

Eksperiment 3 - Ekstraksjon

Sammendrag

I dette eksperimentet ble en blanding av 9-fluorenon og *p*-nitrobenzsyre separert ved væske-væske ekstraksjon. Hensikten var å isolere forbindelsene og bestemme det opprinnelige blandingsforholdet. 9-fluorenon ble isolert i 92,5% utbytte, og *p*-nitrobenzsyre ble isolert i 71,3% utbytte. Dette ga et blandingsforhold på 1,3:1. Smeltepunktsanalyser viste at begge produktene inneholder få ureneter.

1 Teori

1.1 Væske-væske ekstraksjon

Væske-væske ekstraksjon er en ekstraksjonsmetode som bygger på at stoffer har forskjellig løselighet i forskjellige løsemidler. Hvis en har to ublandelige løsemidler, ofte vann og en upolar organisk forbindelse, vil ved væskekontakt oppløst stoff fordele seg mellom de to fasene med et forhold avhengig av fordelingskoeffisienten. Fordelingskoeffisienten er forholdet mellom konsentrasjonen i hver av fasene med vannfasen som nevner av konvensjon^[1].

$$K = \frac{\text{konsentrasjon i organisk fase}}{\text{konsentrasjon i vannfase}} \approx \frac{\text{løselighet organisk fase}}{\text{løselighet i vannfase}} \quad (1.1)$$

Fra ligning 1.1 kan det vises at det å utføre flere ekstraksjoner med mindre løsemiddel gir høyere utbytte enn færre ekstraksjoner med samme totale mengde løsemiddel^[1].

Organiske syrer og baser (aminer) med store upolare grupper (ex. benzosyre) er i utangspunktet best løselig i upolare faser, men ved tilsats av henholdsvis base eller syre vil den organiske syren/basen protolyseres til saltet som er vannløselig og endrer løsningsforhold^[1].

Etter separasjon av organisk og vannfase vil noe vann være løst i den organiske fasen. Dette fjernes ved å vaske gjennom med en mettet løsning NaCl og tilsats av et tørkemiddel (ex. vannfri MgSO₄) som absorberer vann fra løsningen og filtreres av før det organiske løsemiddelet dampes av i f. eks. rotavapor^[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	84
<i>p</i> -nitrobenzsyre	241

3 Eksperimentelt

3.1 Ekstraksjon av 9-fluorenon

0,98 g av stoffblanding (9-fluorenon og *p*-nitrobenzosyre 1:1) ble veid ut og løst i ca. 75 mL dietyleter. Løsningen ble overført til skilletrakt og vasket 3 ganger med vann (20 mL) og Na₂CO₃ (10% 5 mL) og en gang med mettet NaCl (20 mL). De oppsamlede vannfasene ble tatt vare på til senere.

Den organiske fasen ble tørket over vannfri MgSO₄ (2-3 skjeer) i ca. 5 min på magnetrører. Løsningen filtreres over i en rundkolbe og dampes inn i rotavapor og produktet ble veid og smeltepunktsintervall bestemt.

3.2 Ekstraksjon av *p*-nitrobenzosyre

Vannfasen ble tilsatt HCl (3 M) til løsningen hadde pH < 2. Løsningen ble tilsatt dietyleter (20 mL) i skilletrakt og seperert. Dette ble repetert tre ganger totalt før den samlede organiske fasen ble vasket med konsentrert NaCl løsning som i 3.1.

Den organiske fasen ble tørket og dampet inn som i 3.1.

4 Resultater

Produktet fra 3.1 er 9-fluorenon og produktet fra 3.2 er *p*-nitrobenzosyre (Se Figur A.1). Resultat for utbytte og smeltepunktsanalyse er listet i tabell 4.1.

Tabell 4.1: Resultater for ekstraksjon og smeltepunktsanalyse

Forbindelse	Masse ekstrahert [g]	Utbytte	Smeltepunktsintervall [°C]
9-fluorenon	0,45	92,5 %	83,7 - 86,0
<i>p</i> -nitrobenzosyre	0,35	71,3 %	241,7 - 243,7

5 Diskusjon

Forskjellen i utbytte fra 92,5 % til 71,3 % skyldes mest sannsynlig at stoffet har vært gjennom to ekstraksjoner og at ikke alt stoffet gikk over i den organiske fasen i andre ekstraksjonen. Dette kan skyldes at ikke nok syre ble tilsatt og som følge ikke all *p*-nitrobenzosyre ble protonert og forblir i vannfasen (Tabell A.1). Det samme kan være tilfelle i den første ekstraksjonen om ikke nok base hadde blitt tilsatt og ikke all *p*-nitrobenzosyre ble deprotonert og forblir i organisk fase, som gjør at det blir som urenheter i 9-fluorenon. Smeltepunktsintervallene har en bredde på ca. 2 grader og ikke noe under litteraturverdiene (tabell 2.1) som indikerer noe, men få urenheter.

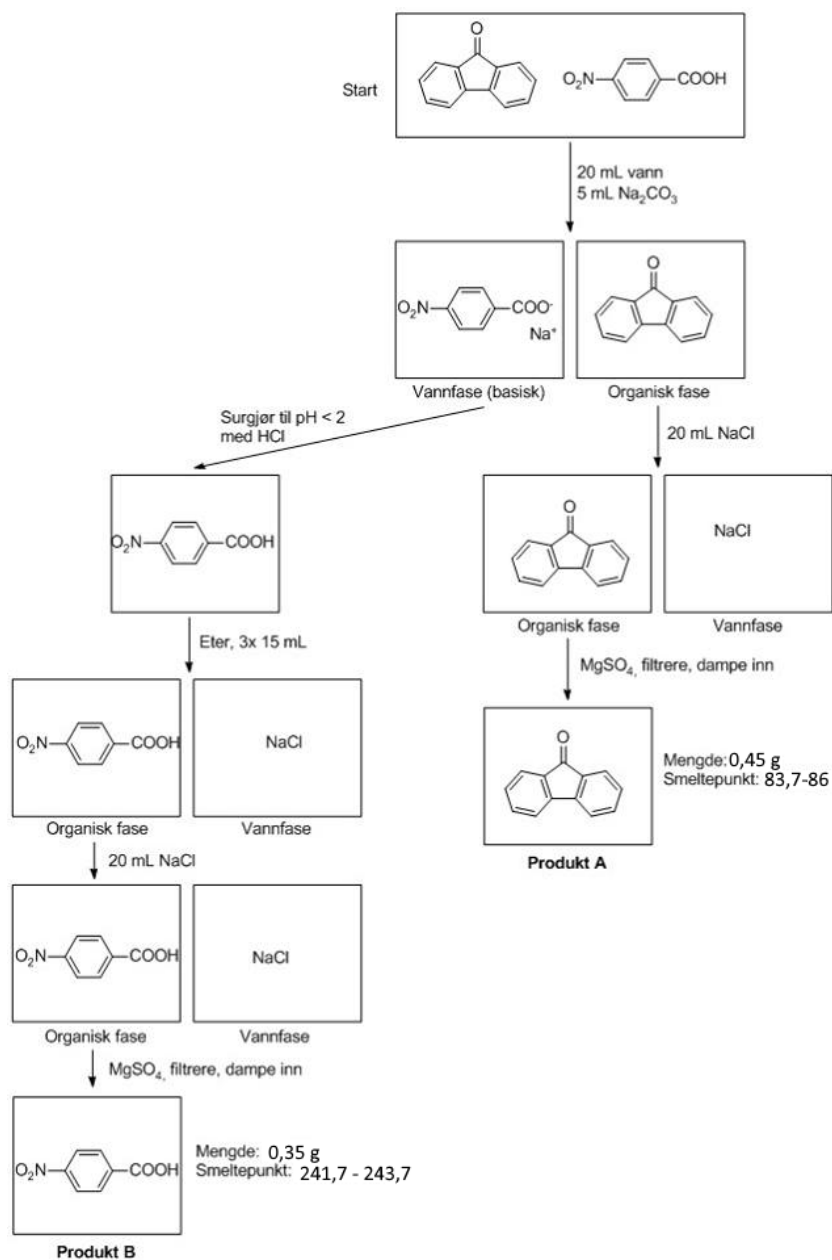
Trondheim, 19. februar 2018

Marcus Takvam Lexander

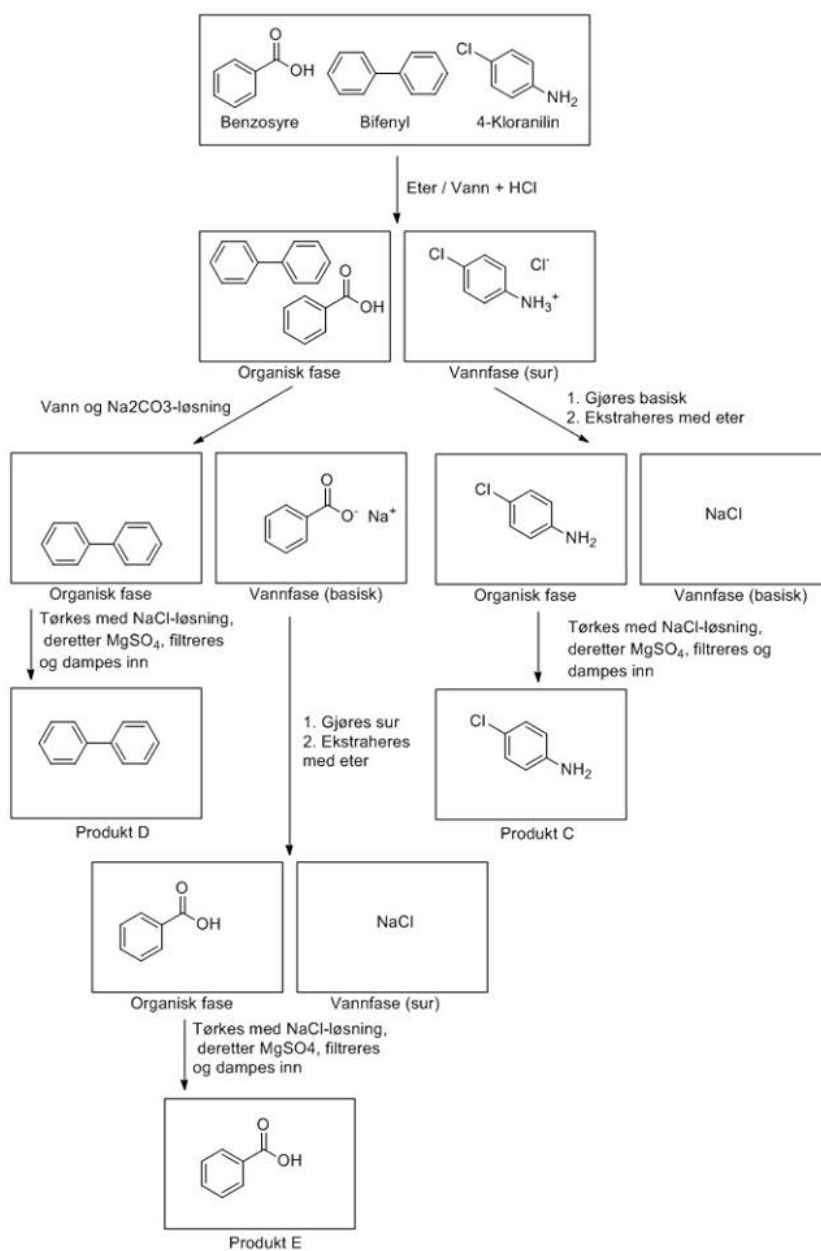
Referanser

- [1] L. Harwood, C. Moody, and J. Percy, *Experimental Organic Chemistry: Standard and Microscale*. Wiley, 1999. s. 131-136
- [2] W. Haynes, *CRC handbook of chemistry and physics*. Boca Raton: CRC Press, 95th ed., **2014**. Physical constants of organic compounds

Vedlegg A. Svar på kontrollspørsmål



Figur A.1: Flytskjema for utført ekstraksjon



Figur A.2: Flytskjema for kontrollspørsmål