

1^a e 2 esperienza di laboratorio:

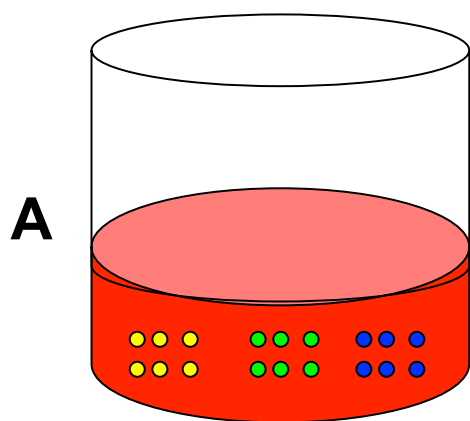
SEPARAZIONE DI UNA MISCELA A TRE COMPONENTI PER ESTRAZIONE

2014/2015

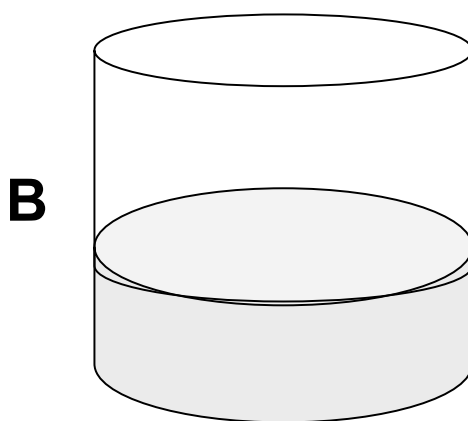
Prima di iniziare...

ESTRAZIONE:

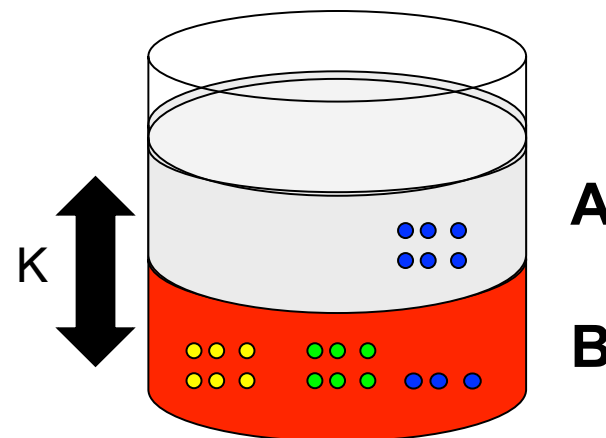
Tecnica utilizzata per separare il prodotto organico desiderato da una miscela di reazione. In altre parole è una procedura di trasferimento selettivo di uno o più componenti di una miscela (liquida) in una fase separata (solvente)



(A) SOLUZIONE (es. etere etilico) CONTENENTE ANCHE LA SOSTANZA DI INTERESSE $\bullet\bullet\bullet$



(B) SOLVENTE IMMISCIBILE IN CUI LA SOSTANZA DESIDERATA È PIU' SOLUBILE (ACQUA)



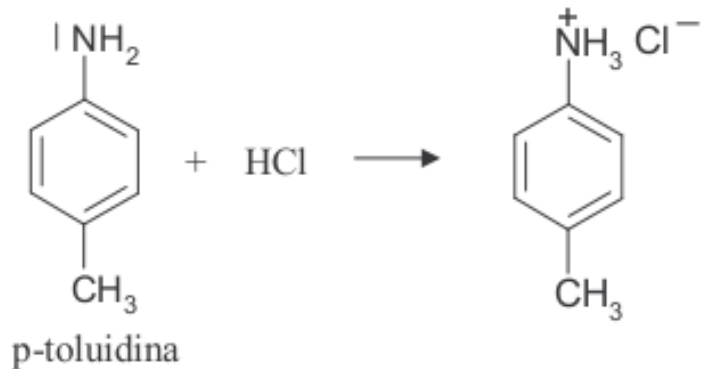
$$K = \frac{C_B}{C_A} \quad (\text{a } T \text{ costante})$$

K = coefficiente di RIPARTIZIONE o di DISTRIBUZIONE

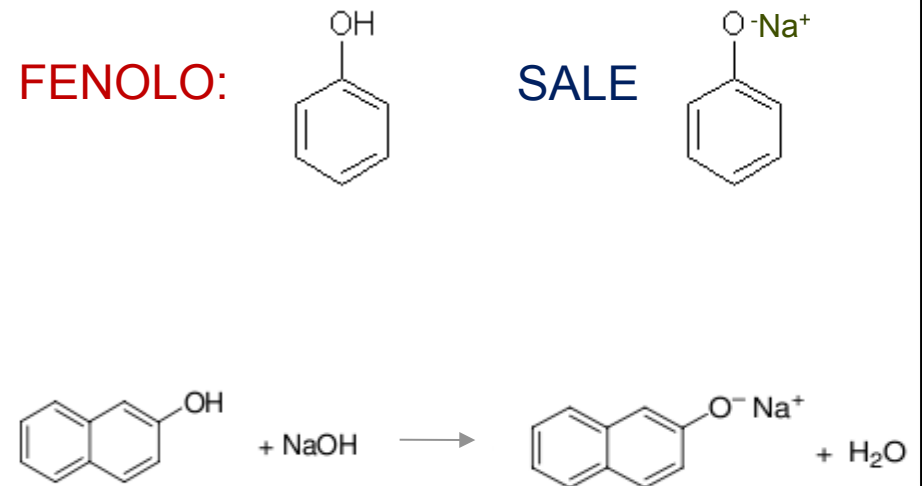
COMPOSTI ORGANICI:

- sono per lo più solubili in solventi organici.
- sfruttando la **reazione acido-base** possiamo renderli estremamente solubili in acqua per conversione nei corrispondenti sali.

AMMINA: $R-NH_2$ **SALE:** $R-NH_3^+ Cl^-$



INSOLUBILE IN ACQUA **SOLUBILE IN ACQUA**



INSOLUBILE IN ACQUA

SOLUBILE IN ACQUA

UTILIZZO DELL'IMBUTO SEPARATORE:

1- controllare con acqua che l'imbuto separatore funzioni correttamente (tappo e rubinetto)

2- infilare l'imbuto separatore nell'anello metallico.

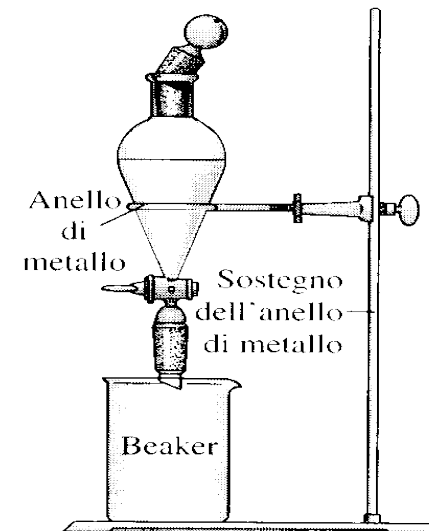
3- versate all'interno la soluzione da separare e chiudere il tappo.

4- **IMPORTANTE:** per mescolare le due fasi capovolgere l'imbuto tenendo chiuso il tappo con una mano e stringere il rubinetto con l'altra

5- scuotere e aprire il rubinetto puntando l'imbuto verso l'alto poi sfiatare. Questo permette di scaricare la pressione che si è creata all'interno dell'imbuto. Ripetere l'operazione almeno due volte (fino a quando non c'è più sovrappressione)

6- infilare l'imbuto nell'anello, togliete il tappo e lasciate formare le due fasi.

7- separate le fasi prestando molta attenzione a non farle scendere entrambe all'interno del beaker.



UTILIZZO DELL'EVAPORATORE ROTANTE:

L'evaporatore rotante è un'apparecchiatura utilizzata comunemente per allontanare i solventi da una soluzione di un composto d'interesse.

Principio:

1. La depressione (vuoto) abbassa la temperatura di ebollizione del solvente.
2. Un ulteriore aiuto all'evaporazione viene dato dal riscaldamento del pallone tramite bagnetto termostatico.
3. La rotazione del pallone, infine aumenta la superficie della soluzione, incrementando ulteriormente la velocità di evaporazione.

È costituito da cinque elementi principali:

- un *pallone di evaporazione* contenente la soluzione da evaporare
- un *bagno termostatico*, in cui si immerge il pallone di evaporazione per mantenere la soluzione alla temperatura opportuna
- un *meccanismo motorizzato*, in grado di mettere in rotazione il pallone di evaporazione
- un *condensatore verticale o inclinato* che provvede ad abbattere il grosso dei vapori sviluppatasi
- un *pallone di raccolta* per i solventi condensati.



ESPERIENZA:

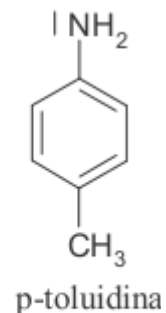
Separazione per estrazione di tre componenti da una miscela e controllo della purezza di ciascun composto estratto misurando l'intervallo di fusione

PROCEDIMENTO:

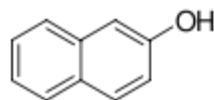
- PESATE 1.5g DELLA MISCELA DEI TRE COMPONENTI E SCIOLGIETELI IN 15 ml DI ETERE (a) E VERSARE LA SOLUZIONE NELL'IMBUTO SEPARATORE



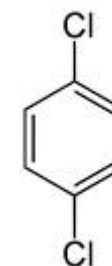
p-TOLUIDINA (COMPONENTE BASICO)



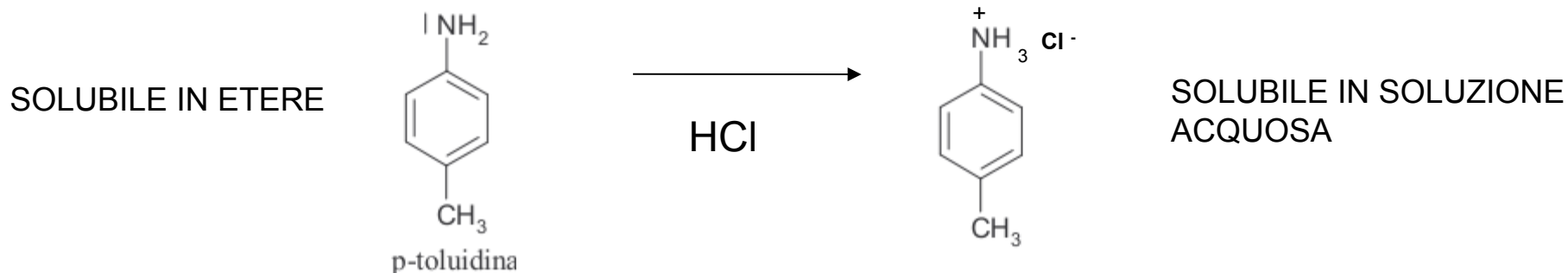
2-NAFTOLO (COMPONENTE ACIDO)



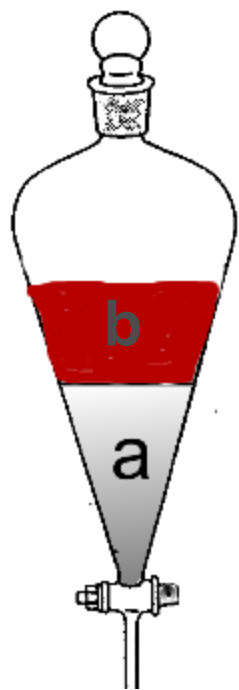
p-DICLOROBENZENE (COMPONENTE NEUTRO)



PER ESTRARRE IL COMPONENTE BASICO



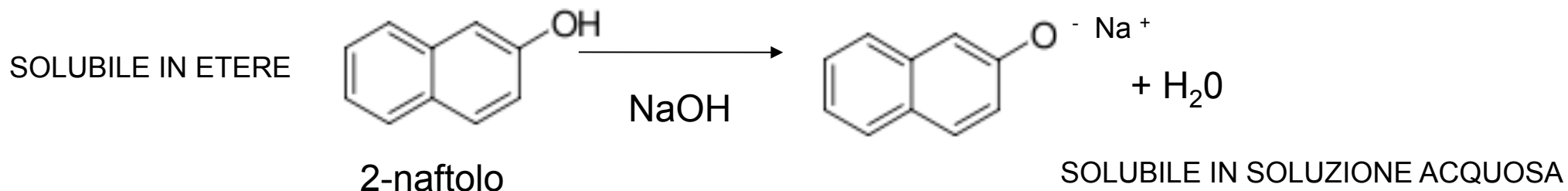
- Preparatevi una soluzione acida di 1,5ml di HCl in 13,5ml di H₂O
- Aggiungete la soluzione all'interno dell'imbuto separatore.
- Agitare vigorosamente le due soluzioni e sfiatate. Lasciate formare le due fasi. **(ATTENZIONE!!!)**



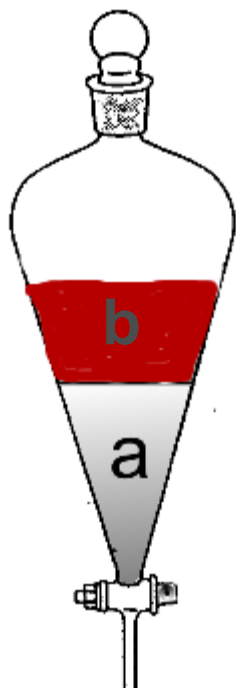
- (a) Fase acquosa → sale di para-toluidina
- (b) Fase organica → 2-naftolo, dicloro benzene

- Scaricate lo strato acquoso in una beuta e ripetete l'estrazione per altre due volte
- Utilizzate 5 ml di acqua per una quarta estrazione per rimuovere l'eccesso di HCl
- Riunite tutte le soluzioni acquose e mettetele da parte

PER ESTRARRE IL COMPONENTE ACIDO



- Preparatevi 15ml di soluzione basica di NaOH al 10% (w/v).
- Aggiungete la soluzione all'interno dell'imbuto separatore.
- Agitare vigorosamente le due soluzioni e sfiatate. Lasciate formare le due fasi. **(ATTENZIONE!!!)**



(a) Fase acquosa \longrightarrow Sale di 2-naftolo
(b) Fase organica \longrightarrow Dicloro benzene

- Scaricate lo strato acquoso in una beuta e ripetete l'estrazione per altre due volte
- Utilizzate 5 ml di acqua per una quarta estrazione per rimuovere l'eccesso di NaOH
- Riunite tutti gli estratti alcalini con l'acqua e metteteli da parte

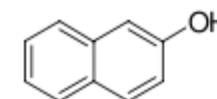
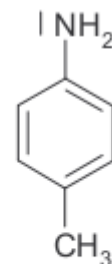
PER ESTRARRE IL COMPONENTE NEUTRO



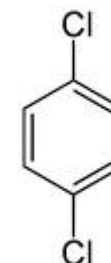
p-TOLUIDINA (COMPONENTE BASICO)

2-NAFTOLO (COMPONENTE ACIDO)

precedentemente ESTRATTI



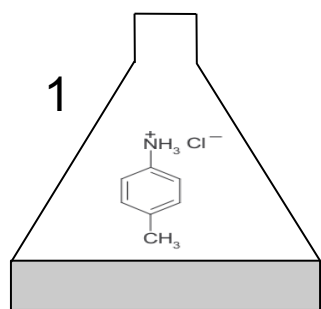
p-DICLOROBENZENE (COMPONENTE NEUTRO)



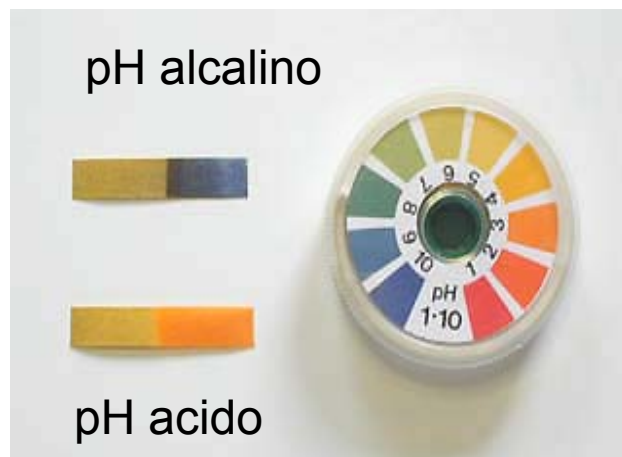
- Versare la soluzione eterea in un beaker e aggiungete CaCl_2 anidro e lasciate riposare
- Filtrare la soluzione ed evaporare l'etere utilizzando l'evaporatore rotante
- Pesare il residuo ottenuto (p-diclorobenzene) e determinare l'intervallo di fusione (53°C)

A QUESTO PUNTO...

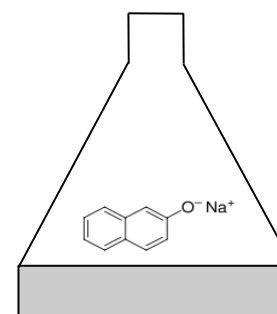
- abbiamo estratto il componente neutro
- abbiamo due soluzioni acquose 1 e 2



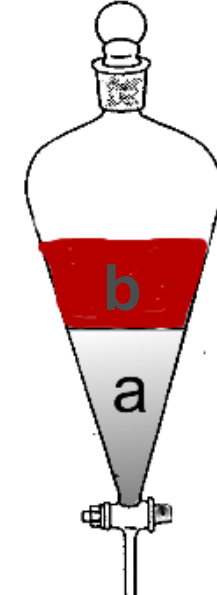
Soluzione acida (**toluidina**)



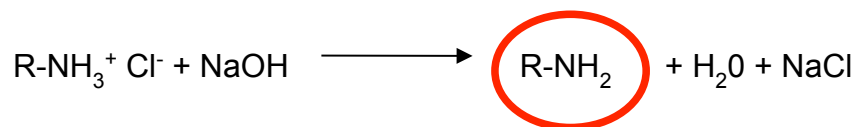
2



Soluzione basica (**naftolo**)

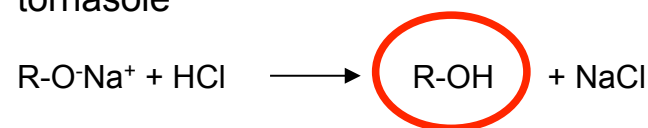


Alcalinizzare gli estratti aggiungendo goccia a goccia una soluzione al 50% (w/v) di NaOH fino a rendere la soluzione basica alla cartina tornasole

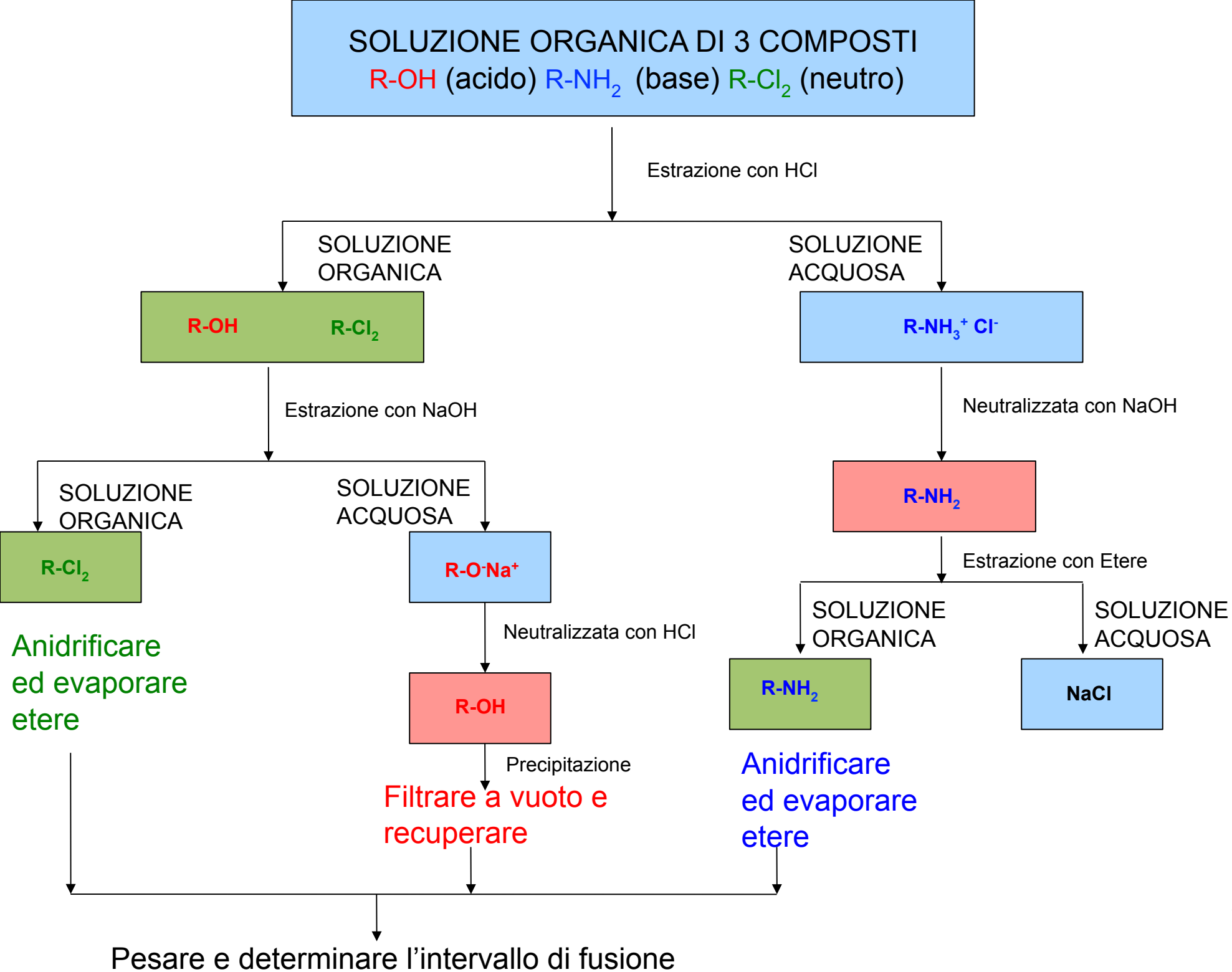


- Estraiete la soluzione ottenuta con 15 ml di etere per due volte
- Riunite gli estratti (eterei!!!) e aggiungete **CaCl₂ anidro**
- Filtrate il cloruro di calcio mediante filtro a pieghe.
- Ponete la soluzione eterea in un pallone precedentemente pesato
- Mediante rotavapor fate evaporare l'etere.
- Recuperate la p-toluidina, pesatela e determinatelo intervallo di fusione (45°C)

Acidificate gli estratti aggiungendo goccia a goccia HCl concentrato fino a rendere la soluzione acida alla cartina tornasole



- Raffreddate in ghiaccio la soluzione per favorire la precipitazione del composto acido
- Recuperate i cristalli tramite filtrazione a vuoto
- Asciugate, pesate e determinate l'intervallo di fusione (123°C)



Norme di sicurezza in laboratorio:

1. L'utilizzo di guanti e occhiali è obbligatorio;
2. Abbigliamento adeguato
3. Utilizzo accurato dell'imbuto separatore