

Laboratorio di Preparazioni Estrattive

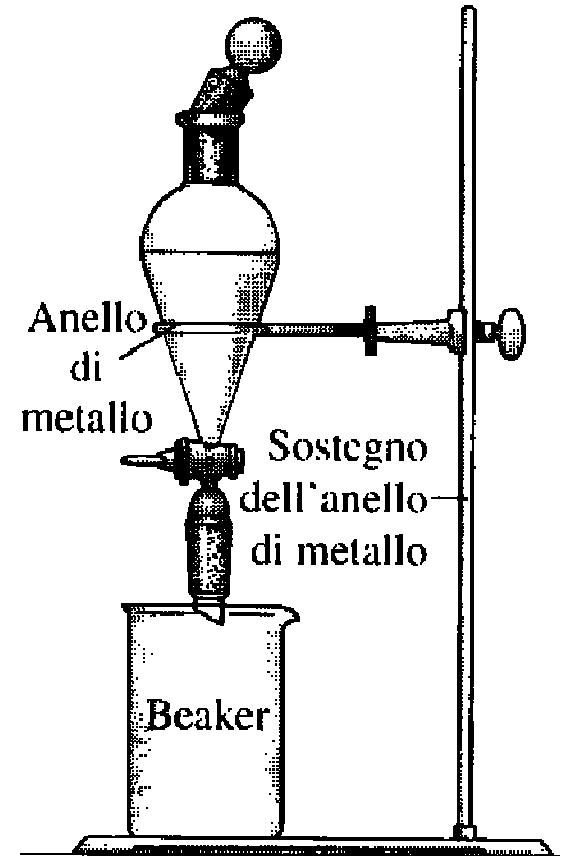
Estrazione con Solventi



SAPIENZA
UNIVERSITÀ DI ROMA

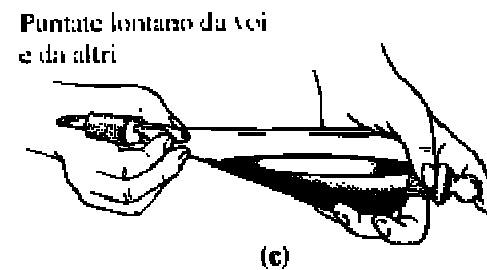
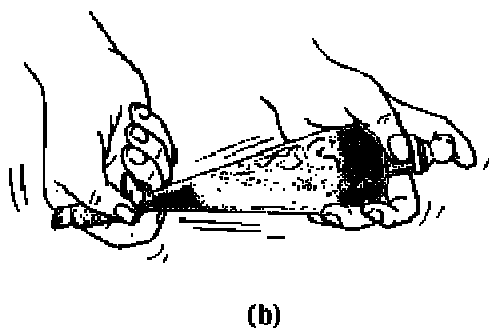
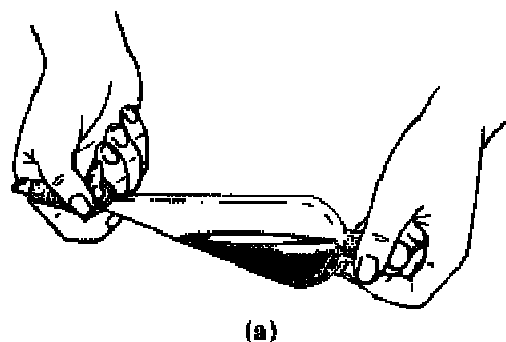
Procedura

Per eseguire un'estrazione, bisogna prima di tutto scegliere un imbuto separatore che abbia una capacità circa doppia del volume totale di liquido che dovremo usare. L'imbuto va poggiato su un anello fissato con morsetto a un sostegno. L'operazione va eseguita lontano da fiamme, superfici riscaldate o mantelli riscaldanti funzionanti.



Procedura

Dopo aver controllato che il rubinetto dell'imbuto sia chiuso, introdurre la soluzione da estrarre e il solvente per l'estrazione (in rapporto di circa 3:1); tappare l'imbuto e, tenendo ben fermo il tappo con una mano, capovolgere l'imbuto e sfiatarlo immediatamente aprendo con cautela il rubinetto (se si lavora con solventi volatili come l'etere etilico, nell'imbuto può formarsi immediatamente una sovrappressione che potrebbe far saltare il tappo!).



ATTENZIONE: non indirizzate mai tappo e/o rubinetto verso altre persone!

Procedura

Una volta sfiatato l'imbuto, chiudere il rubinetto e sbattere con moderazione per qualche secondo, dopodiché sfiatare nuovamente dal rubinetto. Vi accorgerete che, di volta in volta, la sovrappressione all'interno dell'imbuto diminuirà e, raggiunto l'equilibrio di ripartizione, ulteriori sbattimenti non provocheranno ulteriori aumenti di pressione. Ripetere questa serie di operazioni per 4-5 volte o, comunque, fino a non avere più sfiati sensibili all'apertura del rubinetto. A questo punto, chiudere il rubinetto, capovolgere di nuovo l'imbuto e riporlo nell'anello di sostegno **TOGLIENDO IL TAPPO**: lasciare l'imbuto chiuso ostacola la separazione delle fasi e non consente il prelievo del liquido dal rubinetto (a causa della depressione che si verrebbe a formare). Quando le fasi si sono ben separate, aprire il rubinetto e scaricare il liquido inferiore in una beuta pulita (e asciutta se stiamo scaricando una fase organica).

Procedura

ATTENZIONE: non aprire completamente il rubinetto! Il prelievo del liquido deve avvenire a velocità tale da non creare gorgi che potrebbero trascinare in basso la fase superiore! Man mano che l'interfaccia tra i due liquidi si avvicina al rubinetto, lo sgocciolamento deve essere progressivamente rallentato, in modo da poter chiudere con precisione il rubinetto non appena scende l'ultima goccia della fase inferiore (ricordate sempre di capire bene quale fase sta sotto e quale sopra!!!).

Se la fase rimasta nell'imbuto è quella acquosa (nel caso di estrazioni con cloruro di metilene), allora si può aggiungere nell'imbuto un'altra quantità di solvente 'fresco' e ripetere tutta l'operazione di estrazione come appena descritto. Se invece nell'imbuto è rimasta la fase organica (nel caso di estrazioni con etere etilico), la si scarica in una beuta pulita e asciutta attraverso il collo superiore, in modo da evitare eventuali contaminazioni da parte di piccole quantità di fase acquosa rimaste nel collo del rubinetto inferiore; la fase acquosa recuperata dal basso viene poi rimessa nell'imbuto, si aggiunge un po' di solvente fresco e si ripete tutta l'operazione.

Procedura

L'intera procedura va ripetuta 2-3 volte o comunque fino a che non si è certi di aver estratto completamente il/i prodotto/i dalla fase acquosa.

CONSIGLIO: poiché, nonostante gli avvertimenti, ogni tanto capita che si butti la fase sbagliata (!!!), è sempre bene conservare sempre entrambe le fasi di un'estrazione fino a che non si è sicuri di avere in mano ciò che si desidera!

Purtroppo, capita spesso che, dopo lo sbattimento delle due fasi, queste non si separino completamente a causa della formazione di un'emulsione o di una sospensione colloidale all'interfaccia. Se il fenomeno è di scarsa rilevanza, si può scaricare la fase sottostante lasciando nell'imbuto la parte emulsionata, nella speranza che questa scompaia alla seconda estrazione (cosa che spesso si verifica). Se invece l'emulsione è totale, o comunque notevole, bisogna cercare di distruggerla prima di continuare.

Procedura (Emulsioni)

Le tecniche da adottare (comunque non sempre garantite!) sono:

Lasciare riposare la miscela per un po' di tempo.

Ruotare dolcemente l'imbuto o smuovere con una bacchetta di vetro l'interfaccia (se evidente).

Aggiungere gocce di etanolo nella zona dell'interfaccia (depositandovele con una pipetta).

'Salare' la miscela, aggiungere cioè una soluzione satura di cloruro di sodio (in inglese "*brine*"): questa aumenta la densità della fase acquosa e contemporaneamente diminuisce la solubilità in essa di tutte le sostanze non polari, facilitando così lo smiscelamento.

Filtrare lentamente la miscela attraverso uno strato di lana di vetro o Celite (farina fossile).

Procedura: Anidrificazione

Terminata l'estrazione, la fase organica (risultante dalla riunione di tutte le fasi organiche separate) deve essere anidrificata, per eliminare le piccole quantità di acqua che vengono sempre trattenute da qualsiasi solvente. L'acqua residua va *sempre* eliminata, poiché può interferire nelle reazioni successive a cui dobbiamo sottoporre la nostra sostanza e crea senz'altro inconvenienti durante le determinazioni spettrali che servono all'identificazione di tale sostanza.

L'anidrificazione viene effettuata aggiungendo alla soluzione organica una piccola quantità di polvere di agente anidrificante, una sostanza che può 'catturare' chimicamente le molecole d'acqua (es. un sale anidro che si trasforma in sale idrato, reazione che viene sfruttata nella stragrande maggioranza dei casi) oppure che le 'intrappola' (caso delle zeoliti e dei setacci molecolari).

Procedura: Anidrificazione

Dopo l'aggiunta, il sale va tenuto a contatto con la miscela per qualche minuto, agitando di tanto in tanto. Se la quantità di anidrificante è sufficiente, agitando la miscela si deve poter vedere la polvere muoversi agevolmente all'interno del liquido, che deve risultare perfettamente trasparente, conservando il suo aspetto polverulento. Non si devono formare grumi e il sale non si deve appiccicare al fondo o alle pareti della beuta; se si verifica uno di questi casi, l'anidrificante è in difetto e bisogna aggiungerne dell'altro. E' sempre bene quindi non eccedere mai fin dall'inizio, ma aggiungere una *piccola* quantità di sale, osservare cosa succede agitando la miscela e poi eventualmente fare un'altra aggiunta. Un eventuale eccesso di sale può far diminuire le rese, poiché può adsorbire parzialmente la sostanza contenuta nella soluzione.

Procedura: Anidrificazione

La scelta dell'agente anidrificante va fatta sulla base delle seguenti considerazioni:

Non deve reagire con il composto organico né agire da catalizzatore di eventuali reazioni chimiche.

Deve agire rapidamente e con efficacia (cioè catturando più molecole d'acqua possibile a parità di quantità usata).

Non deve essere solubile nel solvente organico utilizzato.

Deve essere il più economico possibile.

Procedura: Anidrificazione

agente	acidità	prodotti	capacità	efficienza	velocità	limitazioni	uso
setacci molec.	neutro	-	alta	molto alta	alta	-	generale
MgSO ₄	neutro	MgSO ₄ ·H ₂ O MgSO ₄ ·7H ₂ O	alta	medio-alta	alta	-	generale
Na ₂ SO ₄	neutro	Na ₂ SO ₄ ·7H ₂ O Na ₂ SO ₄ ·10H ₂ O	alta	bassa	bassa	bassa T (T ≤ t.a.)	generale
CaCl ₂	neutro	CaCl ₂ ·H ₂ O CaCl ₂ ·2H ₂ O CaCl ₂ ·6H ₂ O	media	media	media	bassa T (T ≤ t.a.)	idrocarburi alogenuri eteri
CaSO ₄	neutro	CaSO ₄ ·½H ₂ O CaSO ₄ ·2H ₂ O	bassa	alta	alta	-	generale
K ₂ CO ₃	basico	K ₂ CO ₃ ·1½H ₂ O K ₂ CO ₃ ·2H ₂ O	media	media	media	comp. sens. a basi	alcoli, esteri, chetoni, ammine, nitrili

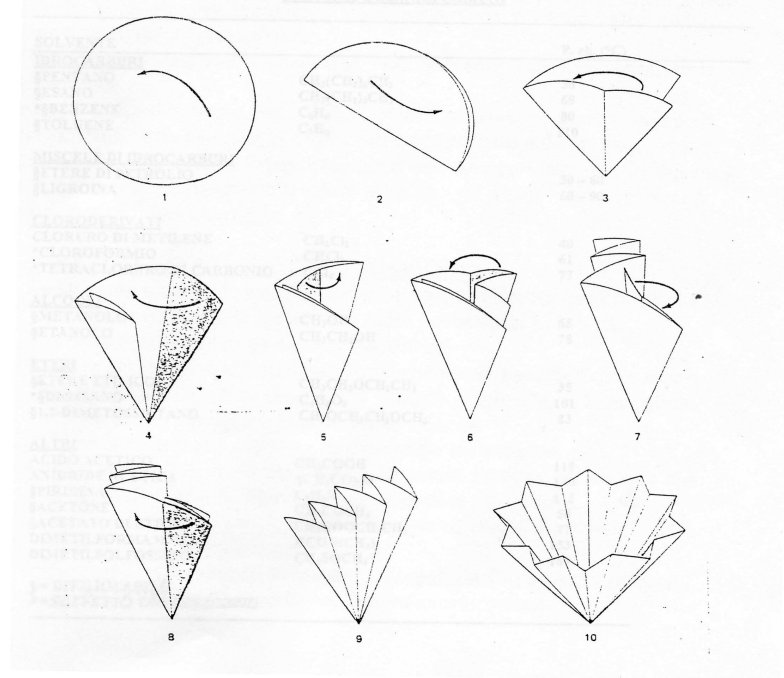
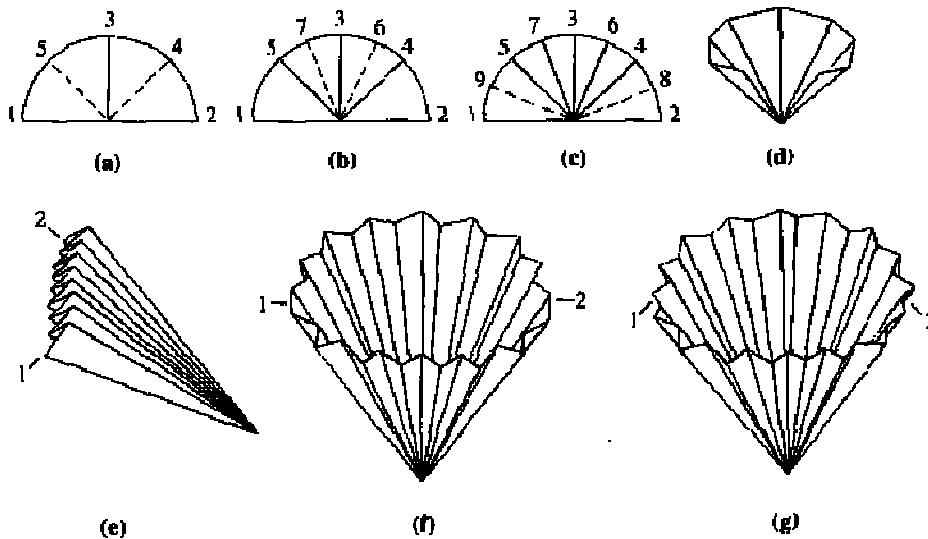
Procedura: Anidrificazione

I setacci molecolari (alluminosilicati) sono sicuramente i migliori, sia per efficienza che per mancanza di limitazioni; sono però piuttosto costosi. Ottimo ma costoso è pure il solfato di magnesio. Uno dei più usati, poiché d'impiego generale e pochissimo costoso, è il solfato di sodio, che ha però il grosso inconveniente di non poter essere usato al di sopra della temperatura ambiente, poiché a temperature superiori inizia a perdere l'acqua di cristallizzazione. La sua azione è inoltre lenta e piuttosto incompleta, per cui deve essere usato in quantità superiori rispetto agli altri sali.

Dopo trattamento con l'agente anidrificante, la soluzione deve essere decantata o filtrata con un filtro a pieghe, fatto con carta da filtro, poggiato all'interno di un normale imbuto di vetro.

Procedura: Filtrazione

La preparazione di un filtro a pieghe verrà spiegata in dettaglio a lezione. Ricordate comunque fin d'ora di prepararlo a partire da un quadrato di carta da filtro di almeno una quindicina di cm di lato, ritagliando poi il filtro finale fino alla dimensione richiesta.



Procedura: Filtrazione

