

Separazione di composti organici in base all'acidità

• Obiettivo:

Separare una miscela di 3 composti organici sapendo si tratta di un acido, una base e un composto neutro

• Prerequisiti:

Concetto di acido e di base. Reazioni acido-base. La solubilità in base alla polarità.

Estrazione con solventi

Tecniche di distillazione

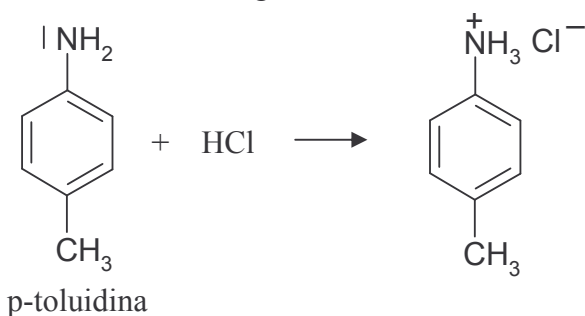
• Materiali e attrezzature:

<u>Strumenti di misura:</u>	<ul style="list-style-type: none"> ■ Bilancia tecnica (s = 1 mg) ■ Cilindro graduato (P= 50 ml, s = 1 ml)
<u>Vetreteria:</u>	<ul style="list-style-type: none"> ■ Becker da 100 ml ■ Beute da 100 ml ■ Imbuto separatore ■ Apparato per filtrazione sotto vuoto (Büchner) ■ Apparato per distillazione semplice
<u>Materiale di consumo:</u>	<ul style="list-style-type: none"> ■ 0.5 g p-toluidina ■ 0.5 g acido benzoico ■ 0.5 g naftalene ■ 50 ml diclorometano ■ MgSO₄ o Na₂SO₄ anidro come disidratante ■ 65 ml HCl 3M ■ 65 ml NaOH 3M ■ Parafilm
<u>Varie:</u>	<ul style="list-style-type: none"> ■ Filtri di carta per Büchner ■ Ebollitori ■ Spatola ■ Agitatore

• Procedimento:

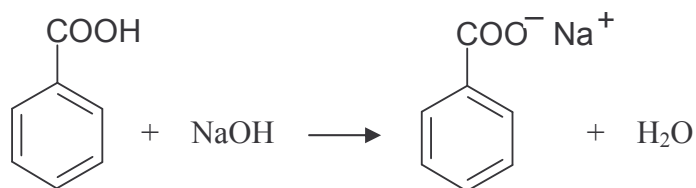
La separazione avviene sfruttando il diverso comportamento delle sostanze in ambiente acido e in ambiente basico:

La p-toluidina è basica per la presenza del doppietto libero sull'azoto. Essa reagisce con l'acido cloridrico formando un sale. Essendo il sale più affine alla fase acquosa, si trasferisce in essa lasciando la fase organica:



Con HCl non reagiscono invece né l'acido benzoico (poiché è più debole dell'HCl!) né il naftalene, quindi questa reazione ci permette di separare la p-toluidina dalla miscela.

L'acido benzoico invece reagisce con le basi, in questo caso con l'idrossido di sodio formando un sale che si trasferisce anch'esso nella fase acquosa:



acido benzoico

Nella fase organica rimane a questo punto solo il naftalene che verrà separato per distillazione.

Si pesano 0,5 g di ognuna delle 3 sostanze da separare e si pongono in una beuta da 100 ml con 50 ml di diclorometano.

Si versa la soluzione così ottenuta in un imbuto separatore e si fanno 3 lavaggi con 10 ml di HCl ciascuno raccogliendo la fase acquosa (attenzione: è quella di sopra!!) in una beuta etichettata p-toluidina. Raccolto così il primo composto, si fa un lavaggio con 20 ml di acqua per eliminare l'acido eventualmente rimasto e si procede ad estrarre l'acido benzoico, mediante 3 lavaggi da 10 ml ciascuno con NaOH e si raccoglie la fase inorganica in un'altra beuta etichettata correttamente.

Si lava ancora la fase organica con 20 ml di acqua distillata e poi la si pone in un becker. Si aggiunge ad essa un cucchiaino abbondante di solfato di sodio anidro per raccogliere l'eccesso di acqua rimasta. Si filtra il diclorometano contenente la naftalina in un pallone da distillazione precedentemente tarato e quindi si distilla per recuperare il composto ricercato. Si ferma la distillazione quando rimangono pochi ml di solvente, poi si lascia aperto sotto cappa per eliminare le ultime tracce di solvente. Quindi si pesa e si calcola la resa.

Si prende la beuta contenente la p-toluidina e si neutralizza la soluzione acida aggiungendo goccia a goccia la soluzione di NaOH: raggiunta la neutralità la p-toluidina precipita e viene filtrata sotto vuoto con un imbuto di Büchner su filtro precedentemente tarato. Si lascia il filtro aperto sotto cappa per permettere alla sostanza di essiccarsi, quindi si pesa e si calcola la resa.

Si procede in modo analogo per l'acido benzoico ma questa volta neutralizzando la soluzione con HCl.

Valutazione del rischio chimico

Reattivo: p-Toluidina (p-amminotoluene)

Classificazione di pericolosità: T Tossico; N Pericoloso per l'ambiente

Valore di rischio = 34

Classificato come rischio superiore al moderato

Frase di rischio: 23/24/25 36 40 43 50

Indice di pericolosità intrinseca (P): 8

Vie di assorbimento:

Si tratta di una sostanza organica
allo stato solido

con T°ebollizione = 200 °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: aspirazione localizzata

Il livello di tipologia di controllo è medio poiché C = 2

Tempo di esposizione giornaliero: da 15 min a 2 ore

L'intensità esposizione è 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

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

Rischio inalatorio = 24

Rischio cute = 24

Rischio cumulativo = 34

Norme generali protettive e di igiene del lavoro

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

Evitare il contatto con gli occhi e la pelle.

Consigliati guanti in PVC o PE.

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: Naftalene

Classificazione di pericolosità: Xn Nocivo; N Pericoloso per l'ambiente

Valore di rischio = 6

Classificato come rischio moderato

Frase di rischio: 22 50/53

Indice di pericolosità intrinseca (P): 1.75

Vie di assorbimento:

Si tratta di una sostanza organica
allo stato solido

con T°ebollizione = 218 °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: aspirazione localizzata

Il livello di tipologia di controllo è medio poiché C = 2

Tempo di esposizione giornaliero: meno di 15 minuti

L'intensità esposizione è bassa poiché I = 1

Distanza degli esposti dalla sorgente: meno di 1 metro

Sub-indice d = 1

Indice di esposizione per via inalatoria = 1

Tipologia di contatto: contatto accidentale

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

Rischio inalatorio = 2

Rischio cute = 5

Rischio cumulativo = 6

Norme generali protettive e di igiene del lavoro

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

Evitare il contatto con gli occhi e la pelle.

Nelle esposizioni brevi utilizzare la maschera protettiva.

Consigliati occhiali protettivi.

Indossare guanti in neoprene.

Valutazione del rischio chimico

Reattivo: Diclorometano

Classificazione di pericolosità: Xn nocivo

Valore di rischio = 22

Classificato come Rischio superiore al moderato

Frase di rischio: 40

Indice di pericolosità (P): 7

Vie di assorbimento:

Si tratta di una Sostanza organica
allo stato Liquido

con T°ebollizione = 40 °C

T°operativa = 20 °C

presenta quindi alta 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: Aspirazione localizzata

Livello di tipologia di controllo: Basso poiché C = 1

Tempo di esposizione giornaliero: da 15 min a 2 ore

Intensità esposizione: Basso poiché I = 1

Distanza degli esposti dalla sorgente: meno di 1 metro

Sub-indice d = 1

Indice di esposizione per via inalatoria = 1

Tipologia di contatto: Contatto accidentale

Esposizione per via cutanea: media poiché Ecute = 3

Rischio inalatorio = 7

Rischio cute = 21

Rischio cumulativo = 22

Norme generali protettive e di igiene del lavoro

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

Consigliati guanti in gomma e occhiali protettivi.