

PURIFICAZIONE dell'ACIDO BENZOICO

MATERIA

Qualunque cosa che abbia una massa e un volume
Esiste in tre stati di aggregazione: solido, liquido, gassoso

MISCELE

Due o più elementi o composti in proporzioni variabili
I componenti conservano le loro proprietà

Miscela eterogenee

- Parti visibili
- Differente composizione locale

Miscela omogenee (soluzioni)

- Assenza di parti visibili
- Stessa composizione dovunque



TRASFORMAZIONI FISICHE

FILTRAZIONE

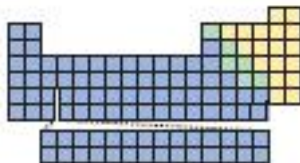
Filtrazione

Estrazione

Distillazione

Cristallizzazione

Cromatografia



SOSTANZE PURE

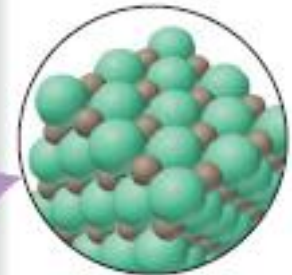
Composizione fissa dovunque

Elementi

- Costituiti da una sola specie di atomo
- Classificati come metalli, non metalli, o metalloidi
- Il tipo più semplice di materia che ne conserva le proprietà caratteristiche
- Possono esistere come singoli atomi o come molecole
- La massa atomica è la media delle masse isotopiche ponderata con l'abbondanza

Composti

- Due o più elementi combinati in frazione fissa in massa
- Le proprietà differiscono da quelle degli elementi componenti
- La massa molecolare è la somma delle masse atomiche



TRASFORMAZIONI CHIMICHE

Atomi

- Protoni (p^+) e neutroni (n^0) nel nucleo molto piccolo, massivo, positivo; numero di p^+ = numero atomico (Z)
- Gli elettroni (e^-) occupano il volume attorno al nucleo; numero di p^+ = numero di e^-

Composti ionici

- Solidi costituiti da cationi e anioni
- Si formano ioni per trasferimento di e^- da metallo a non metallo

Composti covalenti

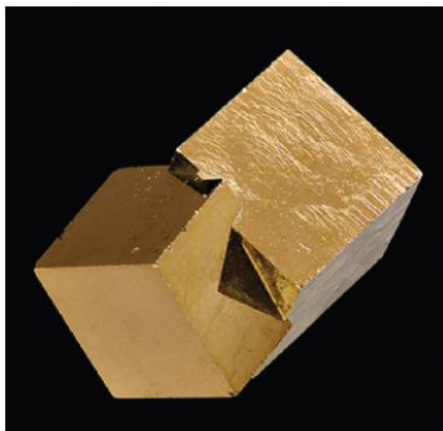
- Sono costituiti spesso da molecole separate
- Atomi (di solito non metalli) legati da coppie di e^- condivise



MISCELE, SOLUZIONI

Alcune nozioni di base

Composto



© Cengage Learning/Charles D. Winters

Iron pyrite is a **chemical compound** composed of iron and sulfur. It is often found in nature as perfect, golden cubes.

Separabile **solo con** reazioni chimiche

Miscela



© Cengage Learning/Charles D. Winters

The material in the dish is a **mixture** of iron chips and sulfur. The iron can be separated easily from the sulfur by using a magnet.

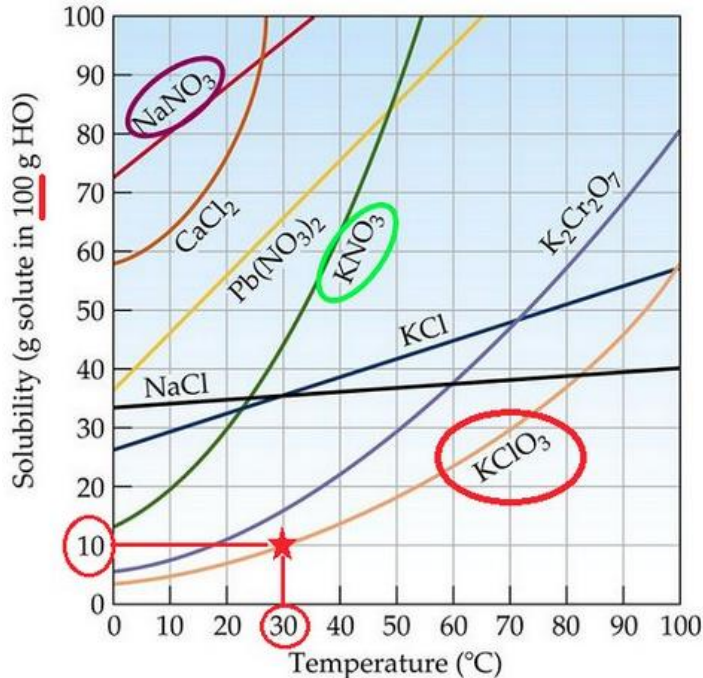
Separabile con **metodi fisici**

- Una **soluzione è una miscela omogenea** (i.e. la sua composizione e le sue proprietà sono uniformi in ogni parte del campione) di due o più sostanze formate da ioni o molecole.
- Le soluzioni possono esistere **in ognuno dei tre stati della materia**: gas, liquido o solido.
- Il **solvente** è il componente presente in quantità **maggiore** o che determina lo stato della materia in cui la soluzione esiste.
- Il **soluto** è un componente presente in quantità **minore**.

SOLUBILITA'

Alcune nozioni di base

- **Soluzione satura** = soluzione contenente la massima quantità di soluto che il solvente è in grado di sciogliere a quella data temperatura.
- **Solubilità di un soluto in un solvente** = concentrazione della soluzione satura (viene di solito espressa in moli/l, ma si può trovare anche espressa in g/l o nelle altre forme in cui viene espressa la concentrazione).



La solubilità in un determinato solvente dipende dalla temperatura



TECNICHE DI SEPARAZIONE

Alcune nozioni di base

Filtrazione: separa i componenti di una miscela sulla base di ***differenze tra le dimensioni delle particelle***. La filtrazione viene usata spesso per separare un solido da un liquido.

Cristallizzazione: la separazione è basata sulle ***differenze di solubilità*** dei componenti di una miscela.

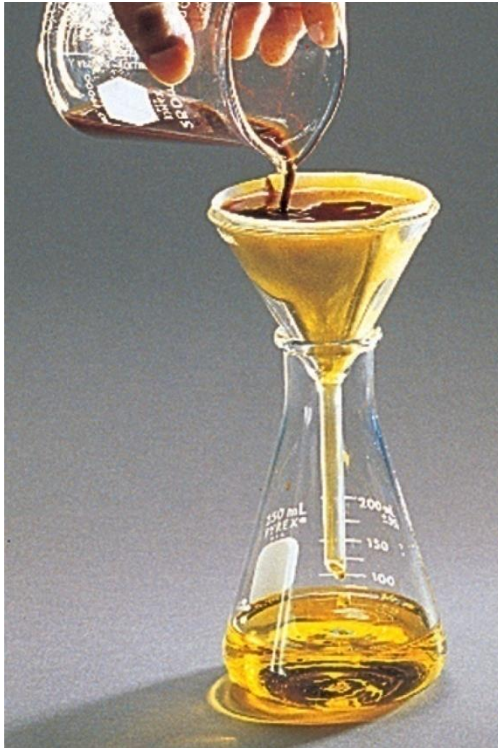
Distillazione: separa i componenti sulla base di ***differenze di volatilità***.

Estrazione: la separazione è basata sulle ***differenze di solubilità*** in diversi solventi.

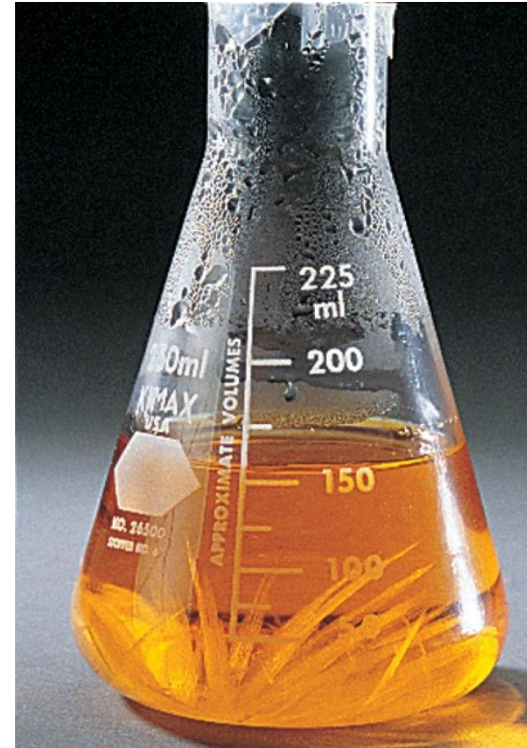
Cromatografia : la separazione è basata sulle ***differenze di solubilità*** in una fase stazionaria.

FILTRAZIONE, CRISTALLIZZAZIONE

Alcune nozioni di base



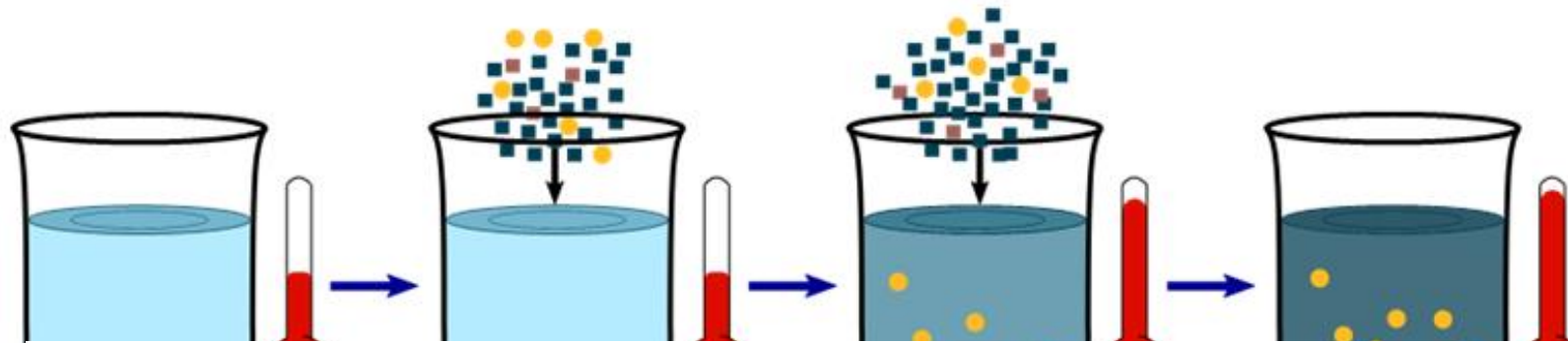
Filtrazione



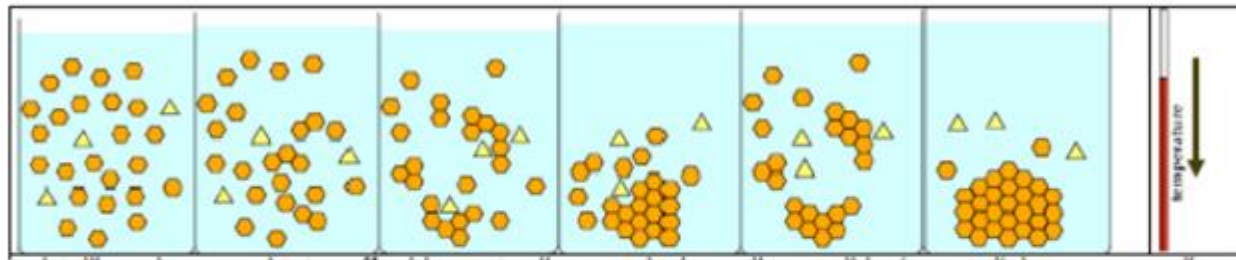
Cristallizzazione

Process of producing crystals **from a homogeneous phase which is obtained from a solution.**

PURIFICAZIONE per RI-CRISTALLIZZAZIONE

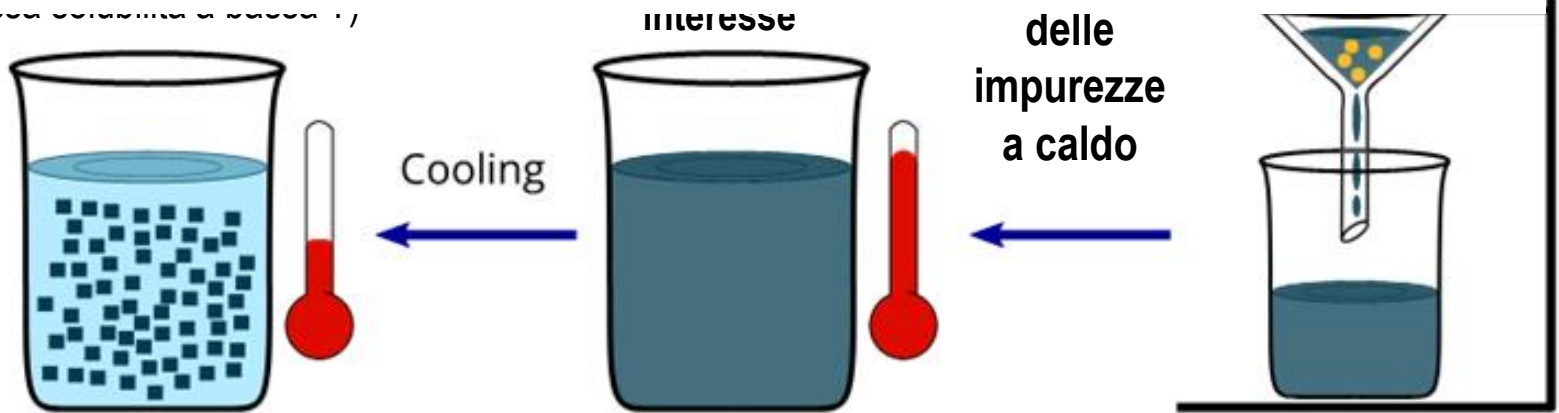


Sol
com
no



CRISTALLIZZAZIONE per lento raffreddamento di una soluzione di un solido (**ESAGONI**) in presenza di una impurezza (**TRIANGOLI**). Il raffreddamento lento favorisce l'impaccamento della forma cristallina relativa al composto di interesse e l'ottenimento di **CRISTALLI PURI**

acqua bollente e acqua /



ESPERIENZA di LABORATORIO

Principali equipments e vetreria necessari



Cilindro graduato



Beuta



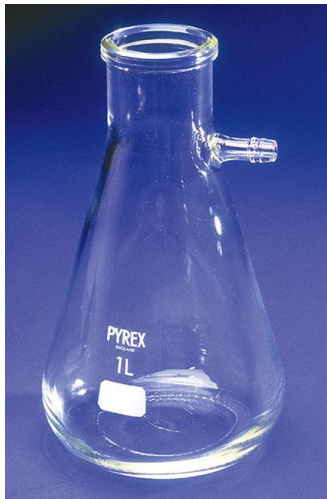
Provetta



Vetrini di orologio



Imbuto di Buchner



Beuta da vuoto



Pipette



Carta da filtro



Beaker



Spatola



Cilindro graduato



ancoretta magnetica



Piastra riscaldante e agitante

BILANCIA TECNICA



portata: fino a qualche Kg

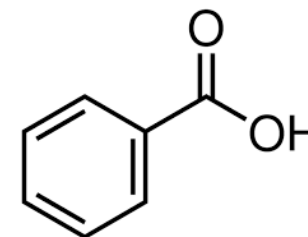
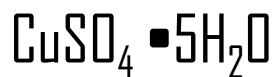
sensibilità: 0.01 g

In laboratorio



Lasciare pulita la bilancia dopo la pesata !!!

Reattivi necessari



Acido benzoico



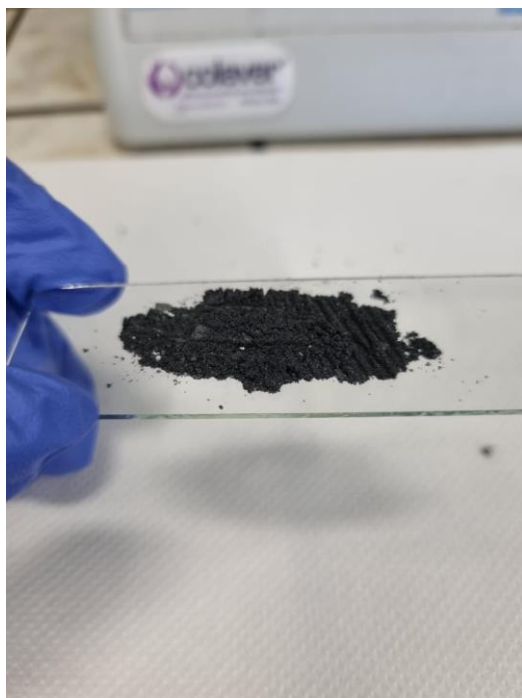
Carbone grafítico

Si presenta sotto forma di una polvere cristallina bianca o di cristalli incolori e inodori, poco solubili in acqua a freddo, ma solubili a caldo, molto solubili in alcol, etere e negli oli grassi.

Ha azione antibatterica, antimicotica e conservante per prodotti farmaceutici ed alimentari. Viene impiegato per uso topico per il trattamento delle infezioni fungine della pelle.

Procedura sperimentale

1. Pesare su bilancia tecnica circa 4 g della miscela acido benzoico/carbone/solfato di rame, trasferire in una beuta da 300 mL ed aggiungere 80 mL di acqua.
2. Riscaldare all'ebollizione, sotto agitazione magnetica, fino a completa dissoluzione dell'acido benzoico (se necessario aggiungere altra acqua a piccole quantità successive).
3. Scaldare H_2O in un beaker da 150 mL sulla piastra riscaldante.





Pompa meccanica

Polmone

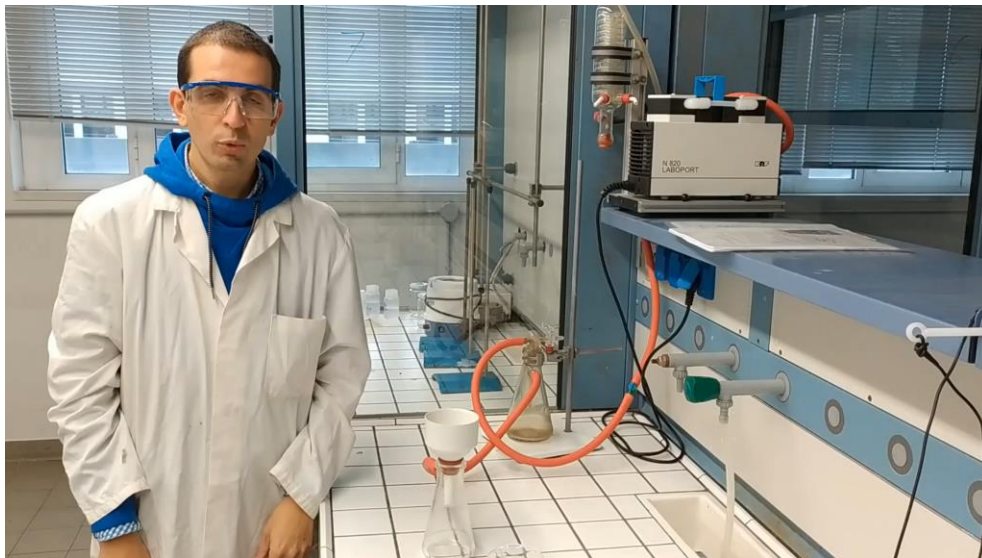
filtrazione sotto vuoto

Beuta da vuoto



buchner

4. **Separare la polvere di carbone mediante filtrazione a caldo su un imbuto di Buchner, raccogliendo le acque madri in una beuta da vuoto da 500 ml.**
5. **Lavare due volte sul filtro la polvere di carbone con 5-10 ml di acqua calda per sciogliere l'acido benzoico eventualmente cristallizzato sul filtro.**



Procedura sperimentale

Filtrazione su buchner in vuoto per la separazione e recupero dell'acido benzoico

6. Raffreddare la soluzione filtrata prima lentamente all'aria poi ponendo il fondo della beuta nel cristallizzatore contenente acqua e ghiaccio (pulire il Buchner durante la pausa per il raffreddamento). Precipitano cristalli bianchi di acido benzoico. Lasciare nel bagno di raffreddamento per 10-15 minuti. **Qui separo Acido benzoico da CuSO_4 , che rimane in soluzione**

7. Filtrare i cristalli ottenuti raccogliendo le acque madri nella beuta da vuoto. Usare le acque madri per trasferire sul filtro anche i cristalli rimasti sulle pareti della prima beuta.
8. Lavare il precipitato con poca acqua fredda sul filtro.

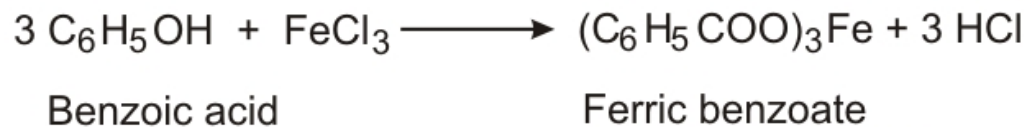
T (°C)	$\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$ [g/l]	CuSO_4 [g/l]
0	1.7	129
10	2.1	-
20	2.9	175
25	3.4	-
30	4.2	-
40	6.0	228
50	9.5	-
60	12.0	281
70	17.7	-
80	27.5	342
90	45.5	-
95	68.8	-
100	-	424



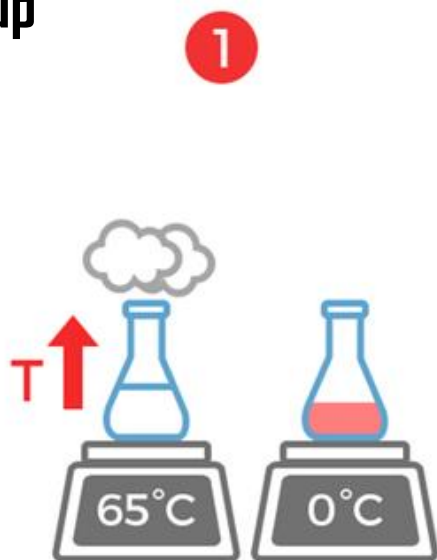
Procedura sperimentale

Pesata e identificazione di acido benzoico per reazione con FeCl_3

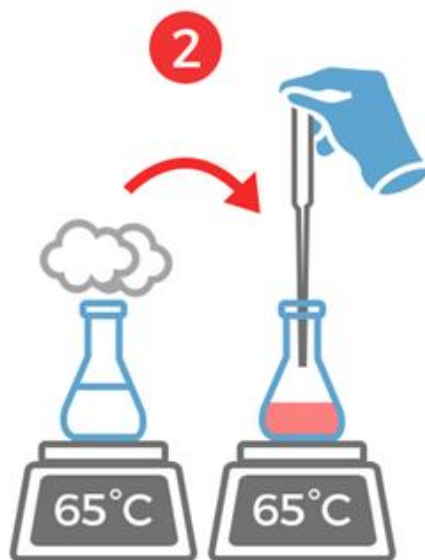
9. Trasferire l'acido benzoico purificato in un vetrino di cui si conosce la tara e poi pesare su bilancia tecnica.
10. Prelevare una piccola quantità di acido benzoico e **sciogliere in H_2O calda in una provetta** (immergere la provetta nel beaker di acqua calda), **quindi aggiungere una pipettata di FeCl_3 0.5 M: si forma un solido **bruno di benzoato di ferro** che conferma la purezza del prodotto**



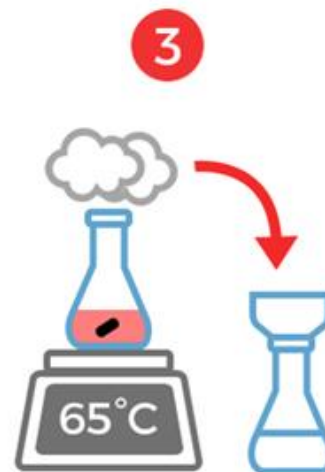
Sum-up



Heat up your solvent



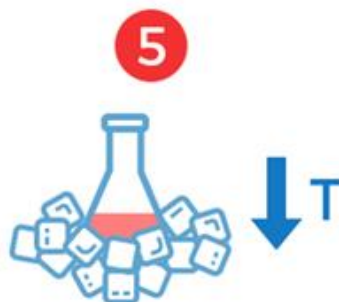
Dissolve your solid in the hot solvent



charcoal: filter it out of the solution



Cool down the solution to room temperature



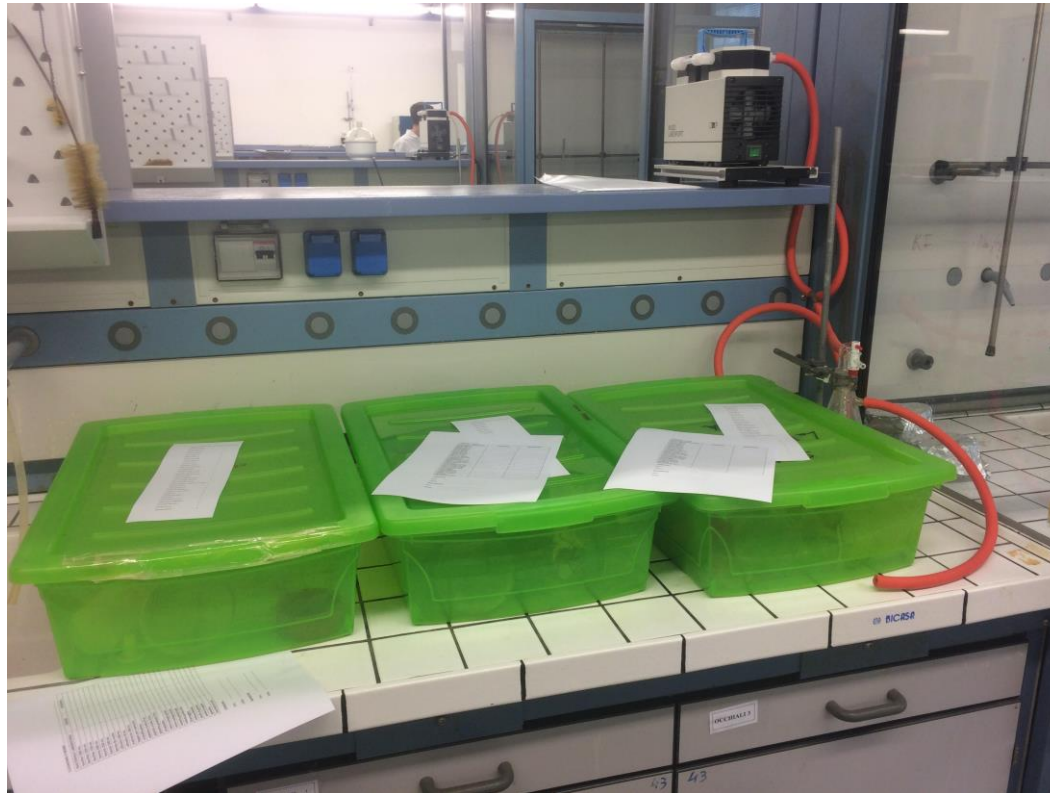
Place the solution in an ice bath for further cooling



Enjoy your newly formed crystals

Purified benzoic acid

DOTAZIONE DI LABORATORIO



Seguire indicazioni del **Dr. Lagrasta** e dei tutors

Completare foglio consegna **indicando solo ciò che manca**

Riporre poi scatola nell'armadietto sottostante