[ το παρόν είναι αναδημοσίευση του περσινού σημειώματος…]

Σύνθεση βενζοκαϊνης

Εκείνο που δυσκόλεψε τεχνικά τις πρώτες δύο ομάδες στην εκτέλεση του πειράματος ήταν η διήθηση με τη χρήση γης διατόμων ( celite ) και η προηγηθείσα οξείδωση με υπερμαγγανικό κάλιο. Στους συνδέσμους παρακάτω θα πάρετε μια ιδέα, αλλά στο εργαστήριο πρέπει να συγκεντρωθείτε σε αυτά που διαθέτει και σε αυτό που κάνετε ( focus! )

<https://youtu.be/dbb5EgppoD8> ( SPAM !)

<https://www.youtube.com/results?search_query=celite+filtration>

Όσον αφορά την οξείδωση, αυτή πρέπει να λάβει χώρα στα 4 εκατοστά ( cm ) από τον πάτο της κωνικής φιάλης των 500 ml, και αυτό έχει να κάνει με την μηχανική της ανάδευσης και την διαχείριση του οξειδωτικού, αφού αν δεν αντιδράσει σκορπισμένο στα τοιχώματα θα μας κάνει τη ζωή δύσκολη. Επίσης καλή θέρμανση, όχι τόσο ανάδευση. Προς το μέσον της αντίδρασης, μπορούμε κατόπιν ανάδευσης να ‘’βουτάμε’’ για λίγα δευτερόλεπτα τη φιάλη στο νερό που βράζει. Υπενθυμίζουμε το υπερμαγγανικό είναι αρκετά δραστικό και άρα επικίνδυνο και το χειριζόμαστε με προσοχή. Αν έχουμε ένα ποτήρι ζέσης με καθαρό νερό και μια γυάλινη ράβδο, εύκολα ελέγχουμε χρωματικά την πορεία της αντίδρασης ( να το πούμε χάριν συνεννόησης χρωματικό TLC; ).

Δεύτερο, η διήθηση με celite, απαιτεί λίγη δεξιοτεχνία και ήπιους χειρισμούς από τα χεράκια σας. Η βαρύτητα υπό ελαφρύ κενό – ένας ευχάριστος μικροθόρυβος θα σας κάνει τη δουλειά.

1. Βρέχουμε στρογγυλό ηθμό και τον τοποθετούμε με τέλειο τρόπο στο χωνί διήθησης.
2. Τοποθετούμε – στρώνουμε πάνω από τον χάρτινο ηθμό με τη βοήθεια σπάτουλας μισό δάκτυλο celite και το διαβρέχουμε απαλά με λίγο νερό, ίσα να καλυφθεί.
3. Εφαρμόζουμε με το χέρι ελαφρύ κενό και απομακρύνουμε αν χρειαστεί το νερό από την επιφάνεια του celite ΧΩΡΙΣ αυτή να στεγνώσει. Αν χρειαστεί τοποθετούμε λίγο celite στις άκρες του χωνιού ώστε να έχουμε τέλεια επικάλυψη. Η ιδέα είναι, ένα τρισδιάστατος κύλινδρος από celite ύψους 0,5 cm πάνω από το δισδιάστατο στρογγυλό χάρτινο ηθμό.
4. Αδειάζουμε τη φιάλη διήθησης από το περιττό νερό, στήνουμε τη φιάλη διήθησης, αδειάζουμε το καφέ διάλυμα στο χωνί και εφαρμόζουμε με το χέρι ελαφρύ κενό, απομακρύνοντας το υδατικό διήθημα με μικρό ρυθμό εκροής, χωρίς να αφήσουμε τη καφέ πλέον κλίνη να στεγνώσει.
5. Ξεπλένουμε τη φιάλη αντίδρασης με 25 ml καυτό νερό και ρίχνουμε τα υγρά έκπλυσης στη καφέ κλίνη, εφαρμόζουμε στην αρχή ελαφρό κενό, διακόπτουμε με το χέρι πάντοτε, ανοίγουμε τέρμα τη βρύση και εφαρμόζουμε κενό μέχρις να στεγνώσει – στραγγίξει η καφέ κλίνη, αφού το προϊόν μας είναι στο διήθημα.
6. Τέλος! Αν όλα έχουν γίνει σωστά το διήθημα θα είναι ελαφρά υποκίτρινο. Το μυστικό είναι στον ρυθμό!!!

Καλό είναι να έχετε διαβάσει θεωρητικά το πείραμα, γιατί δεν έχει νόημα η απλή εκτέλεση. Επίσης για το επόμενο στάδιο, αν έχετε τίποτα πεχαμετρικά χαρτιά σπίτι σας καλό θα είναι να τα φέρετε μαζί σας γιατί δεν ξέρω αν θα μας τα έχουν φέρει οι προμηθευτές μέχρις τότε. Βέβαια μπορώ να σας δώσω οδηγίες να πορευτείτε χωρίς αυτά, δύσκολα μεν, αλλά έτσι θα κάνετε τη διαφορά!

Thanassis

ΥΓ: ελπίζω να βγει το πρόγραμμα και να μην έρχεστε για εργαστήριο μετά τις γιορτές, γιατί είναι περίοδος διαβάσματος.

4-11-2017

Η σύνθεση από άποψης μηχανισμών, είναι επανάληψη της σύνθεσης ακετανιλιδίου, οξείδωσης τολουολίου που θα το βρείτε στις σημειώσεις του εργαστηρίου, υδρόλυση αμιδίων που θα το βρείτε σε βιβλίο οργανικής και εστεροποίησης.