

Metodologie Sintetiche e Analitiche in Chimica Farmaceutica

Estrazione acido-base

Prof. Filippo Prencipe

Università degli Studi di Trieste

Dipartimento di Scienze Chimiche e Farmaceutiche



**UNIVERSITÀ
DEGLI STUDI
DI TRIESTE**



DSCF

Dipartimento di
**Scienze Chimiche
e Farmaceutiche**

REAGENTI E SOLVENTI

- Acido Benzoico
- Benzofenone
- HCl 37%
- NaOH
- Diclorometano
- Sodio solfato anidro

STRUMENTAZIONE/MATERIALE

- Rotavapor
- Carta da filtro
- Cartina tornasole
- Pompa da vuoto

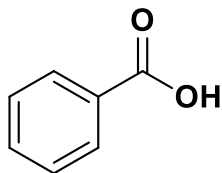
VETRERIA

- Palloni a fondo rotondo
- Imbutto Buchner
- Imbutto separatore
- Beute
- Bacchetta di vetro
- Spatole

Estrazione selettiva di molecole con diverse proprietà acido base.

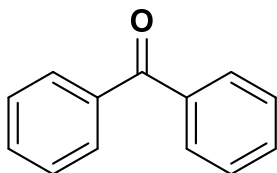
Partiremo da una miscela di due molecole allo stato solido e dimostreremo che è possibile separarli mediante semplici estrazioni acido-base sfruttando il fatto che uno di loro ha proprietà acide e uno non ha apprezzabili proprietà acide né basiche.

L'abbreviazione "mp" sta per *melting point* (punto di fusione).



Acido benzoico

Il **gruppo carbossilico** dell'acido benzoico ha proprietà acide ($pK_a = 4.2$). Solido bianco cristallino, mp 121-124 °C.



Benzofenone

Il benzofenone o difenilchetone è un composto organico appartenente alla famiglia dei chetoni aromatici. È un fotosensibilizzatore usato in fotochimica. Liquido/solido cristallino incolore, mp 47,8 - 48,5°C

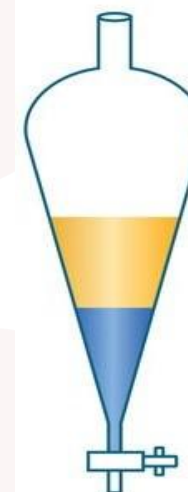
Preparazione delle soluzione basica per estrazione selettiva

- Preparare 60 mL di una soluzione di NaOH 2N + 10% m/v NaCl: calcolare la quantità in grammi di NaOH necessaria per preparare 60 mL di soluzione 2N.
In un cilindro graduato misurare 60 mL di acqua deionizzata. Versare l'acqua in una beuta da 100 mL e aggiungere la quantità pesata di NaOH. Agitare cautamente la soluzione fino alla completa dissoluzione del solido. Aggiungere una quantità pari al 10% in peso di NaCl e mescolare fino a completa dissoluzione. Mettere da parte la soluzione preparata
- Preparare una soluzione dei due composti da estrarre: in una beuta da 100 mL versare 30 mL di DCM. Pesare 500 mg di acido benzoico e versarli nella beuta con il solvente organico mescolando fino a completa dissoluzione. Pesare 300 mg di benzofenone e versarli nella beuta con il solvente organico mescolando fino a completa dissoluzione. Mettere da parte la soluzione preparata

PROCEDURA SPERIMENTALE

Estrazione molecola acida: in un imbuto separatore da 100 mL introdurre la soluzione di DCM dei tre composti da estrarre. Estrarre la fase organica (F.O.) con 20 mL di soluzione NaOH 2N. Mescolare energicamente la soluzione bifasica, lasciare separare le due fasi e raccoglierle in due beute da 100 mL (cosa c'è nella fase superiore? E nella fase inferiore?). Versare nuovamente la fase organica nell'imbuto e estrarla nuovamente con 20 mL di soluzione NaOH 2N. Dopo aver mescolato la miscela bifasica, separare le due fasi riunendo nella stessa beuta le due fasi acquose. Mettere momentaneamente da parte la beuta contenente la fase organica (cosa c'è in fase acquosa basica e nella fase organica?)

Lavare gli estratti acquosi riuniti (40 mL) con 3 porzioni da 5 mL di DCM. Riunire gli estratti organici nella beuta contenente la fase organica della precedente estrazione.



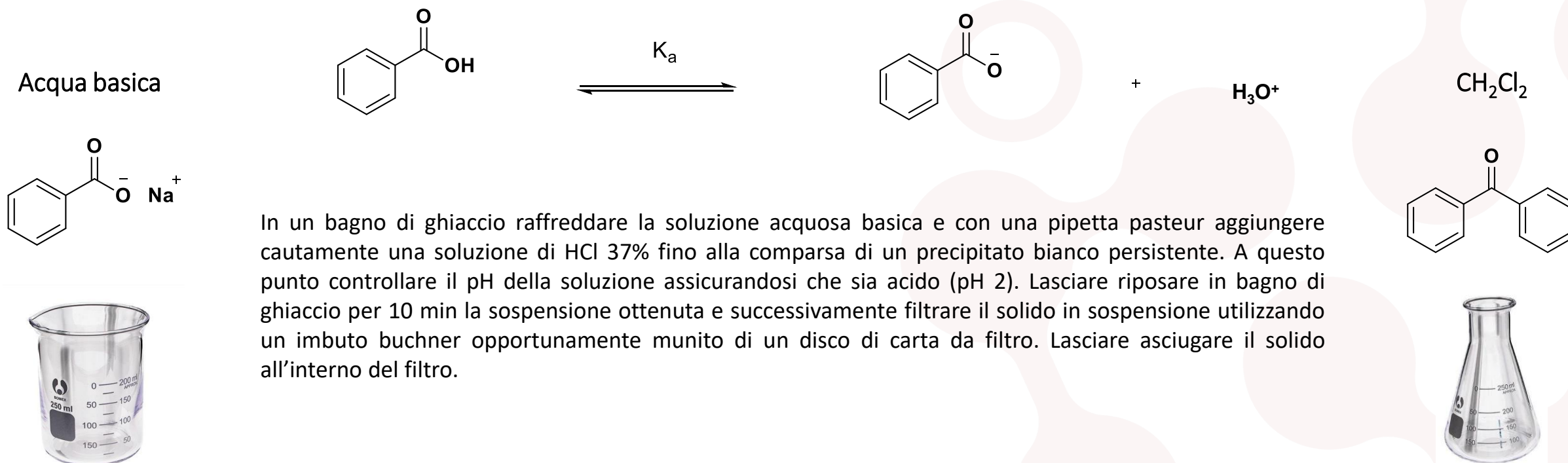
CH_2Cl_2

Acqua basica



PRECIPITAZIONE E FILTRAZIONE DELLA MOLECOLA ACIDA

Per riottenere l'acido benzoico dal suo sale di cui disponiamo nella soluzione acquosa basica, dovremo far retrocedere l'equilibrio di associazione e dissociazione, sfruttando il principio di Le Châtelier:



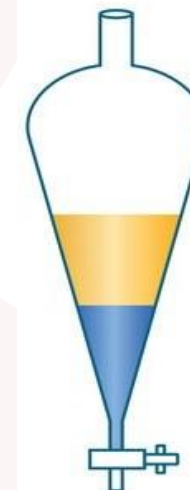
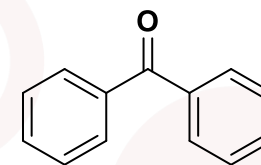
PROCEDURA SPERIMENTALE

Recupero molecola neutra: riprendere la beuta contenente la fase organica e reintrodurla nell'imbuto separatore. Lavare la fase organica per due volte con 5 mL di soluzione satura di NaCl (brine). Versare la fase organica in una beuta da 100 mL e anidrificare aggiungendo sodio solfato. Filtrare il solido e trasferire il filtrato in un pallone da 100 mL. Rimuovere il solvente utilizzando il rotavapor per ottenere un solido.

Dopo aver asciugato bene i solidi ottenuti, preparare rispettivamente due campioni sciogliendo, all'interno di una eppendorff, una piccola quantità di solido in Metanolo.

Effettuare 2 TLC, ciascuna per ogni composto estratto, puntando il solido ottenuto sperimentalmente insieme alla molecola di riferimento confrontandone la rispondenza e il grado di purezza. (Sistema eluente: Etere di petrolio / Etile acetato)

Pesare la quantità di solido ottenuto e calcolare la resa di estrazione



CH₂Cl₂

BRINE



