

L'APPARECCHIATURA SOXHLET

L'apparecchiatura Soxhlet è costituita dalle parti rappresentate in figura:

- ◆ pallone da distillazione contenente il solvente estrattore **(a)**,
- ◆ corpo centrale o estrattore Soxhlet **(b)**, chiuso in basso, nel quale è inserito un contenitore di cellulosa **(c)** contenente il campione in esame (che può essere solido o semisolido ma non liquido),
- ◆ refrigerante o condensatore a bolle **(d)** con circolo d'acqua continuo (*l'acqua circola all'esterno delle bolle, mentre all'interno delle bolle sale il vapore*),
- ◆ Piastra o mantello elettrico **(e)**, perché i solventi utilizzati sono in genere infiammabili.

Le istruzioni per il montaggio, l'avvio e l'interruzione dell'apparecchiatura verranno fornite direttamente in laboratorio.

L'apparecchiatura, una volta montata, esegue cicli di estrazione in modo continuo, sempre utilizzando la medesima quantità di solvente puro introdotta all'inizio nel pallone.

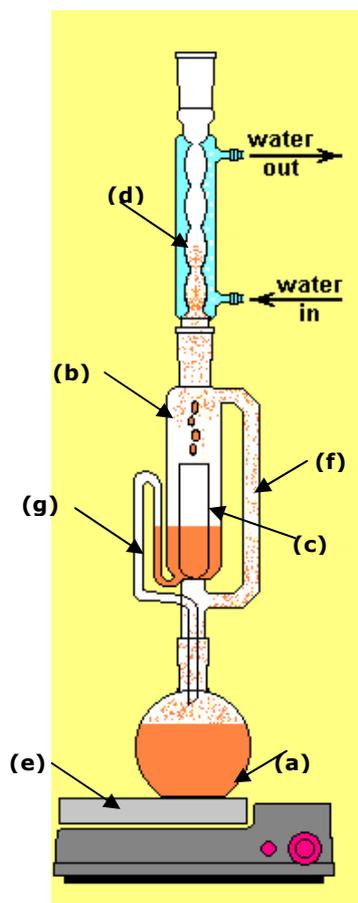
Il solvente è riscaldato nella pallone ed il vapore puro sale attraverso il tubo di bypass **(f)**, unico percorso possibile, e raggiunge la parte superiore dell'estrattore Soxhlet.

Il vapore continua ad salire fino a che non viene a contatto del condensatore, allora il liquido gocciola giù nel contenitore (detto *ditale*) che contiene il campione dal quale si vuole estrarre una sostanza. Questo ditale è poroso, in modo da lasciar passare all'interno il solvente e agisce anche da filtro evitando che il materiale blocchi il tubo del sifone: nel ditale entra il solvente ed esce la fase estratta, cioè una soluzione del composto estratto disciolto nel solvente estrattore.

Quando il livello del liquido nell'estrattore Soxhlet raggiunge lo stesso livello della parte superiore del sifone **(g)**, la fase estratta ricade nel pallone.

Da questo evapora di nuovo solo il solvente (in quanto molto più volatile del soluto in esso disciolto) ed il ciclo ricomincia.

Il risultato finale è che il campione nel ditale è sottoposto ad un ripetuto ciclo di estrazioni multiple sempre con solvente puro, e questo rende il processo molto più efficiente di rispetto ad un'estrazione singola, nella quale la concentrazione del soluto estratto dal solvente aumenta costantemente, giacché forma uno strato che ne impedisce progressivamente la liberazione della matrice.



L'EVAPORATORE ROTANTE

L'evaporatore rotante è un'apparecchiatura di distillazione semplice a pressione atmosferica ridotta (*già assemblata, per la maggior parte, in laboratorio come mostra la figura nella pagina successiva*), utilizzata per evaporare solventi basso bollenti in recipiente chiuso, in modo che essi possano essere riutilizzati e senza che i loro vapori si disperdano nell'ambiente.

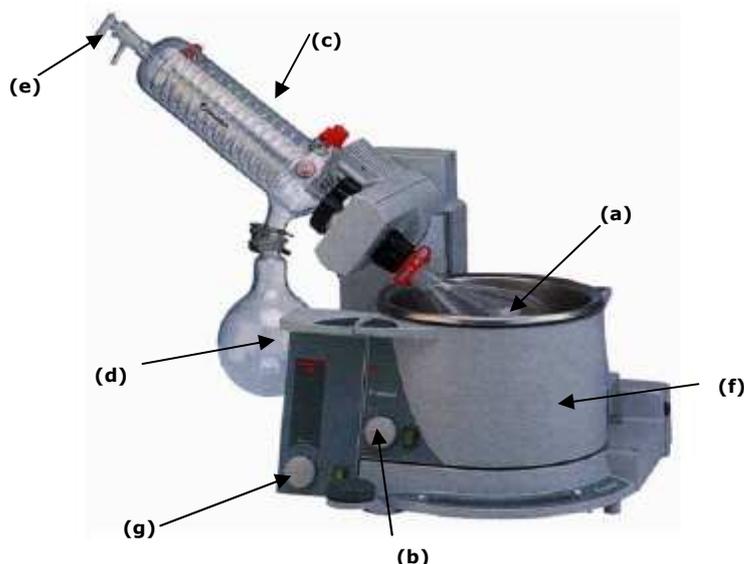
Dato che di norma si utilizza acqua come fluido di riscaldamento del bagno termostatico, possono essere evaporati solo solventi con TEB minore di 100°C.

Per evaporare solventi con TEB maggiore di 100°C si deve utilizzare un fluido di riscaldamento adatto.

All'apparecchiatura è possibile applicare una leggera depressione tramite una pompa da vuoto (in Laboratorio abbiamo una pompa da vuoto ad acqua), perciò l'evaporazione risulta molto veloce perché la TEB del solvente, già di per sé molto bassa, viene ulteriormente diminuita dalla pressione interna minore della pressione atmosferica.

L'evaporatore rotante (*o Rotavapor*) è costituita dalle parti rappresentate nella seguente figura:

- ◆ pallone da distillazione contenente la soluzione da cui si vuole evaporare il solvente **(a)**, la cui rotazione è regolata dal cursore **(g)**;
- ◆ refrigerante o condensatore a serpentina **(c)** con circolo d'acqua avviato (tubo in basso collegato al rubinetto dell'acqua, tubo in alto collocato nello scarico del lavello); l'acqua circola all'interno della serpentina, mentre i vapori salgono nella camicia esterna aperta in basso e collegata al pallone di raccolta del distillato **(d)**;
- ◆ pallone per la raccolta del distillato **(d)**;
- ◆ valvola **(e)**, collegata ad una pompa da vuoto ad acqua (*non mostrata in figura*) per creare una depressione all'interno dell'apparecchiatura quando è chiusa,
- ◆ bagno termostatico (*di solito ad acqua*) **(f)** riscaldato elettricamente, la cui temperatura viene regolata dal cursore **(b)**.



Controlli e montaggio iniziali

1. Controllare che la valvola di vetro **(e)** collegata alla pompa da vuoto ad acqua sia aperta.
2. Controllare che il pallone **(d)** per la raccolta del distillato sia vuoto o contenga lo stesso solvente che poi dovrà essere evaporato; in caso contrario svuotarlo e agganciarlo di nuovo fissandolo con l'apposita pinza.
3. Sollevare con l'apposita leva tutta l'apparecchiatura.
4. Ingrassare leggermente con grasso per smerigli il cono di vetro terminale del condensatore a serpentina, quindi agganciare ad esso il pallone da distillazione **(a)** contenente la soluzione dalla quale si vuole evaporare il solvente, ruotare leggermente, quindi fissarlo con l'apposita pinza.
5. Abbassare l'apparecchiatura in modo che il pallone da distillazione **(a)** sia ben immerso nell'acqua del bagnomaria **(f)**; se necessario, aggiungere altra acqua, possibilmente distillata, per evitare un eccessivo deposito di calcare nella caldaia.

Avvio dell'apparecchiatura

6. Aprire il rubinetto dell'acqua a cui è collegato il condensatore a serpentina **(c)** e regolare la portata in modo che l'acqua esca di continuo e ad una velocità media.
7. Accendere l'apparecchiatura premendo l'interruttore a fianco del cursore **(g)**, quindi regolare la rotazione del pallone da distillazione con il cursore **(g)** stesso.

8. Avviare il riscaldamento del bagnomaria premendo l'interruttore a fianco del cursore **(b)**, quindi regolare il termostato ad una temperatura di poco superiore alla temperatura di ebollizione del solvente che deve essere evaporato.
9. Aprire al massimo il rubinetto dell'acqua a cui è collegata la pompa da vuoto.
10. Chiudere la valvola di vetro **(e)** collegata alla pompa: in questo modo all'interno dell'apparecchiatura la pressione è minore di quella atmosferica.

Spegnimento dell'apparecchiatura

11. Quando non scende più alcun liquido dentro al pallone di raccolta del distillato **(d)** significa che l'evaporazione del solvente è terminata, quindi occorre smontare il tutto.
12. Aprire la valvola **(e)** collegata alla pompa da vuoto.
13. Chiudere il rubinetto dell'acqua a cui è collegata la pompa da vuoto.
14. Interrompere la rotazione del pallone spegnendo l'interruttore a fianco del cursore **(g)**.
15. Sollevare l'apparecchiatura e, con estrema attenzione, **ruotando e non tirando**, staccare il pallone con il residuo della distillazione dal condensatore a serpentina.
16. Chiudere il rubinetto dell'acqua del condensatore a serpentina.
17. Interrompere il riscaldamento del bagnomaria.
18. Svuotare il solvente distillato nell'apposito recipiente di recupero.

Principio di funzionamento

Una volta agganciato il pallone con la soluzione che si vuole evaporare ed avviato tutti i comandi, il suo funzionamento è il seguente:

La soluzione da distillare posta nel pallone **(a)** arriva all'ebollizione grazie al calore fornito dal bagno termostatico **(f)**; la rimozione del vapore è facilitata grazie alla rotazione del pallone stesso.

I vapori del solvente salgono nella camicia esterna del refrigerante **(c)** e, venendo in contatto con l'acqua fredda che circola nella serpentina, condensano e ricadono per gravità, nel pallone di raccolta **(d)**.

Al termine dell'evaporazione, cioè quando non si vede più liquido scendere nel pallone **(d)**, il soluto contenuto nella soluzione iniziale, essendo molto meno volatile del solvente, non evapora e rimane all'interno del pallone **(a)**.

ESTRAZIONE DEI LIPIDI DA UN ALIMENTO

L'obiettivo dell'esperienza è quello di determinare il contenuto di sostanza grassa (lipidi) in un alimento di uso comune mediante estrazione con solventi di tipo continuo con estrattore Soxhlet.

Si fa uso di un solvente estrattore in cui i lipidi sono molto solubili, l'Etere Etilico.

Le caratteristiche dell'apparecchiatura utilizzata fanno sì che, una volta avviata, l'estrazione proceda per tutti i cicli desiderati (si tratta perciò di un'estrazione multipla) senza alcun intervento esterno, utilizzando sempre la medesima quantità di solvente; inoltre non è necessario separare per filtrazione la parte di prodotto iniziale non solubile in Etere, cioè la fase esausta (come è invece stato fatto nel caso della noce moscata), in quanto la parte solida rimane isolata dalla soluzione eterea dei lipidi, cioè dalla fase estratta, per tutto il corso dell'estrazione.

Dopo aver eseguito più cicli di estrazione possibili (i metodi ufficiali di analisi prevedono che l'apparecchiatura funzioni ininterrottamente per 6 ore), si elimina per evaporazione l'Etere Etilico, ottenendo come residuo la miscela di lipidi originariamente contenuti nell'alimento esaminato. Per determinare la composizione qualitativa e quantitativa di questa miscela di lipidi occorrerà ricorrere a tecniche analitiche strumentali che verranno affrontate nel corso del Laboratorio di Analisi Chimica del 5° anno.

CARATTERISTICHE DELL'ESTRAZIONE

Fase iniziale	<i>alimento solido o semisolido</i>
Componenti da estrarre	<i>miscela di lipidi di varia natura</i>
Solvente estrattore	<i>etere etilico</i>
Metodo di estrazione	<i>continuo in estrattore di Soxhlet mediante estrazione multipla</i>

PREPARAZIONE DEL CAMPIONE IN ESAME E CONTROLLI ANALITICI INIZIALI

CAMPIONE SOLIDO

- ▶ Triturare il più possibile con le mani o con tritatore elettrico l'alimento in esame.
- ▶ Determinare la massa di un ditale di cellulosa per estrazione, quindi versare dentro ad esso una quantità di alimento sminuzzato fino a riempirlo, senza comprimere, per circa 3/4, annotando le masse misurate in Tabella Dati.
- ▶ Svuotare ora il ditale dentro ad un becher pulito e secco internamente, aggiungere 3-4 g di Solfato di sodio anidro (*non occorre annotare questa massa*), quindi mescolare con una bacchetta o con la spatola in modo che il disidratante si mescoli bene con il campione in esame.
- ▶ Trasferire ora quantitativamente questa miscela solida all'interno del ditale di cellulosa e coprire lo strato di solido con un batuffolo di cotone.

Il solfato di sodio anidro agisce da disidratante del campione in esame; in questo modo durante la successiva estrazione con estrattore di Soxhlet si otterrà una fase estratta anidra. Per i campioni semisolidi serve anche per "compattare" l'alimento; in questo modo durante la successiva estrazione con estrattore di Soxhlet la fase esausta solida viene trattenuta all'interno del ditale di cellulosa.

CAMPIONE SEMISOLIDO

- ▶ Determinare la massa di un mortaio o di una capsula di porcellana pulita e secca internamente, quindi versare dentro ad esso una quantità di alimento semisolido compresa fra 20-30-g, annotando le masse misurate in Tabella Dati.
- ▶ Aggiungere all'alimento pesato del Solfato di sodio anidro e mescolare con un pestello fino ad ottenere una consistenza solida del campione.
- ▶ Trasferire quantitativamente tutto il contenuto del mortaio dentro ad un ditale di cellulosa per estrazione, pulendo alla fine mortaio e pestello con piccoli pezzetti di cotone (che vanno anch'essi introdotti nel mortaio); coprire infine il solido all'interno del ditale con un batuffolo di cotone.

ESTRAZIONE MULTIPLA CON ETERE ETILICO CON APPARECCHIATURA DI SOXHLET

NORMA DI SICUREZZA

DURANTE IL MONTAGGIO E IL FUNZIONAMENTO DELL'APPARECCHIATURA DI SOXHLET OCCORRE FAR ATTENZIONE A CHE NON CI SIANO FIAMME ACCESE NELLE VICINANZE IN QUANTO L'ETERE ETILICO È UN SOLVENTE ESTREMAMENTE INFIAMMABILE

- ▶ Determinare la massa di un pallone da distillazione da 500 o 1000 mL pulito e secco, quindi versate in esso 200-250 mL di etere etilico.
- ▶ Montare l'apparecchiatura di estrazione nel seguente ordine:
 - ▶ alcuni spessori di legno;
 - ▶ piastra elettrica riscaldante;
 - ▶ collocare sulla piastra una bacinella di rame riempita circa a metà con acqua;
 - ▶ immergere nell'acqua della bacinella, senza che ne tocchi il fondo, il pallone da distillazione con etere etilico, quindi agganciarlo all'asta di sostegno con pinza e morsetto;
 - ▶ inserire verticalmente sul pallone, dopo aver leggermente ingrassato il giunto smerigliato, il corpo centrale dell'estrattore di Soxhlet (*non lavarło con acqua, ma avvinarlo con un po' di etere etilico*) sopra al pallone da distillazione;
 - ▶ introdurre nel corpo centrale dell'estrattore il ditale di cellulosa con il campione precedentemente preparato e riempirlo circa a metà con etere etilico;
 - ▶ montare verticalmente sul corpo centrale, dopo aver leggermente ingrassato il giunto smerigliato, il refrigerante a bolle (*non lavarło con acqua, ma avvinarlo con un po' di etere etilico*), quindi agganciarlo all'asta di sostegno con pinza e morsetto;
 - ▶ inserire due tubi di gomma all'entrata e all'uscita del refrigerante, quindi collegare la gomma più bassa al rubinetto dell'acqua e introdurre quella più alta nello scarico dell'acqua; aprire lentamente il rubinetto e regolare la portata in modo tale che esca in modo continuo un flusso medio di acqua.
- ▶ Avviare il riscaldamento e portare la temperatura dell'acqua del bagnomaria sui 60°-70°C.
- ▶ Eseguire almeno 3-4 cicli di estrazione.
- ▶ Al termine dell'ultimo ciclo togliere gli spessori di legno in modo da allontanare dal pallone senza sforzo la piastra riscaldante e il bagnomaria, quindi aspettare che non scenda più etere etilico dal refrigerante e solo ora smontare tutta l'apparecchiatura.
- ▶ Versare la fase estratta che è rimasta nel corpo centrale nel pallone da distillazione, spremendo anche il ditale con le mani protette da guanti.

FASE ESTRATTA

È una soluzione di lipidi sciolti nel solvente estrattore organico (in questo caso etere etilico). Quando questa soluzione raggiunge la sommità del sifone laterale posto sul corpo centrale dell'estrattore di Soxhlet, per il principio dei vasi comunicanti, ricade all'interno del pallone da distillazione sottostante. Il calore fornito a soluzione all'interno del pallone provoca l'evaporazione solo del solvente etere etilico, che risale così sotto forma di vapore lungo il tubo laterale posto sul corpo centrale dell'estrattore di Soxhlet fino a raggiungere il refrigerante a bolle posto sopra ad esso. All'interno delle bolle del refrigerante i vapori vengono in contatto con l'acqua che circola nella camicia esterna, perciò ricondensano; le gocce di etere etilico liquido scendono dal refrigerante e ricadono dentro al corpo centrale dell'estrattore dove si trova il ditale con il campione in esame avviando così un altro ciclo di estrazione.

FASE ESAUSTA

È una fase solida contenente tutti i costituenti del campione in esame insolubili in etere etilico e una quantità di lipidi che via via diminuisce ad ogni ciclo di estrazione eseguita sempre utilizzando la stessa quantità di solvente estrattore inizialmente introdotto nell'apparecchiatura. La fase esausta rimane sempre all'interno del ditale di cellulosa che agisce perciò non solo come contenitore, ma anche come filtro: essendo la cellulosa porosa, l'etere etilico entra nel ditale, esegue l'estrazione dei lipidi e lascia uscire la fase estratta, trattenendo al suo interno la fase esausta solida.

EVAPORAZIONE DEL SOLVENTE ESTRATTORE

Il funzionamento e le modalità d'uso dell'EVAPORATORE ROTANTE verranno mostrate in laboratorio

- ▶ Inserire il pallone da distillazione contenente la fase estratta nell'apparecchiatura di laboratorio per l'evaporazione dei solventi basso bollenti (Evaporatore rotante).
- ▶ Avviare il sistema (in presenza dell'insegnante) ed interromperlo quando nel pallone da distillazione rimane un liquido giallo molto denso che non evapora: il liquido o il solido che rimane sono i lipidi estratti dall'alimento in esame ancora bagnati di solvente estrattore.
- ▶ Travasare il solvente distillato nella apposita bottiglia di recupero.

CONTROLLI ANALITICI FINALI

- ▶ Essiccare i lipidi estratti lasciando il pallone da distillazione aperto senza tappo dentro all'armadietto fino alla successiva lezione di Laboratorio. Una volta essiccati, controllare, effettuando almeno due pesate del pallone con i lipidi, di aver effettivamente raggiunto una massa costante.
- ▶ Determinare l'Indice di Rifrazione dei lipidi ottenuti utilizzando un Rifrattometro con circolo interno di acqua ad almeno 40-50°C.

ESTRAZIONE DEI LIPIDI DA UN ALIMENTO			
PRIMA DELL'ESTRAZIONE			
Campione solido		Campione semisolido	
Nome		Nome	
Contenuto di lipidi dichiarato		Contenuto di lipidi dichiarato	
Massa ditale di cellulosa	g	Massa mortaio o capsula	g
Massa ditale + campione	g	Massa mortaio o capsula + campione	g
Massa campione sottoposta ad estrazione	g	Massa campione sottoposta ad estrazione	g
DOPO L'ESTRAZIONE			
Misure di massa		Misure di indice di rifrazione	
Pallone da distillazione vuoto	g	Misure effettuate	IDR
Pallone + lipidi (1 ^a pesata)	g	Prima	
Pallone + lipidi (2 ^a pesata)	g	Seconda	
Pallone + lipidi (3 ^a pesata)	g	Terza	
Pallone + lipidi (4 ^a pesata)	g	Media	
Massa lipidi estratta	g	Temperatura di misura	°C
STRUMENTO UTILIZZATO PER LE MISURE DI INDICE DI RIFRAZIONE			
Nome			
N° di contrassegno			
Radiazione luminosa utilizzata			
Portata della scala di misura			
Incertezza della scala di misura			

Relazione

- **Titolo completo dell'Esperienza.**

1. Tabella Dati

- Riportare la Tabella Dati con tutti i dati sperimentali richiesti.

2. Valutazione dell'efficacia del processo di estrazione

- Confrontare l'IDR misurato con gli IDR degli olii e dei grassi solidi ed indicare qual è il tipo di grasso maggiormente presente nel campione esaminato.

3. Calcolo della Resa % m/m del processo di estrazione

- Calcolare la % m/m di lipidi nell'alimento in esame.

