



3^a esperienza di laboratorio :

DISTILLAZIONE DEL CLORURO DI t-BUTILE

Anno accademico 2014/2015

DISTILLAZIONE

La distillazione è una tecnica usata per separare e purificare i liquidi → **tre punti chiave**:

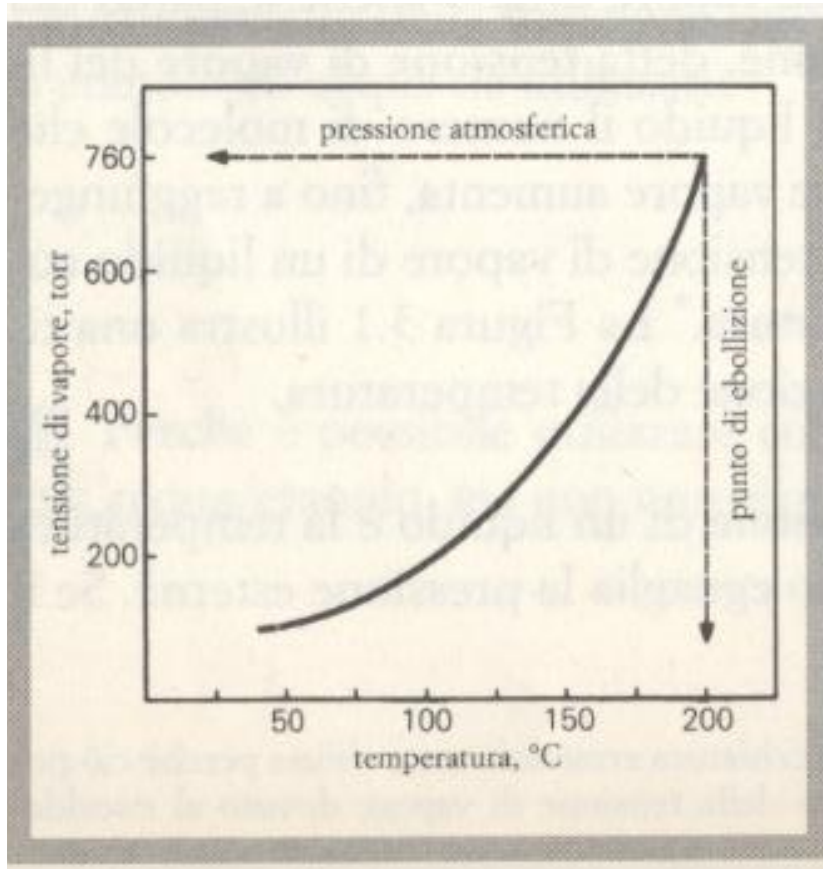
- 1) **Riscaldamento** del liquido fino al punto di ebollizione;
- 2) **Raffreddamento** dei vapori;
- 3) **Recupero del condensato**.

PRINCIPI GENERALI

In un contenitore chiuso ermeticamente e parzialmente riempito con un liquido, le molecole in fase vapore urtano la superficie del liquido e le pareti del contenitore, dando luogo ad una pressione detta **tensione di vapore** del liquido → aumentando la temperatura aumenta anche la tensione superficiale.

Il **punto di ebollizione** è la temperatura alla quale la tensione di vapore del liquido eguaglia la pressione esterna → in un liquido puro la tensione di vapore aumenta regolarmente con l'aumentare della temperatura fino a raggiungere il punto ebollizione.

N.B.: Al punto di ebollizione vapore e liquido sono in equilibrio → se la composizione delle fasi vapore e liquido resta costante, la temperatura rimane costante durante tutta la durata di distillazione del liquido.

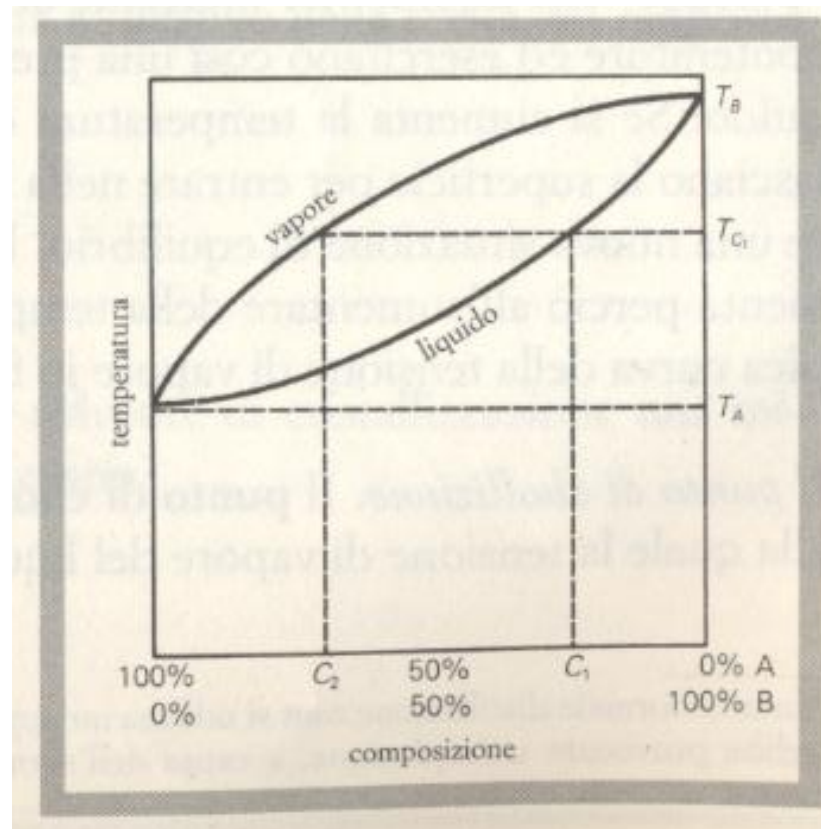


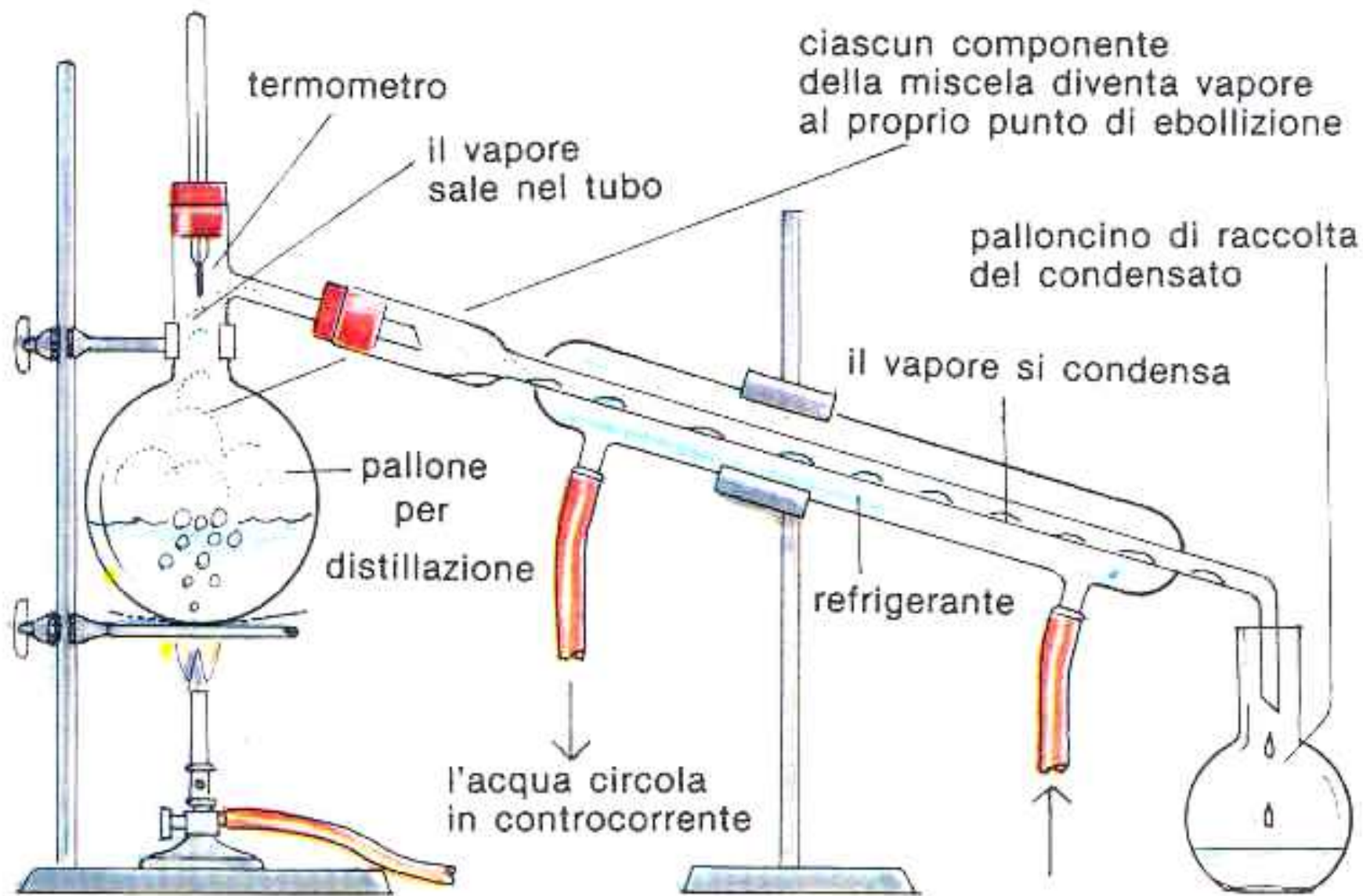
Esempio 1: Liquido che bolle a 200°C e si trova a pressione atmosferica

MISCELA DI DUE LIQUIDI IDEALI

Cosa succede se abbiamo a che fare con una **miscela** di due liquidi miscibili con due **punti di ebollizione diversi**?

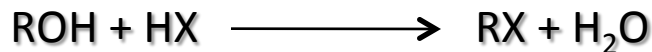
- Il vapore si arricchisce maggiormente del componente **più volatile**;
- Gradualmente il componente più volatile viene rimosso dalla miscela, determinando un **cambiamento nella composizione del liquido**, che arricchendosi del componente meno volatile.





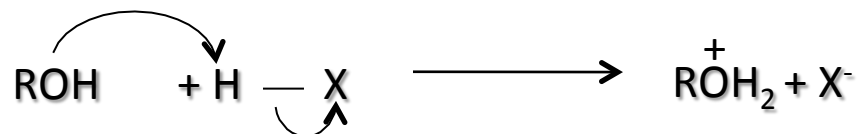
PREPARAZIONE DEL CLORURO DI t-BUTILE

•Si tratta di una reazione di conversione di un alcol ad alogenuro alchilico

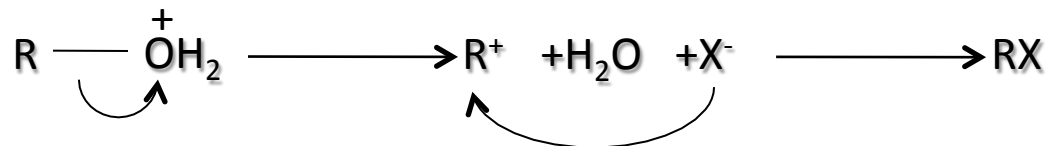


La reazione può avvenire sia con un meccanismo $\text{S}_{\text{N}}1$ o $\text{S}_{\text{N}}2$;

1) Perché un alcol possa dar luogo a una reazione di sostituzione nucleofila è necessario che il gruppo OH venga trasformato in un miglior gruppo uscente.

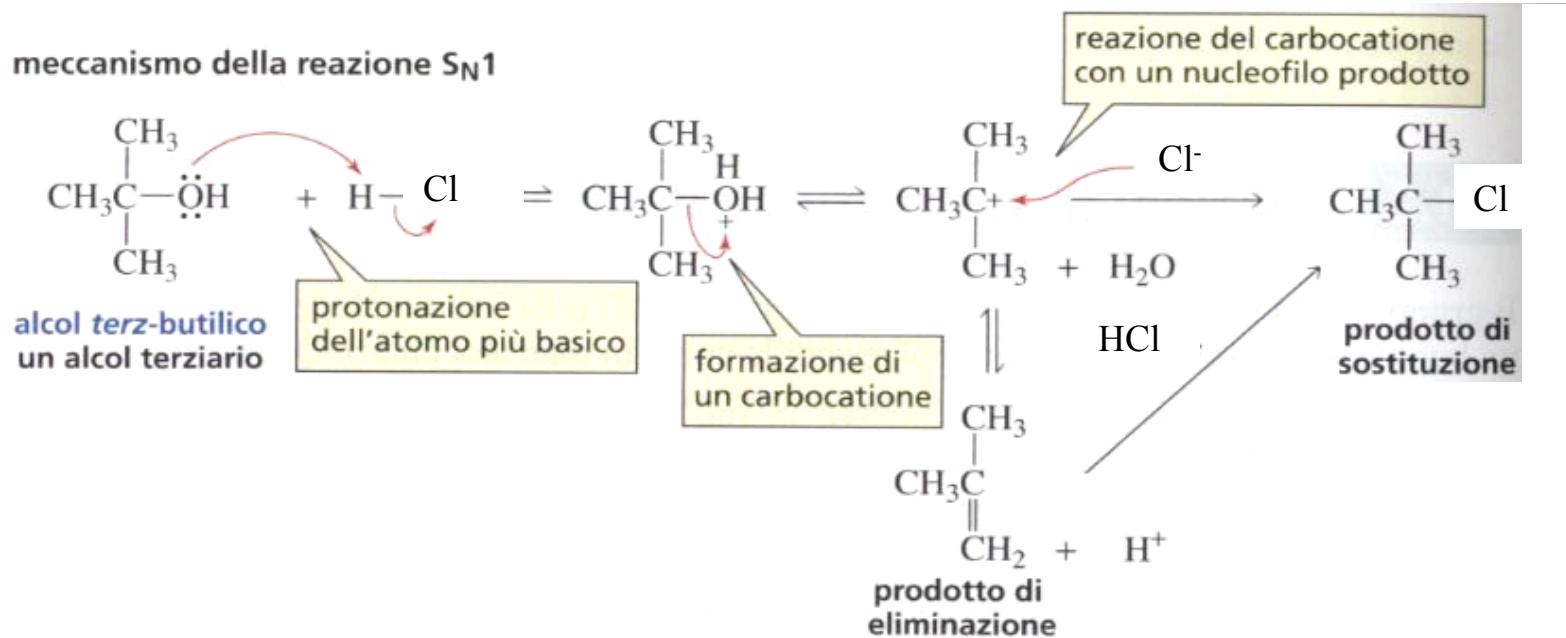


2a) Se R è un gruppo che forma **facilmente** un carbocatione allora lo **stadio lento** della reazione è la perdita di una molecola d'acqua dallo ione ossonio \rightarrow il carbocatione poi reagisce velocemente con Cl^- per formare l'alogenuro alchilico ($\text{S}_{\text{N}}1$).



2b) Se R è un gruppo alchilico primario la reazione avviene con un meccanismo $\text{S}_{\text{N}}2$, perché i carbocationi primari sono troppo instabili per formarsi.

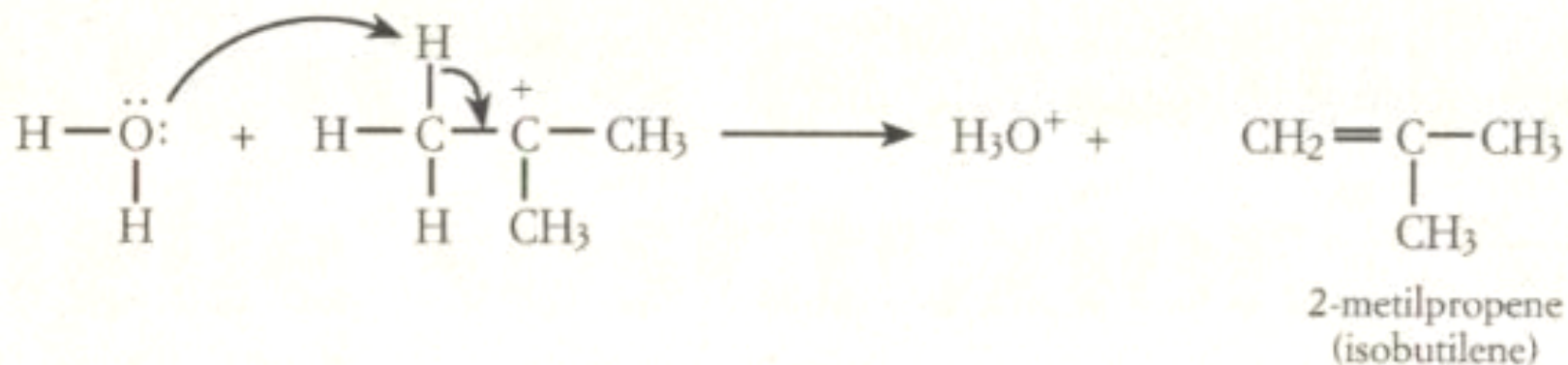
- L'alcol *t*-butilico viene convertito nel corrispettivo alogenuro alchilico tramite una reazione di tipo S_N1 ;



Osservazioni:

- 1) Bisogna aggiungere acido perché l' OH^- non è stabile e non è un buon gruppo uscente;
- 2) Circa l'80% del catione *t*-butilico si combina con lo ione cloruro per produrre cloruro di *t*-butile;

3) il restante 20% subisce una reazione di **eliminazione (E1)** competitiva che vede l'acqua agire da base e rimuovere un protone dal catione *t*-butilico con formazione del corrispondente alchene.



ATTENZIONE

Siccome si svilupperanno ingenti quantità di gas negli imbuti separatori e lavoreremo con acido concentrato usare:

- gli occhiali;**
- i guanti;**

SEMPRE!

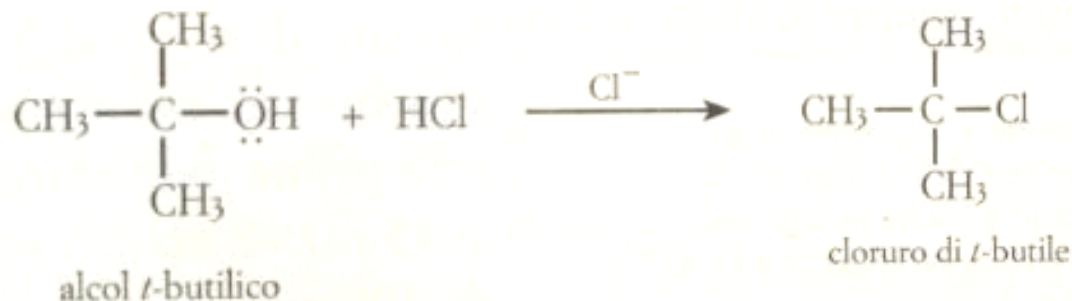
PROTOCOLLO

- Porre 10g di alcol *t*-Butilico (Densità = 0.786 Kg/L) in un imbuto separatore;
- Aggiungere 50mL di acido cloridrico concentrato freddo e agitare per 10-15minuti;
- Lasciare riposare la miscela fino a che non si sono separate le due fasi → scaricare in un beaker da 400mL lo **strato inferiore**;
- Lavaggio con 15mL di acqua fredda → aggiungere direttamente nell'imbuto (si lava ciò che è rimasto nell'imbuto) → scaricare lo strato inferiore nello stesso beaker da 400mL;
- Ripetere lavaggio con 15mL di una soluzione al 5% (w/v) di bicarbonato di sodio → si svilupperà molta anidride carbonica → aggiungere a imbuto con tappo aperto e mescolare senza mettere il tappo → mescolare poi col tappo e scaricare lo strato inferiore nello stesso beaker .
- Lavaggio con altri 15mL di H₂O e scaricare lo strato inferiore nello stesso beaker da 400mL;
- Trasferire il prodotto grezzo attraverso il collo dell'imbuto separatore in una beuta → aggiungere CaCl₂ e lasciare riposare per 15 minuti circa;
- Trasferire il prodotto anidro in un pallone e aggiungere al pallone due frammenti di ebollizione;
- Raccogliere la frazione che bolle a 48-52°C in un beaker precedentemente pesato.

Dati per la relazione

Nella relazione **indicare**

- il peso del prodotto;
- le moli di reagente da cui siete partiti e le moli di prodotto ottenute ;
- resa percentuale in moli.



I dati che dovrete utilizzare per calcolare la resa molare sono i seguenti:

- PM del reagente di partenza 74.124 g/mol;
- PM del prodotto finale 92.569g/mol.