

## Cristallizzazione con 2 solventi

### • Obiettivo:

Purificare un composto mediante cristallizzazione sfruttando la diversa solubilità nei diversi solventi.

### • Prerequisiti:

Solubilità;

Polarità delle molecole;

Tecniche di cristallizzazione.

### • Materiali e attrezzature:

<u>Strumenti di misura:</u>	<ul style="list-style-type: none"> <li>■ Bilancia tecnica (s = 1mg)</li> <li>■ Cilindro graduato da 50 ml (s = 1ml)</li> </ul>
<u>Vetreria:</u>	<ul style="list-style-type: none"> <li>■ 2 Beute da 100 ml</li> <li>■ Imbuto</li> <li>■ Imbuto Büchner</li> </ul>
<u>Materiale di consumo:</u>	<ul style="list-style-type: none"> <li>■ Acido Benzoico</li> <li>■ Toluene</li> <li>■ Cicloesano</li> </ul>
<u>Varie:</u>	<ul style="list-style-type: none"> <li>■ Filtri di carta</li> <li>■ Bagno di ghiaccio</li> <li>■ Piastra elettrica riscaldante</li> </ul>

### • Procedimento:

Si pesano circa 3 g di acido benzoico e si pone in una beuta. Si aggiunge il toluene in quantità pari a 10 ml per ogni grammo di soluto: in questo caso 30 ml circa. Questo solvente serve a far sciogliere l'acido benzoico per separarlo dalle impurità poco solubili in un solvente organico apolare. Si porta la soluzione all'ebollizione su una piastra elettrica e sotto cappa (per motivi di sicurezza), la soluzione viene filtrata con carta da filtro in un'altra beuta pulita e asciutta per eliminare le impurezze insolubili. A questo punto si aggiunge (a freddo) il cicloesano goccia a goccia per favorire la cristallizzazione dell'acido benzoico. Quando si nota un intorbidamento della soluzione significa che è stato gocciolato sufficiente cicloesano, quindi si pone la beuta in un bagno di ghiaccio per facilitare la formazione dei cristalli. Al termine dell'operazione di cristallizzazione, si filtrano i cristalli con un imbuto di Büchner e si lascia sotto cappa per eliminare completamente il solvente. Si procede quindi all'operazione di pesatura dei cristalli per determinare la resa percentuale.

### • Elaborazione dati:

Peso iniziale della sostanza: 3,136 g

Peso finale della sostanza: 2,463 g

Resa percentuale:  $\frac{2,463g}{3,136g} \cdot 100\% = 78.54\%$

# Valutazione del rischio chimico

**Reattivo: Acido Benzoico**

**Classificazione di pericolosità: Xi Irritante**

**Valore di rischio = 8**

**Classificato come rischio moderato**

Fraresi di rischio: 36/38

Indice di pericolosità intrinseca (P): 2.75

Vie di assorbimento: cutanea

Si tratta di una sostanza organica  
allo stato solido

con T°ebollizione = 249.2 °C

T°operativa = 20 °C

presenta quindi bassa volatilità

Quantità utilizzata: meno di 0,1 kg

La disponibilità è medio/alta poiché D = 3

Tipo di utilizzo: uso controllato

Il livello di tipologia d'uso è alto poiché U = 3

Tipologia di controllo: ventilazione generale

Il livello di tipologia di controllo è alto poiché C = 3

Tempo di esposizione giornaliero: da 15 min a 2 ore

L'intensità esposizione è medio/alta poiché I = 7

Distanza degli esposti dalla sorgente: meno di 1 metro

Sub-indice d = 1

Indice di esposizione per via inalatoria = 7

Tipologia di contatto: contatto accidentale

Indice di esposizione per via cutanea: media poiché Ecute = 3

Rischio inalatorio = 19

Rischio cute = 8

Rischio cumulativo = 21

## **Norme generali protettive e di igiene del lavoro**

Lavarsi le mani prima dell'intervallo o a lavoro terminato.

Evitare il contatto e l'inalazione delle polveri.

Consigliati occhiali di protezione e guanti monouso.

# Valutazione del rischio chimico

**Reattivo: Cicloesano**

**Valore di rischio = 15**  
**Classificato come Rischio moderato**

Frase di rischio: 38 65 67  
Indice di pericolosità (P): 3.5

Vie di assorbimento: Inalatoria e cutanea

Si tratta di una Sostanza organica  
allo stato Liquido  
con T°ebollizione = 81 °C  
T°operativa = 20 °C  
presenta quindi media volatilità

Quantità utilizzata: Meno di 0,1 kg  
La disponibilità è bassa poiché D = 1

Tipo di utilizzo: Uso controllato  
Livello di tipologia d'uso: Basso poiché U = 1

Tipologia di controllo: Ventilazione generale  
Livello di tipologia di controllo: Medio poiché C = 2

Tempo di esposizione giornaliero: da 15 min a 2 ore  
Intensità esposizione: Medio/bassa poiché I = 3

Distanza degli esposti dalla sorgente: meno di 1 metro  
Sub-indice d = 1  
Indice di esposizione per via inalatoria = 3

Tipologia di contatto: Contatto accidentale  
Esposizione per via cutanea: media poiché Ecute = 3

Rischio inalatorio= 11  
Rischio cute= 11  
Rischio cumulativo = 15

## **Norme generali protettive e di igiene del lavoro**

Evitare il contatto con gli occhi e la pelle.  
Lavarsi le mani prima dell'intervallo o a lavoro terminato.  
Guanti protettivi in gomma.  
Occhiali protettivi.

# Valutazione del rischio chimico

## Reattivo: Toluene

**Classificazione di pericolosità: Xn nocivo; F facilmente infiammabile**

**Valore di rischio = 12**  
**Classificato come Rischio moderato**

Fraasi di rischio: 20

Indice di pericolosità (P): 4

Vie di assorbimento: inalatoria

Si tratta di una Sostanza organica  
allo stato Liquido

con T°ebollizione = 110 °C

T°operativa = 25 °C

presenta quindi media volatilità

Quantità utilizzata: Meno di 0,1 kg

La disponibilità è bassa poiché D = 1

Tipo di utilizzo: Uso controllato

Livello di tipologia d'uso: Basso poiché U = 1

Tipologia di controllo: Ventilazione generale

Livello di tipologia di controllo: Medio poiché C = 2

Tempo di esposizione giornaliero: da 15 min a 2 ore

Intensità esposizione: Medio/bassa poiché I = 3

Distanza degli esposti dalla sorgente: meno di 1 metro

Sub-indice d = 1

Indice di esposizione per via inalatoria = 3

Tipologia di contatto: Contatto accidentale

Esposizione per via cutanea: media poiché Ecute = 3

Rischio inalatorio= 12

Rischio cute= 12

Rischio cumulativo = 17

### **Norme generali protettive e di igiene del lavoro**

Lavarsi le mani prima dell'intervallo o a lavoro terminato.

Consigliata maschera protettiva.

Guanti protettivi in neoprene.

Occhiali protettivi.