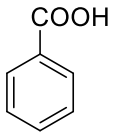
Esperienza 2

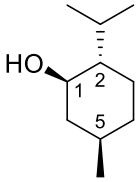
Separazione acido-base di acido benzoico e mentolo

Scopo dell'esperienza

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



acido benzoico



(1*R*,2*S*,*5R*)-(-)-mentolo
5-metil-2-(1-metiletil)cicloesanolo

Preparazione

Guardare i video su uso dell'imbuto separatore, anidrificazione con magnesio solfato e uso del rotavapor.

Minime note di sicurezza

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 imbuti 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 (pKa 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.

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 1 M
- HCl 6 M
- Solfato di sodio (Na_2SO_4)
- (Ghiaccio)

(varie: matita, spatola)

Procedura

Prelevare con un cilindro graduato 50 mL di una soluzione di acido benzoico e mentolo in cloruro di metilene (d = 1.32) e trasferirli in un imbuto separatore da 250 mL. Estrarre la fase organica con due porzioni da circa 25 mL di una soluzione di NaOH 1 M (ricordarsi di sfiatare l'imbuto separatore durante l'operazione), che vanno riunite in una beuta. Ricordare che la fase più densa si recupera dal rubinetto, quella meno densa – sovrastante – si recupera dal collo superiore dell'imbuto.

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. [possibile punto per fare pausa fino alla settimana successiva, mettendo il solido in dei piccoli vial o eppendorf etichettati, o piccole bustine di stagnola da lasciare al docente]
   Pesare il solido ottenuto.

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. Controllare il pH con una cartina tornasole. Filtrare il precipitato su buchner, lavarlo con acqua fredda e lasciarlo asciugare. [possibile punto per fare pausa fino alla settimana successiva, mettendo il solido in dei piccoli vial o eppendorf etichettati, o piccole bustine di stagnola, da lasciare al docente]
   Dopo averlo lasciato asciugare determinarne peso.