



LABORATORIO DI CHIMICA ORGANICA II

Anno Accademico 2024-2025

Esperienza #4: Separazione di una miscela acido benzoico/mentolo

Scopo dell'esperienza

Separare acido benzoico e mentolo sfruttando le loro proprietà acido-base.

Minime note di sicurezza:

Prima di iniziare l'esperienza, annotare nel quaderno di laboratorio le frasi H e P relative ai composti e solventi che verranno utilizzati. Si ricorda di maneggiare i solventi sempre sotto cappa e di tenere le cappe accese (interruttore grigio, si sente il rumore della ventola) con i saliscendi laterali sempre abbassati. Il saliscendi frontale va tenuto quanto più possibile abbassato (tipicamente, mentre si lavora l'altezza corretta è sopra il livello dei gomiti, così da lavorare comodamente in piedi). Si ricorda di coprire i recipienti nei tragitti tra le cappe dei solventi e la propria cappa. Quando si agita l'imbuto separatore si crea una pressione, a causa dell'evaporazione del solvente organico, bassobollente. Dopo aver agitato, ruotare l'imbuto verso l'alto e sfiatare aprendo il rubinetto. Avere cura di non puntare il rubinetto fuori cappa. Prima di usare un imbuto separatore osservare che non sia stellato: gli imbuto stellati messi sotto pressione possono rompersi facilmente. Per questo è molto importante ispezionare l'imbuto prima di usarlo e sfiatare sempre.

Minima introduzione

I composti organici sono tipicamente solubili in solventi organici di polarità simile. Tuttavia, le reazioni acido/base possono formare un sale (*es.* deprotonazione di un acido o protonazione di una base). Questo crea una carica, che viene meglio solvatata da un solvente polare protico. Per piccole molecole organiche questo può portare al trasferimento di fase, dalla fase organica alla fase acquosa, perché la solubilità viene controllata dalla solvatazione della carica e non dall'interazione del solvente con la parte apolare della molecola. In questa esperienza si utilizzano due composti organici, acido benzoico e mentolo, di cui solamente l'acido benzoico è facilmente deprotonabile (pK_a 4.2 vs ca. 19.5) poiché uno è un acido e l'altro un alcol. In seguito all'aggiunta di una base, solo l'acido viene deprotonato e diventa solubile nella fase acquosa, venendo così separato dal mentolo. Scrivere sul quaderno gli equilibri di dissociazione dell'acido benzoico e del mentolo in acqua. Indicare chiaramente i movimenti degli elettroni con le frecce. Esprimere le due costanti acide in funzione della concentrazioni molari delle specie in soluzione.

Materiali e reagenti

- Imbuto separatore
- Beute e becker
- Cilindro graduato
- Filtro buchner
- Imbuto in vetro
- Carta da filtro
- Cristallizzatore o becker per bagno di acqua e ghiaccio
- Cartina tornasole
- Bacchetta di vetro

- Soluzione in diclorometano di acido benzoico e mentolo
- NaOH 3 M
- HCl 6 M
- Solfato di sodio (Na_2SO_4)
- Ghiaccio



LABORATORIO DI CHIMICA ORGANICA II

Anno Accademico 2024-2025

Procedura

Prelevare con un cilindro graduato 50 mL di una soluzione a concentrazione nota di acido benzoico (0.01 g/mL) e mentolo (0.01 g/mL) in cloruro di metilene ($d = 1.32 \text{ g/mL}$) e trasferirli in un imbuto separatore da 250 mL. Scrivere sul quaderno le strutture dell'acido benzoico e del mentolo. Il mentolo utilizzato è enantiopuro o una miscela racemica? Indicare sul quaderno la stereochemica dei centri stereogenici del mentolo utilizzato. Estrarre la fase organica con una porzione da circa 25 mL di una soluzione di NaOH 3 M (ricordarsi di sfiatare l'imbuto separatore durante l'operazione). Ripetere l'estrazione della fase organica con una seconda porzione da 25 mL di una soluzione di NaOH 3 M. Riunire le fasi organiche in una beuta. In che fase sono presente il mentolo e l'acido benzoico? Perché? Commentare sul quaderno.

Procedere lavorando la fase acquosa basica, e quella organica nel seguente modo:

- 1) Fase Organica: reintrodurre la fase organica nell'imbuto separatore e lavarla con due porzioni da 25 mL di acqua deionizzata. Dopo separazione delle fasi versare la fase organica in una beuta e anidrificarla con Na_2SO_4 , aggiungendo a poco a poco l'anidrificante, fino a vederlo flocculare leggermente. Filtrare il solvente direttamente in un pallone pesato da 100 mL utilizzando un imbuto e un filtro a pieghe (eventualmente aiutarsi con una bacchetta di vetro per far percolare il solvente dentro il filtro). Allontanare il solvente con l'evaporatore rotante ottenendo il mentolo. Come la pressione influenza la temperatura di ebollizione di una sostanza? Commentare sul quaderno. Prestare attenzione all'evaporazione del solvente. Pesare il solido ottenuto e determinarne la resa di estrazione e il punto di fusione. Annotare tutto sul quaderno.
- 2) Fase Basica: raffreddare la beuta contenente la fase basica in un bagno di acqua e ghiaccio. Portare a pH acido aggiungendo goccia a goccia una soluzione di HCl 6 M. A cosa servono queste due osservazioni? Annotare sul quaderno. Controllare il pH con una cartina tornasole. Che cos'è il pH di una soluzione? Come funziona un indicatore di pH? Annotare sul quaderno. Si osserva la formazione di un precipitato. Che cos'è? Filtrare il precipitato su Buchner, lavarlo con acqua fredda e lasciarlo asciugare. Dopo averlo lasciato asciugare determinarne peso e punto di fusione.

Confrontare il punto di fusione dei vari prodotti ottenuti con quelli riportati. P.f. dell'acido benzoico: 121 - 125°C; p. f. mentolo 43 - 45°C.

Video utili estrazione con solvente

<https://www.youtube.com/watch?v=9GWQvhHS308>

<https://www.youtube.com/watch?v=p-tz7lO1ydY>

Video utili filtrazione su carta

<https://www.youtube.com/watch?v=1upWav-FnII>

<https://www.youtube.com/watch?v=hPx-bxtUwMM>

<https://www.youtube.com/watch?v=wCrU7eamOgki>

Video utili uso del rotavapor

<https://www.youtube.com/watch?v=hf6nPZjOTXo>

<https://www.youtube.com/watch?v=zObkDGldsus>