

08:40

Έναρξη με προετοιμασία ΑΛΔΟΛΙΚΗΣ



1. Σε ποτήρι των 400 ml τοποθετείται μαγνητάκι
2. Κατόπιν προστίθενται 2,5 ml βενζαλδεύδης, τα οποία παραλαμβάνονται με 10αρι ογκομετρικό κύλινδρο, ο οποίος κλείνει με λίγο αλουμιόχατο και μεταφέρεται στην απαγωγό
3. Στην συνέχεια παραλαμβάνονται 30 ml 2-προπανόλης με ογκομετρικό κύλινδρο των 50 ml τα οποία προστίθενται στο ποτήρι αφού πρώτα ξεπλυθεί ο κύλινδρος των 10 ml
4. Κατόπιν παίρνονται 18 ml διάλυμα ακετόνης 5% v/v. Από αυτό μεταφέρονται άμεσα στο ποτήρι της αντίδρασης τα 2 ml και τα υπόλοιπα 16 είναι σε αναμονή για να προστεθούν αργότερα

5. Κατόπιν με ογκομετρικό κύλινδρο των 50 ml παίρνονται 30 ml NaOH 5% w/v τα οποία προστίθενται στο ποτήρι
6. Στην συνέχεια προστίθενται τα υπόλοιπα 16 ml του υδατικού διαλύματος της ακετόνης αργά με πιπέτα παστέρ αργά ως εξής: Το μίγμα ΔΕΝ θερμαίνεται, Διατηρείται καλή ανάδευση και Η προσθήκη γίνεται με αργό ρυθμό σε περίπου 20 λεπτά (ρυθμός 10 σγ ανά μισό λεπτό)
7. Μετά το πέρας της προσθήκης η θέρμανση πάει στο 1 και το μίγμα θερμαίνεται για επιπλέον 30 λεπτά προσέχοντας να μην ξεπεράσει τους 45 °C. Παράλληλα τοποθετείται στην θερμομαντική πλάκα 2° ποτήρι με 60 ml νερό να ζεσταίνονται.

Στην συνέχεια στα 30 μιν που θερμαίνεται το μίγμα της αντίδρασης για την ΑΛΔΟΛΙΚΗ, προχωράμε στην προετοιμασία του πειράματος της ΟΞΕΙΔΩΣΗΣ

09:30

1. Σε κωνική φιάλη των 250 ml που έχει ξεπλυθεί με νερό προστίθενται 6 gr $KMnO_4$ που έχουν ζυγισθεί σε χαρτί
2. Στην συνέχεια προστίθενται 50 ml νερό και το μίγμα αναδεύετε με γυάλινη ράβδο ώστε να διαλυθεί το υπερμαγγανικό όσο είναι δυνατόν (πιθανόν να μην διαλυθεί πλήρως λόγω ύπαρξης ποσότητας MnO_2)
3. Με σιφώνι των 2 ml λαμβάνονται 2 ml βενζυλικής αλκοόλης τα οποία μεταφέρονται σε ποτηράκι ζέσης των 100 ml. Στο ίδιο ποτήρι μεταφέρονται 15 ml KOH 7% w/v χρησιμοποιώντας κύλινδρο των 50 ml.
4. Κατόπιν το περιεχόμενο του ποτηριού ζέσης προστίθεται στην κωνική φιάλη των 250 ml αργά με την χρήση πιπέτας παστέρ, μέσα σε χρονικό διάστημα 5 λεπτών. Το ποτήρι εκπλένεται 2 φορές από 5 ml νερού και οι εκπλύσεις μεταφέρονται επίσης στην κωνική. Παρατηρούνται πιθανές αλλαγές στο μίγμα.
5. Στην συνέχεια η κωνική επικαλύπτεται με αλουμινόχατο με 2-3 τρύπες. Στην θερμομαντική πλάκα τοποθετείται υδατόλουτρο στο οποίο βυθίζεται η κωνική φιάλη με το μίγμα της αντίδρασης. Παράλληλα τοποθετείται στη θερμομαντική πλάκα ποτήρι ζέσης με 50 ml νερό για ρεζέρβα. Η θέρμανση τοποθετείται στο 2 κ η ανάδευση κανονική. Το μίγμα θερμαίνεται για 1 ώρα.

Μετά το πέρας της προετοιμασίας για την ΟΞΕΙΔΩΣΗ αφήνουμε το μίγμα να θερμαίνεται και εφόσον έχει παρέλθει ο χρόνος θέρμανσης της ΑΛΔΟΛΙΚΗΣ, προχωράμε στην επεξεργασία του μίγματος της

10:10

8. Με το πέρας της θέρμανσης το ποτήρι με τα 60 ml ζεστού νερού το αδειάζουμε στο ποτήρι της αντίδρασης. Καθιζάνει έτσι κίτρινο ίζημα βενζαλακετόνης
9. Στην συνέχεια προχωράμε σε ψύξη: Αρχικά μένει 5 λεπτά στην εστία να κρυώσει και στην συνέχεια με υδατόλουτρο έως τους 35 °C και με παγόλουτρο έως τους 15 °C.

10. Κατόπιν γίνεται διήθηση υπό κενό σε ηθμό Buchner με χρήση τριπλού διηθητικού χαρτιού. Γίνονται 3 εκπλύσεις με κρύο νερό και εκπλύσεις με μικρή ποσότητα 2-προπανόλης για την απομάκρυνση του νερού. Παραμονή σε υψηλό κενό για 5 λεπτά για υποβοήθηση της ξήρανσης
11. Προχωράμε σε ανακρυστάλλωση, χρησιμοποιούνται 2 50άρες κωνικές φιάλες. Στην πρώτη προστίθεται το στερεό μας με μαγνητάκι και 10 ml οξικού αιθυλεστέρα, στην δεύτερη 10 ml οξικού αιθυλεστέρα ως ρεζέρβα. Γρήγορη διαδικασία με προσθήκη ζεστού διαλύτη από την ρεζέρβα εφόσον χρειαστεί.
12. Ψύξη: α) βρεγμένο χαρτί, β) υδατόλουτρο, γ) παγόλουτρο
13. Διήθηση, εκπλύσεις με 10 ml πετρελαικού αιθέρα. Υπό υψηλό κενό για 5 min για ξήρανση
14. Ξήρανση στο φούρνο με προζυγισμένη ύαλο έως σταθερού βάρους (<0,05 gr) και παράδοση φακέλου με ημερομηνία, όνομα παρασκευάσματος, ονόματα φοιτητών –τριων.



11:20 Στην συνέχεια και εφόσον έχει παρέλθει ο χρόνος θέρμανσης της ΟΞΕΙΔΩΣΗΣ προχωράμε στην επεξεργασία του μίγματος (Αυτό μπορεί να γίνει στο διάστημα ξήρανσης της ΑΛΔΟΛΙΚΗΣ)

6. Λαμβάνονται 3 ml αιθανόλης με ογκομετρικό κύλινδρο 10άρι και προστίθενται σε ποτήρι ζέσης των 100 ml όπου ήδη έχουν προστεθεί 12 ml νερό. Το αραιωμένο αυτό αιθανολικό διάλυμα προστίθεται στην κωνική φιάλη που γίνεται η αντίδραση ενώ ακόμα το μίγμα είναι ζεστό και αργά με πιπέτα παστέρ (βρέχοντας και τα τοιχώματα). Κατόπιν το μίγμα αφήνεται άλλα 5 min στην θέρμανση.
7. Με το πέρας της εξουδετέρωσης της περίσσειας του υπερμαγγανικού απομακρύνεται η κωνική από την θερμαντική πλάκα και τοποθετείται αρχικά σε υδατόλουτρο και κατόπιν σε παγόλουτρο για ψύξη
8. Κατόπιν το περιεχόμενο της κωνικής φιλτράρεται με προσοχή με buchner για την απομάκρυνση του MnO_2 χρησιμοποιώντας τριπλό ηθμό. Το διήθημα πρέπει να είναι όσο το δυνατότερο διαυγές (να μην περάσει MnO_2).
9. Κατόπιν το διήθημα μεταφέρεται σε ποτήρι ζέσης και προστίθενται 15 ml HCl 20% w/v. Έτσι καθιζάνει το βενζοϊκό οξύ αλλά απομακρύνονται και όλα τα υπόλοιπα συστατικά μέσω 6 αντιδράσεων. Πιθανόν να χρειαστεί θέρμανση για την πλήρη αντίδραση του εναπομείναντος MnO_2 .
10. Κατόπιν ακολουθεί ψύξη σταδιακά και διήθηση υπό κενό σε ηθμό P3/P4. Ελέγχουμε εάν το ίζημα είναι όξινο με πεχαμετρικό χαρτί. Εκπλένουμε με κρύο νερό και κατόπιν απομακρύνεται το περιεχόμενο της διηθητικής φιάλης στα απόβλητα και καθαρίζεται με απιονισμένο νερό
11. Προχωράμε σε χημική ανακρυστάλλωση. Σε 10 ml NaOH 10% w/v προστίθενται άλλα 10 ml νερό και το σύνολο του διαλύματος των 20 ml προς' τίθεται στον ηθμό που βρίσκεται το στερεό σε 2 δόσεις των 10 ml. Η προσθήκη γίνεται χωρίς κενό με ανάδευση ώστε να διαλυτοποιηθεί πλήρως το βενζοϊκό οξύ και να περάσει ως βενζοϊκό νάτριο στο διήθημα



12. Το διήθημα της χημικής ανακρυστάλλωσης μεταφέρεται σε ποτήρι ζέσης και οξινίζεται με 10 ml HCl 20% w/v. Το διάλυμα ελέγχεται με πεχαμετρικό χαρτί εάν είναι όξινο. Κατόπιν προχωράμε σε σταδιακή ψύξη κατά τα γνωστά
13. Γίνεται η τελική διήθηση υπό κενό σε ηθμό P3/P4 (τον ίδιο που είχαμε πριν). Εκπλύσεις με κρύο νερό 3 φορές. Εκπλύσεις με πετρελαικό αιθέρα 2 φορές. Ξήρανση στον ηθμό για 5 λεπτά υπό υψηλό κενό.
14. Ξήρανση στο φούρνο με προζυγισμένη ύαλο έως σταθερού βάρους (<0,05 gr) και παράδοση φακέλου με ημερομηνία, όνομα παρασκευάσματος, ονόματα φοιτητών –τριων.
15. Καθαρισμός του ηθμού με 1. διάλυμα NaOH 5% και 2. Νερό

12:30

Τέλος εργαστηριακή ημέρας