

Oksidasjon av benzaldehyd med kaliumpermanganat

Metoden er basert på fremgangsmåten i Kjemien Stemmer 2, studiebok (Knutsen et al., 2019)

Utstyr:	Reagenser:
• 50 mL begerglass. 2 stk • 50 mL Erlenmeyerkolbe. 2 stk • Målesylinder • Magnet • Magnetrører og varmeplate • Glasstrakt • Filtrerpapir • Büchnertrakt med avsug • Dråpetellere i plast, 1 mL • Pinsett	• Kaliumhydrogenfosfat (KH_2PO_4) • 3 % Kaliumpermanganat (KMnO_4) • Benzaldehyd ($\text{C}_6\text{H}_5\text{CHO}$) • Vann • 0,1 M Natriumtiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) • Konsentrert saltsyre (HCl)

Fremgangsmåte:

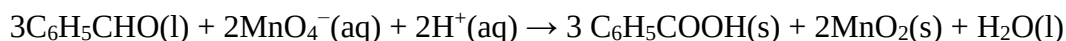
1. Jobb i avtrekk. Vei opp 0.50 g KH_2PO_4 i et 50 mL begerglass. Tilsett 20 mL 3 % KMnO_4 -løsning (0,6 g KMnO_4) og en magnet. La det røre til alt er oppløst. Dette kan være vanskelig å se, da løsningen er mørk lilla. La det derfor røre i omtrent 2-3 minutter.
2. Vei opp 0.40 g benzaldehyd ($\text{C}_6\text{H}_5\text{CHO}$) i en 50 mL erlenmeyerkolbe, og noter nøyaktig masse. Sett erlenmeyerkolben på magnetrøreren og hell løsningen fra punkt 1 oppi erlenmeyerkolben. Bruk 1-2 mL vann for å få overført all løsning fra begerglasset.
3. La røre i 15 minutter.
4. Hvis løsningen er rosa/lilla: Tilsett dråpevis $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -løsning til den rosa fargen fra KMnO_4 er borte. (Løsningen er fortsatt full av brunstein, MnO_2 (s).)
5. Filtrer vekk brunsteinen ved å bruke en glasstrakt med brettet filtrerpapir og en 50 mL erlenmeyerkolbe. Væsken som renner gjennom bør være fargeløs, men kan være lys brun på grunn av svært små MnO_2 partikler vi ikke får filtrert vekk. Hvis den er rosa, tilsetter du litt mer $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. NB: er løsningen brun er det ikke nødvendig å tilsette $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.
6. Tilsett 2 mL konsentrert saltsyre (2,4 g). Sett erlenmeyrkolben med blandingen i isbad. Benzosyren vil felle ut.
7. Etter 5 minutter kan benzosyren filtrere fra. Bruk en büchnertrakt med flatt filtrerpapir, og en erlenmeyerkolbe med siderør som kobles til en vannstrålepumpe. Sett først på suget, drypp litt isvann på filtrerpapiret, slik at det blir fuktig og overfør benzosyren fra

begerglasset og ned i trakten. Vask benzosyren med cirka 5 mL isvann. Bruk en dråpeteller. La stoffet ligge litt med sug på trakten for å tørke.

8. Ta filteret ut av trakten med en pinset og la det lufttørke i 5 minutter. Ha benzosyren i et veieskip, vei den og noter ned massen.
9. Omkrystallisering: Bruk et 50 mL begerglass og overfør benzosyren til det. Regn ut hvor mye vann du skal tilsette - 30 mL vann / gram benzosyre, men maksimalt 12 mL vann. Varm opp blandingen på en varmeplate til alt er løst. Sett løsningen i et isbad for avkjøling. Benzosyren feller ut av løsningen som fine nålformede krystaller.
10. Filtrer fra krystallene som beskrevet i punkt 7).
11. La benzosyren lufttørke på filterpapiret i (cirka 5 minutter). Vei benzosyren og noter massen. Ha benzosyren i et dramsglass med lokk.

Etterarbeid

Reaksjonsligningen for reaksjonen:



Formel oksidasjonsmiddel: $\text{KMnO}_4(\text{s})$, molar masse: 158 g/mol

H^+ kommer fra KH_2PO_4 med molar masse: 136 g/mol, $\text{H}_2\text{PO}_4^- \rightleftharpoons \text{H}^+ + \text{HPO}_4^{2-}$

1. Beregn utbytte.

Molar masse benzaldehyd: 106,1 g/mol Molar masse benzosyre: 122,1 g/mol.

2. Vurder syntesen ut ifra prinsippene 1, 2, 3, 5, 6 og 12 for Grønn kjemi – se egen tekst om grønn kjemi:

- 1) Avfallsforebygging
- 2) Atomøkonomi
- 3) Mindre farlige kjemiske synteser.
- 5) Bruk tryggere løsemidler og hjelpestoffer
- 6) Energieffektivitet
- 12) Tryggere kjemikalier og prosesser for ulykkesforebygging.

Oksidasjon av benzaldehyd med kalsiumhypokloritt

Metoden er en modifisert versjon av en laboratorieoppgave som gis i grunnkurset i organisk kjemi ved Kjemisk institutt, UiO

Utstyr:	Reagenser:
• 50 mL begerglass • 50 mL Erlenmeyerkolbe • Målesylinder • Magnet • Filtrerpapir • Büchnertrakt med avsug • Magnetrører og varmeplate • Reagensrør i plast med kork • Dråpetellere i plast, 1 mL	• Kalsiumhypokloritt ($\text{Ca}(\text{ClO})_2$) • Benzaldehyd ($\text{C}_6\text{H}_5\text{CHO}$) • Aceton • Konsentrert eddiksyre (CH_3COOH) • 25 % Natriumhydrogensulfitt (NaHSO_3) • Vann (H_2O) • Konsentrert saltsyre (HCl) • 1 mol/L Kaliumjodidløsning (KI)

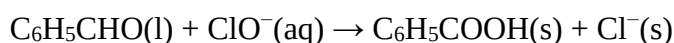
Fremgangsmåte:

1. Jobb i avtrekk. Vei opp 1,00 g $\text{Ca}(\text{ClO})_2$ i en 50 mL erlenmeyerkolbe. Tilsett 30 mL vann og en magnet og sett til røring på en magnetrører.
2. Vei opp 1,00 g benzaldehyd ($\text{C}_6\text{H}_5\text{CHO}$) i et 50 mL begerglass. Tilsett 5 mL aceton (4 g) og 3 mL konsentrert eddiksyre (3 g) og bland alt sammen. Overfør denne løsningen til erlenmeyerkolben med $\text{Ca}(\text{ClO})_2$ porsjonsvis over cirka 30 sekunder.
3. La røre i 20 minutter.
4. Før neste steg må vi forsikre oss om at det ikke er noe hypokloritt igjen i blandingen. Overfør 1 mL av reaksjonsblandingen til et reagensrør. Tilsett 1 mL 1 mol/L $\text{KI}(\text{aq})$. Hvis det er hypokloritt tilstede, vil det dannes I_2 som gjør løsningen brun. Hvis løsningen blir brun tilsettes 5 dråper 25 % $\text{NaHSO}_3(\text{aq})$ til reaksjonsblandingen i erlenmeyerkolben. La røre i 1 minutt, ta deretter ut 1 mL av reaksjonsblandingen og gjenta testen med KI . Når det ikke lenger dannes I_2 kan man gå videre til neste steg.
5. Tilsett 2 mL konsentrert saltsyre (2,4 g) til erlenmeyerkolben med reaksjonsblandingen. Sett kolben med blandingen i isbad. Benzosyren vil felle ut.
6. Etter 5 minutter kan benzosyren filtrere fra. Bruk en büchnertrakt med flatt filtrerpapir, og en erlenmeyerkolbe med siderør som kobles til en vannstrålepumpe. Sett først på suget, drypp litt is-vann på filtrerpapiret, slik at det blir fuktig og overfør benzosyren fra begerglasset og ned i trakten, Vask benzosyren med cirka 5 mL isvann. Bruk en dråpeteller. La stoffet ligge litt med sug på trakten for å tørke.

7. Ta filteret ut av trakten med en pinset og la det lufttørke i 5 minutter. Ha benzosyren i et veieskip og vei den.
8. Omkrystallisering: Skyll det lille begerglasset og overfør benzosyren til det. Regn ut hvor mye vann du skal tilsette - 30 mL vann / gram benzosyre, men maksimalt 20 mL vann. Varm opp blandingen på en varmeplate til alt er løst. Sett løsningen i et isbad for avkjøling. Benzosyren feller ut av løsningen som fine nålformede krystaller.
9. Filtrer fra krystallene som beskrevet i punkt 6).
10. La benzosyren lufttørke på filtrerpapiret i (cirka 5 minutter). Vei benzosyren og ha den i et dramsglass med lokk.

Etterarbeid

Reaksjonsligningen for reaksjonen:



Formel oksidasjonsmiddel: $\text{Ca}(\text{ClO})_2(\text{s})$, molar masse: 143,0 g/mol

1. Beregn utbytte.

Molar masse benzaldehyd: 106,1 g/mol Molar masse benzosyre: 122,1 g/mol.

2. Vurder syntesen ut ifra prinsippene 1, 2, 3, 5, 6 og 12 for Grønn kjemi – se egen tekst om grønn kjemi:

1) Avfallsforebygging

2) Atomøkonomi

3) Mindre farlige kjemiske synteser.

5) Bruk tryggere løsemidler og hjelpestoffer

6) Energieffektivitet

12) Tryggere kjemikalier og prosesser for ulykkesforebygging.

Oksidasjon av benzaldehyd med Oxone®

Metoden er en noe modifisert versjon av fremgangsmåten i Gandhari, R., Maddukuri, P. P., & Vinod, T. K. (2007). Oxidation of aromatic aldehydes using oxone. *Journal of chemical education*, 84(5), 852.

Utstyr:	Reagenser:
• Vannbad • Isbad • 50 mL rundkolbe, (som passer til vannkjøler) • 50 mL Erlenmeyerkolbe • 50 ml begerglass • Målesylinder • Magnet. 2stk • Vannkjøler med overgang • Filtrerpapir • Büchnertrakt med avsug • Magnetrører og varmeplate • Termometer • Urglass	• Oxone® • Benzaldehyd (C_6H_5CHO) • Type 2 vann (H_2O)

Fremgangsmåte:

1. Forbered et vannbad ved å fylle vann i et kar, tilsett en magnet og sett det på en magnetrører med varmeplate. Plasser et termometer i vannet. Sett en jekkeplate under varmeplaten, slik at du lett kan fjerne vannbadet senere.
2. Vei opp 1.00 g benzaldehyd (C_6H_5CHO) i en 50 mL rundkolbe. Ha i en liten magnet. Fest rundkolben til et stativ. Rundkolben skal senere senkes ned i vannbadet.
3. Vei inn 7.25 g Oxone i en 50 mL erlenmeyerkolbe, tilsett 20 mL Type 2 vann og en magnet. La røre i ett minutt.
4. Hell løsningen med Oxone over i rundkolben. Bruk 5 mL type 2 vann til å få med alt stoffet.
5. Sett på en vannkjøler, vannslangene skal festes slik at vannet kommer inn i vannkjøleren nederst, og går ut av vannkjøleren øverst.
6. Senk rundkolben ned i vannbadet. Sett på varmen og la rundkolben stå i vannbadet i 20 minutter fra det tidspunktet temperaturen i vannbadet er 80 grader.

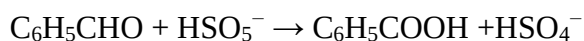
Tips! Sett varmen på varmeplata på høy temperatur (ca 300 grader) til vannet når 80 grader.

Vannbadet skal holde 80-85 grader gjennom hele syntesen. Dette reguleres ved å senke og heve temperaturen på varmeplaten.

7. Fisk ut magneten og bytt ut vannbadet med et isbad. Benzosyren vil felle ut.
8. Etter 10 minutter kan benzosyren filtrere fra. Bruk en büchnertrakt med flatt filterpapir, og en erlenmeyerkolbe med siderør som kobles til en vannstrålepumpe. Sett først på suget, drypp litt isvann på filterpapiret, slik at det blir fuktig og overfør benzosyren fra rundkolben og ned i trakten, Bruk en dråpeteller til å vaske benzosyren med 20-30 mL isvann. La stoffet ligge litt med sug på trakten for å tørke.
9. Ta filteret ut av trakten med en pinset og la det lufttørke på et urglass i 5 minutter. Ha benzosyren i et veieskip og vei den.
10. Omkrystallisering: Skyll det lille begerglasset og overfør benzosyren til det. Regn ut hvor mye type 2 vann du skal tilsette - 30 mL vann / gram benzosyre, men maksimalt 20 mL vann. Varm opp blandingen på en varmeplate til alt er løst. Sett løsningen i et isbad for avkjøling. Benzosyren feller ut av løsningen som fine nålformede krystaller.
11. Filtrer fra krystallene som beskrevet i punkt 8).
12. La benzosyren lufttørke på filterpapiret i 5 minutter. Vei benzosyren.

Etterarbeid

Reaksjonsligningen for reaksjonen:



Formel oksidasjonsmiddel: $2\text{KHSO}_5 \cdot \text{KHSO}_4 \cdot \text{K}_2\text{SO}_4(\text{s})$, molar masse: 614,8 g/mol

1. Beregn utbytte.

Molar masse benzaldehyd: 106,1 g/mol Molar masse benzosyre: 122,1 g/mol.

2. Vurder syntesen ut ifra prinsippene 1, 2, 3, 5, 6 og 12 for Grønn kjemi – se egen tekst om grønn kjemi:

- 1) Avfallsforebygging
- 2) Atomøkonomi
- 3) Mindre farlige kjemiske synteser.
- 5) Bruk tryggere løsemidler og hjelpestoffer
- 6) Energieffektivitet
- 12) Tryggere kjemikalier og prosesser for ulykkesforebygging.