

Eksperiment 3 - Ekstraksjon

Sammendrag

I dette eksperimentet ble en blanding av benzoesyre og 9-fluorenon separert ved væske-væske ekstraksjon. Hensikten var å isolere forbindelsene og bestemme det opprinnelige blandingsforholdet. Benzosyre ble isolert i 87,0% utbytte, og 9-fluorenon ble isolert i 79,6% utbytte. Dette ga et blandingsforhold på 11:10 (benzosyre:9-fluorenon). Smeltepunktsanalyser viste at 9-fluorenon var svært rent og benzosyre var noe mindre rent.

1 Teori

1.1 Væske-væske ekstraksjon

Væske-væske ekstraksjon er en prosess hvor en forbindelse trekkes ut fra en væskefase til en annen. Dette kan brukes for å separere stoffer, ved å utnytte forskjeller i løseligheten til de forskjellige stoffene i forskjellige løsemidler. De to væskefasene i en ekstraksjonsprosess er ofte en vandig løsning og et organisk løsningsmiddel. Ekstraksjon er en godt egnet metode for å separere sure, basiske og pH-nøytrale organiske forbindelser, da metoden gir mulighet for å utnytte de forskjellige reaksjonene forbindelsene har med sure og basiske vandige løsninger^[1].

1.2 Fordelingskoeffisient

I en ekstraksjon utnyttes det at en forbindelse ikke vil fordele seg jevnt i en blanding av forskjellige løsemidler. Konsentrasjonen av forbindelsen vil avhenge av forskjellen i løseligheten til forbindelsen i de forskjellige fasene. Ved å innføre fordelingskoeffisienten blir det mulig å sette et tall på hvordan en bestemt forbindelse vil fordele seg i en blanding av to løsemidler som er innbyrdes ublandbare.

$$K = \frac{\text{konsentrasjon i fase A}}{\text{konsentrasjon i fase B}} \quad (1.1)$$

K er en konstant som gir forholdet mellom konsentrasjonen av en bestemt forbindelse i hhv. fase A og fase B. En god tilnærming til K kan finnes ved å beregne forholdet mellom løseligheten til forbindelsen i de to løsemidlene.

$$K \approx \frac{\text{løselighet i A}}{\text{løselighet i B}} \quad (1.2)$$

Med denne tilnærmingen kan det vises at det vil være gunstig å ekstrahere med små mengder løsemiddel i flere runder, fremfor store mengder løsemiddel i en runde. Det blir også lett å se at en forbindelse kan tvinges fra en fase over til en annen ved å tilsette noe til en av fasene som vil øke eller minke løseligheten til forbindelsen i den fasen. Både syre-base ekstraksjoner og utsalting utnytter dette.^[1]

1.3 Syre-base ekstraksjon

Upolare organiske forbindelser kan skilles ved å selektivt ekstrahere dem fra en løsning basert på deres syre-base egenskaper. En organisk syre vil deprotoneres i en basisk løsning, og bli vannløselig, mens basiske og pH-nøytrale upolare organiske forbindelser vil forbli tilnærmet uløselig i en basisk, vandig løsning. I motsatt tilfelle vil en organisk base protoneres i en sur

løsning, og dermed bli vannløselig mens sure og pH-nøytrale forbindelser forblir tilnærmet uløselig.

Ved å surgjøre en vandig løsning som inneholder den korresponderende basen til en upolar syre vil denne protoneres igjen, og deretter kunne ekstraheres med et upolart løsemiddel. Motsatt kan en sur, vandig løsning som inneholder den korresponderende syren til en upolar base gjøres basisk for at den korresponderende syren skal deprotonere og basen kan ekstraheres med et upolart løsemiddel.^[1]

1.4 Tørkemidler

Tørkemidler brukes for å trekke et løsemiddel ut av en blanding. Et eksempel er silicagel, som brukes for å trekke fuktighet ut av luften i en eksikator. Viktige egenskaper for et tørkemiddel er at det er inert med alle komponentene det skal blandes med, at det absorberer fuktighet relativt hurtig, og at det har høy kapasitet for det løsemiddelet som skal absorberes.

2 Fysikalske data

Tabell 2.1: Fysikalske data for aktuelle forbindelser

Forbindelse	Smeltepunkt [°C]
Benzosyre	122
9-fluorenon	83,5

3 Eksperimentelt

3.1 Ekstraksjon

En blanding (1:1) av benzosyre og 9-fluorenon (1.08 g) ble løst i dietyleter (50 mL). Benzosyre ble ekstrahert tre ganger med vann (20 mL) og natriumkarbonat (10%, 5 mL). Dietyleterfasen gikk videre til omkrystallisering av 9-fluorenon. Denne fasen refereres heretter til som fase A. Vannfasen ble tilsatt saltsyre under omrøring inntil pH < 2 ble målt. Benzosyre ble ekstrahert tre ganger fra vannfasen med dietyleter (20 mL), denne dietyleterfasen refereres heretter til som fase B.

3.2 Isolasjon av 9-fluorenon

Fase A ble saltet ut med mettet NaCl (20 mL) og tørket over vannfri magnesiumsulfat (ca. 5 skjeer) i 5 minutter. Løsningen ble filtrert gjennom et foldefilter og dampet inn ved bruk av rotavapor. Smeltepunktet til produktet ble bestemt med smeltepunktsapparat en gang.

3.3 Isolasjon av benzosyre

Fase B ble saltet ut med mettet NaCl (20 mL) og tørket over vannfri magnesiumsulfat (ca. 3 skjeer) i 5 minutter. Løsningen ble filtrert gjennom et foldefilter og filterert ble skylt med dietyleter (ca. 20 mL). Den filtrerte løsningen ble dampet inn ved bruk av rotavapor. Smeltepunktet til produktet ble bestemt med smeltepunktsapparat en gang.

4 Resultater

Blandingen som ble tatt ut ble veid til 1.08 g. Massen av benzosyre etter ekstraksjon ble målt til 0.47 g, dette gir et utbytte på 87%. Massen av 9-fluorenon ble målt til 0.43 g, dette gir et utbytte på 80%.

Smeltepunktsintervallet til benzosyre ble målt til 122.8 °C - 123.5 °C, dette gir et intervall på 0.7 °C. Smeltepunktsintervallet til 9-fluorenon ble målt til 79.3 °C - 79.7 °C, dette gir et intervall på 0.4 °C.

5 Diskusjon

Smeltepunktet til 9-fluorenon er 83.5 °C, når smeltepunktet til produktet fra ekstraksjon av 9-fluorenon ble bestemt til å ligge under dette tyder det på forurensninger, sannsynligvis av dietyleter, vann og benzosyre. Det korte smeltepunktsintervallet tyder imidlertid på at det var lite forurensninger.

Smeltepunktet til benzosyre er 122 °C. Smeltepunktet til den ekstraherte benzosyren ble bestemt til et intervall rett over dette. Selv om forurensninger normalt fører til lavere smeltepunkt, kan de også føre til noe høyere smeltepunkt. Sannsynlige forurensninger er dietyleter, vann, natriumklorid og natriumkarbonat. Avvik fra smeltepunktet til ren benzosyre er lite, og smeltepunktsintervallet er kort, dette tyder på at det er lite forurensninger.

Utbytte av 9-fluorenon var relativt høyt. Det eneste leddet i prosessen med betydelig tap av produkt var filtreringen etter tørking med vannfri magnesiumsulfat. Her var det en del væske igjen i magnesiumsulfaten etter filtrering, i tillegg til synlig utkrystallisering på filterpapiret. Tapet i dette leddet kunne blitt mindre ved å skylle filterpapiret og magnesiumsulfaten med dietyleter.

Utbytte av benzosyre var relativt høyt. Under isoleringen av benzosyre var det flere trinn hvor produkt kunne tapes. Dersom for lite base ble tilsatt under den første ekstraksjonen, ville benzosyre blitt igjen i eterfasen, sammen med 9-fluorenon. Smeltepunktsanalysen tyder imidlertid på lite forurensninger i 9-fluorenon, altså har sannsynligvis ikke en betydelig mengde benzosyre blitt igjen i eterfasen. Dersom for lite syre ble tilsatt før ekstraksjon av benzosyre fra vannfasen ville benzosyren fortsatt vært vannløselig og ikke trukket over i eterfasen. Før ekstraksjonen ble pH i vannløsningen målt til å ligge under 2, altså gikk sannsynligvis minimalt med benzosyre tapt i dette leddet. Under filtreringen etter tørking med vannfri magnesiumsulfat ble sannsynligvis noe produkt igjen i filteret. Her ble filteret skylt med dietyleter etter filtreringen, det er sannsynligvis forklaringen på at utbytte av benzosyre var høyere enn utbytte av 9-fluorenon.

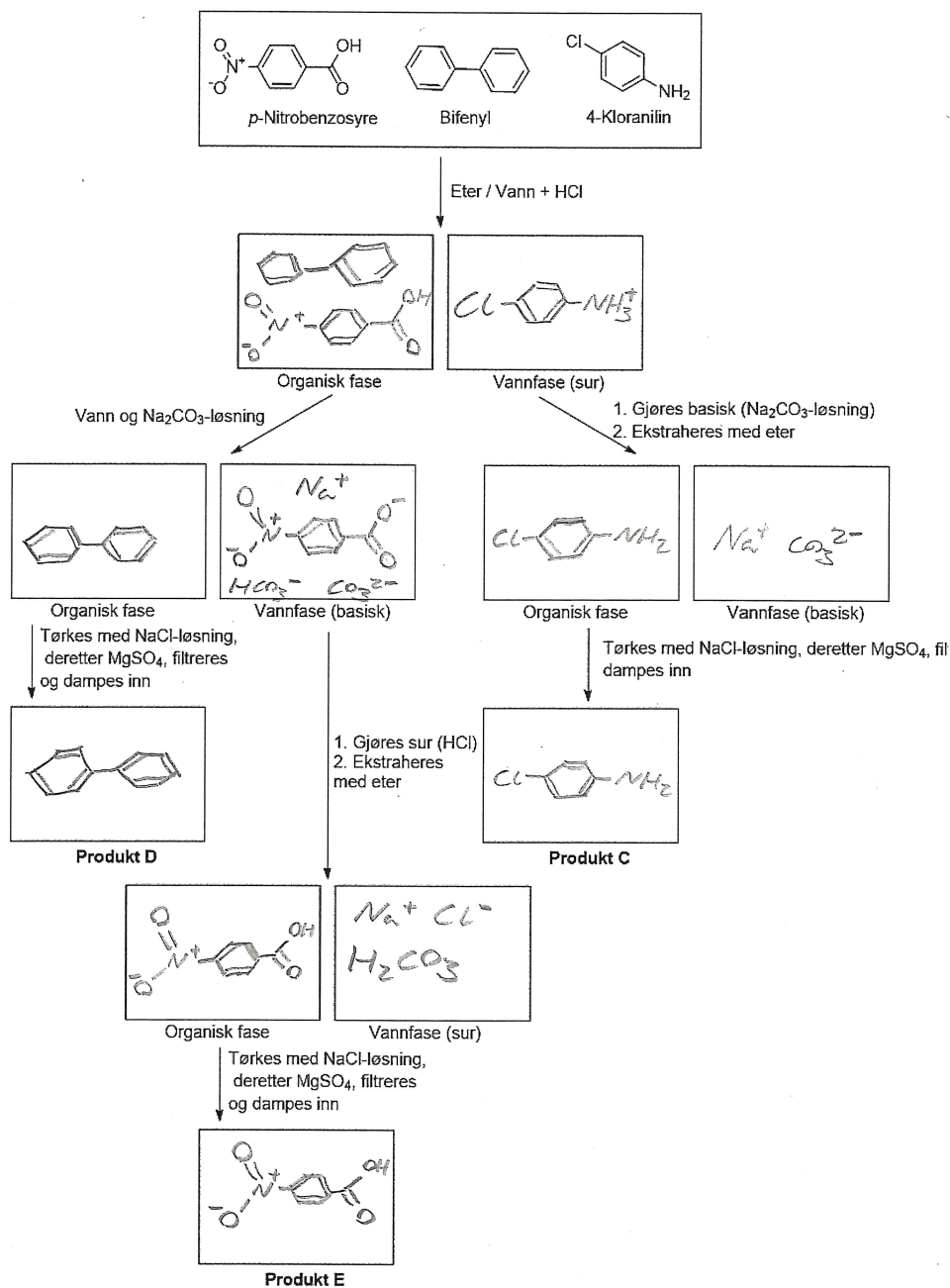
Trondheim, 19. juni 2019

Vegard G. Jervell

Referanser

- [1] L. Harwood, C. Moody, and J. Percy, *Experimental Organic Chemistry: Standard and Microscale*. Oxford: Wiley, 2nd ed., **1999**. s. 131-136

Vedlegg B



Figur 5.2: Flytskjema for separasjon av *p*-nitrobenzosyre, bifenyl og 4-kloralanin