

Oxidation af alkoholer

Øv _____

Apparatur: 9 små reagensglas og 3 store, prop med glasrør, 400 mL bægerglas, rg. stativ, niveau-bord, Bunsen-brænder, reagensglasstativ, muffe, klemme, termometer (0-110°C), spatel, glastragt.

Kemikalier: Beckmanns blanding, 2,4-DNPH-reagens, 2M NaOH (aq), 0,1M AgNO₃ (aq), konc. NH₃ (aq), 3 ukendte alkoholer.

Øvelsens formål er for hver af de udleverede ukendte alkoholer at finde ud af, om det er en primær, sekundær eller tertiær alkohol.

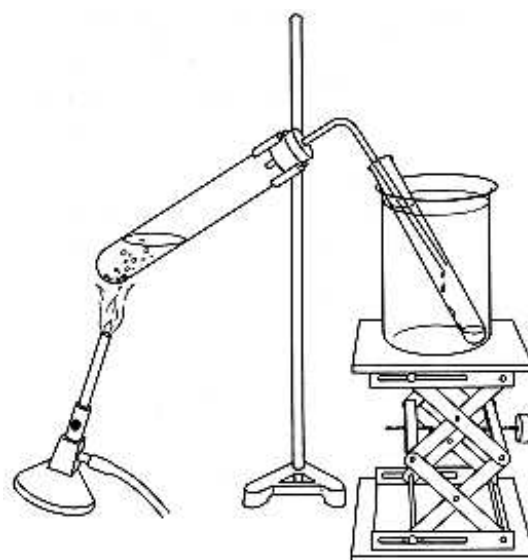
Teori: "Basiskemi B", 1. udg, s.153-155, 161-163

Advarsel 1: "Beckmanns blanding" indeholder kaliumdichromat opløst i fortyndet svovlsyre. Blandingen er ætsende, og kaliumdichromat menes at indebære **kræft**risiko.



Advarsel 2: Brug gerne beskyttelsesbriller. Vær opmærksom på muligheden af en eksplosion, ifald brændbare dampe blandes med luft.

Mere teori: Man starter med at forsøge at oxidere en af de udleverede ukendte alkoholer. Primære og sekundære alkoholer kan oxideres til henholdsvis aldehyder og ketoner. Tertiære alkoholer oxideres derimod ikke under de givne forsøgsbetingelser. Som oxidationsmiddel anvendes "Beckmanns blanding" (en svovlsur opløsning af kaliumdichromat (K₂Cr₂O₇)). Ved at opvarme reaktionsblandingen til kogning, opnår vi, at den aldehyd eller keton, der måtte dannes, fordamper og efterfølgende fortættes på de kolde sider af det lille reagensglas. Destillatet undersøges v.h.a. 2,4-DNPH-reagens og Tollens reagens.



Pimpsten skal forhindre stødkogning.

Udførelse

- 1) Overfør 20 mL Beckmanns blanding til et stort reagensglas samt 2-4 pimpsten.. Tilsæt endelig 2 mL af den ukendte alkohol og omryst forsigtigt. Destillationsopstillingen på figuren gøres færdig. Bægerglasset skal indeholde koldt vand. (Tilsæt evt isklumper.)
- 2) Ved forsigtig opvarmning bringes reaktionsblandingen i småkog. Der opsamles 1½-2 mL destillat, hvorefter opvarmningen afbrydes.
- 3) Destillatet er en blanding af vand, ureageret alkohol og eventuelt dannet aldehyd eller keton. Notér alle iagttagelser (reaktionsblandingsens farve(r), en eller flere faser i destillatet o.s.v.). Sæt etikette (fx nr 1) på det lille reagensglas og gem destillatet i stativ til de følgende undersøgelser.
- 4) Med rene reagensglas behandles de øvrige alkoholer på samme måde, så man ender med 3 små reagensglas med destillater.
- 5) Hvert destillat prøves med 2,4-DNPH-reagens. Alle iagttagelser noteres.
- 6) Hvert destillat prøves med Tollens reagens. Alle iagttagelser noteres.

Affald: "Beckmann" skal i dunk med "tungmetaller"; Tollens ligeså. 2,4-DNPH i "Organisk".

2,4-dinitrophenylhydrazin-reagens. Aldehyder og ketoner kaldes oxoforbindinger. De kan påvises analytisk med 2,4-DNPH-reagens. Reagenset er en 0,2 % opløsning af 2,4-DNPH i 2M saltsyre.

Fremgangsmåde: Hæld 2 mL reagens i et reagensglas og tilsæt 1-2 dråber af det ukendte stof, som skal undersøges. Iagttagelse? Hvis stoffet er en oxoforbinding dannes en tungtopløselig, gulorange krystallinsk forbindelse - en såkaldt hydrazone. (Det kan for nogle stoffers vedkommende være nødvendigt, at omrøre med en glasspatel eller at skrabe med spatlen op og ned ad reagensglasets inderside, før hydrazonen begynder at krystallisere.)

Advarsel 3: 2,4-DNPH kunne godt mistænkes for at indebære kræftisiko.

Tollens reagens (Ammoniakalsk sølvnitrat-opløsning). Stoffers reduktionsevne kan undersøges med Tollens reagens. Reagenset er ikke holdbart og fremstilles umiddelbart før, det skal anvendes.

Fremgangsmåde: Der skal bruges et helt rent reagensglas. Hæld 2 mL 0,6 M AgNO_3 (aq) i reagensglasets og tilsæt samme mængde 2M NaOH (aq). Der udfældes sølvoxid. Tilsæt - afbrudt af forsigtig omrystning - dråbevis konc. ammoniakvand, indtil sølvoxidet netop går i opløsning.

Når reagenset er færdigt, tilsættes 1-2 dråber af det stof, som skal undersøges. Reagensglasets omrystes forsigtigt. Hvis der ikke sker noget, anbringes reagensglasets i 60 grader varmt vand. (Ved højere temperatur, er der fare for falske reaktioner.)

Alle aldehyder kan i dette reagens reducere sølvion til frit sølv. Positiv reaktion erkendes ofte ved dannelsen af et mørkt bundfald af amorft sølv. Ved opvarmning på vandbad kan der dannes et sølvspejl på reagensglasets sider.

Advarsel: Reagenset må ikke gemmes, da der kan dannes sølvfulminat (AgCNO), som eksploderer ved den mindste påvirkning.

Databehandling

- 1) Redegør omhyggeligt for, hvordan man på grundlag af de udførte forsøg finder ud af, om alkoholen er primær, sekundær eller tertiær. Resultatet meddeles læreren, som derefter oplyser navnet på de 3 udleverede alkohol.
- 2) Skriv alkoholens strukturformel. Skriv afstemte reaktionsskemaer for reaktionerne under forsøget. (Husk, at det er destillatet (oxidationsproduktet), som testes med de forskellige reagenser.)
- 3) Forklar de forskellige iagttagelser under forsøget.
- 4) Hvorfor er det vigtigt, at man ved oxidationen af alkoholen afdestillerer oxidationsproduktet?