

CORSO DI LAUREA IN CHIMICA

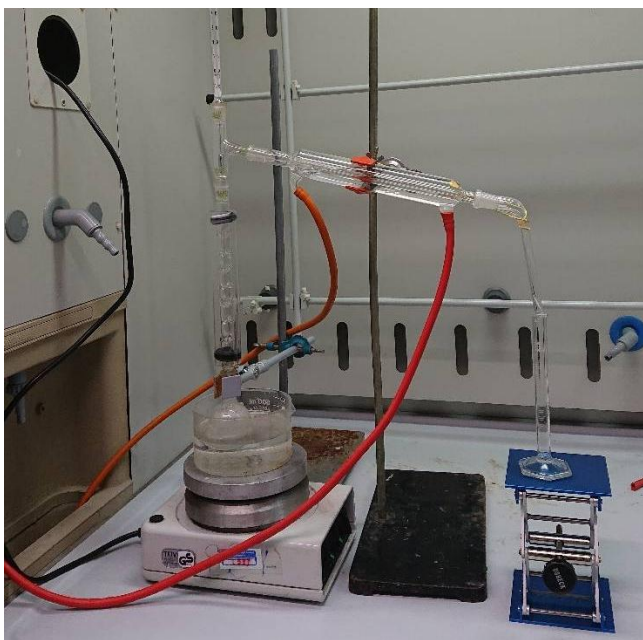
ESERCITAZIONI DI CHIMICA ORGANICA I -MODULO B

ESERCITAZIONE N°1 : DISTILLAZIONE- FRAZIONATA E SEMPLICE - A PRESSIONE ATMOSFERICA

INTRODUZIONE

La figura 1.10 mostra una tipica apparecchiatura per la separazione di una miscela di composti allo stato liquido mediante distillazione *frazionata* a pressione atmosferica mentre la figura 1.98 mostra una apparecchiatura di distillazione *semplice* (a pressione atmosferica) generalmente utilizzata per la purificazione di un liquido. La dimensione del pallone è funzione della quantità di liquido da distillare. Il pallone va riempito per non oltre i due terzi. Per la distillazione di piccole quantità (3-25 ml) il pallone a pera è il più adatto. Se si desidera proteggere il distillato dall'umidità dell'aria, si può fissare al tubo laterale del raccordo di raccolta una valvola essiccante contenente un essiccante (cloruro di calcio etc.) fra due batuffoli di ovatta. Dopo aver versato con un imbuto il liquido nel pallone, vi si aggiungono delle perline di vetro (o cocci di porcellana) allo scopo di favorire, durante il riscaldamento, un'ebollizione regolare. Gli ebollitori non vanno mai aggiunti al liquido caldo.

Parte1: DISTILLAZIONE FRAZIONATA



-Fase A) Montaggio dell'apparecchiatura

- 1) La prima operazione da compiere è collegare i tubi al refrigerante ponendo l'ingresso verso il basso .

- 2) Prelevare 30 ml di miscela (metanolo/acqua) nel pallone da 50 ml ed aggiungere gli ebollitori.
- 3) Fissare il pallone al sostegno considerando l'altezza della piastra e quella del bagno ad olio.
- 4) Aggiungere il raccordo, il termometro, la colonna, il refrigerante e infine il gocciolatore come riportato nella figura 1-10.
- 5) **Attenzione:** poggiare il refrigerante su di una pinza (solo dopo aver fissato il pallone e montato il resto dell'apparecchiatura!!!!) facendo attenzione a non stringere troppo
- 6) Fissare con elastici

-Fase B) Procedura operativa

Impostare la temperatura della piastra a 100° ed aumentare gradualmente di 10° alla volta fino a che non inizia l'ebollizione. Va tenuto presente che all'inizio della distillazione occorre un certo tempo prima che i vapori possano riscaldare la parte superiore del pallone ed il termometro. Non bisogna, peraltro, distillare troppo lentamente, altrimenti i vapori non passano con regolarità intorno al bulbo del termometro; questo si potrà raffreddare momentaneamente ed il calore di temperatura segnato risulterà errato.

Si noterà che la temperatura all'inizio sale rapidamente fin quasi al punto di ebollizione del liquido, e poi più lentamente fino a restare praticamente costante. A questo punto si raccoglie l'eluato in un cilindro graduato posto sotto il gocciolatore e bisognerà, ad intervalli regolari di 1 ml, prendere nota della temperatura. Se il liquido da distillare non è molto impuro, la maggior parte di esso passerà in un intervallo di temperatura molto stretto (2-3 gradi). Ricordarsi di aumentare gradualmente la temperatura della piastra (Perché?)

Terminata la distillazione del 1° componente della miscela rimuovere e misurare il volume -**Va** -.

Quindi aumentare la temperatura della piastra fino a 200°, aspettare che cominci la distillazione del 2° componente. Quando la temperatura diventa costante, raccogliere solo **2 ml** -**Vb1** quindi interrompere la distillazione.*

*NB. La temperatura della piastra può non essere tale da portare all'ebollizione l'acqua (100°C).

-Fase C) Smontaggio dell'apparecchiatura

- 1) Spegnerla piastra e, con l'aiuto di un assistente, allontanarla lasciando il bagno ad olio sotto il pallone (**cautela!!!**-bagno caldo) per l'eventuale gocciolamento.

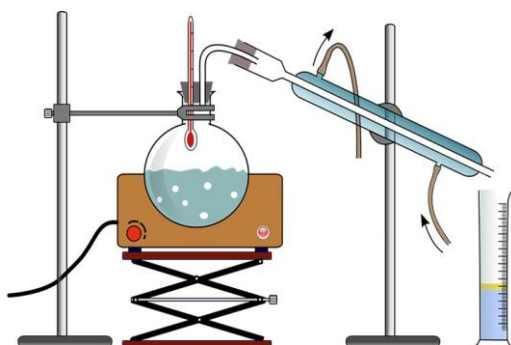
2) Asciugare il pallone con della carta, allontanare il bagno ad olio caldo (con **cautela!!!**), quindi smontare l'intera apparecchiatura cominciando dal gocciolatore, procedendo all'inverso rispetto al montaggio.

3) Misurare quindi il volume – V_{b2} - del liquido non distillato rimasto nel pallone

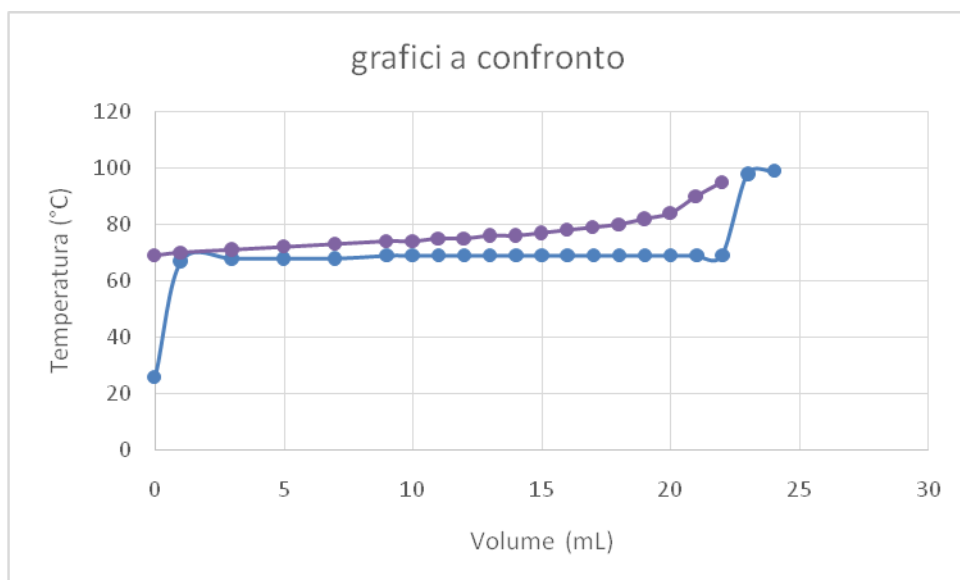
La parte 2 va fatta se la prima parte termina in un tempo ragionevole (max 16.30)

Parte 2: Distillazione semplice

A questo punto rimontare l'apparecchiatura per la distillazione semplice utilizzando un nuovo campione e seguendo la stessa procedura.



Nella relazione di questa esercitazione costruire il grafico per la distillazione frazionata e quello per la distillazione semplice sullo **stesso diagramma. In assenza del secondo utilizzare dati di colleghi che hanno completato l'esperienza.**



CODICI DI RISCHIO E SICUREZZA DEL METANOLO (CH₃OH)

R: 11-23/24/25-39/23/24/25

S: 7-16-36/37-45

FraSi R :

R11 : Facilmente infiammabile

R23/24/25 : Tossico per inalazione, contatto con la pelle e per ingestione

R39/23/24/25: Tossico: pericolo di effetti irreversibili molto gravi per inalazione, a contatto con la pelle e per ingestione

FraSi S

S07 : Conservare il recipiente ben chiuso

S16 : Conservare lontano da fiamme e scintille - Non fumare

S36/37 : Usare indumenti protettivi e guanti adatti

S45 : In caso di incidente o di malessere consultare immediatamente il medico (Se possibile, mostrargli l'etichetta)

Apparecchiatura per distillazione sotto vuoto

