

Laboratorio di Chimica Organica

Modulo del corso di Chimica Organica con Laboratorio

Prof. Federica Battistin

Dipartimento di Scienze Chimiche e Farmaceutiche - Edificio C11

Via L. Giorgieri, 1 – 3° piano, stanza 331

Email: federica.battistin@units.it

Comunicazioni

Il tutor in lab fa le mie veci. Non voglio più sentire «non è la prof».

Attenzione a solventi alogenati e non alogenati.

Prima di uscire si lava, asciuga e rimette in armadio la vetreria. Per lavare, se la vetreria è sporca/contiene solventi organici, utilizzare prima acetone e poi acqua.

Prima di uscire si saluta il docente/tutor. Questione di sicurezza e rispetto.

Comunicazioni

Nuovi turni:

Martedì	
Lab 370	Lab 360
Basso Francesco Iancovich Larissa	Brandolin Valeria Stagno Maria
Chiarelli Laura Savoia Daniela	Caminito Beatrice Gysin Sophie
Dalla Tore Nicola Negrisin Andrea	Costantini Serena Spizzamiglio Miriam
Fornasiero Federico Stres Emanuela	Marcadent Simone Schiavo Antonio
Michelin Giuseppe Pessotto Arianna	Lavaroni Enrico Del Negro Davide
Nadin Tommaso Santi Anna	Vinci Mario
Depase Noemi Gessi Jasmine	Carpenè Giulia Druskovic Michelle

Mercoledì	
Lab 370	Lab 360
Bove Edoardo Innocenti Ario	Cancian Leonardo Chierzi Nikolas
Crozzoli Martina Tomba Letizia	Corvasce Gemma Mancini Valentina
De Gasperi Anna Fiorini Anna	Fontanot Gabriele Lazzaro Giovanni Manfredi
Gabrielli Asia Tognetti Sofia	Bolzonella Luca Brustolin Dario
Grizonic Tiziano Sacchet Filippo	Buiatti Eva Romano Eleonora
Iagodnich Alessandro Lauricella Mattia	Masi Nicole Circo Pietro
Llani Emine Valentinis Daniel	Lazzarin Eleonora Catalani Matteo

Estrazione Liquido-Liquido

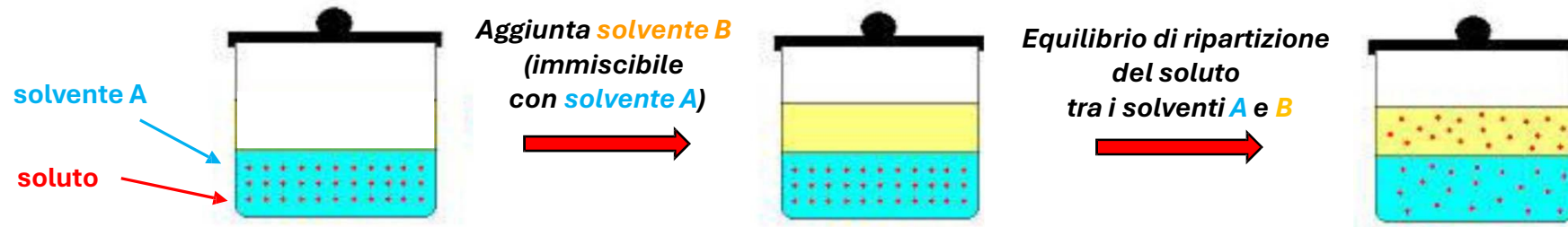
Trasferimento selettivo di un composto da un solvente ad un altro, così permettendone la purificazione da altri componenti di una miscela

Tecnica utilizzata per **separare composti in base alle loro differenti solubilità** in due solventi che non sono miscibili tra di loro (esperienza 2)

Tecnica utilizzata per **isolare una sostanza organica** dalla sua fonte naturale mediante un solvente (esperienza 3)

Estrazione Liquido-Liquido

PRINCIPI TEORICI



Legge di ripartizione (o di distribuzione) di Nernst

$$K_D (\text{coefficiente di ripartizione}) = C_B / C_A$$

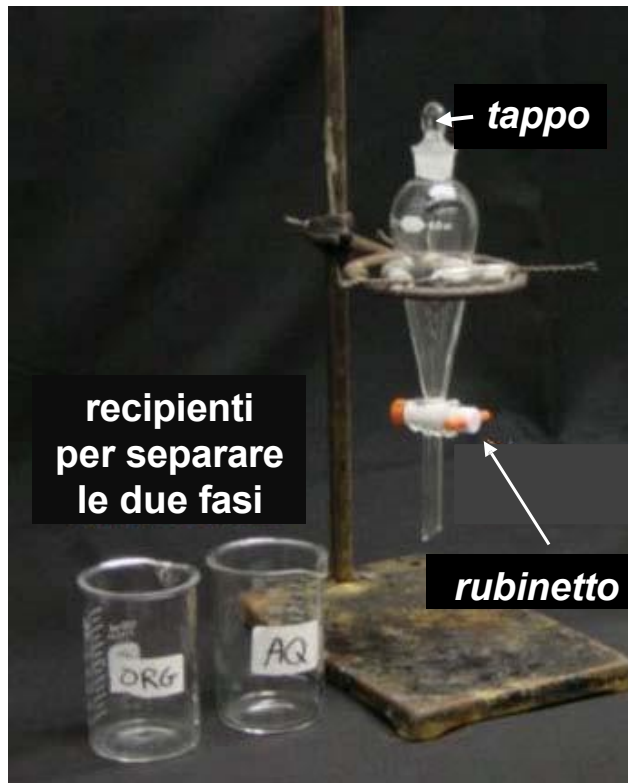
Se $K_D \gg 1$ il soluto possiede un'affinità nettamente maggiore per il solvente B

Se $K_D \sim 1$ il soluto possiede un'affinità paragonabile per i solventi A e B

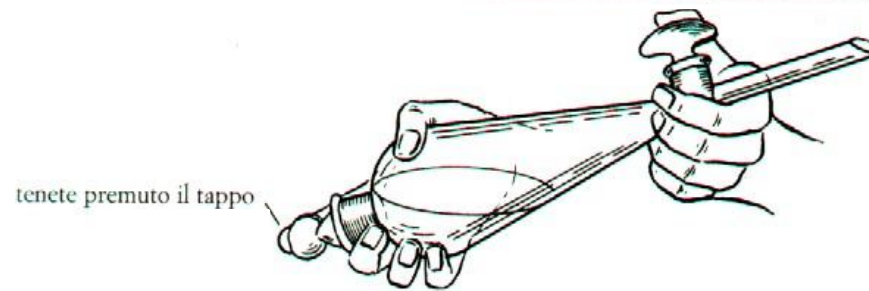
Se $K_D \ll 1$ il soluto possiede un'affinità nettamente maggiore per il solvente A

Estrazione Liquido-Liquido

IMBUTO SEPARATORE



- 1) Chiudere il rubinetto e versare nell'imbuto, fissato al sostegno con un anello o una pinza, la soluzione da separare e il solvente estraente
- 2) Chiudere l'imbuto con un tappo e capovolgere l'imbuto tenendo chiuso il tappo con la mano e stretto il rubinetto con l'altra



- 3) Con il gambo dell'imbuto rivolto verso l'alto e lontano da voi aprire lentamente il rubinetto per scaricare la pressione che si è formata all'interno dell'imbuto
- 4) Richiudere il rubinetto e ripetere i passaggi 2) e 3) per tre volte



6)

5) Infilare di nuovo l'imbuto nell'anello e togliere subito il tappo

6) Lasciare a riposo per permettere una buona separazione delle due fasi

7) Scaricare lentamente la fase inferiore attraverso il rubinetto in una beuta



7)

8) Se lo strato superiore deve essere trasferito in un altro recipiente versarlo attraverso il collo dell'imbuto separatore

Per ottenere un'estrazione completa, essa viene ripetuta più volte poiché fare più estrazioni (almeno due) con piccoli volumi di solvente è più efficace che fare un'unica estrazione con un volume di solvente maggiore



8)

Estrazione Liquido-Liquido

Qual è la fase acquosa (idrofila) e quale l'organica (idrofobica)?

La posizione relativa dello strato acquoso e di quello organico dipende dalle **densità** dei due liquidi:
il solvente più denso costituirà lo strato inferiore

Solvente	Densità (g/mL) a 298K	
Esano	0.65	Fase organica «non alogenata» Strato superiore
Etere di petrolio	0.67-0.69	
Etere dietilico	0.71	
Acetato di etile	0.90	
Acqua	1.00	
Diclorometano	1.34	Fase organica «alogenata» Strato inferiore
Cloroformio	1.50	

Estrazione Liquido-Liquido

ANDRIFICAZIONE FASE ORGANICA

Dopo essere stato esposto ad una soluzione acquosa durante l'estrazione, un solvente organico, per quanto poco miscibile con l'acqua, dopo la separazione ne trattiene comunque una certa quantità

Usare un **agente essiccante** per eliminare le tracce di acqua. Viene aggiunto a piccole porzioni agitando fino a quando non si osserva il distacco del solido dal fondo della beuta ("svolazzamento")

Aggiunte **eccessive** di agente essiccante sono da evitare poiché, oltre all'acqua, viene assorbita anche la soluzione con conseguente **perdita di prodotto**

Nel nostro caso, l'agente essiccante sarà **Na₂SO₄ anidro**

Evaporatore Rotante (rotavapor)

L'evaporatore rotante è un'apparecchiatura utilizzata comunemente per allontanare i solventi da una soluzione di un composto d'interesse, tramite evaporazione a bassa pressione

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 sviluppatisi
- un **pallone di raccolta** per i solventi condensati.

L'**evaporazione** viene **favorita** dall'applicazione all'evaporatore rotante di un'opportuna **depressione (vuoto)** che **abbassa** la temperatura di ebollizione del solvente



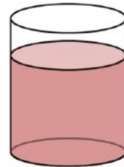
Cristallizzazione

Fenomeno per cui una sostanza passa allo stato cristallino (quando possibile)

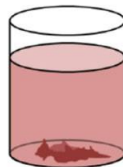
Tecnica di purificazione di composti solidi da piccole quantità di altre sostanze

Solubilità: massima quantità di soluto che, a una data temperatura, può essere disciolta in una data quantità di solvente

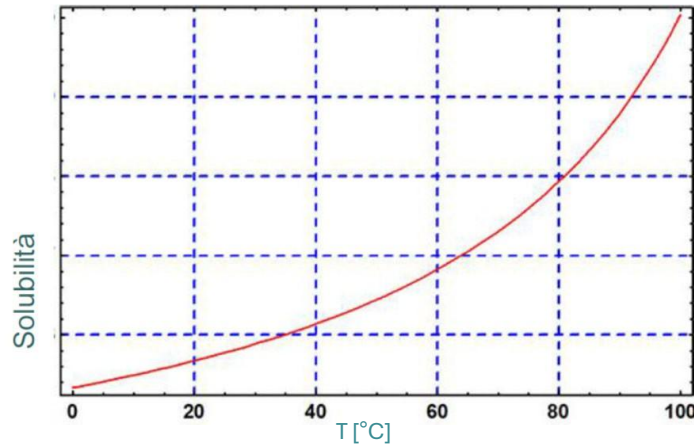
Soluzione: miscela omogenea formata da un solvente (in eccesso) e soluto (liquido o solido)



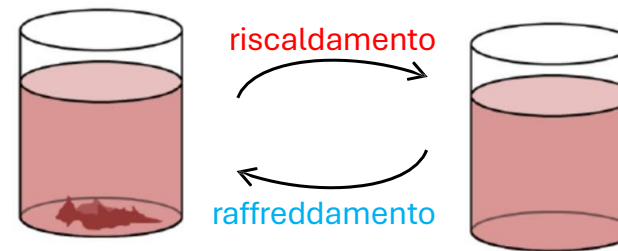
Soluzione sovra satura: soluzione in cui una sostanza è in quantità maggiore di quella indicata dalla sua solubilità, per cui una parte non si scioglie e si deposita come corpo di fondo



Cristallizzazione



La solubilità di una sostanza solida in un dato solvente aumenta con la temperatura



La struttura cristallina viene distrutta per solubilizzazione, a caldo, in un solvente (o miscela di solventi), dopodiché si provoca la sovrasaturazione, per raffreddamento lento, della soluzione e la conseguente separazione, dal solvente, dei cristalli di soluto

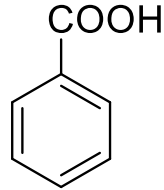
Raffreddamento **lento**: **cristallizzazione**

- Struttura cristallina omogenea
- Eventuali impurezze restano solubilizzate nel solvente di cristallizzazione

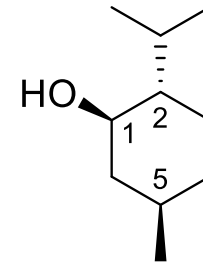
Raffreddamento **veloce**: **precipitazione rapida**

- Cristalli piccoli e/o contenenti **impurezze**
- Eventuali impurezze restano solubilizzate nel solvente di cristallizzazione

Separazione Acido Benzoico e Mentolo



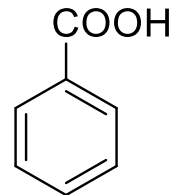
acido benzoico



(1*R*,2*S*,5*R*)-(-)-mentolo
5-metil-2-(1-metiletil)cicloesano

Soluzione di acido benzoico e mentolo in diclorometano

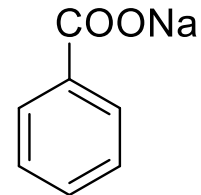
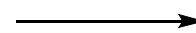
Estrazione con 25 mL di NaOH (2 volte)



acido benzoico

+

NaOH



benzoato di sodio

+

H₂O

Separazione Acido Benzoico e Mentolo



Fase Organica (mentolo):

Anidrificazione con Na_2SO_4

Filtrare con filtro a pieghe in un pallone **tarato**

Portare a secco al rotavapor

Pesare pallone

Fase acquosa basica (benzoato di sodio):

Portare a pH 6 aggiungendo HCl 6M goccia a goccia

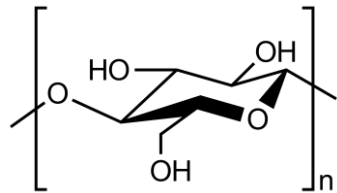
Filtrare precipitato su buchner e lavarlo con acqua fredda

Pesare solido e **conservarlo**

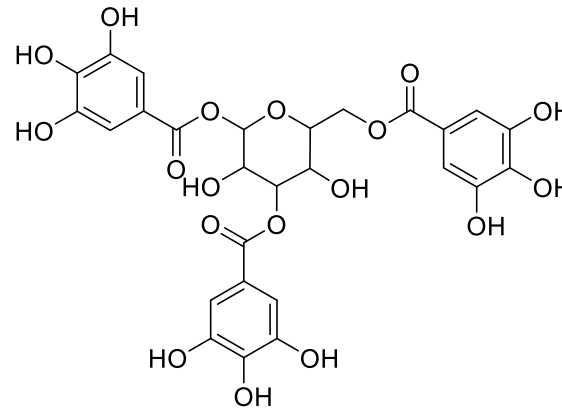
Estrazione caffeina dal tè

Bustina del tè è composta principalmente da:

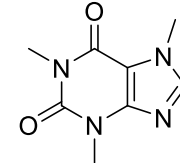
- Cellulosa: polimero del glucosio (insolubile in acqua)
- Tannini: composti polifenolici (leggermente **acidi**)
- Caffeina: **basica**



cellulosa



acido tannico



caffeina

Estrazione caffeina dal tè

Bollire 4 bustine di tè con carbonato di sodio (base debole) e acqua.

Estrarre l'acqua bollita con diclorometano in un imbuto separatore:

Mescolare delicatamente con movimenti rotatori

Fase organica: Caffeina

Fase acquosa: tannini deprotonati

Lavare ed estrarre fase organica con salamoia (o brine) = soluzione di NaCl sovrassatura

Anidrificare fase organica, filtrarla e rimuovere solvente al rotavapor

Pesare e **conservare** la caffeina

Ricristallizzazione ac benzoico e caffeina

Acido benzoico:

Pesare 300 mg del vostro acido benzoico in una vial e scioglierli in 5 mL acqua distillata

Mettere vial su piastra riscaldante e portare a bollore finchè è tutto sciolto

Spostare la vial dalla piastra e lasciarla raffreddare senza toccarla

Se non si formano i cristalli, metterla in un bagno di ghiaccio

Filtrare su buchner

Ricristallizzazione ac benzoico e caffeina

Caffeina:

Sciogliere la vostra caffeina nel minimo volume di diclorometano in una vial

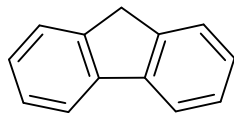
Aggiungere lentamente, goccia a goccia etere di petrolio alla vial fino alla comparsa di solido bianco

Aspettare qualche minuto

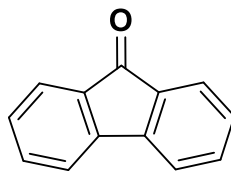
Filtrare su buchner

Esperienza 1

Parte B: TLC di



fluorene



fluorenone

Parte C: TLC di 3 incogniti. Ogni incognito ha 3 molecole diverse. Dovete identificarli tutti e 3