

## Scelta del solvente per ricristallizzare

### Obiettivo:

lo scopo dell'esperienza è quello di individuare, partendo dalle esperienze pratiche, una "regola generale" che indica qual è il solvente ideale per un ottimale ricristallizzazione.

### Quali sono le caratteristiche che deve avere il solvente per la ricristallizzazione ?

Il solvente ideale non deve sciogliere il precipitato a freddo ma deve renderlo solubile a caldo, inoltre con il successivo raffreddamento il soluto deve precipitare.

### Svolgimento della prova:

mettere in 6 provette distinte 5mg di soluto e aggiungere 3mL di solvente. Osservare se la sostanza si scioglie o no, in caso di scioglimento parziale, aggiungere solvente fino alla completa solubilizzazione.

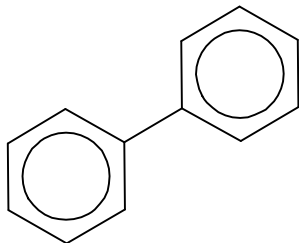
Se la sostanza si scioglie il nostro solvente non è adatto alla ricristallizzazione. Se la sostanza non si scioglie inserire la provetta in un bagnomaria bollente; osservare se avviene la solubilizzazione.

A questo punto se si scioglie a caldo immergere la provetta in un bagno di ghiaccio e verificare se avviene la precipitazione (in questo caso il solvente è indicato per la precipitazione).

## SOLUTI:

### Difenile:

idrocarburo aromatico con due anelli benzenici, solido bianco cristallino, componente del catrame di carbon fossile, usato come combustibile industriale, come antifermentativo della frutta e per impregnare carte da imballaggio.



### Naftalene:

Il naftalene, commercialmente noto anche come naftalina, è un idrocarburo aromatico polinucleato. La sua molecola è planare; la struttura è quella di due anelli benzenici fusi, ovvero che condividono due atomi di carbonio.

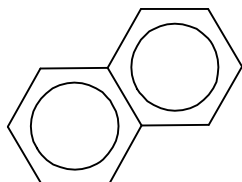
A temperatura ambiente è un solido cristallino bianco dall'odore intenso e caratteristico. Poco solubile in acqua, si scioglie abbastanza bene nell'etanolo (77 g/l a 20°C) e ancora meglio nei solventi organici.

Si ottiene per distillazione dal catrame, dal carbone e dal petrolio. Oltre all'impiego nell'industria chimica principalmente come materia prima per la sintesi dell'anidride ftalica, trova uso domestico anche come insetticida, specialmente contro le tarme.

Il naftalene brucia con fiamma fuliginosa; dal punto di vista chimico reagisce con sostanze ossidanti quali il permanganato di potassio a dare l'acido ftalico e, come il benzene, subisce facilmente reazioni di sostituzione elettrofila aromatica.

Per idrogenazione catalitica viene convertito in decalina.

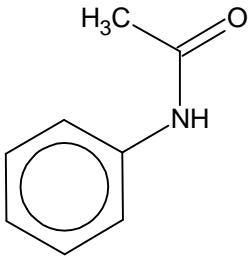
L'esposizione eccessiva al naftalene provoca la distruzione dei globuli rossi e produce sintomi di nausea, vomito, diarrea, passaggio di sangue nelle urine e pallore della pelle. È inoltre un sospetto cancerogeno.



### Acetanilide:

L' acetanilide (o N-fenilacetammide) è l'ammide dell'anilina e dell'acido acetico.

A temperatura ambiente si presenta come un solido da incolore a bianco dall'odore caratteristico. È un composto nocivo.



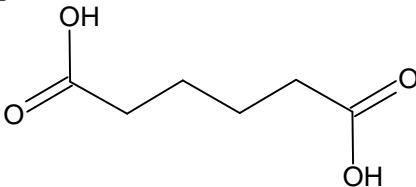
### Acido adipico:

L'acido adipico è un acido bicarbossilico, ovvero reca sulla sua molecola due gruppi carbossilici, -COOH.

A temperatura ambiente è una polvere cristallina bianca, poco solubile in acqua.

Ottenibile per ossidazione dai grassi, industrialmente viene prodotto per ossidazione del cicloesano.

Il principale utilizzo dell'acido adipico è come monomero per la sintesi del nylon-66, attraverso una reazione di policondensazione con l'esametilendiammina.



### Acido Benzoico:

L'acido benzoico è un acido carbossilico e ha formula  $C_6H_5COOH$ .

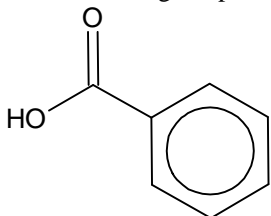
È un solido bianco in forma pulverulenta o granulare. L'acido benzoico è un acido carbossilico aromatico, leggermente solubile in acqua e solubile in etanolo, molto solubile in benzene ed acetone. La sua soluzione acquosa è debolmente acida. Si può trovare naturalmente in alcune piante o resine ed è stato addirittura trovato in alcuni animali. L'acido benzoico è principalmente prodotto facendo reagire il toluene con ossigeno ad una temperatura di 200°C e usando sali di cobalto e manganese come catalizzatori; anche altri agenti ossidanti possono essere impiegati, quali il permanganato di potassio, l'acido nitrico o l'anidride cromica.

Altri metodi sono quelli di ossidare l'alcool benzilico, la benzaldeide o l'acido cinnamico; oppure idrolizzando il benzonitrile.

In laboratorio può essere prodotto per reazione tra cloruro di fenilmagnesio (un reattivo di Grignard) o fenillitio con anidride carbonica.

Il 90% dell'acido benzoico in commercio è convertito in fenolo e caprolattame usato nella produzione di glicol-benzoati nell'industria della plastica. È usato anche come attivatore e ritardante nella polimerizzazione della gomma.

L'acido benzoico (siglato come E 210) ed i suoi sali o esteri (siglati come E 211, E 212, E 213) sono usati come additivi alimentari. Il benzoato di sodio, il sale sodico dell'acido benzoico, è uno dei principali agenti anti-microbici usati nei cibi e nelle bevande poiché è 200 volte più solubile dell'acido benzoico; è tuttavia velenoso e quindi la sua concentrazione è limitata al massimo allo 0,1%. Una ampia gamma dei suoi esteri è invece usata come solventi, additivi disinfettanti, agenti penetranti e come pesticidi.



### m-nitroanilina:

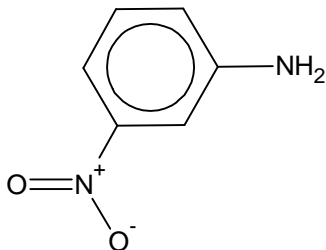
La m-nitroanilina, (1-ammonio-3-nitribenzene) la quale ha formula chimica  $C_6H_6N_2O_2$  si presenta sotto forma di cristalli gialli. È un combustibile e può provocare incendi e esplosioni (in forma pulverulenta o granulare, è possibile l'esplosione della polvere miscelata con aria), i quali formano fumi tossici e ossidi di azoto.

La m-nitroanilina reagisce con acidi forti, forti ossidanti, forti agenti riducenti e con composti organici in presenza di umidità (causando pericolo di incendio). La sostanza può essere assorbita dall'organismo per inalazione dei vapori, per contatto, per ingestione causando mal di testa, labbra unghie e cute blu, vertigine, nausea, stato confusionale,

convulsioni, difficoltà respiratorie, stato di incoscienza. La sostanza può determinare effetti sul sangue causando la formazione di metaemoglobina, se l'individuo viene esposto ripetutamente o a lungo termine gli effetti sono immediati, se la persona viene esposta per un breve periodo gli effetti sono ritardati.

Dati gli effetti nocivi sull'organismo umano, è obbligatorio l'utilizzo di tutti i dispositivi di protezione (guanti, camice protettivo, mascherina e occhiali) e di un dispositivo di aspirazione localizzata (cappa aspirante).

La m-mitroanilina ha effetti negativa anche sull'ambiente è una sostanza nociva per gli organismi acquatici.



## SOLVENTI:

### Acqua:

L'acqua è un liquido, a temperatura e pressione standard. La sua molecola si compone di un atomo di ossigeno cui sono legati due atomi di idrogeno; la sua formula chimica è pertanto  $H_2O$ .

Una importante caratteristica dell'acqua è il suo essere una molecola polare. La molecola dell'acqua forma un angolo di  $104,45^\circ$  con l'atomo di ossigeno al vertice e i due atomi di idrogeno alle due estremità. Dato che l'ossigeno ha una elettronegatività maggiore, il vertice della molecola ospita una parziale carica elettrica negativa, mentre le estremità recano una parziale carica elettrica positiva. Una molecola che presenta questo squilibrio di cariche elettriche è detta essere un dipolo elettrico. Le cariche fanno sì che le molecole vengano attratte reciprocamente l'una all'altra. Questa attrazione nell'acqua è particolarmente intensa, prende il nome di Legame idrogeno e spiega molte delle proprietà fisiche tipiche dell'acqua.

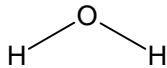
La sua polarità rende l'acqua anche un buon solvente. Quando un composto ionico o polare viene messo in acqua, viene circondato dalle molecole di acqua le quali, per via delle loro piccole dimensioni, si inseriscono tra uno ione e l'altro o tra una molecola e l'altra di soluto orientandosi in modo da presentare ad ogni ione (o estremità polare) del soluto la parte di sé che reca la carica opposta; questo indebolisce l'attrazione tra gli ioni (o tra le molecole polari) e rompe la struttura cristallina. Ogni ione (o ogni molecola polare) si ritrova quindi solvatato, cioè circondato completamente da molecole d'acqua.

Un esempio di soluto ionico è il comune sale da cucina (cloruro di sodio), un esempio di soluto molecolare polare è lo zucchero.

In generale, le sostanze ioniche polari, quali acidi, alcoli e sali sono abbastanza solubili in acqua, mentre non lo sono le sostanze non polari, quali grassi ed oli. Le molecole non polari non si miscelano all'acqua perché per quest'ultima è energeticamente favorito il formare legami a idrogeno al suo interno, piuttosto che formare legami di Van der Waals con molecole non polari. Nel nostro caso l'acqua è miscibile con l'etanolo; ma non lo è con l'esano.

L'acqua pura è un buon isolante elettrico (cioè un cattivo conduttore). Ma, essendo anche un buon solvente, spesso reca in sé tracce di sali disciolti in essa, che, con i loro ioni la rendono un buon conduttore di elettricità.

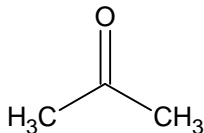
Inoltre l'acqua è un anfotero, cioè un composto capace di comportarsi sia da acido che da base.



### Acetone:

L'acetone (anche chiamato dimetil chetone, propanone e beta-chetopropano) è il chetone più semplice esistente. La sua formula chimica è  $CH_3-CO-CH_3$ ; l'atomo di carbonio cui è legato l'atomo di ossigeno ha ibridazione  $sp^2$  ed è pertanto al centro di un triangolo grossomodo equilatero ai cui vertici stanno l'atomo di ossigeno e gli altri due atomi di carbonio. L'acetone è un liquido incolore e infiammabile con un caratteristico odore gradevole (fruttato); è solubile in acqua, etanolo e etere e trova principalmente impiego come solvente.

Un processo industriale attraverso cui viene preparato è l'idrolisi dell'idroperossido di cumene. Dallo stesso processo si ottiene anche il fenolo.



### Etanolo:

L'etanolo è un alcol a corta catena, noto anche come alcol etilico o spirito di vino, la sua formula chimica è  $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ . A temperatura ambiente si presenta come un liquido incolore dall'odore caratteristico. È tendenzialmente volatile ed estremamente infiammabile.

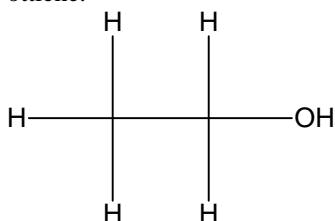
L'etanolo puro al 100%, o etanolo assoluto o anidro viene ottenuto per rimozione dell'acqua dall'azeotropo tramite aggiunta di benzene e successiva distillazione frazionata.

Prodotto in natura dalla fermentazione degli zuccheri, è l'alcol più diffuso e l'unico adatto al consumo alimentare.

È presente nelle birre in percentuali inferiori al 10%, nei vini in percentuali comprese tra il 10 ed il 15%, nei liquori in percentuali fino al 45%.

L'etanolo è tossico. Un suo abuso produce effetti dannosi per il metabolismo, specialmente a carico del fegato.

In molti paesi del mondo, soprattutto in quelli economicamente più svantaggiati, viene usato come combustibile al posto della comune benzina, dato il suo costo molto contenuto. Il Brasile è il paese dove più si fa uso di etanolo per autotrazione (con particolari motori) e dove esistono le più grandi centrali di raffinazione di canna da zucchero, da cui si ottiene.



### Cloroformio:

Il cloroformio, noto anche come triclorometano, è un alogenuro alchilico. La sua struttura è assimilabile a quella di una molecola di metano in cui tre atomi di idrogeno sono stati sostituiti da tre atomi di cloro.

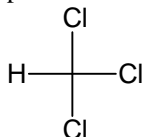
A temperatura ambiente è un liquido trasparente, abbastanza volatile, dal piacevole odore caratteristico. Non è infiammabile da solo, ma lo è in miscela con altri composti infiammabili.

È un composto nocivo alla salute umana e all'ambiente, nonché un forte sospetto cancerogeno.

L'inalazione di cloroformio ha un effetto deprimente sul sistema nervoso centrale, da cui il suo effetto anestetico. La respirazione di aria contenente 900 ppm di cloroformio produce in breve tempo confusione, affaticamento e mal di testa. Un'esposizione prolungata può produrre danni al fegato (dove viene metabolizzato in fosgene) e ai reni. In alcuni soggetti, l'esposizione può produrre irritazioni alla pelle e reazioni allergiche con febbre fino a 40°C.

Sperimentazioni su topi hanno dimostrato che l'esposizione durante la gravidanza ad aria contenente da 30 a 300 ppm di cloroformio o la sua ingestione può produrre aborti o nascite di cuccioli malformati. Nei maschi si è osservata un'alterazione dello sperma. L'effetto del cloroformio sulla riproduzione umana non è noto.

Sospetto cancerogeno, probabilmente associato al carcinoma epatocellulare, è stato bandito in molte nazioni dall'uso in prodotti farmaceutici o ausiliari (dentifrici, sciroppi, unguenti).

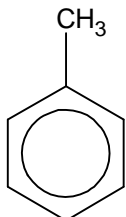


### Toluene:

Il toluene (noto anche come toluolo, nome IUPAC metilbenzene) è un liquido volatile ed incolore dall'odore caratteristico. La sua formula bruta è  $\text{C}_7\text{H}_8$ .

Il toluene è un idrocarburo aromatico; viene usato come solvente in sostituzione del più tossico benzene, cui somiglia sotto molti aspetti. È anche contenuto nella benzina.

Il toluene è il più semplice rappresentante della classe degli alchilbenzeni. All'aria brucia in maniera incompleta con una fiamma gialla e fuliginosa. Ha un odore fruttato e pungente, simile a quello del benzene; Nell'acqua è praticamente insolubile (0,52 g/l), mentre è miscibile in ogni rapporto con il solfuro di carbonio, l'etanolo e l'etere etilico. Si scioglie bene anche in acetone, cloroformio e nella grande maggioranza degli altri solventi organici.



### Esano:

L' esano (o n-esano) è un alcano.

A temperatura ambiente si presenta come un liquido incolore dall'odore di benzina.

È un composto molto infiammabile, irritante, nocivo, pericoloso per l'ambiente, tossico per la riproduzione.



## TABELLE DATI SPERIMENTALI:

Difenile	Acqua	Etanolo	Acetone	Cloroformio	Toluene	n-Esano
scioglie a freddo	NO	NO	SI	SI	SI	SI
scioglie a caldo	NO	SI	\	\	\	\
riprecipita a freddo	\	SI	\	\	\	\

Naftalene	Acqua	Etanolo	Acetone	Cloroformio	Toluene	n-Esano
scioglie a freddo	NO	NO	SI	SI	SI	SI
scioglie a caldo	NO	SI	\	\	\	\
riprecipita a freddo	\	SI	\	\	\	\

Ac. Benzoico	Acqua	Etanolo	Acetone	Cloroformio	Toluene	n-Esano
scioglie a freddo	NO	SI	SI	SI	SI	NO
scioglie a caldo	SI	\	\	\	\	SI
riprecipita a freddo	SI	\	\	\	\	SI

Acetanilide	Acqua	Etanolo	Acetone	Cloroformio	Toluene	n-Esano
scioglie a freddo	NO	SI	SI	SI	NO	NO
scioglie a caldo	SI	\	\	\	SI	\
riprecipita a freddo	SI	\	\	\	SI	\

m-nitroanilina	Acqua	Etanolo	Acetone	Cloroformio	Toluene	n-Esano
scioglie a freddo	NO	NO	SI	NO	NO	NO
scioglie a caldo	NO	SI	\	SI	SI	NO
riprecipita a freddo	\	NO	\	SI	SI	\

Ac. Adipico	Acqua	Etanolo	Acetone	Cloroformio	Toluene	n-Esano
scioglie a freddo	NO	SI	SI	NO	NO	NO
scioglie a caldo	SI	\	\	NO	NO	NO
riprecipita a freddo	SI	\	\	\	\	\

### Conclusioni:

Un solvente è adatto per ricristallizzare quando possiede sia caratteristiche simili al soluto sia caratteristiche diverse perché:

- se soluto e solvente presentano solo legami dello stesso tipo il solvente scioglierebbe la sostanza anche a freddo.
- se soluto e solvente non presentano legami dello stesso tipo il solvente non scioglierebbe la sostanza neanche a caldo.
- se sono presenti legami di tipo diverso (sia legami polari che legami apolari) la solubilizzazione del soluto diventa difficoltosa ma scaldando aumenta la temperatura e quindi aumenta anche l'energia cinetica delle molecole del solvente che entrando in contatto con quelle del soluto (ancora allo stato solido) strappano le molecole di soluto dalla struttura portandole in soluzione.

Es: per un soluto con dei legami polari e una catena apolare di atomi di carbonio andrebbe bene un solvente polare in quanto la parte polare del soluto "serve" per far avvenire la solubilizzazione mentre la parte apolare impedisce che la solubilizzazione avvenga a freddo.