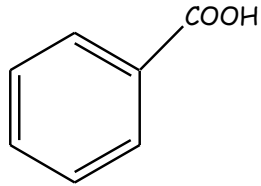
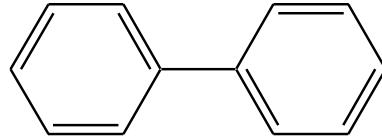


Esperienza n°1: separazione di una miscela di composti mediante estrazione



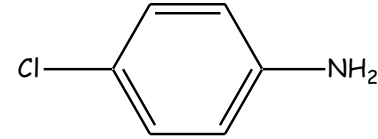
Acido benzoico

+



Difenile

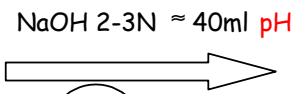
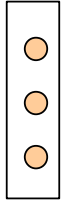
+



paraCloroanilina

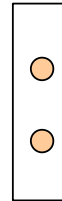
**Acido Benzoico**  
**Difenile**  
**ParaCloroanilina**  
3g in 50ml di  
 $\text{CH}_2\text{Cl}_2$

**TLC:**  
Etere di Petrolio  
Acetato d'etile  
9:1

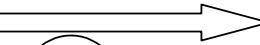


Acido Benzoico  
In fase acquosa  
basica

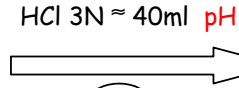
**Difenile**  
**paraCloroanilina**



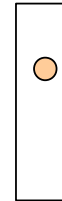
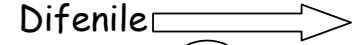
TLC



acqua di lavaggio



paraCloroanilina  
In fase acquosa  
acida

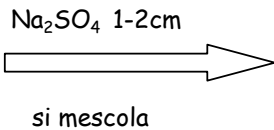


TLC

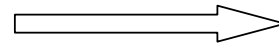
acqua di  
lavaggio

si pone

**Difenile**  
in fase organica  
In una beuta

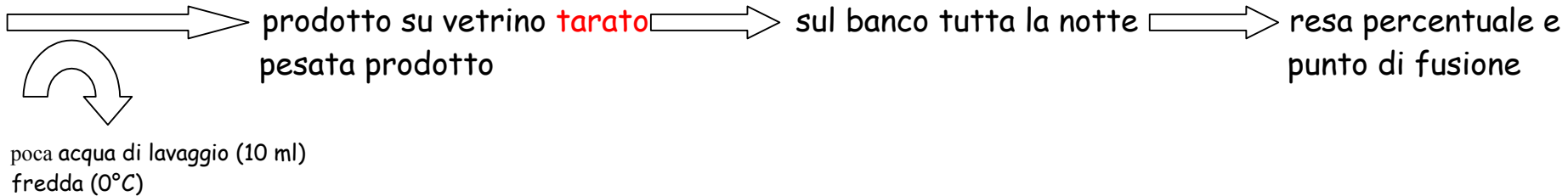
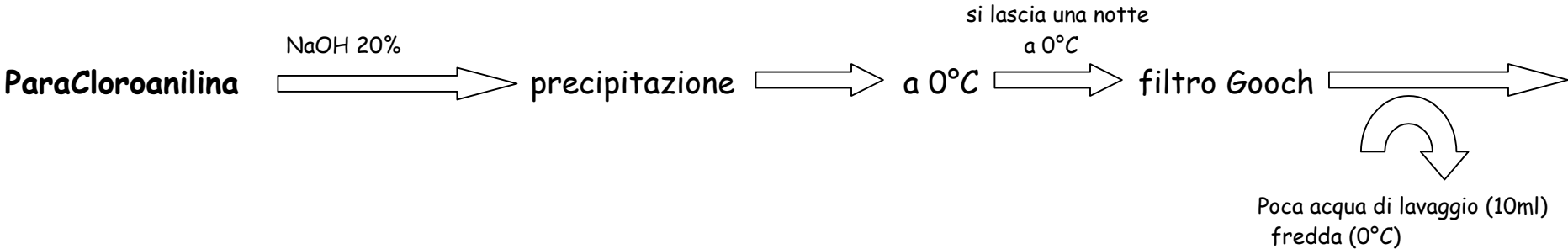
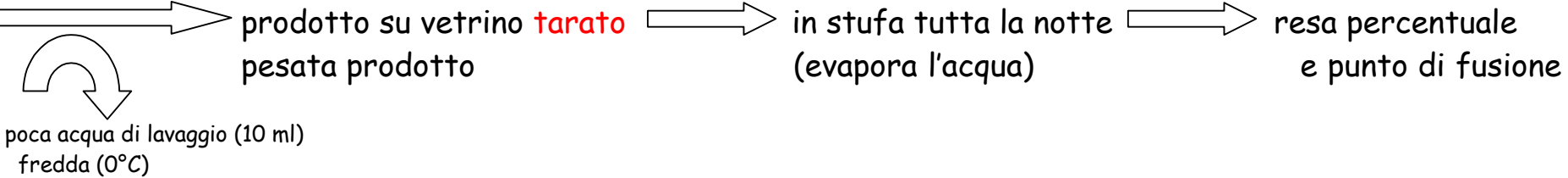
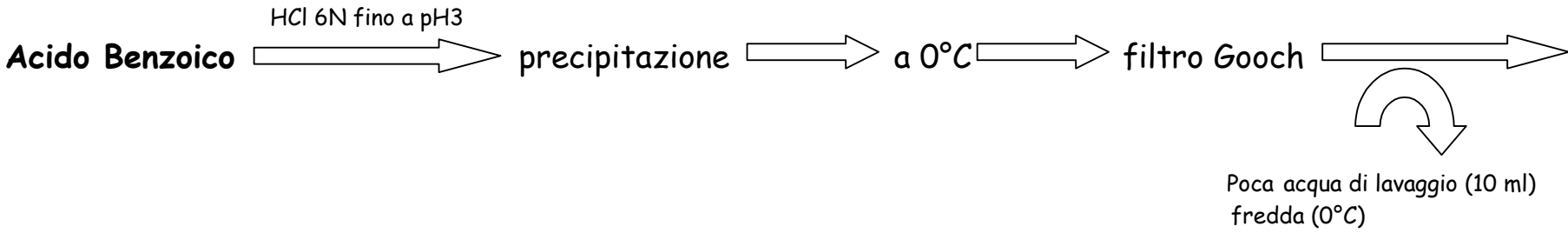


filtrazione  
su cotone  
(per separare  
l' $\text{Na}_2\text{SO}_4$ )

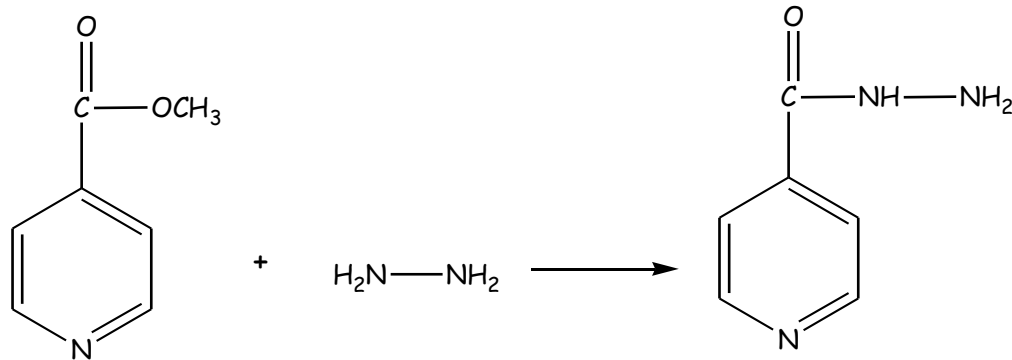


pallone **tarato** al rotavapor.  
Punto di fusione, recupero percentuale

Si cerca di decantare la maggior parte del solvente lasciando il  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  nella beuta dove verrà lavato con poco  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  (10 ml)



## Esperienza n°2: sintesi dell'Isoniazide



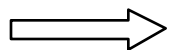
Isonicotinato di metile

Idrazina

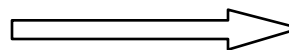
Isoniazide (INI)

### Isonicotinato di metile

2g in pallone da 100ml  
+ 30ml EtOH 95°  
+ 2.2gr di Idrazina sotto cappa



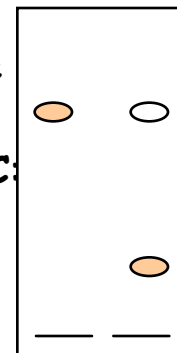
pallone + refrigerante  
sistemato in mantello  
riscaldante



a riflusso per 1h

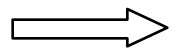
si valuta la fine  
della reazione  
con una **TLC**:

Acetato d'etile  
Metanolo  
4:1



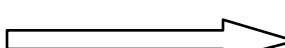
Isonicotinato di metile    reazione

### Cristallizzazione



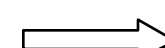
Evaporazione dell' EtOH

7 ml alcol isopropilico  
a riflusso



raffreddamento

pipettate alla volta  
fino a completa  
dissoluzione



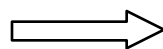
filtro Gooch



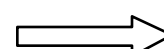
**INI**

Etere etilico di lavaggio

polvere sul vetrino tarato

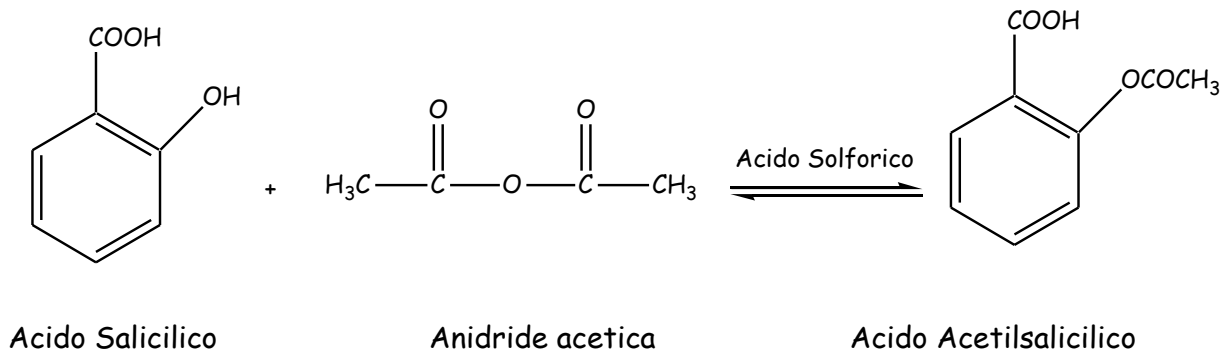


in stufa per 1 notte



resa percentuale e  
punto di fusione

## Esperienza n°3: Sintesi dell'Acido Acetilsalicilico



**Acido Salicilico 10g**

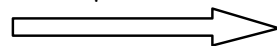
**Anidride Acetica 15g  $\Rightarrow$  13.8ml**

in una beuta

**SOTTO CAPP**

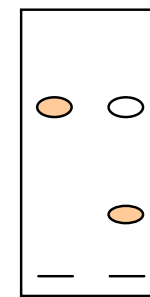
Si aggiunge qualche goccia di  $H_2SO_4$

a 60°C per 20 minuti

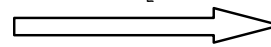


prima va in soluzione  
l'Ac. Salicilico, subito dopo  
si ha precipitazione  
dell'Ac. Acetilsalicilico.  
Controllo fine reazione  
con una **TLC**:

Acetato d'etile  
Etere di petrolio  
3:7



50ml di  $H_2O$



per decomporre  
l'An. Acetica

Ac. Acetilsalicilico

si ottiene una sol. di torbido

filtro Gooch

si ottiene un precipitato

precipitato

cristallizzazione con

20-25ml EtOH  $\Delta$   
fino a completa  
dissoluzione

30ml di acqua fredda  
per il lavaggio

+ 75ml di acqua calda  
si deve ottenere una sol. limpida → si lascia cristallizzare lentamente → a riposo per 1 notte →

filtro Gooch → il solido che si ottiene è il prodotto voluto → si lava con 25 ml di H<sub>2</sub>O fredda → resa e punto di fusione dopo avere seccato il prodotto in stufa a 50°C

**SAGGIO DEI FENOLI** da effettuare sulle acque madri e sostanza ottenuta per individuare la presenza di Acido Salicilico:

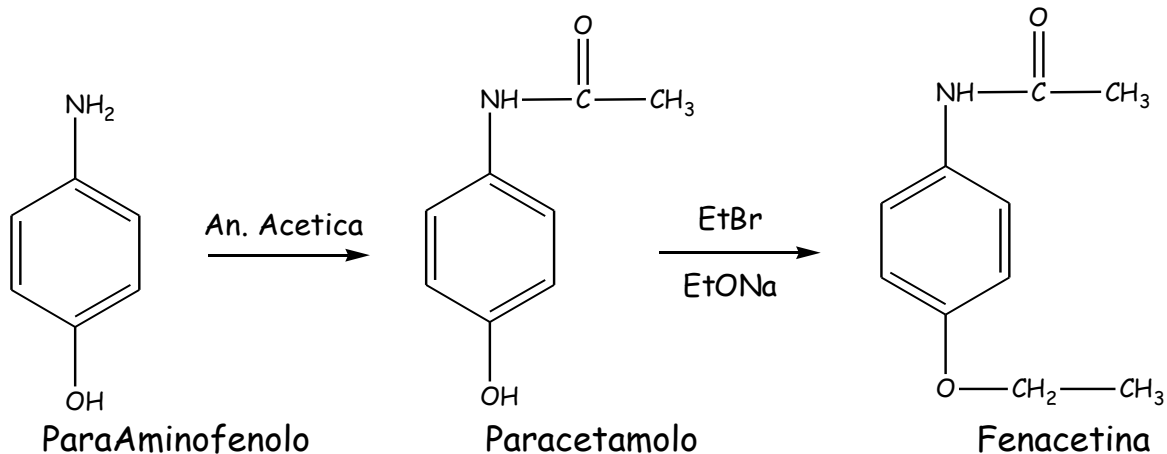
- prendere un po' di sostanza, scioglierla in cloruro di metilene (CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>), e aggiungere FeCl<sub>3</sub> : se compare colorazione viola significa che c'è ancora presenza di Acido Salicilico. Si deve RICRISTALLIZZARE.
- prendere un'aliquota di acque madri e aggiungere FeCl<sub>3</sub>. Qui ci potrà essere la comparsa del colore viola perché le acque madri possono contenere l'Acido Salicilico che non ha reagito, ma che è stato eliminato con la cristallizzazione.

Fare anche una TLC.

**PRESENZA DI POLIMERI:** ci si accorge della presenza dei polimeri

- durante la cristallizzazione perché si ottiene qualcosa di torbido: la soluzione di EtOH non diventa mai limpida ⇒ si fa una filtrazione su gooch.
- se si ottiene un punto di fusione più alto (il solvente eventualmente abbassa il punto di fusione).

## Esperienza n°4: Sintesi della Fenacetina



In un pallone da 250 ml

11g **paraAminofenolo**  
+ 30ml di **acqua**

+ 12ml di **anidride acetica**

in mantello riscaldante e refrigerante

si scalda fino a completa dissoluzione + 20 min.

$\longrightarrow$  si raffredda

TLC AcOEt/Petrolio 7/3

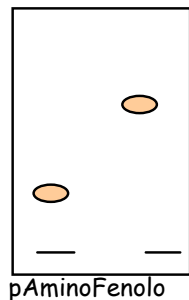
gradualmente

fino a 0°C

$\longrightarrow$  precipita il  
Paracetamolo

$\longrightarrow$  filtro  
Gooch  $\longrightarrow$

TLC:



pAcetamolo

si lava (25 ml H<sub>2</sub>O  
fredda)

$\longrightarrow$  il precipitato si pone

in stufa per 1 notte

$\longrightarrow$  TLC di controllo

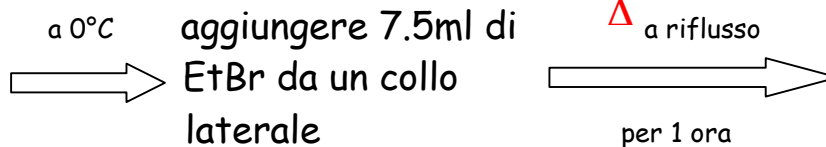
per seccare il  
prodotto che si dovrà  
utilizzare con  
l'etilato di Na  
e quindi non  
dovrà più  
contenere  
H<sub>2</sub>O

Preparazione dell'etilato sodico (EtONa):

beker con etere di petrolio  $\Rightarrow$  fare la tara  $\Rightarrow$  inserire velocemente un tocchetto di Na metallico  $\Rightarrow$  tagliarlo a pezzetti con le forbici. Per 10gr di paracetamolo servono 1.52gr di Na metallico in  $\sim$ 50ml di Etere di Petrolio. (Se si ottengono meno di 10gr, proporzionare la quantità di Na metallico)

SOTTOCAPP: pallone a 2 o 3 colli da 250ml con inserita l'ancoretta magnetica + refrigerante a ricadere + valvola a cloruro di calcio ( $\text{CaCl}_2$ ), inserire 50ml di EtOH assoluto; aggiungere il Na metallico. Rapidamente e senza aspettare che i pezzetti si sciolgano. Sciolto tutto il Na si raffredda e si aggiunge rapidamente il paracetamolo.

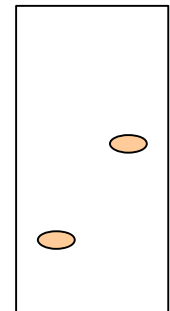
EtONa +  
**Paracetamolo**



per valutare la fine della reazione prelevare un po' di soluzione in tubo da saggio, aggiungere HCl, estrarre con ACOET e fare una TLC.

TLC: 8 AcOet/2 Petr

se la reazione non è ultimata, si raffredda la mix di reazione e si fa una aggiunta di EtBr (3 o 4 ml) e si pone nuovamente a RfX



Paracetamolo Fenacetina

→ Fenacetina in soluzione di Etanolo assoluto + NaBr sul fondo del pallone

Si mettono 100ml di H<sub>2</sub>O per sciogliere il sale, si mescola

→ precipita la Fenacetina

si raffredda a 0°C

→ filtro Gooch

si ha un precipitato il quale viene posto in una beuta

poca acqua di lavaggio fredda (10 ml)

+ EtOH 95% si scalda col phon + H<sub>2</sub>O calda (~40ml EtOH; ~120ml H<sub>2</sub>O) se si nota un intorbidamento subito dopo l'aggiunta dell'H<sub>2</sub>O, bisogna riscaldare di nuovo per portare tutto in soluzione.

si lascia sul banco per 1 notte

→ si ottiene il prodotto cristallizzato

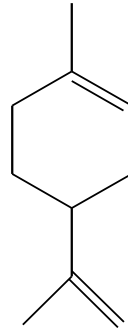
si raffredda

→ filtro Gooch (si tengono le acque madri per un eventuale recupero)

in stufa a seccare, anche per 1 notte → resa e punto di fusione



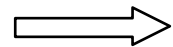
## Esperienza n°5: estrazione di limonene dalle bucce d'arancia



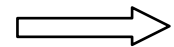
Limonene

### Distillazione in corrente di vapore

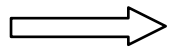
Buccia di 3 arance a pezzetti  
in un pallone da 1000ml  
+ 300 ml di acqua



collegare il pallone  
al distillatore  
(pallone di raccolta da 100ml  
immerso in H<sub>2</sub>O e ghiaccio)

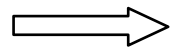


si ottiene acqua e  
olio essenziale



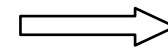
estrarre l'olio essenziale  
con etere etilico:  
30ml per 3 volte

gli estratti eteri



si anidrificano con  
Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> che verrà poi  
filtrato su cotone

evaporazione al rotavapor



resa

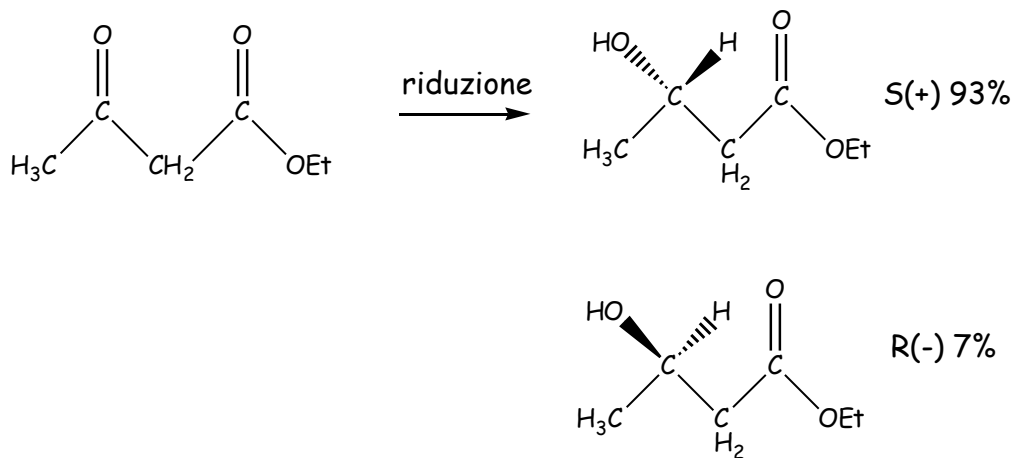
**senza scaldare**

Per accertare che sia veramente Limonene si valuterà il potere ottico rotatorio:

pesare 10mg di sostanza  in un matraccio da 2 ml  portare a volume con Etanolo da

spettroscopia  fare la rilevazione al polarimetro (valore teorico  $\sim 113^{\circ} \pm 2^{\circ}$ )

## Esperienza n°6: riduzione con BAKERS' YEAT



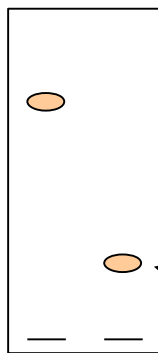
In un pallone da 1000ml:  
+ 400ml di acqua di rubinetto  $\xrightarrow{\text{arrivo a } 30-35^\circ\text{C}}$  + 40 gr di lievito  $\xrightarrow[\text{per 1 ora}]{\text{sotto agitazione}}$  togliere il riscaldamento e aggiungere 4ml di Acetoacetato d'etile  $\xrightarrow{\hspace{2cm}}$

Lasciare in agitazione per 24 ore a temperatura ambiente  $\xrightarrow{\hspace{2cm}}$  prelevare una pipetta di pappone e

diluirli con acqua  $\xrightarrow{\hspace{2cm}}$  estrarre con Etere Etileo  $\xrightarrow{\hspace{2cm}}$  fare una TLC su questa fase organica. Sbattendo bene il tubo da saggio avendo cura di caricare sulla lastra 3 o 4 capillari di estratto etero perché il prodotto è difficilmente rilevabile

TLC:

Etere Etílico  
Etere di Petrólio  
1:1



l'aceto acetato di elite di confronto non va caricato puro sulla lastra ma sciolto in  $ET_2O$   
(1 goccia in 1 ml di  $ET_2O$ )

visibile solo al  $KMnO_4$  scaldando molto

Acetoacetato d'etile

3-idrossibutirrato d'etile

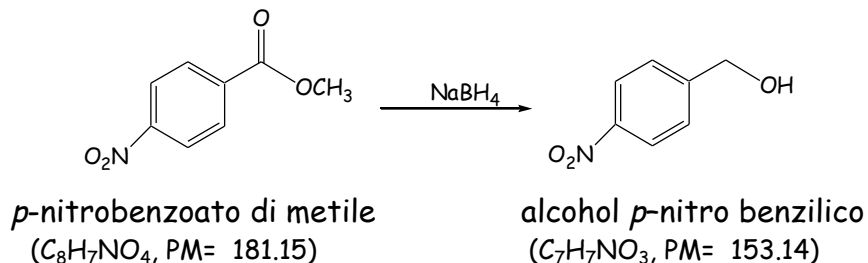
⇒ aggiungere circa 16 gr di celite al pappone, in agitazione per 15 minuti ⇒ mettere uno straterello di celite compattato sul Gooch ⇒ filtrare (si tiene la fase liquida e si getta la celite che contiene il lievito) ⇒ NaCl nell'acqua fino a saturazione ⇒ estrarre nella fase acquosa con Etere Etílico (50ml x 3volte)  
Filtrare su cotone

raccogliere le fasi organiche e l'emulsione ⇒ In caso di emulsione filtrare su celite e separare l'etere dall' $H_2O$  in imbuto separatore ⇒ anidrificare l'etere con  $Na_2SO_4$  ⇒ rotavapor

PURIFICAZIONE: colonna di gel di silice (h=25cm); eluente = Etere Etilico + Etere di Petrolio (6:4)  $\Rightarrow$  il prodotto di partenza esce per primo e poi il prodotto desiderato.

Si ottiene il prodotto in solvente organico  $\longrightarrow$  rotavapor  $\longrightarrow$  resa quantitativa e qualitativa al  
Max a 30°C  
polarimetro (in cloroformio = 40°)

# Esperienza n° 7 : riduzione del *p*-nitrobenzoato di metile



In un pallone da 250 mL 2 colli mettere  
in presenza di vigorosa agitazione:  
40 mL di THF

3 g (16.6 mmoli) di *p*-nitrobenzoato di metile  
Aggiungere alla soluzione in piccole porzioni  
2.5 g (66.3 mmoli) di  $NaBH_4$  (rapp=1:4)

In presenza di refrigerante e  
mantello riscaldante  
si porta la miscela all'ebollizione (65 °C).  
Si mantiene per 15 minuti.

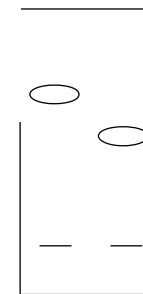
Dopo avere tolto il mantello ed  
avere raffreddato la soluzione  
si aggiungono goccia a goccia  
con imbuto gocciolatore 40 mL  
di metanolo

Si lascia reagire  
a t.a. per 1h  
poi si esegue una TLC  
per valutare se la  
reazione è andata a  
completamento

Si raffredda la reazione. In bagno di ghiaccio  
si aggiungono in presenza di vigorosa agitazione  
25 mL di HCl 2M.  
Il pH della soluzione deve essere acido.  
Se necessario aggiungere acqua.

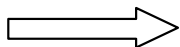
Si concentra la  
soluzione al  
rotavapor per  
eliminare THF e  
 $CH_3OH$ . Quindi si  
estrae con Acetato  
di Etile (3x15mL)

Le fasi organiche riunite e anidrificate si evaporano. Si ottiene un solido  
giallo (resa 99%) su cui si esegue la cristallizzazione aggiungendo  
dapprima 10 mL di Etanolo 95% e successivamente 50 mL acqua calda . Si  
porta all'ebollizione poi si lascia raffreddare a temp. ambiente, resa  
98%, P.F.= 86-88 °C.

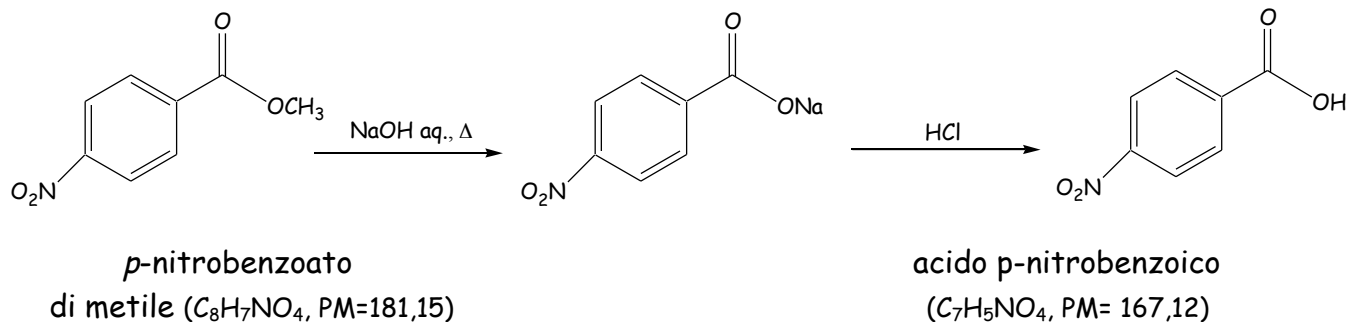


*p*-nitro-  
benzoato  
metile      alcohol  
*p*-nitro  
benzilico

TCL: Etere di Petrolio Acetato d'Etile 6:4



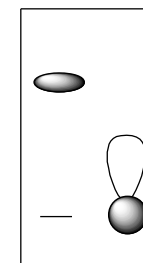
# Esperienza n° 8 : saponificazione del *p*-nitrobenzoato di metile



In pallone da 250 mL 1 collo mettere  
 50 mL Acqua  
 1.33 g NaOH in gocce (33.2 mmoli)  
 Aggiungere alla soluzione  
 3 g (16,6 mmoli) *m*-nitrobenzoato di metile

Portare la miscela all'ebollizione  
 in mantello riscaldante  
 (mettere il refrigerante!)  
 lasciare reagire per  
 30 minuti.

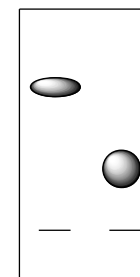
Valutare la fine  
 della reazione  
 con una TLC: se ancora  
 presente prodotto di  
 partenza riportare  
 all'ebollizione per altri 30'.



*p*-nitrobenzoato di metile      reazione

Raffreddare in bagno di ghiaccio 40 mL  
 di HCl 6M e versarvi dentro la miscela di  
 reazione a sua volta raffreddata a t.a..  
 Si lavora in presenza di agitazione  
 magnetica. Il pH finale deve  
 essere acido. Se necessario aggiungere  
 acqua.

Lasciare in bagno di ghiaccio  
 per alcuni minuti, quindi filtrare  
 su gooch e lasciare asciugare il  
 precipitato a t.a..  
 Sul solido asciutto (resa 90%) si esegue  
 la cristallizzazione da etanolo  
 (20 mL, caldo-freddo). Se necessario  
 aggiungere altri 5mL.  
 Resa: 85% P.F. = 237-240 °C



*p*-nitrobenzoato di metile      Acido *p*-nitrobenzoico