tilsæt vand til råproduktet og varm blandingen op på en varmeplade, indtil alt er opløst.

12. Sæt derefter opløsningen i et isbad for at køle ned. Benzoesyren udfældes som fine nåleformede krystaller.

13. Filtrer krystallerne fra som beskrevet i trin 6.

14. Lufttør krystallerne og vej det færdige produkt.

Simpel test for renhed:

Her laves en simpel test for, om der stadig er uomdannet benzaldehyd tilbage i jeres færdige produkt. Det gøres ved at påvise tilstedeværelsen af carbonylforbindelsen med 2,4-dinitrophenylhydrazin.

15. To små reagensglas tilsættes hver ca. 20 dråber 2,4-dinitrophenylhydrazin-opløsningen.

16. Til det ene reagensglas tilsættes en lille smule af råproduktet (en lille spatelspids) fra pkt. 7.

17. Til det andet reagensglas tilsættes en lille smule af det færdige produkt (en lille spatelspids) fra pkt. 14.

18. Iagttag evt. farveskift til orange/rød. Hvis der er en carbonylforbindelse tilstede dannes et tungtopløseligt bundfald bestående af en hydrazonforbindelse. Det ses som et gult/orange/rødt bundfald. Er der benzaldehyd til stede i råproduktet eller i det færdige produkt?

Oprydning

Ryd op og stil tingene på plads. Tør bordet af, hvor du har lavet forsøget, så du sikrer dig, at der ikke er spildt noget, som de næste elever kommer til at røre ved.

Resultater

Saml jeres resultater i et resultatskema:

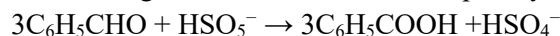
Masse af råprodukt:	Masse af omkrystalliseret produkt:	Var der en rest af carbonylforbindelse i produktet eller råprodukt?

Databehandling og konklusion laves i et andet dokument.

3. Oxidation af benzaldehyd med Oxone®

Formål

Ved denne metode bruges Oxone® som oxidationsmiddel. Oxone er en blanding af tre salte (et trippelsalt), der består af kaliumhydrogenperoxysulfat, kaliumhydrogensulfat og kaliumsulfat i forholdet 2:1:1 ($\text{KHSO}_5 \cdot \text{KHSO}_4 \cdot \text{K}_2\text{SO}_4$). Peroxysulfat-ionerne kan bruges som oxidationsmiddel og de øvrige salte i trippelsaltet forlænger holdbarheden af kaliumperoxysulfat. Følgende reaktion foregår:



Udstyr:

- Vandbad
- Isbad
- 50 mL rundbundet kolbe
- 50 mL konisk kolbe
- 50 mL bægerglas
- Måleglas
- Magnet, 2 stk.
- Svalerør
- Filtrerpapir
- Büchnertragt
- Magnetomrører og varmeplade
- Termometer
- Vejebåd

Reagenser:

- Oxone®
- Benzaldehyd ($\text{C}_6\text{H}_5\text{CHO}$)
- Vand, noget skal være iskoldt (H_2O)
- 2,4 dinitrophenylhydrazin opløsning



Forsøgsopstilling. Venstre foto viser bl.a., hvordan varmepladen står på en løfteplade. Foto til højre viser hvordan termometer er fastholdt i vandbadet.

Sikkerhed og forarbejde

Du skal bære sikkerhedsbriller og kittel til forsøget.

I skal selv have styr på sikkerheden i virksomhedens laboratorium. Nedenfor er vist faresymboler, faresætninger i form af H- sætninger (H for Hazard) og sikkerhedssætninger i form af P-sætninger (P for Precaution). Du kan læse mere om H- og P-sætninger på Kiros.dk. Nu skal I selv finde og indsætte H og P sætninger, både som tal/bogstaver og som sætninger, samt faresymboler. Et eksempel er vist for den første opløsning:

Benzaldehyd

Faresymbol:

H-sætninger:

H302 Skadelig ved indtagelse

P-sætninger:

Udfyld selv



Oxone ®

Faresymbol:

For dette kemikalie, kan I bruge kiros databasen: Kiros.dk

Indsæt H og P sætninger og faresymbol

2,4 dinitrophenylhydrazin opløsning (0,2 %)

Faresymbol:

For dette kemikalie, kan I bruge kiros databasen: Kiros.dk

Indsæt H og P sætninger og faresymbol

Fremgangsmåde

Syntese

1. Lav et varmebad ved at fylde et glas med (varmt) vand, tilsæt en røremagnet, og placer den på en magnetomrører med varmeplade. Placer et termometer i vandet. Anbring en løfteplade under varmepladen, så vandbadet nemt kan fjernes senere. (Se foto af forsøgsopstilling).
2. Vej 1,00 g benzaldehyd af i en 50 mL rundbundet kolbe, og tilsæt en lille magnet. Fastgør rundkolben til et stativ. Rundkolben skal senere sænkes ned i vandbadet.
3. Vej 7,25 g Oxone af i en 50 mL konisk kolbe. Tilsæt 20 mL vand, og tilsæt en røremagnet. Lad opløsningen røre i ét minut.
4. Hæld Oxone-opløsningen over i den rundbundede kolbe. Brug yderligere 5 mL vand til at skylle alt stoffet med over.
5. Sæt et svalerør på den rundbundede kolbe. Tilslut vandslangerne, så vandet kommer ind nederst og forlader svalerøret øverst.
6. Sænk rundkolben ned i vandbadet. Tænd for varmen, og lad rundkolben stå i vandbadet i 20 minutter, når vandbadet har nået 80 °C. Vandbadets temperatur skal holdes mellem 80-85 °C under hele reaktionen. Regulér temperaturen ved at justere varmepladens indstilling.
7. **Udfældning af benzoesyre** Fjern magneten fra rundkolben og erstat vandbadet med et isbad. Benzoesyren udfældes.
8. Efter 10 minutter filtreres benzoesyren med en Büchnertragt og vaskes med 20-30 mL isvand. Tør produktet let i tragten med vakuum.
9. Tag filteret med benzoesyren ud af tragten med en pincet, og lad det lufttørre på et urglas i 5 minutter.

Omkrystallisering:

10. Vej et 50 mL bægerglas og overfør benzoesyren (jeres produkt) til hertil. Vej igen, og beregn, hvor meget vand der skal tilsættes: 30 mL vand pr. gram benzoesyre, dog maksimalt 20 mL vand.
11. Opvarm blandingen på en varmeplade, indtil al benzoesyren er opløst. Sæt derefter opløsningen i et isbad for at køle ned. Benzoesyren udfældes som fine nåleformede krystaller.
12. Filtrer krystallerne fra som beskrevet i punkt 8.
13. Lufttør krystallerne og vej det færdige produkt.

Simpel test for renhed:

Her laves en simpel test for, om der stadig er uomdannet benzaldehyd tilbage i jeres færdige produkt. Det gøres ved at påvise tilstedeværelsen af carbonylforbindelsen med 2,4 dinitrophenylhydrazin.

14. To små reagensglas tilsættes hver ca. 20 dråber 2,4 dinitrophenylhydrazin opløsning..
15. Til den ene reagensglas tilsættes en lille smule af råproduktet (en lille spatelspids) fra pkt. 7.
16. Til det andet reagensglas tilsættes en lille smule af det færdige produkt (en lille spatelspids) fra pkt. 14.
17. Iagttag evt. farveskift til orange/rød. Hvis der er en carbonylforbindelse tilstede dannes et tungtopløseligt bundfald bestående af en hydrazonforbindelse. Det ses som et gult/orange/rødt bundfald. Er der benzaldehyd til stede i råproduktet eller i det færdige produkt?

Oprydning

Ryd op og stil tingene på plads. Tør bordet af, hvor du har lavet forsøget, så du sikrer dig, at der ikke er spildt noget, som de næste elever kommer til at røre ved.

Resultater

Saml jeres resultater i et resultatskema:

Masse af råprodukt:	Masse af omkrystalliseret produkt:	Var der en rest af carbonylforbindelse i produktet eller råprodukt?

Databehandling og konklusion laves i et andet dokument.