

ΠΕΙΡΑΜΑ 6

ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΚΑΘΑΡΙΣΜΟΣ ΒΕΝΖΟΪΚΟΥ ΟΞΕΟΣ, L-ΤΡΥΓΙΚΟΥ ΟΞΕΟΣ ΚΑΙ ΤΡΙΦΑΙΝΥΛΟΜΕΘΑΝΟΛΗΣ

Θεωρητικό μέρος

Ο διαχωρισμός ενός μίγματος στα συστατικά του είναι μια σύνθετη εργασία και συνήθως χρησιμοποιείται συνδυασμός φυσικών μεθόδων διαχωρισμού και κάποιων χημικών αντιδράσεων. Βασικό σημείο της όλης εργασίας είναι κάθε φορά η εύρεση κατάλληλου διαλύτη που να διαλύει την κάθε μία οργανική ένωση του μίγματος ενώ παράλληλα οι υπόλοιπες να μένουν αδιάλυτες. Πολλές φορές χρειάζεται να μετατραπεί η ένωση σε κάποιο παράγωγο της έτσι ώστε μόνο αυτό να διαλύεται σε ένα συγκεκριμένο διαλύτη. Έτσι για να διαχωριστούν μερικά αρωματικά οξέα ή αλειφατικά οξέα με μεγάλη αλυσίδα στο νερό μετατρέπονται στα αντίστοιχα άλατα τους τα οποία είναι διαλυτά. Στη συνέχεια αφού περάσουν στην υδατική φάση με οξίνιση γίνεται δυνατό να ανακτηθεί η αρχική ένωση που είναι αδιάλυτη στο νερό, η οποία απομονώνεται στην συνέχεια με διήθηση. Εάν πρέπει να απομονώσουμε μία μη υδατοδιαλυτή αμίνη τη μετατρέπουμε στο αντίστοιχο άλας με οξίνιση (συνήθως με διάλυμα HCl) και στη συνέχεια αφού περάσει στο νερό, τη μετατρέπουμε στην αρχική της μορφή με προσθήκη βάσεως. Εάν υπάρχουν υγρές ουσίες στο μίγμα ο διαχωρισμός τους γίνεται με απόσταξη.

Πειραματικό μέρος

- 1) Ζυγίζονται 6 γρ μίγματος που αποτελείται από i) L-τρυγικό οξύ, ii) Βενζοϊκό οξύ και iii) Τριφαινυλομεθανόλη.
- 2) Μεταφέρονται σε ποτήρι ζέσης των 250 ml που φέρει μαγνητικό αναδευτήρα και προστίθενται 25 ml απιονισμένου νερού. Το μίγμα αναδεύεται για 5 μιν ώστε να διασφαλιστεί η πλήρης διαλυτοποίηση του τρυγικού οξέος.
- 3) Ακολουθεί διήθηση υπό κενό. Στο ηθμό παραμένουν το βενζοϊκό οξύ και η τριφαινυλομεθανόλη. Τα στερεά εκπλένονται με 2 x 5 ml νερού.
- 4) Το διήθημα μεταφέρεται σε ποτήρι ζέσης των 250 ml που φέρει μαγνητικό αναδευτήρα και θερμαίνεται σε θερμομαντική πλάκα σχεδόν μέχρι ξηρού! Το στερεό συλλέγεται σε προζυγισμένη ύαλο ωρολογίου και ξηραίνεται σε φούρνο. Παραδίδεται σε φάκελο!!
- 5) Σε 20 ml υδατικού διαλύματος NaOH 10% w/v, προστίθενται άλλα 10 ml νερού (σύνολο 30 ml) και το προκύπτον αραιωμένο διάλυμα NaOH προστίθεται, στο μίγμα βενζοϊκού οξέος και τριφαινυλομεθανόλης που έχει μείνει στον ηθμό Buchner σε 2 δόσεις (15 + 15 ml). Η προσθήκη γίνεται χωρίς κενό με καλή ανάδευση ώστε να αντιδράσει πλήρως το βενζοϊκό οξύ με το NaOH.

6) Το σχηματιζόμενο βενζοϊκό νάτριο περνάει στην υδατική φάση ενώ στο ίζημα μένει η τριφαινυλομεθανόλη. Το ίζημα εκπλένεται αρκετές φορές με κρύο νερό (15 ml) και στην συνέχεια το διήθημα μεταφέρεται σε ποτήρι ζέσης για μετέπειτα επεξεργασία.

7) Συνεχίζεται η έκπλυση του ιζήματος χρησιμοποιώντας κρύο πετρελαιοειδές αιθέρα (3 x 5 ml)

Κατόπιν αφήνεται υπό ισχυρό κενό ώστε να ξηρανθεί

8) Στην συνέχεια η τριφαινυλομεθανόλη ανακρυσταλλώνεται με την χρήση διαλύτη 2-προπανόλη/τολουόλιο 3:1. Χρησιμοποιούνται 2 50άρες κωνικές φιάλες. Στην πρώτη προστίθεται το στερεό μαζί με μαγνητάκι και 10 ml διαλύτη. Στην δεύτερη (ρεζέρβα) 10 ml διαλύτη. Γρήγορη διαδικασία με προσθήκη ζεστού διαλύτη από την ρεζέρβα εφόσον απαιτείται.

9) Ακολουθεί σταδιακή ψύξη και διήθηση υπό κενό. Το στερεό εκπλένεται με πετρελαιοειδές αιθέρα (3 x 10 ml) για την απομάκρυνση του τολουολίου. Στην συνέχεια μεταφέρεται σε προζυγισμένη ύαλο ωρολογίου και ξηραίνεται σε φούρνο μέχρι σταθερού βάρους!!

10) Στο ποτήρι ζέσεως με το διήθημα του βήματος 6 που περιέχει το άλας του βενζοϊκού νατρίου προστίθενται 12 ml δ/τος HCl 20% w/v και αμέσως αρχίζουν να αποβάλλονται κρύσταλλοι βενζοϊκού οξέος. Προστίθεται διάλυμα HCl μέχρι που το pH να γίνει περίπου ίσο με 3. Στην ακολουθεί ψύξη με πάγο και διήθηση υπό κενό. Ακολουθούν πολλές μικρές εκπλύσεις με 15 ml κρύου νερού και στην συνέχεια απομακρύνεται το περιεχόμενο της φιάλης διήθησης στα απόβλητα και ξεπλένεται με απιονισμένο νερό.

11) Ακολουθεί η χημική ανακρυστάλλωση κατά την οποία το στερεό βενζοϊκό οξύ επαναδιαλυτοποιείται με NaOH. Συγκεκριμένα σε 10 ml NaOH 10% w/v προστίθενται άλλα 10 νερό και το προκύπτον αραιωμένο διάλυμα προστίθεται 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.

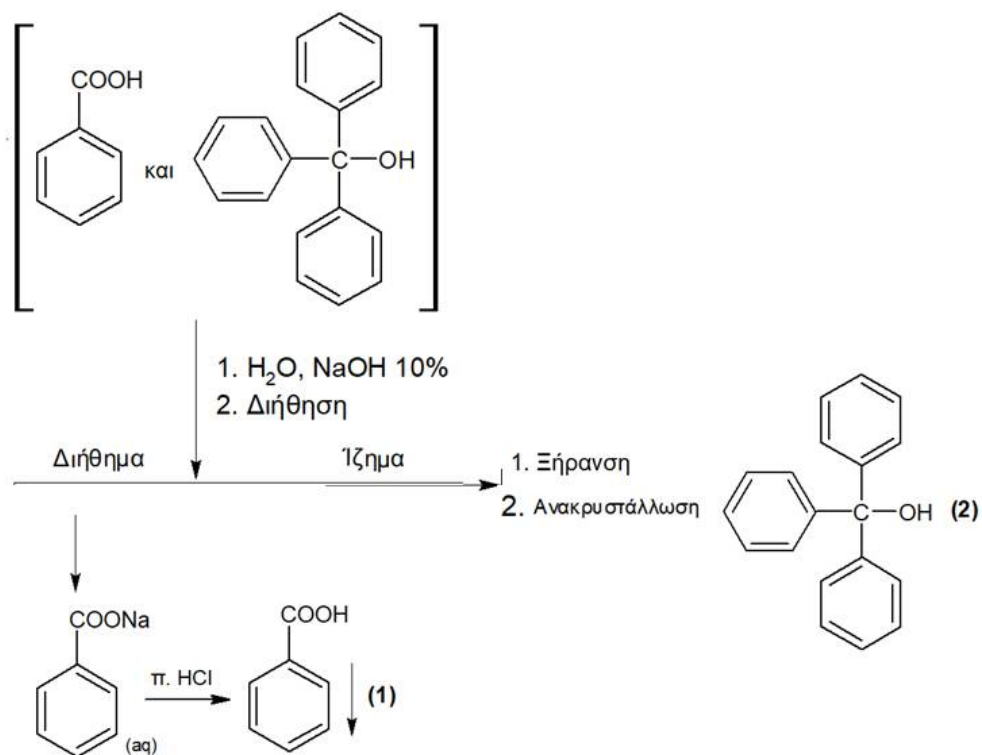
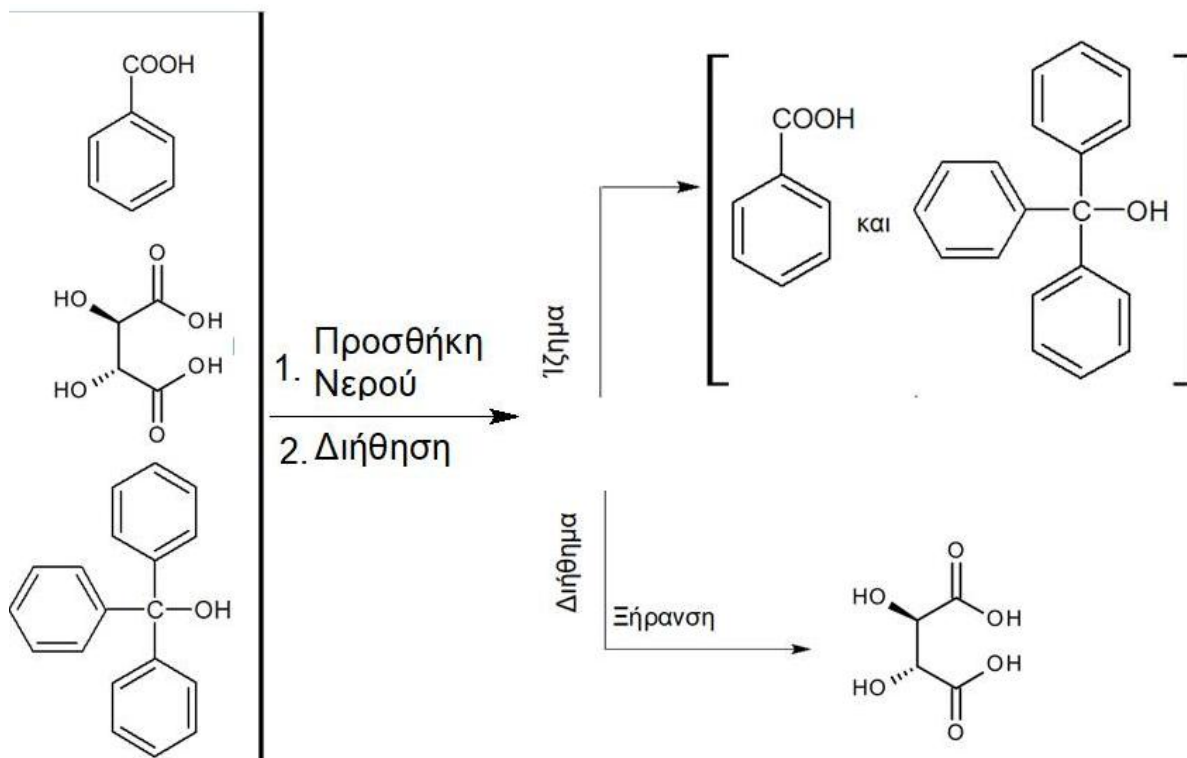
12) Το διήθημα της χημικής ανακρυστάλλωσης μεταφέρεται σε ποτήρι ζέσης και οξινίζεται ξανά με 10 ml HCl 20% w/v. Ελέγχεται το pH και αν χρειαστεί προστίθεται επιπλέον ποσότητα HCl 20%.

13) Το βενζοϊκό οξύ επανακαθαρίζεται και ακολουθεί διήθηση υπό κενό. Το στερεό εκπλένεται με κρύο νερό (3 x 10 ml) και ακολουθούν εκπλύσεις με κρύο πετρελαιοειδές αιθέρα (2 x 10 ml). Ξήρανση στον ηθμό για 5 λεπτά. Κατόπιν μεταφέρεται σε προζυγισμένη ύαλο ωρολογίου και ξηραίνεται σε φούρνο μέχρι σταθερού βάρους.

Παραδίδονται οι οργανικές ουσίες που απομονώθηκαν και προσδιορίζεται η % w/w περιεκτικότητα της κάθε οργανικής ένωσης στο αρχικό μίγμα.

Ένωση	Σημείο τήξης
Κιτρικό οξύ	153 – 154 °C
Βενζοϊκό οξύ	122,5 °C
Τριφαινυλομεθανόλη	164,2 °C

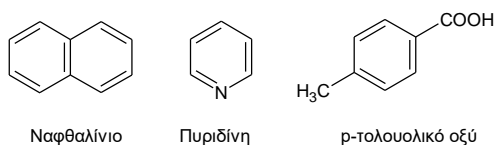
Η σχηματική πορεία της εργασίας που ακολουθήσαμε είναι η εξής :



Ασκήσεις – Ερωτήσεις

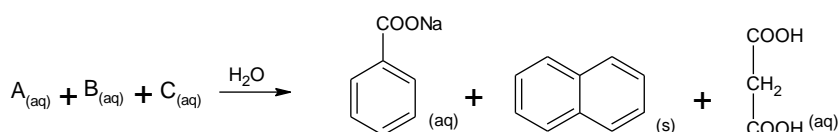
1. Με ποιο τρόπο θα διαχωρίσετε μίγμα φαινόλης, βενζοϊκού και ιπτρικού οξέος. Τα σημεία τήξης των ενώσεων αυτών είναι αντίστοιχα: 122,5 °C, 41,5 °C και 153-154 °C. (Το βενζοϊκό οξύ και η φαινόλη έχουν πολύ μικρή διαλυτότητα στο νερό).

2. Αν θέλετε να διαχωρίζεται ένα μίγμα ναφθαλινίου, πυριδίνης και *p*-τολουολικού οξέος, πως θα το διαχωρίζατε; Όλες οι ενώσεις είναι αδιάλυτες στο νερό.



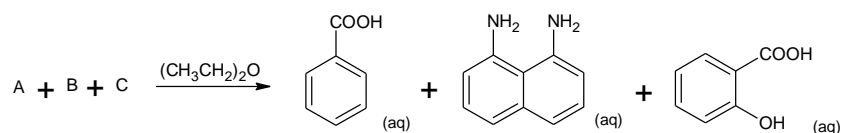
3. Διαθέτετε μίγμα μεθανικού νατρίου με CH_2Cl_2 . Με ποια πειραματική διαδικασία θα παραδώσετε μεθανικό οξύ και CH_2Cl_2 . Δίνεται ότι το υδροφόρμιο πρακτικά δεν διαλύεται στο νερό στους 25 °C. ($T_b^0 \text{HCOOH} = 101^\circ\text{C}$, $T_b^0 \text{CH}_2\text{Cl}_2 = 80^\circ\text{C}$, $T_b^0 \text{CH}_3\text{I} = 150^\circ\text{C}$).

4. Βάζουμε για αντίδραση στοιχειομετρικές ποσότητες A, B και C ενώσεων. Η αντίδραση είναι ποσοτική και γίνεται σε υδατικό περιβάλλον.



Προτείνετε τρόπο διαχωρισμού και καθαρισμού βενζοϊκού οξέος, του μηλινικού οξέος και του ναφθαλινίου.

5. Βάζουμε για αντίδραση στοιχειομετρικές ποσότητες A, B και C ενώσεων. Η αντίδραση είναι ποσοτική και γίνεται σε διαλύτη αιθέρα.



Προτείνετε τρόπο διαχωρισμού και καθαρισμού των οργανικών προϊόντων. (Σημειώνεται ότι και τα τρία αυτά προϊόντα έχουν καλή διαλυτότητα στον αιθέρα και μικρή στο νερό σε θερμοκρασία περιβάλλοντος)

6. Διαθέτουμε μίγμα βενζοϊκού οξέος και *p*-μέθυλοφαινόλης, προτείνεται τρόπο διαχωρισμού του παραπάνω μίγματος χωρίς να χρησιμοποιήσετε χρωματογραφία στήλης.

Δίνεται ότι και οι δυο αυτές ενώσεις διαλύονται πολύ λίγο στο νερό στους 25°C και ακόμη T_b^0 (βενζοϊκού οξέος) = 122°C και T_b^0 (*p*-μέθυλοφαινόλης) = 80°C.