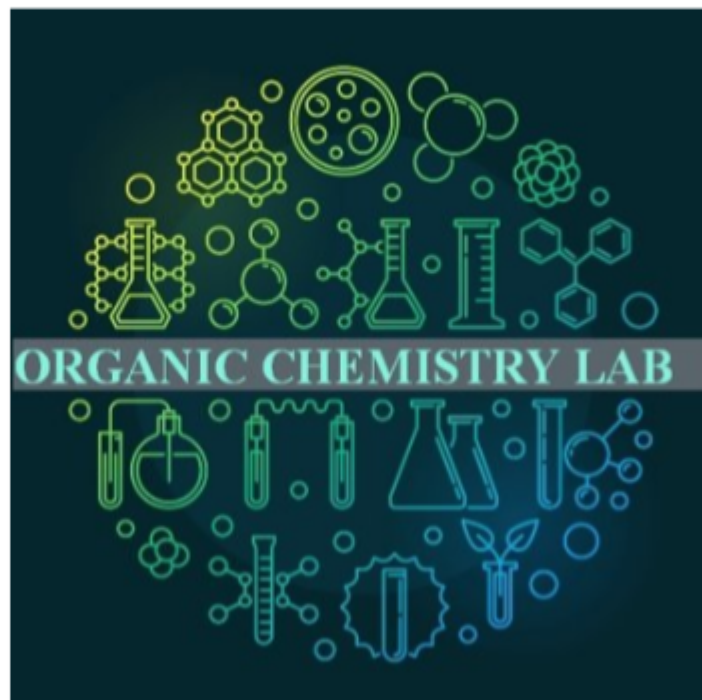


# Εργαστήριο Οργανικής Χημείας Ι

## ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΗ ΑΣΚΗΣΗ 7



ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΣ ΜΙΓΜΑΤΟΣ  
ΒΕΝΖΟΙΚΟΥ ΟΞΕΟΣ ΤΡΙΦΑΙΝΥΛΟΜΕΘΑΝΟΛΗΣ

## ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΣ ΜΙΓΜΑΤΟΣ

Στηρίζεται:

- Οξεοβασικό χαρακτήρα
- Διαλυτότητα

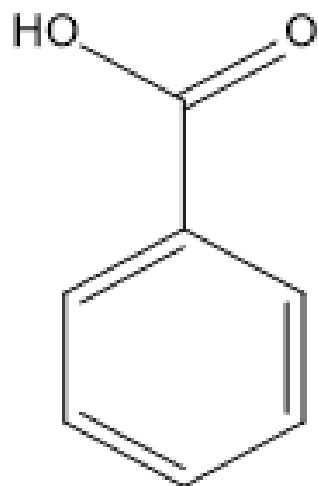
Χρήση τεχνικών

1. Απόσταξη
2. Εκχύλιση
3. Διήθηση υπό κενό
4. Ανακρυστάλλωση
5. Ξήρανση

# ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΣ ΜΕΙΓΜΑΤΟΣ

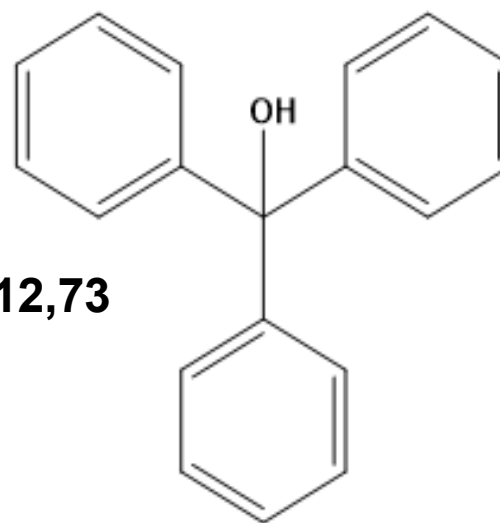
**Benzoic acid**

**triphenylmethanol**



**Pka 4,20**

0,35 gr/ 100 ml H<sub>2</sub>O  
Σ.Τ 122,5 °C

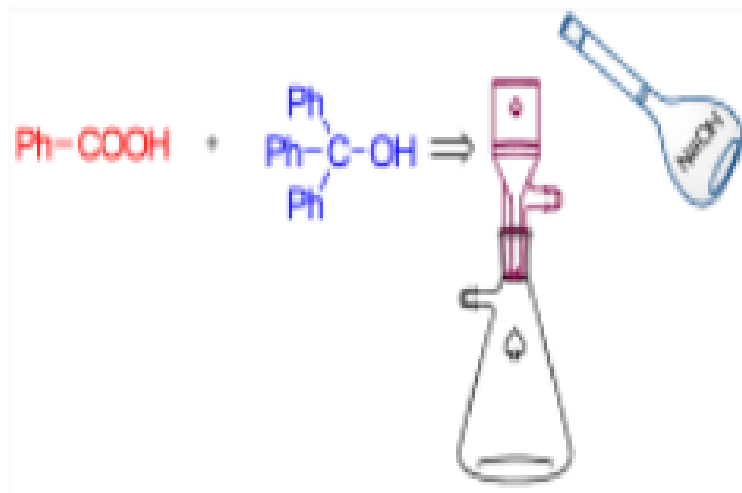


**Pka 12,73**

0,1 gr/ 100 ml H<sub>2</sub>O  
Σ.Τ 161-164 °C

## ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

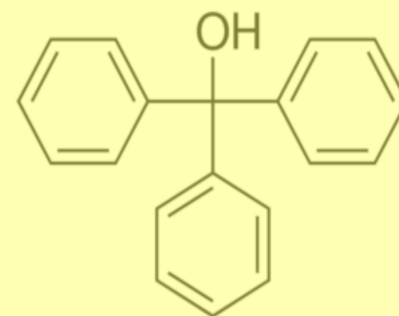
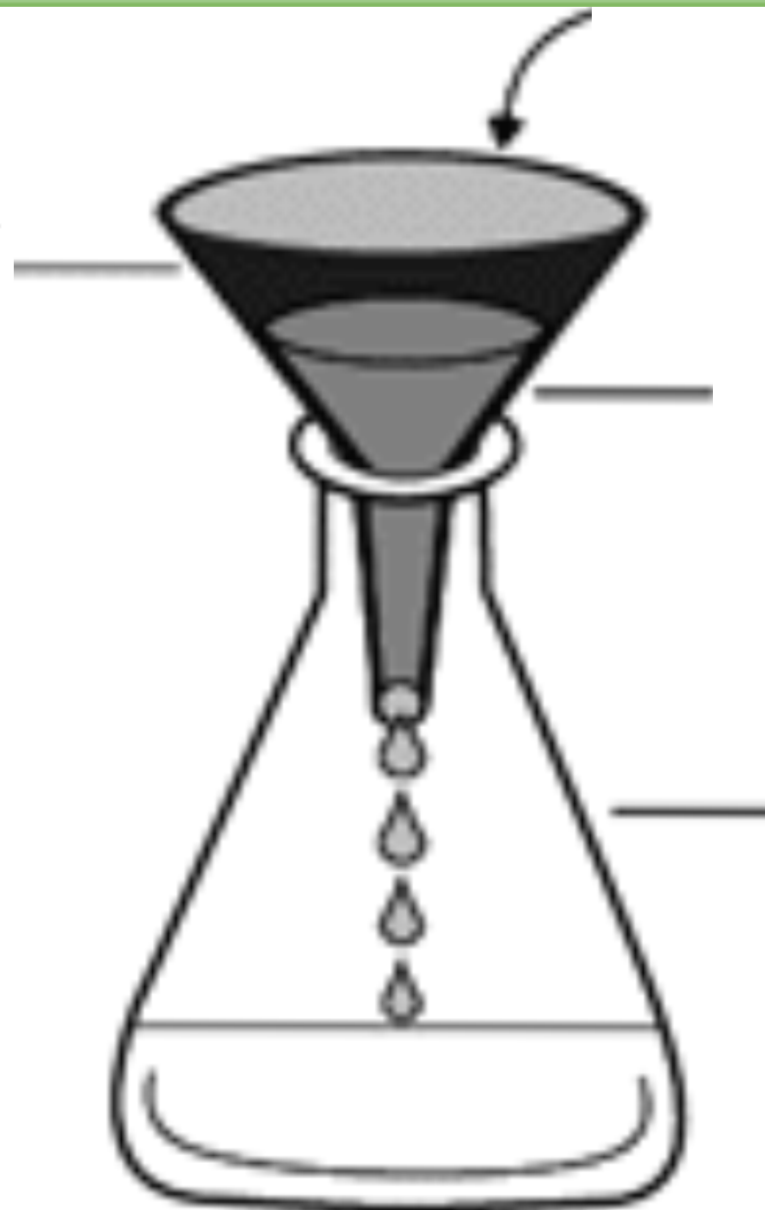
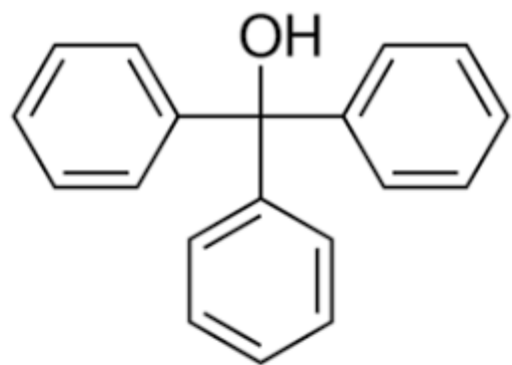
1. Ζυγίζονται **4 gr μείγματος** και τοποθετούνται πάνω σε ηθμό
2. Σε 20 ml υδατικού δ/τος NaOH 10%w/v, προστίθενται 10ml H<sub>2</sub>O (**σύνολο 30 ml**)
3. Το αραιωμένο δ/μα NaOH προστίθεται σε 2 δόσεις (**2\*15 ml**)
4. Η προσθήκη NaOH γίνεται **χωρίς κενό** με καλή ανάδευση για να αντιδράσει όλο το βενζοϊκό οξύ



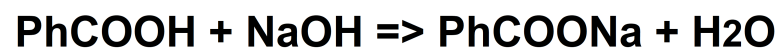
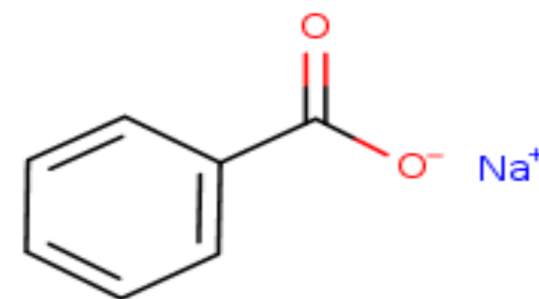
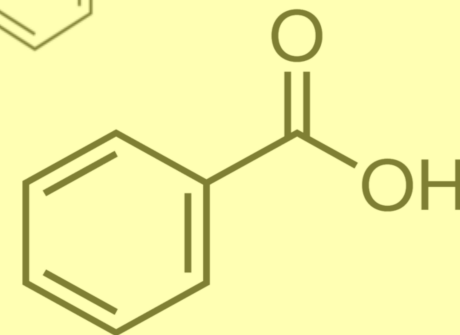


Είτε γίνει προσθήκη  $\text{NaHCO}_3$  είτε  $\text{NaOH}$  η αντίδραση γίνεται μόνο με το βενζοϊκό οξύ.

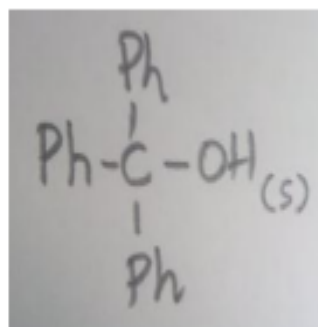
Η αλκοόλη δεν αντιδρά ούτε και με το  $\text{NaOH}$  που είναι ισχυρότερη βάση



Μείγμα



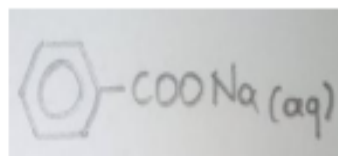
# ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ



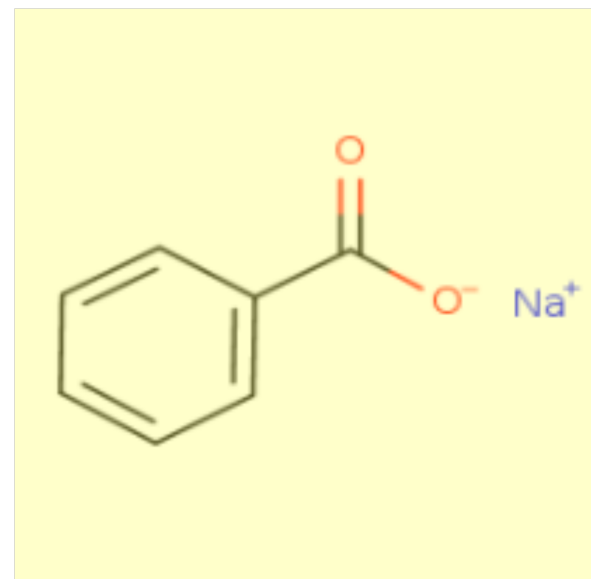
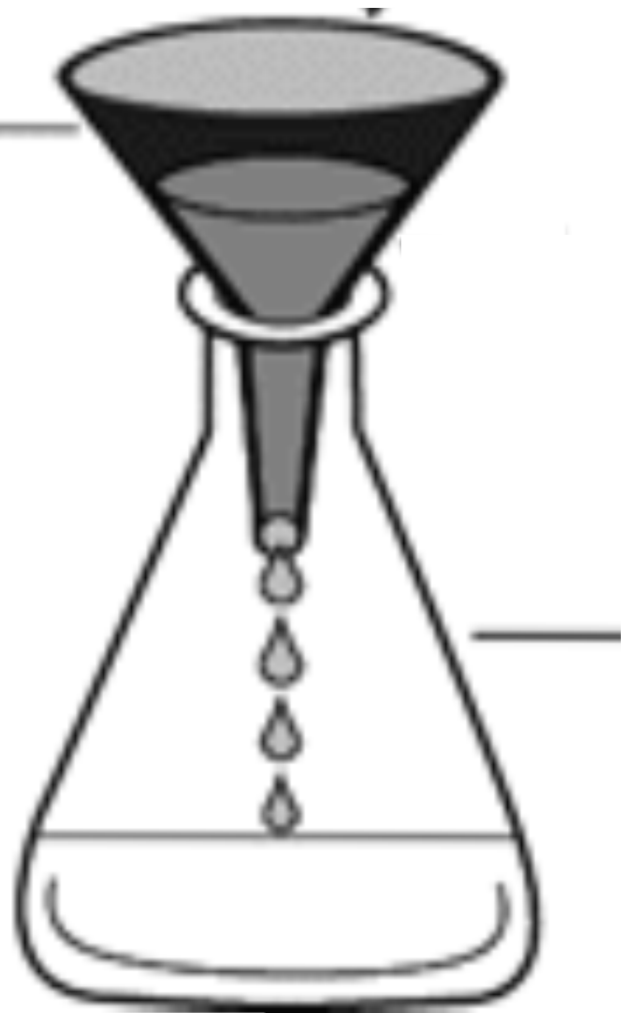
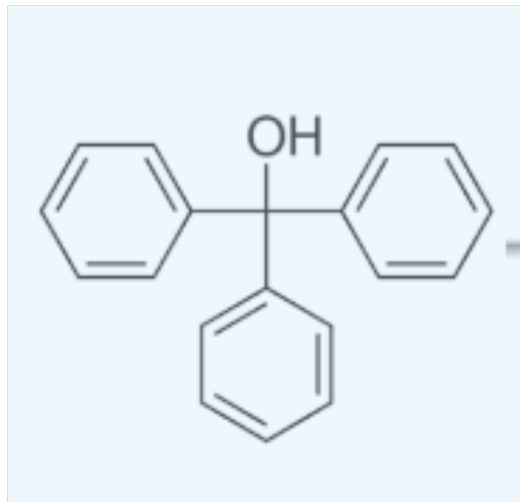
Το ίζημα εκπλένεται αρκετές φορές με νερό (15 ml)

**Όστε τυχόν PhCOONa να περάσει στο διήθημα**

και στην συνέχεια το διήθημα μεταφέρεται σε ποτήρι ζέσης για μετέπειτα επεξεργασία



# 1η ΦΑΣΗ ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΣ



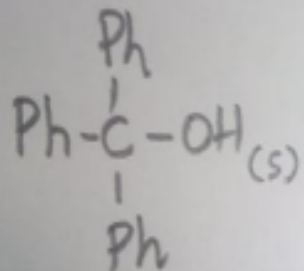
# 2η ΦΑΣΗ ΚΑΘΑΡΙΣΜΟΣ ΕΝΩΣΕΩΝ

# Καθαρισμός Ph<sub>3</sub>C-OH

## ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

Συνεχίζεται η έκπλυση του ιζήματος χρησιμοποιώντας κρύο πετρελαιοειδές αιθέρα (3 x 5 ml)  
Κατόπιν αφήνεται υπό ισχυρό κενό ώστε να ξηρανθεί

ΙΖΗΜΑ



ΑΝΑΚΡΥΣΤΑΛΛΩΣΗ

Χρησιμοποιούνται **2 50άρες κωνικές φιάλες**. Στην πρώτη προστίθεται το στερεό μαζί με μαγνητάκι και **10 ml διαλύτη (2-προπανόλη/τολουόλιο 3:1)**  
Στην δεύτερη (ρεζέρβα) **10 ml διαλύτη**

Γρήγορη διαδικασία με προσθήκη ζεστού διαλύτη από την ρεζέρβα εφόσον απαιτείται

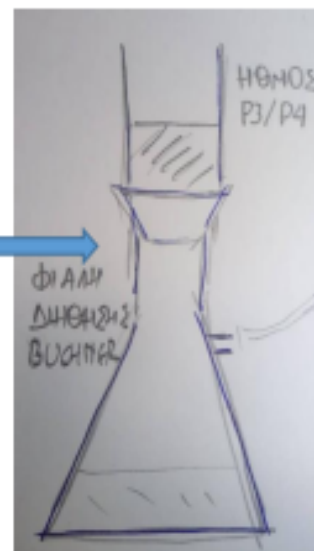
ΨΥΞΗ: α. βρεγμένο χαρτί, β. υδατόλουτρο, γ. παγόλουτρο (15°)

### ΔΙΗΘΗΣΗ

Εκπλύσεις με πετρελαιοειδές αιθέρα καλά ώστε να απομακρυνθεί το τολουόλιο  
Υπό κενό για 5 min για ξήρανση

ΞΗΡΑΝΣΗ φούρνος έως σταθερό βάρος (<0,05 gr)

ΠΑΡΑΔΟΣΗ σε φάκελο (Ημερομηνία/ομάδα-υποομάδα/χημική ουσία)

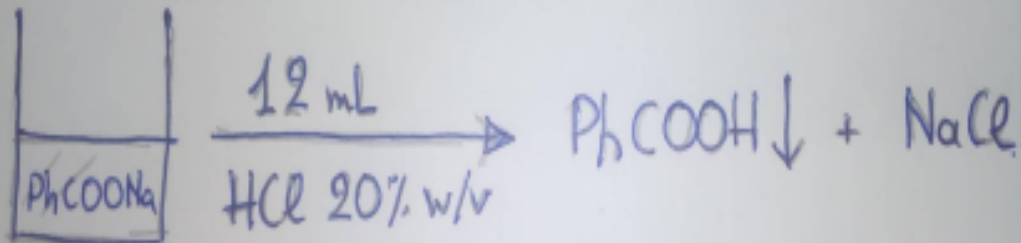


Από την ανακρυστάλλωση και μετά τα απόβλητα στο δοχείο συλλογής Β (αρωματικά)

## ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

### ΔΙΗΘΗΜΑ

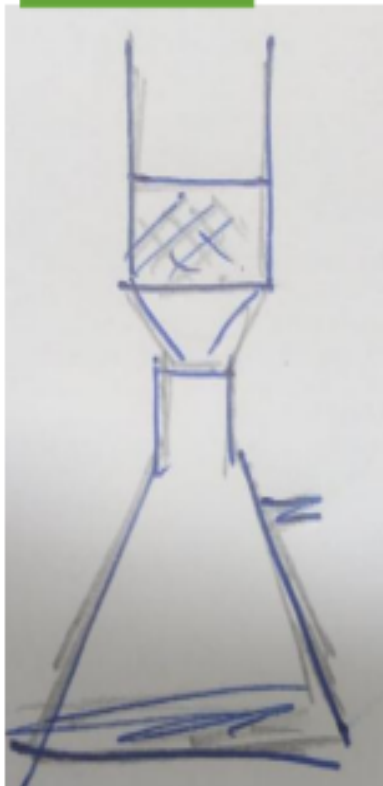
Προσθήκη 12 ml δ/τος HCl 20% w/v



Έλεγχος οξύτητας του διαλύματος (να είναι pH=2)

Ψύξη του προκύπτοντος διαλύματος σε υδατόλουτρο και σε παγόλουτρο

### ΔΙΗΘΗΣΗ



Πολλές μικρές εκπλύσεις με 10 ml κρύου νερού

Απομάκρυνση του περιεχομένου της διηθητικής φιάλης στα απόβλητα και καθαρισμός της με απιονισμένο νερό

### ΧΗΜΙΚΗ ΑΝΑΚΡΥΣΤΑΛΛΩΣΗ



Σε 10 ml NaOH 10% w/v προστίθενται άλλα 10 νερό

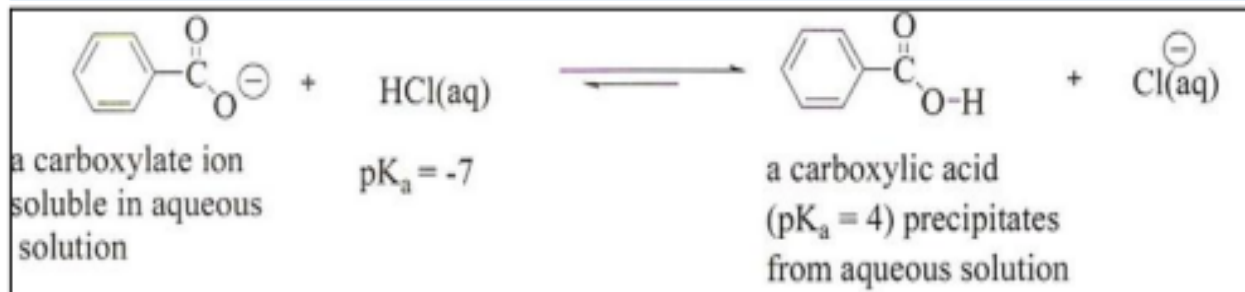
Αυτά προστίθενται σε δύο δόσεις (10 + 10) πάνω στον ηθμό, χωρίς κενό με ανάδευση ώστε να επαναδιαλυτοποιηθεί το βενζοϊκό οξύ ξανά ως βενζοϊκό νάτριο και να περάσει έτσι στο διήθημα



## ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ



Το διήθημα της χημικής ανακρυστάλλωσης μεταφέρεται σε ποτήρι ζέσης και οξινίζεται ξανά με 10 ml HCl 20% w/v



Έλεγχος οξύτητας

ΨΥΞΗ: α. βρεγμένο χαρτί, β. υδατόλουτρο, γ. παγόλουτρο (15°)

### ΔΙΗΘΗΣΗ

Εκπλύσεις με κρύο νερό από 3 φορές  
Εκπλύσεις με κρύο πετρελαιοειδές αιθέρα (10 ml)  
Ξήρανση στον ηθμό για 10 λεπτά



ΞΗΡΑΝΣΗ φούρνου έως σταθερό βάρος (<0,05 gr)

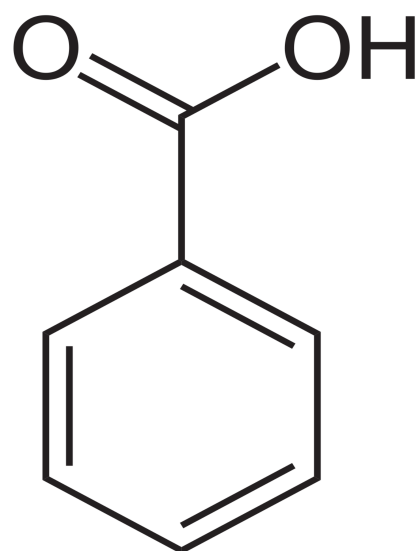
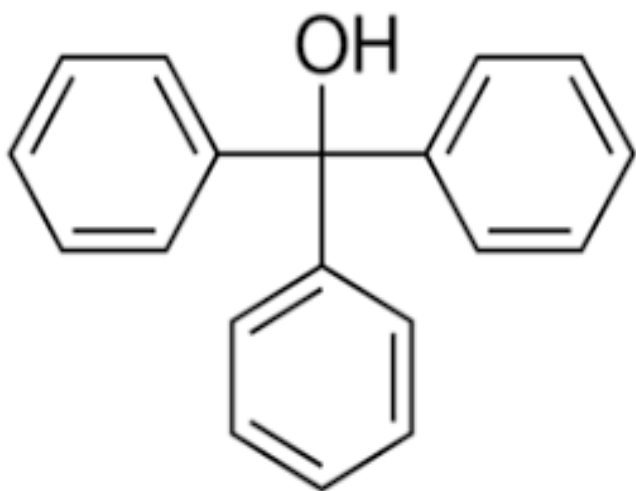
ΠΑΡΑΔΟΣΗ Βενζοϊκού οξέος σε φάκελο (Ημερομηνία / ομάδα-υποομάδα / χημική ουσία)



Ο ηθμός καθαρίζεται

1. Με διάλυμα NaOH 5%
2. Νερό

# ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΣ ΜΕΙΓΜΑΤΟΣ ΚΑΙ ΚΑΘΑΡΙΣΜΟΣ ΟΡΓΑΝΙΚΩΝ ΕΝΩΣΕΩΝ ΒΑΣΙΖΟΜΕΝΟΙ ΣΤΗΝ ΟΞΕΟΒΑΣΙΚΟΤΗΤΑ ΚΑΙ ΤΗ ΔΙΑΛΥΤΟΤΗΤΑ ΤΩΝ ΟΡΓΑΝΙΚΩΝ ΕΝΩΣΕΩΝ





## ΑΣΚΗΣΕΙΣ ΓΙΑ ΑΝΑΦΟΡΑ

1. Πόσα ml υδατικού διαλύματος HCl 37% w/w και πυκνότητας  $d=1,19$  gr/ml (Δ/μα Δ1) απαιτούνται για να εξουδετερώσουν 400 ml υδατικού διαλύματος που περιέχει NaOH 4% w/v και  $\text{Ca(OH)}_2$  7,4 % w/v (Δ/μα Δ2).

2. Έχουμε διάλυμα Βενζοϊκού οξέος (Α) και φαινόλης (Β) σε μεθανικό οξύ (Γ) (το μεθανικό οξύ, σ.β  $101^\circ$  είναι ο διαλύτης). Με ποια πειραματική διαδικασία θα διαχωριστεί το μίγμα και θα παραδοθούν ξεχωριστά καθαρές οι τρεις ουσίες Α, Β και Γ;

# Θεωρητικό μέρος



Ο διαχωρισμός στηρίζεται: Φυσικές και χημικές ιδιότητες διαφόρων ενώσεων

# Χημικές μέθοδοι διαχωρισμού:

Κατά τις χημικές μεθόδους διαχωρισμού μίγματος χρησιμοποιείται ένα χημικό αντιδραστήριο που αντιδρά εκλεκτικά με ένα από τα συστατικά του μίγματος.

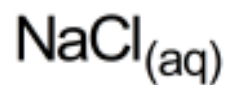
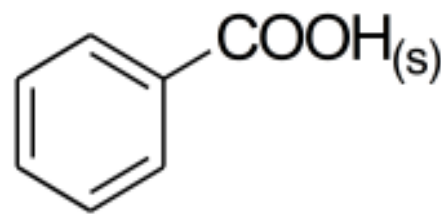
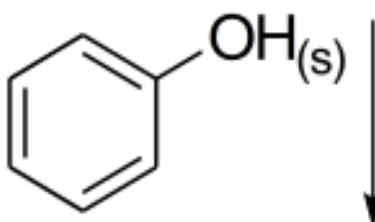
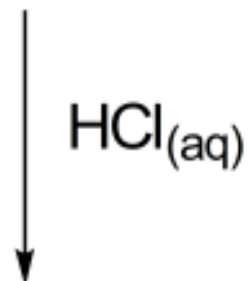
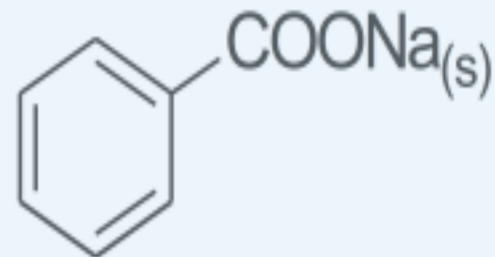
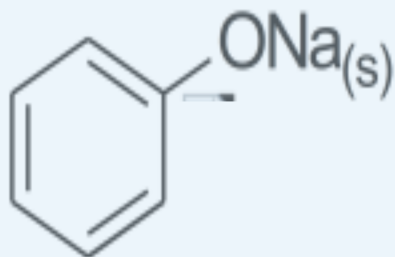
Για παράδειγμα, μπορούμε να διαχωρίσουμε ένα **ετερογενές μίγμα** στερεού θειικού βαρίου (**BaSO<sub>4</sub>**) και ανθρακικού νικελίου (II) (**NiCO<sub>3</sub>**) με την παρακάτω χημική μέθοδο. Προσθέτουμε 3M υδροχλωρικό οξύ (HCl) στο μίγμα. Αυτό αντιδρά με το στερεό NiCO<sub>3</sub>, όπως δείχνει η αντίδραση



Το θειικό βάριο δεν αντιδρά με το HCl, ούτε διαλύεται στο υδατικό διάλυμα. Στη συνέχεια διηθούμε το μίγμα, οπότε απομακρύνεται το BaSO<sub>4</sub>. Στο διήθημα προσθέτουμε ανθρακικό κάλιο (K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>), το οποίο αντιδρά με το NiCl<sub>2</sub> και ξανασχηματίζεται το αδιάλυτο NiCO<sub>3</sub>, σύμφωνα με την παρακάτω αντίδραση

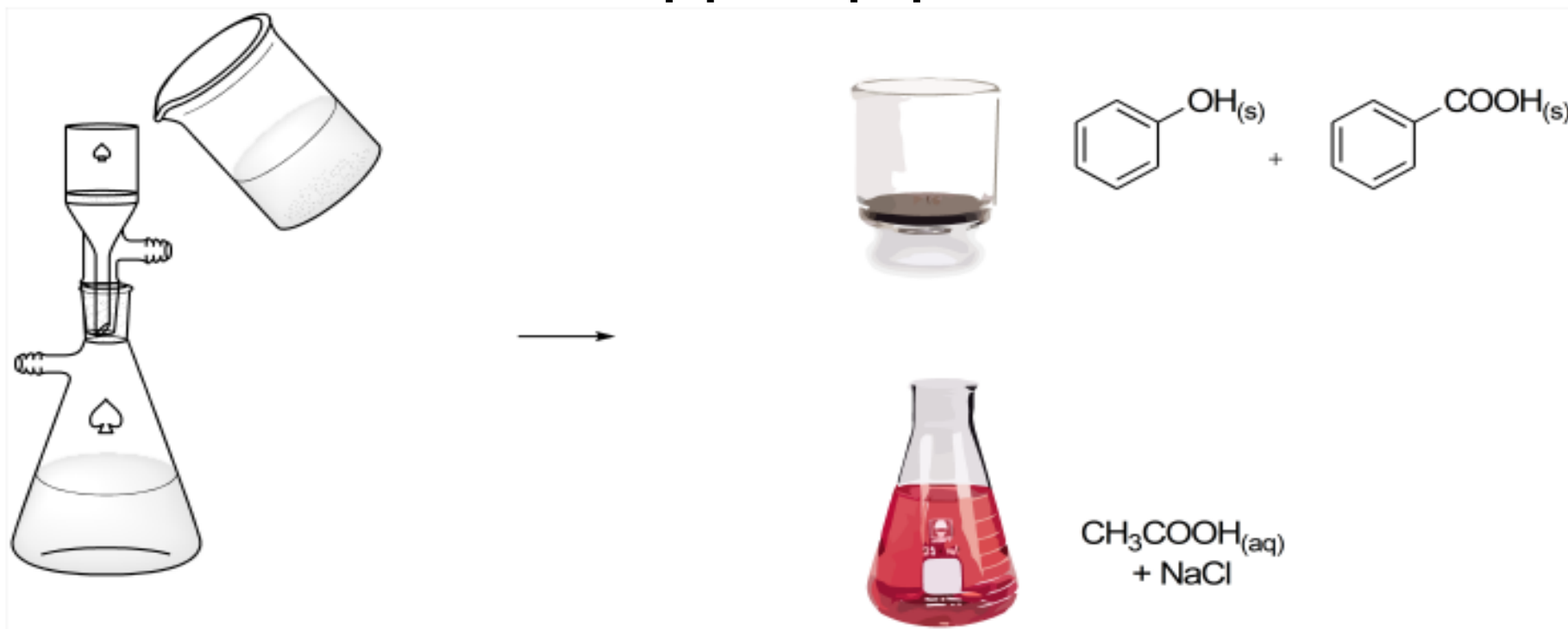


# ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΣ ΜΙΓΜΑΤΟΣ



# ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΣ ΜΙΓΜΑΤΟΣ

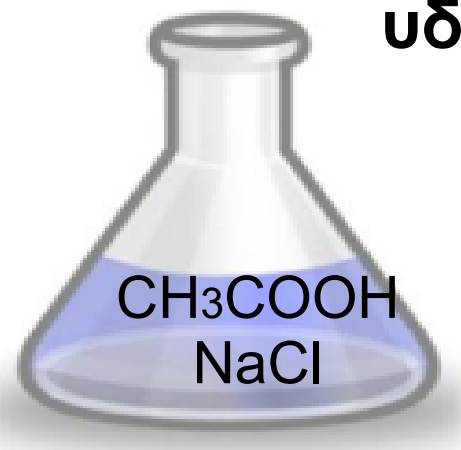
Στον ηθμό παραμένει το PhCOOH και Ph-OH



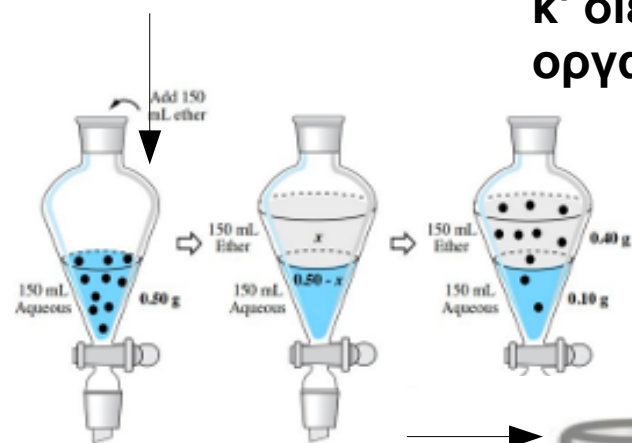
Στο διάλυμα περνάει μόνο το  $\text{CH}_3\text{COOH}$

# ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΣ ΜΙΓΜΑΤΟΣ ΔΙΗΘΗΜΑ

Πως θα πάρουμε το οξικό οξύ καθαρό από την υδατική φάση?

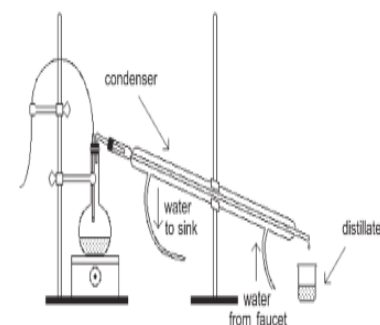
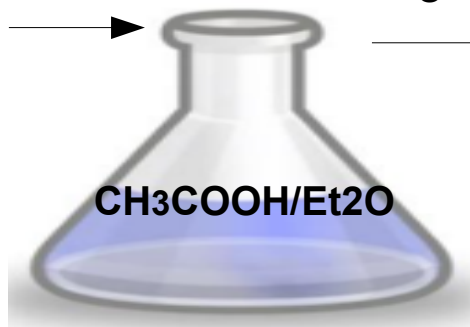


- Απόσταξη???? **ΟΧΙ**, δεν είναι εφικτή καθώς έχουν παραπλήσια σημεία βρασμού H<sub>2</sub>O:100 °C, CH<sub>3</sub>COOH:118 °C.
- Εκχύλιση??? **ΝΑΙ**, διότι το οξικό οξύ θα περάσει στον Et<sub>2</sub>O (διαμοριακές δυνάμεις) ενώ το NaCl θα παραμείνει στην υδατική φάση με τη μορφή ιόντων αυξάνοντας την πολικότητα του νερού κ' διευκολύνοντας το οργανικό καρβοξυλικό οξύ να περάσει στην οργανική φάση

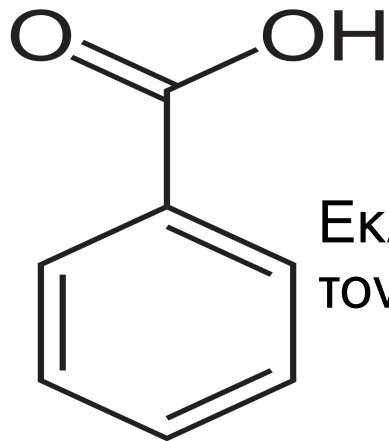
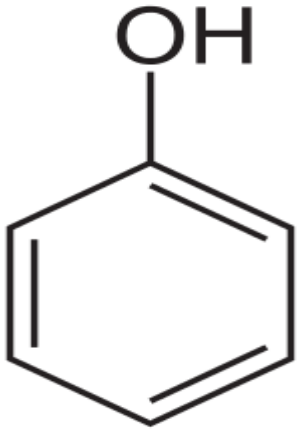


Βέλτιστη επιλογή ο διαιθυλαιθέρας  
Διαδοχικές εκχυλίσεις με μικρή ποσότητα διαλύτη

+ MgSO<sub>4</sub>

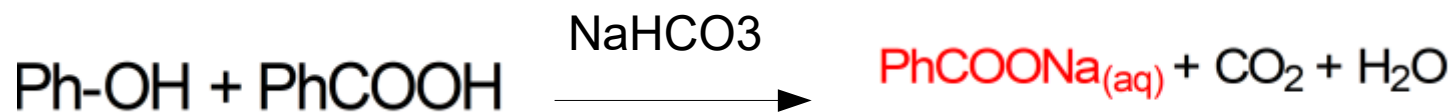
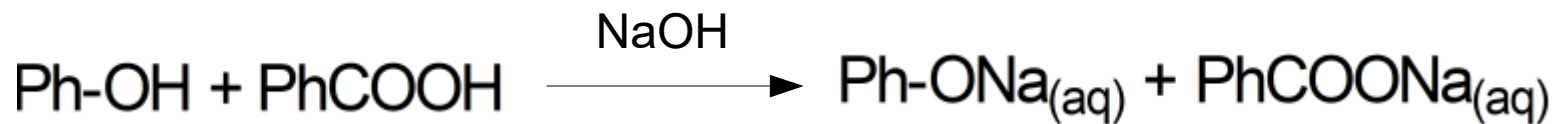


# ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΣ ΜΙΓΜΑΤΟΣ: Με τα στερεά τι γίνεται?



Εκλεκτική διαλυτοποίηση: Θα εκμεταλευτούμε τον όξινο χαρακτήρα

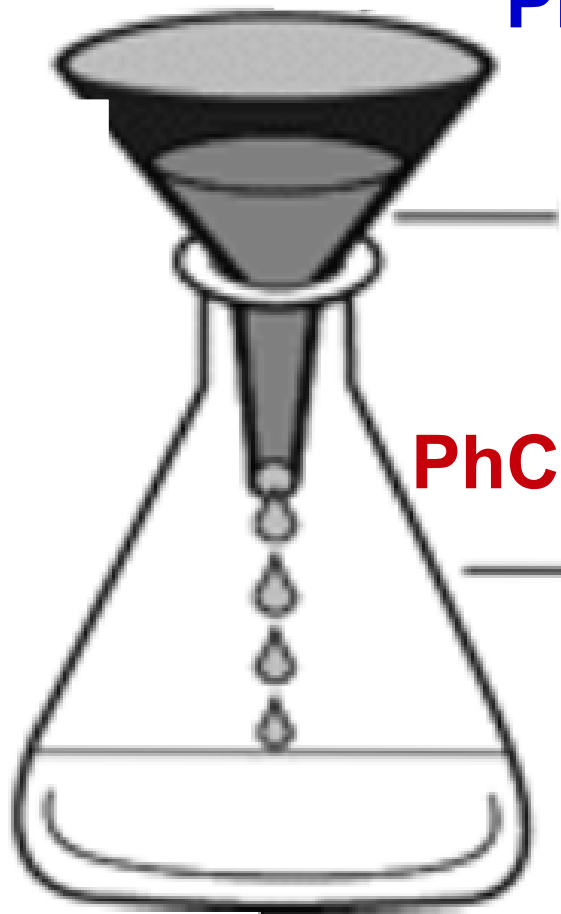
Και τα δύο μόρια αντιδρούν με ισχυρή βάση π.χ NaOH, ωστόσο με NaHCO<sub>3</sub> αντιδρά ΜΟΝΟ το PhCOOH



No reaction With Ph-OH

# ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΣ ΜΙΓΜΑΤΟΣ

**PhOH**



Ανακρυστάλλωση

**PhCOONa**

HCl(aq)

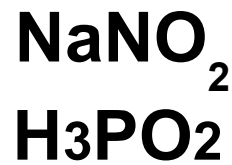
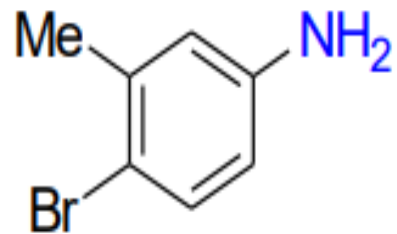
**PhCOOH (s) + NaCl**

- Διήθηση
- Έκπληση με νερό
- Ανακρυστάλλωση
- Ξήρανση

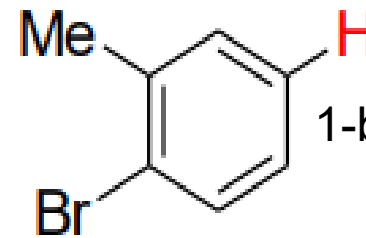


# ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΣ ΜΙΓΜΑΤΟΣ

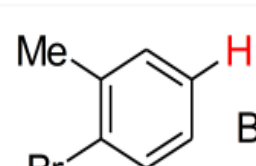
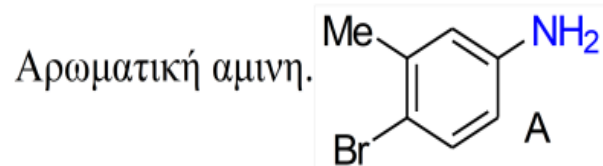
4-bromo-3-methylaniline



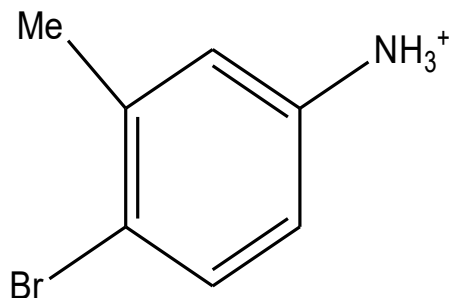
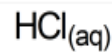
78%



1-bromo-2-methylbenzene



Άπολη ένωση



4-bromo-3-methylbenzenaminium

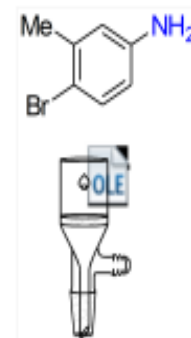
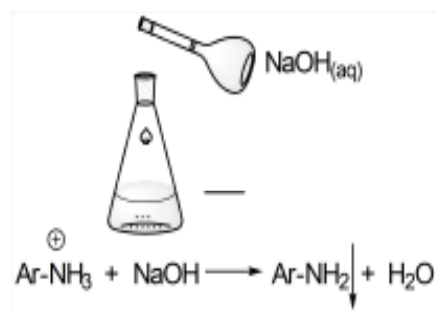
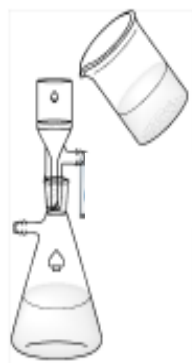
Προσθέτουμε υδατικό διάλυμα HCl. Λαμβάνει χώρα αντίδραση οξέος/βάσεως.

Η πρωτονιωμένη αρυλαμίνη είναι πλέον υδατοδιαλυτή. Η ένωση B είναι αδιάλυτη και καθιζάνει ως ίζημα.

# ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΣ ΜΙΓΜΑΤΟΣ



Υδατικό διάλυμα: [A-H]<sup>+</sup> και B.



1. Κάνουμε διήθηση. Στο διήθημα περνάει η [A-H]<sup>+</sup> ενώ στον ηθμό παραμένει η B.

2. Η B καθαρίζεται με αναρυστάλλωση (διαλύτης βενζόλιο).

3. Στο διήθημα προσθέτουμε NaOH(aq) για την αποπρωτονίωση. Καθιζάνει η αμίνη A.

4. Κάνουμε διήθηση. Η A κατακρατείται στο χωνί. Ξεπλένουμε το στερεό με H<sub>2</sub>O. Στην συνέχεια ακολουθεί ανακρυστάλλωση