

Eksperiment 3 - Ekstraksjon

Sammendrag

I dette eksperimentet ble en blanding av benzosyre og 9-fluorenon (vektforhold 1:1) separert ved væske-væske ekstraksjon. Hensikten var å isolere forbindelsene. Benzosyre ble isolert i 76% utbytte, og 9-fluorenon ble isolert i 89% utbytte. Smeltepunktanalyser viste at begge produktene var relativt rene.

1 Teori

1.1 Væske-væske ekstraksjon

Væske-væske ekstraksjon er en metode der en forbindelse trekkes ut av en væskefase og inn i en annen. De to væskefasene er som oftest en organisk løsning og en vandig løsning som ikke blander seg med hverandre. Ofte blir en slik ekstraksjon brukt for å separere to forbindelser fra hverandre ved å utnytte forskjellig løselighet i de to væskefasene man velger. Ekstraksjon er en god metode for å separere sure, basiske eller nøytrale forbindelser fra hverandre.^[1]

1.2 Fordelingskoeffisient

I ekstraksjonen utnyttes det at forbindelsene har ulik løselighet i de to væskefasene, og dermed ikke fordeles jevnt mellom de to væskefasene. Fordelingskoeffisienten er et forholdstall som kan brukes til å bestemme hvordan en forbindelse fordeler seg mellom de to væskefasene. Fordelingskoeffisienten er definert i likning (1.1).

$$K = \frac{\text{Konsentrasjon i organisk fase}}{\text{Konsentrasjon i vandig fase}} \quad (1.1)$$

En grov tilnærming til fordelingskvotienten kan finnes ved å se på løseligheten til forbindelsen i de ulike fasene, gitt ved likning (1.2).

$$K \approx \frac{\text{Løselighet i organisk fase}}{\text{Løselighet i vandig fase}} \quad (1.2)$$

Fra uttrykkene kan det vises at det lønner seg å ekstrahere i flere runder med mindre mengder løsemiddel, fremfor å ekstrahere en gang med en større mengde løsemiddel.^[1]

1.3 Syre-base ekstraksjon

Under en syre-base ekstraksjon benyttes syre-base egenskapene til forbindelsen for å endre på hvilken fase forbindelsen løser seg best i. Nøytrale organiske forbindelser løses best i upolar organisk fase, imens ioniske organiske forbindelser løses godt i vann.

Ved å dekomponere en sur organisk forbindelse i basisk løsning vil den bli vannløselig i motsetning til nøytrale og basiske forbindelser som ikke vil bli vannløselige. Dermed kan sure forbindelser separeres fra basiske og nøytrale ved å bruke vandig løsning. Tilsvarende blir en basisk forbindelse løselig i vann ved tilsats av sur løsning, slik at den basiske forbindelsen kan ekstraheres.^[1]

1.4 Tørkemidler

Et tørkemiddel brukes for å fjerne et løsemiddel fra en blanding. Det er viktig å velge et tørkemiddel som stabilt og inert med de andre komponentene i blandingen, og som har høy absorpsjonskapasitet for løsemiddelet det skal fjerne.^[1]

2 Fysikalske data

Tabell 2.1 viser relevante fysikalske data til forbindelser brukt i dette forsøket.

Tabell 2.1: Fysikalske data for aktuelle forbindelser^[2]

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

3 Eksperimentelt

3.1 Ekstraksjon

En blanding (vektforhold 1:1) av benzosyre og 9-fluorenon (1.08 g) ble løst i dietyler (50 ml). Den organiske fasen (dietylerfasen) ble ekstrahert tre ganger i en skilletrakt ved tilsats av vann (20 ml) og natriumkarbonat (10%, 5 ml). Etter siste ekstraksjon ble pH til vannfasen kontrollert for å se om den var basisk.

3.2 Isolasjon av 9-fluorenon

Den organiske fasen ble tørket ved tilsats og ekstraksjon av natriumklorid-løsning (mettet, 20 ml), og deretter tørket over vannfri magnesiumsulfat (3 skjeer). Blandingen ble filtrert, og den filtrerte løsningen ble dampet inn i rotavapor. Produktet ble veid, og det ble utført smeltepunktsanalyse med to paralleller.

3.3 Isolasjon av benzosyre

Vannfasen ble forsurt til pH mindre enn 2 ved tilsats av saltsyre (3 M). Vannfasen ble tilsatt dietyler (20 ml) og ekstrahert tre ganger. De tre dietylerfasene ble slått sammen. Dietylerfasen ble tørket ved tilsats og ekstraksjon av natriumklorid-løsning (mettet, 20 ml), og tørket over vannfri magnesiumsulfat (3 skjeer). Blandingen ble filtrert, og den filtrerte løsningen ble dampet inn i rotavapor. Produktet ble veid, og det ble utført smeltepunktsanalyse med to paralleller.

4 Resultater

4.1 Utbytte

Utveid masse av blandingen var 1.08 g, ettersom den var 1:1 i vektforhold, er teoretisk utbytte 0.54 g av både benzosyre og 9-fluorenon.

Tabell 4.1 viser massen av produktene etter separasjonen, samt utbytteprosent.

4.2 Smeltepunktsbestemmelse

Resultatene av smeltepunktsbestemmelsene for 9-fluorenon og benzosyre er gitt i tabell 4.2 og tabell 4.3.

Tabell 4.1: Mengde produkt og utbytteprosent etter separasjon av benzosyre og 9-fluorenon

Forbindelse	Masse [g]	Teoretisk masse [g]	Utbytte [%]
9-Fluorenon	0,48	0,54	89
Benzosyre	0,41	0,54	76

Tabell 4.2: Resultater smeltepunktsbestemmelse for 9-fluorenon

Parallell	Smeltepunkt [°C]	Lengde smeltepunktsintervall
1	83,5-85,0	1,5
2	83,4-85,1	1,7

Tabell 4.3: Resultater smeltepunktsbestemmelse for benzosyre

Parallell	Smeltepunkt [°C]	Lengde smeltepunktsintervall
1	121,9-124,1	2,2
2	122,3-124,2	1,9

5 Diskusjon

Utbyttet av 9-fluorenon var 89%, hvilket er relativt høyt for dette forsøket. Det var forventet at det ble noe tap ettersom en liten del av forbindelsen vil ha løst seg i vannfasen, selv om vann er et dårlig løsemiddel for 9-fluorenon.

Det kan også ha gått tapt 9-fluorenon under filtreringen av den organiske fasen etter tørkingen med magnesiumsulfat. Filterpapiret ble gulfarget, hvilket tyder på at noe 9-fluorenon felte ut på filterpapiret. For å få med mer av produktet videre, burde filterpapiret ha blitt skylt med dietyleter.

Smeltepunktsbestemmelsen for 9-fluorenon viste at smeltepunktet var litt høyt i forhold til litteraturverdien i tabell 2.1, hvilket kan skyldes forurensninger i produktet. Ettersom intervallet var kort, og det inneholdt litteraturverdien, var produktet relativt rent. Mulige forurensninger er benzosyre, natriumklorid, dietyleter og vann.

Utbyttet av benzosyre var på 76%, dette er relativt høyt, men lavere enn utbyttet av 9-fluorenon. Det lavere utbyttet kommer antakeligvis av de ekstra ekstraksjonene benzosyren gikk gjennom, samt større feilmargen under tilsats av syre og base.

I forsøket tilsettes natriumkarbonat for å gjøre løsningen basisk, slik at benzosyren deprotonerte og løste seg i vannfasen. Dersom det ikke ble tilsatt for lite natriumkarbonat til løsningen, vil mindre av benzosyren ha løst seg i vannfasen og en større del ha forblitt i den organiske fasen, slik at det ble mindre utbytte til slutt. Basert på smeltepunktsbestemmelsen til 9-fluorenon, skjedde dette i veldig liten grad ettersom sluttproduktet av 9-fluorenon var relativt rent.

Tilsvarende kan tilsats av for lite syre under forsuringen av vannfasen ha gjort at mindre benzosyre protonerte og løste seg i dietyleter under ekstraksjonen av vannfasen. Det var ikke synlige rester av benzosyre på filteret etter tørkingen med magnesiumkarbonat, men benzosyre er hvitt, og vanskeligere å se enn 9-fluorenon.

Smeltepunktsbestemmelsen av benzosyren gav et smeltepunkt som var litt høyere enn litteraturverdien, dette tyder på noe forurensing. Mulige forurensninger er 9-fluorenon, natriumklorid, vann og dietyleter. Lengden på smeltepunktsintervallet var liten, og tyder på liten grad av forurensing. Produktet var relativt rent.

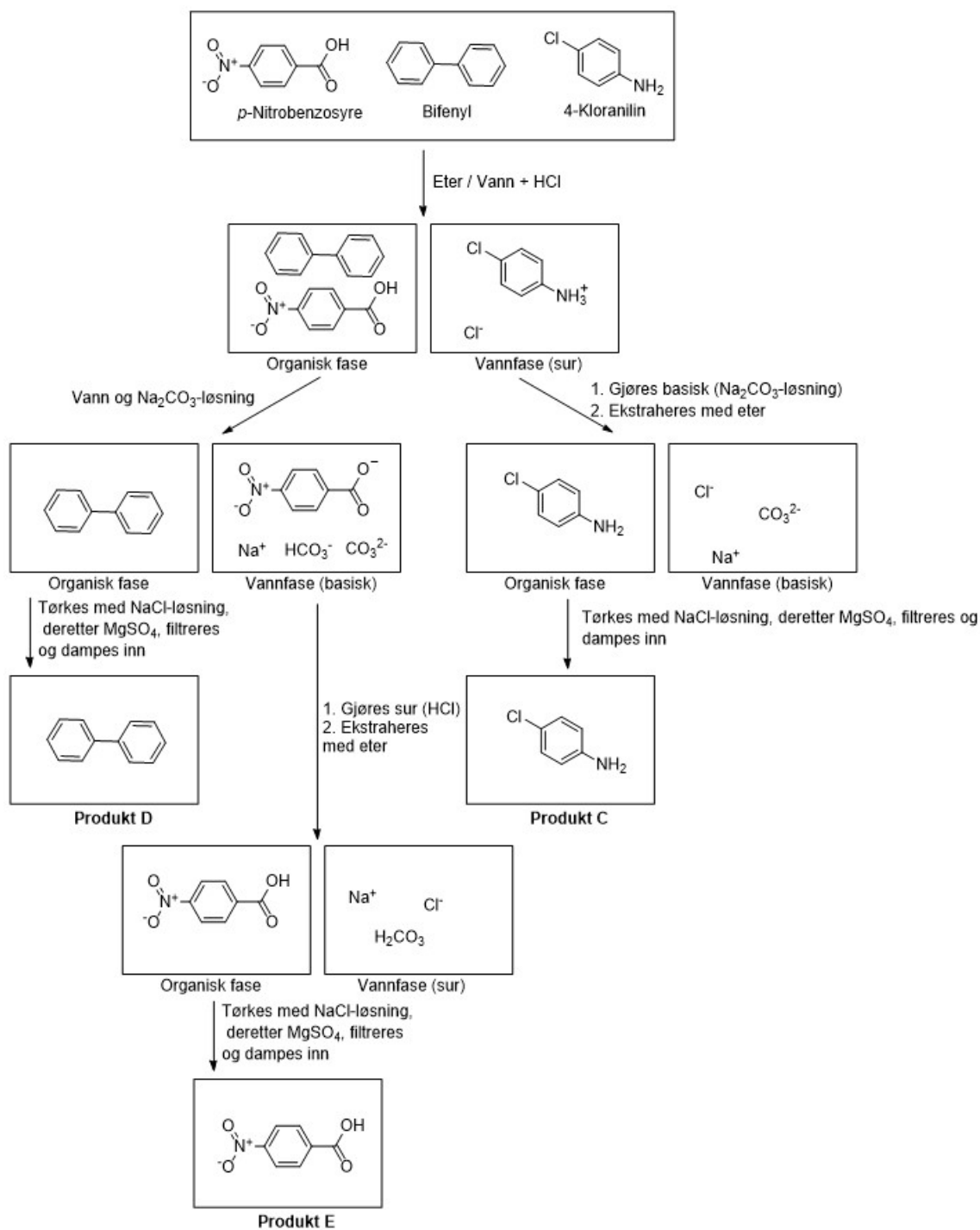
Trondheim, 24. september 2020

Erlend Sørli

Referanser

- [1] L.M. Harwood, C.J. Moody, and J.M. Percy. *Experimental Organic Chemistry: Standard and Microscale*. Wiley, 1999. s. 118-129.
- [2] Allan G. Blackman. *Aylward and Findlay's SI chemical data*. Wiley, 7th edition, 2014.

Vedlegg B - Flytskjema kontrollspørsmål 2



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