
ESTRAZIONE DI UN COMPOSTO ACIDO, UNO BASICO E UNO NEUTRO DA UNA FASE INIZIALE ORGANICA

L'obiettivo dell'esperienza è quello di separare una miscela costituita da un composto organico con caratteristiche acide, un composto organico con caratteristiche basiche e un composto organico neutro da una loro soluzione iniziale in un solvente organico mediante la tecnica dell'estrazione in imbuto separatore con solventi chimicamente attivi (Estrazione liquido-liquido).

I composti organici che possono essere sottoposti a tale tecnica di estrazione devono avere le seguenti caratteristiche:

1. sia solidi che liquidi a temperatura ambiente;
2. insolubili o scarsamente solubili in acqua;
3. solubili nei comuni solventi organici (etere etilico, cloroformio, ecc...);
4. il composto acido può essere un fenolo (Ar-OH), anche sostituito, o un acido carbossilico alifatico (R-COOH, con R avente catena idrocarburica $\geq C_6$) o un acido carbossilico aromatico (Ar-COOH), anche sostituito; non possono essere utilizzati i fenoli e gli acidi carbossilici solubili in acqua;
5. il composto basico può essere un'ammina alifatica (R-NH₂, con R avente catena idrocarburica $\geq C_6$) o un'ammina aromatica (Ar-NH₂); le ammine solubili in acqua non possono essere utilizzate;
6. il composto neutro appartiene a tutte le altre classi di composti organici, purché sia insolubile in acqua; anche gli alcoli sono da considerare dei composti neutri: infatti la base coniugata di un alcool (ione alcossido) è più debole rispetto alla base coniugata di un fenolo (ione fenossido) in quanto quest'ultima è stabilizzata per risonanza. Perciò i fenoli sono dei composti più acidi degli alcoli, in altre parole sono più disponibili a liberare l'idrogeno acido legato all'ossigeno o, in altre parole ancora, la loro reazione di ionizzazione in acqua è più spostata a destra.

Il solvente estrattore chimicamente attivo del composto organico acido deve avere le seguenti caratteristiche:

1. essere una base forte in modo che la reazione di salificazione del composto organico acido sia completa;
2. essere in soluzione acquosa in modo tale che la fase estratta sia immiscibile con la fase esausta contenente etere etilico come solvente;
3. **in genere si utilizza una soluzione acquosa di NaOH al 10% m/m.**

Il solvente estrattore chimicamente attivo del composto organico basico deve avere le seguenti caratteristiche:

1. essere un acido forte in modo che la reazione di salificazione del composto organico basico sia completa;
2. essere in soluzione acquosa in modo tale che la fase estratta sia immiscibile con la fase esausta contenente etere etilico come solvente;
3. **in genere si utilizza una soluzione acquosa di HCl al 10% m/m.**

I due solventi estrattori chimicamente attivi vengono utilizzati in modo discontinuo in imbuto separatore con la tecnica dell'estrazione multipla, in modo da estrarre la maggior quantità possibile rispettivamente del sale del composto acido e del sale del composto basico dalla soluzione iniziale.

In seguito a ciascuna estrazione multipla con il solvente chimicamente attivo, i composti organici verranno perciò salificati e trasferiti nelle rispettive soluzioni acquose, nelle quali risultano solubili, e separati dal solvente iniziale, in quanto le fasi acquose estratte risultano immiscibili con la fase organica iniziale.

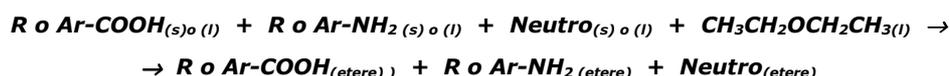
Si recuperano poi i composti organici salificati nelle due fasi estratte acquose aggiungendo:

- **soluzione acquosa del sale del composto acido:** si aggiunge una soluzione acquosa di acido forte molto concentrata (acquosa in modo da non formare due fasi liquide distinte con il solvente già presente e molto concentrata in modo da ridurre il volume aggiunto); **in genere si utilizza una soluzione acquosa di HCl 6 M:** l'acido forte, mediante reazione di spostamento, libera il debole acido organico dal suo sale sottoforma di solido o di liquido immiscibile in acqua; esso verrà poi separato dall'acqua (presente in grande quantità, perciò non si può eseguire una semplice disidratazione con sale anidro) mediante filtrazione o estrazione con solvente chimicamente inerte, quindi pesato fino a massa costante e controllando la sua purezza mediante misurazione del PF o dell'IDR.
- **soluzione acquosa del sale del composto basico:** si aggiunge una soluzione acquosa di base forte molto concentrata (acquosa in modo da non formare due fasi liquide distinte con il solvente già presente e molto concentrata in modo da ridurre il volume aggiunto); **in genere si utilizza una soluzione acquosa di NaOH 6 M:** la base forte, mediante reazione di spostamento, libera la debole base organica dal suo sale sottoforma di solido o di liquido immiscibile in acqua; essa verrà poi separata dall'acqua (presente in grande quantità, perciò non si può eseguire una semplice disidratazione con sale anidro) mediante filtrazione o estrazione con solvente chimicamente inerte, quindi pesata fino a massa costante e controllando la sua purezza mediante misurazione del PF o dell'IDR.

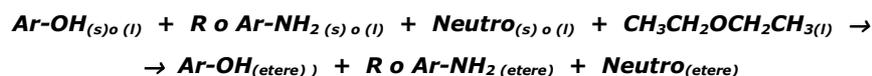
Nel corso delle due estrazioni multiple il composto organico neutro, non reagendo con alcun solvente estrattore chimicamente attivo utilizzato, rimarrà disciolto nel solvente organico iniziale e verrà recuperato per semplice evaporazione del solvente, determinando anche per esso la massa e la purezza.

DISSOLUZIONE DEI TRE COMPOSTI NEL SOLVENTE INIZIALE

I tre composti organici solidi o liquidi vengono sciolti nel solvente iniziale etere etilico nel quale risultano molto solubili:



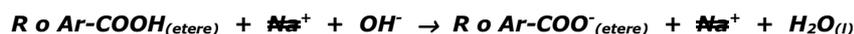
oppure



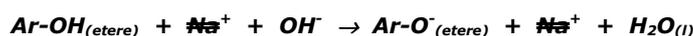
REAZIONI DEL COMPOSTO ACIDO

Fase di estrazione

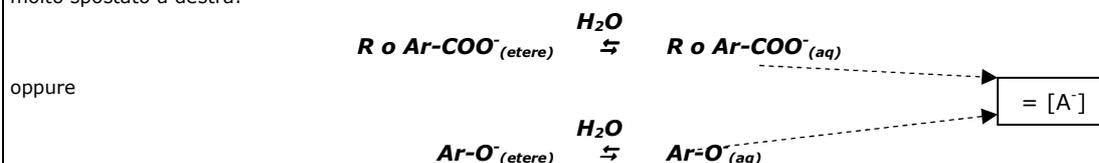
Dapprima, durante lo scuotimento dell'imbutto separatore, l'acido organico sciolto in etere reagisce con la base forte inorganica acquosa trasformandosi nel corrispondente sale:



oppure



In seguito si instaura l'equilibrio di ripartizione del sale dell'acido organico fra i due solventi immiscibili fra loro, equilibrio molto spostato a destra:



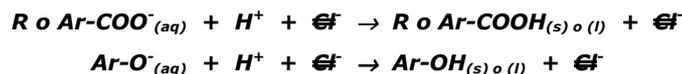
La costante che regola tale equilibrio è detta **Coefficiente di ripartizione**:

$$K_r = \frac{[A^-]_{(aq)}}{[A^-]_{(etere)}} > 1$$

che risulta essere maggiore di 1 in quanto il sale del composto acido che si è formato grazie all'uso del solvente chimicamente attivo NaOH, essendo un composto ionico, è molto più solubile in acqua (solvente polare) rispetto al solvente organico etere etilico (solvente molto poco polare), perciò l'estrazione risulta essere efficace.

Fase di recupero

In seguito la fase acquosa raccolta in becher viene addizionata di un eccesso di soluzione acquosa di acido forte inorganico, perciò l'acido debole organico viene spostato dal suo sale ed essendo insolubile in acqua si separa sotto forma di solido o di liquido:



REAZIONI DEL COMPOSTO BASICO

Fase di estrazione

Dapprima, durante lo scuotimento dell'imbuto separatore, la base organica sciolta in etere reagisce con l'acido forte inorganico acquoso trasformandosi nel corrispondente sale:



In seguito si instaura l'equilibrio di ripartizione del sale della base organica fra i due solventi immiscibili fra loro, equilibrio molto spostato a destra:



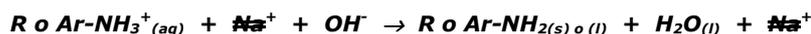
La costante che regola tale equilibrio è detta **Coefficiente di ripartizione**:

$$K_r = \frac{[B^+]_{(aq)}}{[B^+]_{(etere)}} > 1$$

che risulta essere maggiore di 1 in quanto il sale del composto basico che si è formato grazie all'uso del solvente chimicamente attivo HCl, essendo un composto ionico, è molto più solubile in acqua (solvente polare) rispetto al solvente organico etere etilico (solvente molto poco polare), perciò l'estrazione risulta essere efficace.

Fase di recupero

In seguito la fase acquosa raccolta in becher viene addizionata di un eccesso di soluzione acquosa di base forte inorganica, perciò la base debole organica viene spostata dal suo sale ed essendo insolubile in acqua si separa sotto forma di solido o di liquido:



DISIDRATAZIONE DEL COMPOSTO NEUTRO

All'ultima fase esausta rimasta dopo aver estratto il composto basico si addiziona un disidratante solido anidro il quale adsorbe l'acqua presente come acqua di cristallizzazione idratandosi:



CARATTERISTICHE DELL'ESTRAZIONE

Scopo dell'estrazione	<i>separare dalla fase iniziale liquida organica i tre composti organici assegnati mediante:</i>
Estrazione con solventi	<i>di tipo liquido-liquido, discontinua in imbuto separatore, multipla con due solventi chimicamente attivi</i>
Fase iniziale organica	<i>liquida: miscuglio omogeneo o soluzione formata da un composto organico acido, un composto organico basico e un composto organico neutro (soluti, componenti secondari) sciolti in etere etilico (solvente, componente principale).</i>
Componenti da estrarre	<i>i tre composti organici (incogniti) separati gli uni dagli altri.</i>
Solvente estrattore 1	<i>chimicamente attivo: soluzione acquosa di base forte, NaOH al 10% m/m.</i>
Fase esausta 1 organica	<i>(strato superiore) è la fase iniziale organica liquida via via contenete una quantità sempre minore di composto organico acido e contenente tutto il composto basico e tutto il composto neutro sciolti in etere etilico.</i>
Fase estratta 1 acquosa	<i>(strato inferiore) è una soluzione acquosa del sale del composto organico acido formatosi per reazione con il solvente estrattore NaOH; dato che questa soluzione acquosa possiede una densità maggiore di quella della fase esausta organica, la fase estratta costituisce lo strato liquido inferiore.</i>
Solvente estrattore 2	<i>chimicamente attivo: soluzione acquosa di acido forte, HCl al 10% m/m.</i>
Fase esausta 2 organica	<i>(strato superiore) è la fase esausta 1 organica via via contenete una quantità sempre minore di composto organico basico e contenente tutto il composto neutro sciolto in etere etilico.</i>
Fase estratta 2 acquosa	<i>(strato inferiore) è una soluzione acquosa del sale del composto organico basico formatosi per reazione con il solvente estrattore; dato che questa soluzione acquosa possiede una densità maggiore di quella della fase esausta organica, la fase estratta costituisce lo strato liquido inferiore.</i>

NORMA DI SICUREZZA

QUANDO SI USA L'IMBUTO SEPARATORE È OBBLIGATORIO INDOSSARE GLI OCCHIALI DI PROTEZIONE

PREPARAZIONE DELLA SOLUZIONE INIZIALE

- ▶ All'interno di un imbuto separatore almeno da 500 mL travasare quantitativamente la miscela dei tre composti incogniti assegnati, lavando il recipiente in cui sono contenuti con etere etilico.
- ▶ Aggiungere poco alla volta altro etere etilico ed agitate, sfiatando l'imbuto separatore, fino a portare tutta la miscela assegnata in soluzione.

SEPARAZIONE E RECUPERO DEL COMPOSTO ACIDO

- ▶ Eseguire sulla fase iniziale organica una:
 - ▶ **Prima estrazione** con circa 20 mL di soluzione acquosa di NaOH al 10% m/m; se a seguito di questa aggiunta si forma un solido all'interno dell'imbuto separatore (*esso non è altro che il sale del composto acido*), aggiungere poco alla volta acqua distillata ed agitare fino a scioglierlo;
 - ▶ **Seconda estrazione** con circa 20 mL di soluzione acquosa di NaOH al 10% m/m;
 - ▶ **Terza estrazione** con circa 20 mL di soluzione acquosa di NaOH al 10% m/m;
 - ▶ **Quarta estrazione** con circa 20 mL di acqua distillata.
- ▶ Ad ogni estrazione sfiatate di frequente l'imbuto separatore e lasciare stratificare le fasi, quindi:
 - ▶ **Trasferire la fase estratta 1 inferiore acquosa** (soluzione acquosa contenente il composto acido salificato) dentro ad un becher (sempre lo stesso, siglandolo con un pennarello per riconoscerlo).

Con tutte le fasi estratte 1 riunite PROSEGUIRE ALLA FASE 1

- ▶ **Lasciare la fase esausta 1 superiore organica** (soluzione eterea contenente tutto il composto basico, tutto il composto neutro e via via quantità sempre minori di composto acido salificato disciolti nel solvente iniziale) nell'imbuto separatore.

Con la fase esausta 1 PROSEGUIRE ALLA FASE 2

FASE 1

- ▶ Aggiungere nel becher contenente la soluzione acquosa del composto organico acido salificato una soluzione acquosa di HCl 6 M fino a pH nettamente acido. Mescolare con una bacchetta durante l'aggiunta e raffreddate, se necessario, con un bagno di acqua e ghiaccio.
- ▶ Il composto organico acido si separerà dalla soluzione acquosa o sottoforma di solido insolubile in acqua o sottoforma di liquido immiscibile in acqua, a seconda dello stato fisico del composto acido assegnato, e dovrà essere recuperato quantitativamente con uno dei due seguenti procedimenti:

Composto organico solido: eseguire una filtrazione a freddo, lavare molte volte con piccole porzioni di acqua fredda fino a che le acque di lavaggio non risultano circa neutre, seccare fino a massa costante all'aria o in stufa a 50°C, determinare la massa e il PF del composto solido estratto.

Composto organico liquido: eseguire un'estrazione multipla con solvente estrattore inerte, secondo la procedura indicata all'Esperienza 8.

Consegnare all'insegnante il composto acido ottenuto, numerando il campione secondo quanto risulta dal Quaderno dei Dati.

SEPARAZIONE E RECUPERO DEL COMPOSTO BASICO**FASE 2**

- ▶ Eseguire sulla fase esausta 1 organica contenente il composto basico e quello neutro disciolti in etere etilico rimasta nell'imbuto separatore una:
 - ▶ **Prima estrazione** con circa 20 mL di soluzione acquosa di HCl al 10% m/m; se a seguito di questa aggiunta si forma un solido all'interno dell'imbuto separatore (*esso non è altro che il sale del composto basico*), aggiungere poco alla volta acqua distillata ed agitare fino a scioglierlo;
 - ▶ **Seconda estrazione** con circa 20 mL di soluzione acquosa di HCl al 10% m/m;
 - ▶ **Terza estrazione** con circa 20 mL di soluzione acquosa di HCl al 10% m/m;
 - ▶ **Quarta estrazione** con circa 20 mL di acqua distillata.
- ▶ Ad ogni estrazione sfiatare di frequente l'imbuto separatore e lasciare stratificare le fasi, quindi:
 - ▶ **Trasferire la fase estratta 2 inferiore acquosa** (soluzione acquosa contenente il composto basico salificato) dentro ad un becher (sempre lo stesso, siglandolo con un pennarello per riconoscerlo).

Con tutte le fasi estratte 2 riunite PROSEGUIRE ALLA FASE 3

- ▶ **Lasciare la fase esausta 2 superiore organica** (soluzione eterea contenente tutto il composto neutro e via via quantità sempre minori di composto basico salificato disciolti nel solvente iniziale) nell'imbuto separatore.

Con la fase esausta 2 PROSEGUIRE ALLA FASE 4

FASE 3

- ▶ Aggiungere nel becher contenente la soluzione acquosa del composto organico basico salificato (mescolando con una bacchetta e raffreddando, se necessario, con un bagno di acqua e ghiaccio) una soluzione acquosa di NaOH 6 M fino a pH nettamente basico.
- ▶ Il composto organico basico si separerà dalla soluzione acquosa o sottoforma di solido insolubile in acqua o sottoforma di liquido immiscibile in acqua, a seconda delle sue caratteristiche, e dovrà essere recuperato quantitativamente con uno dei due procedimenti già indicati nel precedente paragrafo relativo al composto acido a seconda dello stato fisico del composto basico assegnato.

Consegnare all'insegnante il composto basico ottenuto, numerando il campione secondo quanto risulta dal Quaderno dei Dati.

SEPARAZIONE E RECUPERO DEL COMPOSTO NEUTRO**FASE 4**

- ▶ Trasferire la fase esausta organica contenente il composto neutro disciolto in etere etilico dall'imbuto separatore ad un pallone da distillazione secco internamente.
- ▶ Aggiungere un disidratante solido (magnesio solfato o sodio solfato anidri) e lasciare a contatto fino ad ottenere una soluzione limpida con il disidratante idratato solido sul fondo della pallone).
- ▶ Eliminare il disidratante per filtrazione utilizzando vetreria secca, **facendo cadere il filtrato in un pallone da distillazione secco e precedentemente pesato**.
- ▶ Evaporare il solvente all'Evaporatore rotante, recuperando il solvente distillato nelle apposite bottiglie di recupero.
- ▶ Il composto neutro rimarrà come residuo nel pallone da distillazione: seccarlo fino a massa costante all'aria o in stufa a 50°C se solido, oppure all'aria se liquido, determinare la massa e il PF o l'IDR del composto neutro estratto.

Consegnare all'insegnante il composto neutro ottenuto, numerando il campione secondo quanto risulta dal Quaderno dei Dati.

NOTA BENE

Al termine di tutta l'esperienza, dopo aver trascritto sul quaderno dei dati tutte le misure di massa, di PF o di IDR richieste, chiedere all'insegnante il nome delle tre sostanze incognite assegnate e le rispettive masse e ricercare sul Merck Index (oppure sulla Scheda di sicurezza o altro manuale di Laboratorio) i valori tabulati di PF o di IDR.

Relazione

• Titolo completo dell'Esperienza.**1. Reazioni chimiche (da scrivere utilizzando le formule dei composti assegnati)**

- Scrivere il processo di dissoluzione dei tre composti in esame nel solvente iniziale, indicando lo stato fisico di ogni specie chimica.
- Scrivere le reazioni chimiche in forma ionica bilanciate che avvengono nella fase di estrazione e recupero del composto acido, indicando lo stato fisico di ogni specie chimica; scrivere l'espressione letterale del Coefficiente di Ripartizione del processo di estrazione.
- Scrivere le reazioni chimiche in forma ionica bilanciate che avvengono nella fase di estrazione e recupero del composto basico, indicando lo stato fisico di ogni specie chimica; scrivere l'espressione letterale del Coefficiente di Ripartizione del processo di estrazione.
- Scrivere la reazione che avviene durante il processo di disidratazione della fase esausta contenente il composto neutro, indicando lo stato fisico di ogni specie chimica.

2. Tabelle Dati

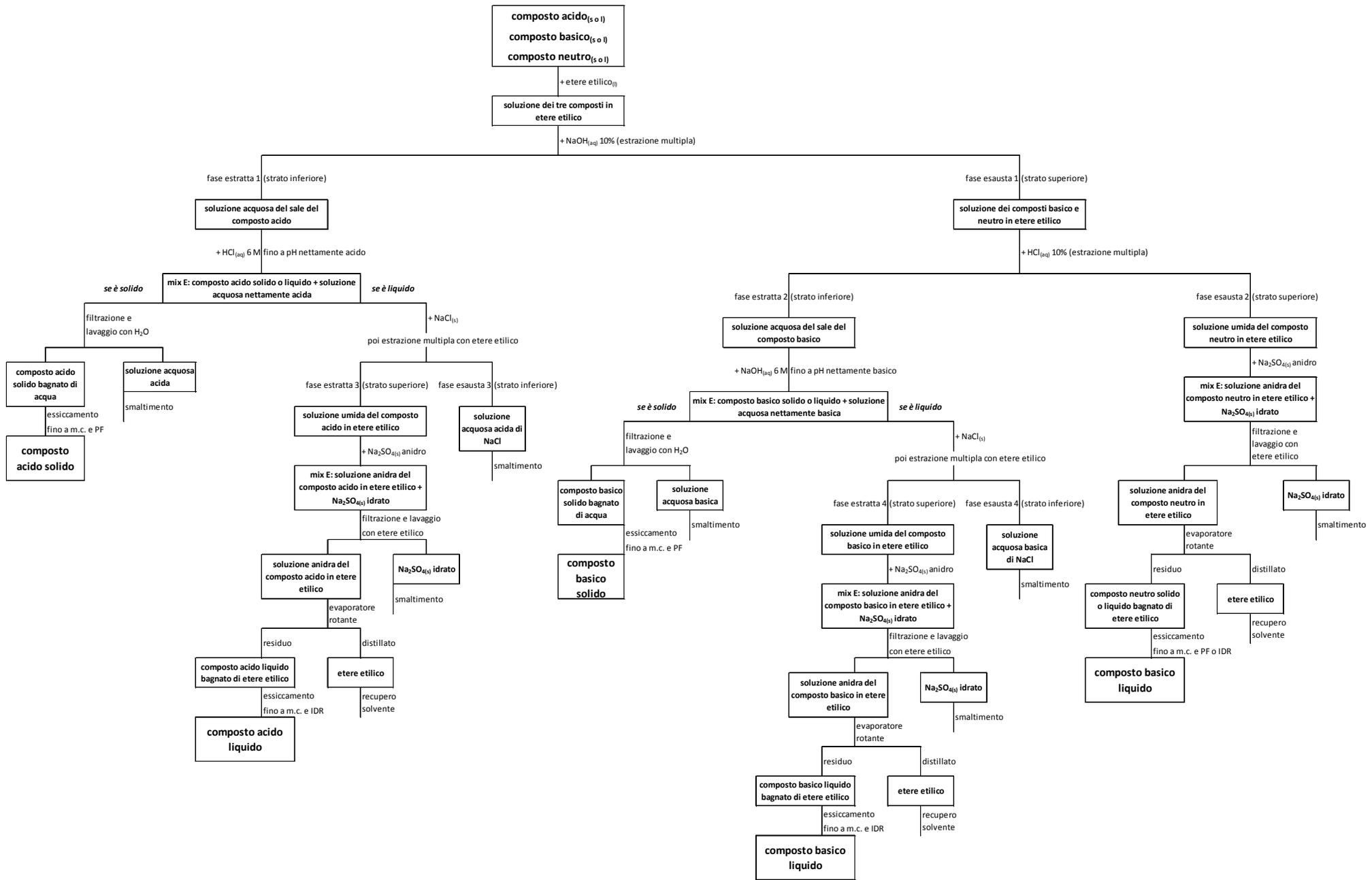
- Riportate le tre Tabelle Dati relative ai tre composti separati con tutti i dati richiesti.

3. Calcolo della Resa % m/m

- Calcolare la Resa % m/m del processo di estrazione eseguito per ciascuno dei tre composti assegnati.

4. Valutazione della purezza

- Valutare la purezza confrontando i valori medi di PF o di IDR misurati con i rispettivi valori tabulati per ciascuno dei tre composti assegnati.



ESTRAZIONE DI UN COMPOSTO ACIDO, UNO BASICO E UNO NEUTRO DA UNA FASE INIZIALE ORGANICA				
DOPO L'ESTRAZIONE DEL COMPOSTO ACIDO				
Misure di massa				
Recipiente vuoto				
Recipiente + composto (1 ^a pesata)				
Recipiente + composto (2 ^a pesata)				
Recipiente + composto (3 ^a pesata)				
Recipiente + composto (4 ^a pesata)				
Massa composto acido ottenuta				
Misure di punto di fusione			Misure di indice di rifrazione	
Misure effettuate	PF iniziale	PF finale	Misure effettuate	IDR
Prima			Prima	
Seconda			Seconda	
Terza			Terza	
Media	°C	°C	Media	
			Temperatura di misura	°C
Strumento utilizzato per le misure			Strumento utilizzato per le misure	
Nome		Nome		
Fluido di riscaldamento		N° di contrassegno		
Portata della scala di misura		Radiazione luminosa utilizzata		
Incertezza della scala di misura		Portata della scala di misura		
		Incertezza della scala di misura		
COMPOSTO ACIDO ASSEGNATO				
Nome				
Formula				
Massa assegnata				
PF o IDR tabulato				

ESTRAZIONE DI UN COMPOSTO ACIDO, UNO BASICO E UNO NEUTRO DA UNA FASE INIZIALE ORGANICA				
DOPO L'ESTRAZIONE DEL COMPOSTO BASICO				
Misure di massa				
Recipiente vuoto				
Recipiente + composto (1ª pesata)				
Recipiente + composto (2ª pesata)				
Recipiente + composto (3ª pesata)				
Recipiente + composto (4ª pesata)				
Massa composto basico ottenuta				
Misure di punto di fusione			Misure di indice di rifrazione	
Misure effettuate	PF iniziale	PF finale	Misure effettuate	IDR
Prima			Prima	
Seconda			Seconda	
Terza			Terza	
Media	°C	°C	Media	
			Temperatura di misura	°C
Strumento utilizzato per le misure			Strumento utilizzato per le misure	
Nome			Nome	
Fluido di riscaldamento			N° di contrassegno	
Portata della scala di misura			Radiazione luminosa utilizzata	
Incertezza della scala di misura			Portata della scala di misura	
			Incertezza della scala di misura	
COMPOSTO BASICO ASSEGNATO				
Nome				
Formula				
Massa assegnata				
PF o IDR tabulato				

ESTRAZIONE DI UN COMPOSTO ACIDO, UNO BASICO E UNO NEUTRO DA UNA FASE INIZIALE ORGANICA				
DOPO L'ESTRAZIONE DEL COMPOSTO NEUTRO				
Misure di massa				
Recipiente vuoto				
Recipiente + composto (1 ^a pesata)				
Recipiente + composto (2 ^a pesata)				
Recipiente + composto (3 ^a pesata)				
Recipiente + composto (4 ^a pesata)				
Massa composto neutro ottenuta				
Misure di punto di fusione			Misure di indice di rifrazione	
Misure effettuate	PF iniziale	PF finale	Misure effettuate	IDR
Prima			Prima	
Seconda			Seconda	
Terza			Terza	
Media	°C	°C	Media	
			Temperatura di misura	°C
Strumento utilizzato per le misure			Strumento utilizzato per le misure	
Nome		Nome		
Fluido di riscaldamento		N° di contrassegno		
Portata della scala di misura		Radiazione luminosa utilizzata		
Incertezza della scala di misura		Portata della scala di misura		
		Incertezza della scala di misura		
COMPOSTO NEUTRO ASSEGNATO				
Nome				
Formula				
Massa assegnata				
PF o IDR tabulato				