  

**Canfora cinconina acido benzoico**

La separazione viene effettuata sfruttando il diverso comportamento delle sostanze in ambiente acido e in ambiente basico.

 Si sciolgono le 3 sostanze in esame in CH2Cl2, la miscela viene posta a contatto con una soluzione di HCl 3 M, in un imbuto separatore. La cinconina, basica per la presenza di un doppietto libero sull’azoto, reagisce con HCl formando un sale, solubile in H2O. Pertanto il sale della cinconina, essendo più affine alla fase acquosa, dalla fase organica in cui era disciolta in forma neutra, si trasferisce nella fase acquosa.

Con HCl non reagiscono l’acido benzoico né la canfora, per cui questa reazione permette di separare la cinconina dalla miscela diclorometanica che conterrà ancora 2 dei 3 componenti.

La fase diclorometanica viene poi trattata con una soluzione di NaOH 3M per cui l’acido benzoico formerà con NaOH un sale (benzoato di sodio) che dal CH2Cl2 si trasferisce nella fase acquosa, essendo ad essa più affine.

Nella fase organica resterà infine la canfora, che verrà recuperata allontanando il solvente al rotavapor.

**Materiali ed attrezzature**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **Strumenti di misura** | **Vetreria** | **Materiale di consumo** | **Varie** |
| Bilancia tecnicaCilindro graduato | Becker da 100 mLBeute da 100 mLImbuto separatoreApparato per filtrazione sotto vuotoRotavapor | 0.5 g canfora0.5 g acido benzoico0.5 g cinconinaCH2Cl2Na2SO4 anidroHCl 3 MNaOH 3 M | Carta da filtroSpatolaAgitatore |

**PROCEDIMENTO:**

* Si pesano 0.5 g di ognuna delle 3 sostanze da separare , si pongono in una beuta da 100 ml, pulita e asciutta, e si aggiungono 50ml di diclorometano.
* Si versa la soluzione diclorometanica così ottenuta in un imbuto separatore e si fanno 3 lavaggi con 10 ml di HCl 3M ciascuno, raccogliendo la fase acquosa contenente la cinconina.HCl (attenzione è la fase superiore!) in una beuta con etichetta.
* La fase organica residua viene quindi lavata con 20 ml di acqua distillata per eliminare tracce di HCl.
* Si versa nuovamente la fase diclorometanica nell’ imbuto separatore e si procede ad estrarre l’acido benzoico, sotto forma di benzoato, mediante 3 lavaggi, da 10 mL ciascuno, con NaOH 3 M. La fase acquosa contente il benzoato di sodio viene raccolta in un’altra beuta con etichetta.
* Si lava infine, nell’imbuto separatore, la fase organica residua con 20 mL di H2O distillata per allontanare tracce di NaOH e la si pone in un becker da 100 mL, si aggiunge Na2SO4 anidro per allontanare eventuali tracce d’H2O. Si filtra su filtro a pieghe, avendo cura di non trasferire il sale sul filtro. A questo punto, la fase diclorometanica contenente la canfora viene trasferita in un pallone pesato e svaporata al rotavapor. Si pesa il residuo nel pallone e si calcola la resa.
* La soluzione acquosa contenente la cinconina.HCl si neutralizza aggiungendo goccia a goccia la soluzione di NaOH fino a neutralità (cartina al tornasole) ; a questo punto la cinconina precipita e viene filtrata sotto vuoto con un imbuto bukner . Si lascia asciugare in stufa a circa 100 °C oppure all’aria, si pesa e si calcola la resa.
* La soluzione acquosa contenente l’acido benzoico, sotto forma di sale di sodio, si neutralizza aggiungendo goccia a goccia la soluzione di HCl (cartina al tornasole) ; a questo punto l’acido benzoico precipita e il solido viene filtrato sotto vuoto con un imbuto bukner . Si lascia asciugare in stufa a circa 100 °C oppure all’aria, si pesa e si calcola la resa.