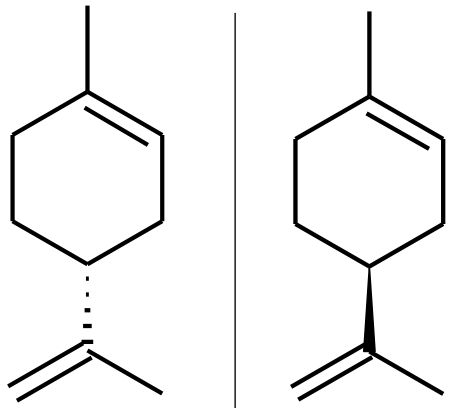
ESTRAZIONE
R – (+) – LIMONENE CON CO_2

Introduzione

Il limonene è un monoterpene chirale molto stabile ed infiammabile, contenuto naturalmente negli agrumi. Infatti, è il principale responsabile del loro odore insieme ad altre molecole. A seconda di quale enantiomero si prende in esame, saprà o di arancia (forma *R*, quella che andremo ad estrarre) o di limone (forma *S*) (fig. 1).



(R) – limonene (arancia) | (S) – limonene (limone)

Fig. 1

La metodica più utilizzata per l'estrazione del limonene è la distillazione in corrente di vapore e successiva estrazione con solvente del distillato. Questo procedimento è più lungo e complesso, ma soprattutto ci vuole apparecchiatura più complessa. Utilizzando l'anidride carbonica liquida, invece, il processo è molto più semplice anche perché come fonte di CO_2 si utilizza il ghiaccio secco, che è anidride carbonica solidificata. Sublimando, la pressione all'interno della provetta aumenterà e la CO_2 si liquefarà, anziché sublimare.

Rispetto all'estrazione a partire dalla buccia di limone, basandosi su osservazioni sperimentali, partendo dalla buccia di limone si ottiene più prodotto [1].

[1] http://www.myttex.net/forum/Thread-Estrazione-del-R-Limonene-S-Limonene-dalle-bucce-di-arancia-e-limone-oli-essen (#1)

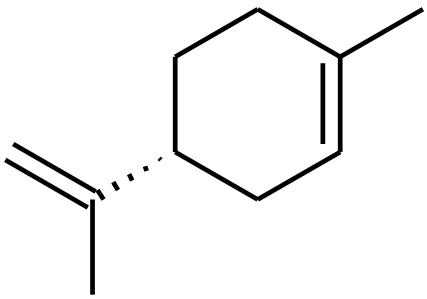


Fig. 2

R – (+) – limonene

Più che un'estrazione fine a se stessa, l'esperimento è un modo per sperimentare un metodo di estrazione piuttosto moderno ed ecosostenibile in laboratorio. Pertanto, la resa verrà calcolata solo per determinare il contento di essenze odorose nella buccia d'arancia.

Reagenti

- Ghiaccio secco in micropellet
- Buccia di arancia[2]
- Acqua di fonte a 30 °C

Strumentazione

- Bilancia tecnica con risoluzione 0,001 g.

Vetreria

- Provette da centrifuga *Falcon*[3] 15 ml
- Cilindro graduato 250 ml **in plastica**[4]
- Filo in rame
- Carta da filtro
- Nastro di teflon

Procedimento

Dato il rischio di esplosione a causa dell'elevata pressione della CO_2, bisogna lavorare SOTTO CAPPA. In alternativa, si consiglia di indossare

[2] Può essere utilizzato anche il limone per ottenere l'altro enantiomero.
[3] È necessario impiegare le provette *Falcon* perché hanno la parete molto spessa, cosicché regga la pressione.
[4] In caso di esplosione della provetta, la plastica non si frantumerà.

una visiera* a pieno facciale *anziché i normali occhiali di protezione e di tenersi a distanza durante l'estrazione.

- Tagliare un disco di carta da filtro di dimensioni tali che entri nella provetta.
- Preparare con il filo di rame un supporto per il disco di carta da filtro per separarla dal fondo, dove si raccoglierà il limonene estratto.
- Porre supporto e disco separatore nella provetta, precedentemente pesata (P_1). Tagliare a fette sottili la buccia d'arancia, anch'essa pesata (P_2), ed aggiungere il ghiaccio secco (CO_2 solidificata) in micropellet.
- Passare qualche giro di nastro di teflon sulla filettatura della provetta e serrare con forza il tappo. Immergere la provetta nel cilindro graduato 250 ml, pieno per metà con acqua di fonte a 30 °C per dieci minuti.
- **Prestando particolarmente attenzione**, allentare lentamente il tappo ed aprirlo facendo attenzione all'alta pressione interna. Ripetere l'estrazione per una seconda volta[5].
- Una volta che l'estrazione è terminata, eliminare i residui. Pesare la provetta senza tappo e senza teflon (P_3) e calcolare la resa.

Rese e discussione dei risultati

$$\boldsymbol{R\% = \frac{P3 - P1}{P2} \cdot 100}$$

Dove:

R% = resa percentuale sulla droga

P1 = peso provetta

P2 = peso droga

P3 = peso provetta + olio

La resa dell'estrazione sarà molto bassa. Oltre al limonene, verranno estratti molti altri composti odorosi e non, più il β – carotene e gli altri pigmenti contenuti nella buccia.

Se si vuole, può essere condotta un'analisi tramite TLC su lastre Kieselgel 60 F254 (Merck) supportata su vetro, utilizzando come eluente

[5] Volendo si può ripetere più volte per una maggiore resa.

diclorometano – cicloesano 3:10 (3 ml di diclorometano e 10 ml di cicloesano)[6]

Bibliografia

Vedere le seguenti pubblicazioni ed i riferimenti lungo il testo.

- G. Vali tutti, G. Fornari, M. T. Gando, *Chimica Organica, Biochimica e Laboratorio; Laboratorio,* 5ª ed., Bologna, Zanichelli, 2017, pp. 87 – 88, ISBN 9788808648389
- McKenzie L.C., Thompson J.E. et al, *Green Chem*. 2004, 6, 355 – 358

[6] http://www.bmscience.net/blog/relazione-separazione-delle-sostanze-tramite-cromatografia-strato-sottile/