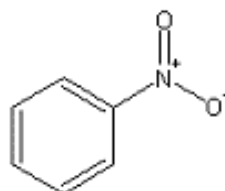


## SEPARAZIONE DELLA P-CLOROANILINA DAL NITROBENZENE (VIA ESTRATTIVA)

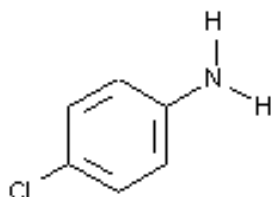
REAZIONI:

COMPOSTI INIZIALI:



nitrobenzene

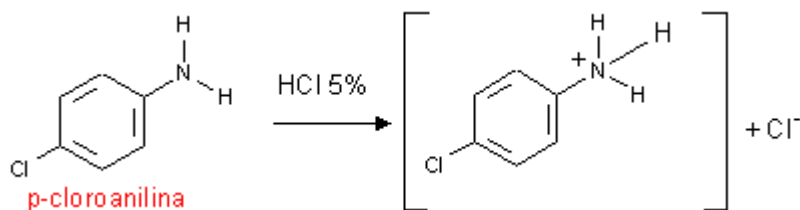
liq. altobollente ~ 210,9°C  
mm 123,11  
p.f. 5,7°C  
Indice di rifrazione 20°/D = 1,5562  
Densità 20°C/4 = 1,204 g/ml



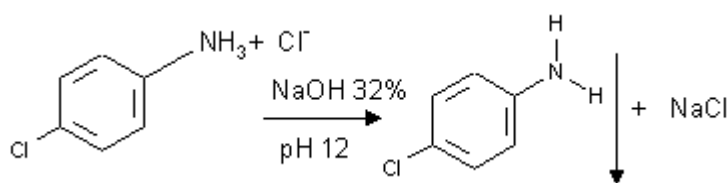
p-cloroanilina

solido bassofondente p.f 72,5 °C  
mm 127,57

SALIFICAZIONE:



PRECIPITAZIONE:



PROCEDIMENTO:

Si prelevano 13 ml di miscela formata da p-cloroanilina e nitrobenzene e si pongono in imbuto separatore con 100 ml di CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>. Alla soluzione formata si aggiungono 50 ml di HCl al 5% e si estrae la fase acquosa derivante dalla salificazione. La fase organica (CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>, nitrobenzene) che è più pesante sarà rimessa nell'estrattore e fatta reagire con altri 50 ml di HCl. Dopodiché si può procedere con ulteriori estrazioni a seconda della presenza di p-cloroanilina nella fase organica, utilizzando la TLC (Vedi procedimento TLC).

Al termine delle estrazioni avremo 2 fasi, la fase organica e la fase acquosa.

- **FASE ORGANICA:** Costituita da CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>, nitrobenzene, poca H<sub>2</sub>O, ioni Cl<sup>-</sup> e H<sup>+</sup>. Viene lavata in imbuto separatore con H<sub>2</sub>O per eliminare l'eventuale acido rimasto. Poi si aggiunge del Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anidro per disidratare la soluzione dalle tracce di H<sub>2</sub>O, l'aggiunta termina alla formazione di un conglomerato gelatinoso

sul fondo. A questo punto si filtra il  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  con filtro a pieghe o cotone lavando poi con cloruro di metilene. Si ottiene così una soluzione giallognola di nitrobenzene e  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  bassobollente che è facilmente eliminabile per evaporazione su rotavapor. Per un'ulteriore purificazione de nitrobenzene si opera sotto vuoto con un distillatore Vigreux.

- **FASE ACQUOSA:** Costituita da ioni p-cloroanilinio e ioni  $\text{Cl}^-$  e  $\text{H}_2\text{O}$  in grandi quantità. E' il prodotto leggero della estrazione, viene basificato con  $\text{NaOH}$  conc. fino a pH 12 ottenendo la precipitazione di p-cloroanilina (vedi reazione). Si filtra la soluzione su bukner e si lava il precipitato con  $\text{H}_2\text{O}$ . Sciogliere la p-cloroanilina nella minima quantità di mix  $\text{EtOH}/\text{H}_2\text{O}$  1:1 all'ebollizione. Infine cristallizzare a caldo.
- **PROCEDIMENTO TLC (Thin Layer Chromatography):**  
Si esegue una TLC esplorativa per ogni estrazione utilizzando come eluente una mix esano/ $\text{AcOEt}$  8:2.  
Si depositano ~ 10 ml di fase organica contro uno standard di mix iniziale diluita con  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ .

## CONSIDERAZIONI PRATICHE

L'esperimento consiste in una estrazione liq-liq usufruendo della tecnica cromatografica TLC. Una tecnica analitica che fornisce la possibilità di verificare il grado di avanzamento di una reazione.

In questa purificazione il nitrobenzene è meno polare della p-cloroanilina di conseguenza sarà meno trattenuto dalla fase stazionaria e correrà per primo sulla lastrina di silice. Il tempo totale della corsa è stabilito dal tipo di eluente usato e dalla lunghezza della lastrina. Si userà una mix 8:2 di esano/ $\text{AcOEt}$  .