

Esperienza 4

Cristallizzazione e punti di fusione

Scopo dell'esperienza

Cristallizzare caffeina e acido benzoico, saggiarne la purezza pre e post cristallizzazione e misurare il punto di fusione di entrambe le sostanze.

Minime note di sicurezza:

In questa esperienza viene fatta bollire una sospensione di acido benzoico in acqua. E viene aggiunto etere di petrolio a una soluzione di caffeina. Dal momento che si lavora con acqua bollente e solventi tossici lavorare sempre sotto cappa indossando i DPI.

Materiali e reagenti

- Caffeina (standard), Acido benzoico (standard)
- Soluzione di permanganato
- Diclorometano, etere di petrolio, Ghiaccio, acqua distillata
- Piastra riscaldante, Becker (25 ml)
- Camere di sviluppo, TLC, cilindro graduato.
- Apparat per la misura del punto di fusione, Capillari chiusi

1) Verifica purezza materiali di partenza

Misurare utilizzando la cromatografia su strato sottile la purezza dei campioni ottenuti sperimentalmente. Come riferimento utilizzare delle soluzioni standard di acido benzoico e caffeina da confrontare con una soluzione dei propri campioni (utilizzare una piccola aliquota in una vial). Misurare R_f e riportare TLC.

2) Cristallizzazione dell'acido benzoico

Per circa 300 mg di acido benzoico aggiungere nella vial 5 ml di acqua distillata. Porre la vial sulla piastra riscaldante e attendere la completa solubilizzazione (ebollizione). Quando ciò è avvenuto spegnere la piastra e lasciare raffreddare la vial a lato. Evitare di scuotere o agitare la vial durante questo intervallo di tempo. In caso di mancata formazione di cristalli (a temperatura ambiente) raffreddare con ghiaccio. Per separare i cristalli ottenuti filtrare su filtro buchner impiegando una beuta codata e il vuoto della linea ad acqua. Asciugare i cristalli risultanti in forno a 80°C per circa 30'-1h e dunque misurare il punto di fusione e confrontarlo con quello del composto commerciale.

3) Cristallizzazione caffeina

Disciogliere la caffeina in una minima quantità di dcm circa 2 mL. Una volta disciolta completamente aggiungere molto lentamente l'etere di petrolio con una pipetta facendolo scorrere lungo le pareti della vial. Proseguire LENTAMENTE fino alla comparsa di un solido bianco (costituito da cristalli aghiformi minuscoli) tra l'etere di petrolio (meno denso) e il dcm (denso). Attendere lasciando la vial in quiete. Fatto ciò proseguire filtrando su un filtro buchner di piccole dimensioni. Misurare il punto di fusione e confrontare con quello commerciale.

4) Misura punto di fusione

Anzitutto caricare il campione purificato in un capillare chiuso (chiedere al docente) e in seguito proseguire alla misura. E 'importante non salire troppo velocemente di temperatura per apprezzare precisamente il valore corretto. Pertanto, è opportuno abbassare il gradiente di temperatura in prossimità del punto di fusione atteso. (la fase iniziale del riscaldamento può essere fatta più velocemente).