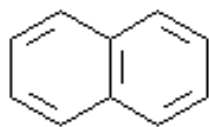


SEPARAZIONE DELL'ACIDO BENZOICO DAL NAFTALENE (VIA ESTRATTIVA).

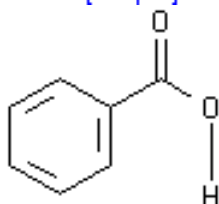
REAZIONI:

COMPOSTI INIZIALI:



Naphthalene
[Naph]

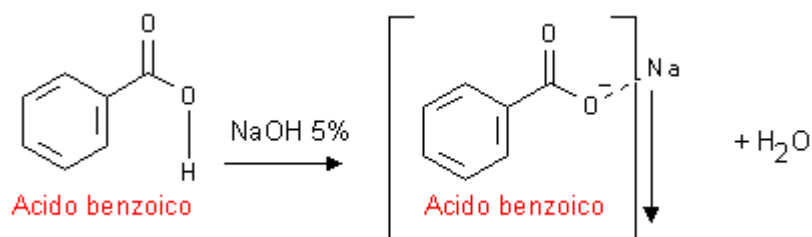
p.f. 80,2 °C +/- 1°C
mm 128,17



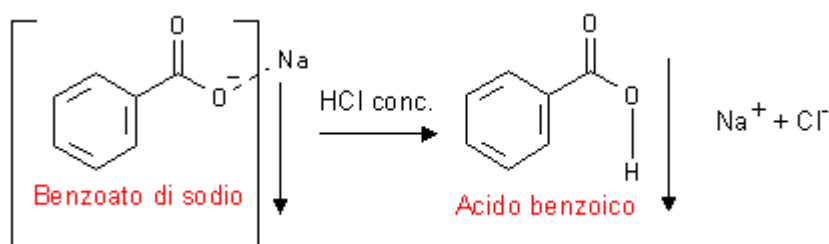
Acido benzoico

p.f 122,5 °C +/- 0,5 °C
mm 122,12

SALIFICAZIONE:



PRECIPITAZIONE:



PROCEDIMENTO:

Pesare esattamente circa 5 g di miscela (~ 1:1) si pongono in imbuto separatore e si sciolgono in 80 ml di CH_2Cl_2 . Alla soluzione formata si aggiungono 50 ml di NaOH al 5% e si estrae la fase acquosa derivante dalla salificazione. La fase organica (CH_2Cl_2 , naftalene) che è più pesante sarà rimessa nell'estrattore e fatta reagire con altri 50 ml di NaOH. Dopodiché si può procedere con ulteriori estrazioni a seconda della presenza di acido benzoico nella fase organica, utilizzando la TLC (Vedi procedimento TLC).

Al termine delle estrazioni avremo 2 fasi, la fase organica e la fase acquosa.

- **FASE ORGANICA:** Costituita da CH_2Cl_2 , naftalene, poca H_2O . Si aggiunge del Na_2SO_4 anidro per disidratare la soluzione dalle tracce di H_2O rimaste, tale aggiunta termina alla formazione di un conglomerato gelatinoso,

colloidale (idrofilo) sul fondo. A questo punto si filtra il Na_2SO_4 con filtro a pieghe o cotone lavando poi con cloruro di metilene. Si ottiene così una soluzione trasparente di naftalene e CH_2Cl_2 bassobollente che è facilmente eliminabile per evaporazione su rotavapor. La distillazione termina alla totale scomparsa di CH_2Cl_2 e alla formazione di un solido schiumoso sulle pareti del pallone.

- **FASE ACQUOSA:** Costituita da benzoato di sodio, ioni OH^- e H_2O in grandi quantità (soluzione fortemente basica). E' il prodotto leggero della estrazione, viene acidificata con HCl conc. fino a pH 1 ottenendo la precipitazione acido benzoico. La precipitazione è una reazione fortemente esotermica quindi bisogna raffreddare in un bagno ghiacciato. Il precipitato è bianco traslucido e idrofobo, per ottenere una migliore precipitazione alternare momenti di digestione con ulteriori aggiunte di acido fino al completamento della reazione. Se non si è soddisfatti del prodotto ottenuto e della sua resa si può eventualmente cristallizzare il prodotto.
- **PROCEDIMENTO TLC (Thin Layer Chromatography):**
Si esegue una TLC esplorativa per ogni estrazione utilizzando come eluente una mix esano/ AcOEt 7:3.
Si depositano ~ 10 ml di fase organica contro uno standard di mix iniziale diluita con CH_2Cl_2 .

CONSIDERAZIONI PRATICHE

L'esperimento consiste in una estrazione liq-liq usufruendo della tecnica cromatografica TLC. Una tecnica analitica che fornisce la possibilità di verificare il grado di avanzamento di una reazione.

In questa purificazione il naftalene è meno polare dell'acido benzoico in quanto non possiede centri polari rilevanti, che possano interagire con la fase stazionaria. Di conseguenza sarà meno trattenuto da quest'ultima e correrà per primo sulla lastrina di silice. Il tempo totale della corsa è stabilito dal tipo di eluente usato, una mix 7:3 di esano/ AcOEt ed è di circa 10 minuti.

In questo esperimento è, come si vedrà dalle TLC, sufficiente una sola estrazione per separare l'acido benzoico dal naftalene.