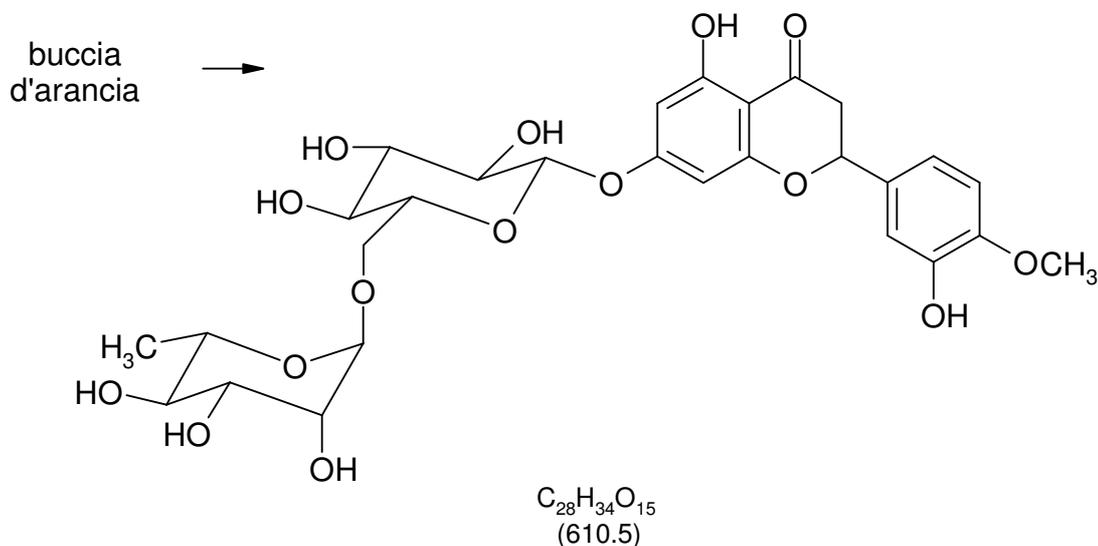


1023 Separazione dell'esperidina dalla buccia d'arancia



- **Classificazione**

Tipo di reazione e classi di sostanze

Separazione di composti da prodotti naturali;

Prodotto naturale;

Tecniche usate

Estrazione con estrattore Soxhlet, agitazione con ancoretta magnetica, riscaldamento sotto riflusso, filtrazione, concentrazione con evaporatore rotante, ricristallizzazione, bagno riscaldante ad olio;

- **Istruzioni (scala dell'esperimento: 20 g)**

Attrezzatura

Pallone da 250 mL, condensatore a riflusso, estrattore Soxhlet da 100 mL, filtro per estrazioni, lana di vetro, agitatore magnetico riscaldante con ancoretta magnetica, imbuto da vuoto Büchner, beuta da vuoto, essiccatore con essiccante, bagno ad olio;

Sostanze

buccia d'arancia	20 g
soluzione acquosa di acido acetico (6%)	circa 60 mL
etere di petrolio (pe 40-60 °C)	150 mL
metanolo (pe 65 °C)	150 mL
dimetilsolfossido (DMSO, pe 189 °C)	circa 20 mL
<i>i</i> -propanolo (pe 82,4 °C)	circa 10 mL

Reazione

Predisporre un pallone da 250 mL, dotarlo di ancoretta magnetica e versarvi 150 mL di etere di petrolio (40-60 °C). Posizionare sopra il recipiente un estrattore Soxhlet e riempirne il filtro con 20 g di buccia d'arancia (secca e macinata); coprire quindi il tutto con poca lana di vetro. Montare un condensatore a riflusso sopra l'estrattore e, mantenendo sotto costante agitazione, portare la miscela a riflusso (vivace) per 4 ore.

Una volta raffreddato il tutto a temperatura ambiente, eliminare l'etere di petrolio (cfr. sezione sulla Gestione dei rifiuti) e disporre il contenuto del filtro per estrazioni su un vetro d'orologio (il più ampio possibile), così da asciugare il solido e allontanare qualsiasi traccia di solvente.

Una volta asciutta, disporre nuovamente la buccia d'arancia in un filtro ed effettuare una seconda estrazione con 150 mL di metanolo secondo le modalità precedentemente indicate. Interrompere il processo solo una volta che il liquido in uscita dal filtro rimarrà trasparente (sono necessarie 1 o 2 ore).

Work up

Allontanare il solvente mediante evaporatore rotante fino ad ottenere un residuo piuttosto viscoso. Aggiungere quindi 50 mL di una soluzione al 6% di acido acetico: il solido che precipita è l'esperidina grezza. Filtrare il composto ottenuto su un imbuto da vuoto Büchner, lavarlo con la stessa soluzione di acido acetico precedentemente usata e seccarlo a 60 °C circa, fino a raggiungere un peso costante.

Resa di prodotto grezzo: 780 mg; punto di fusione: 236-238 °C;

Ricristallizzare il composto secondo le seguenti indicazioni: preparare una soluzione al 5% di prodotto grezzo in DMSO e scaldare il tutto a 60-80 °C, mantenendo sotto costante agitazione. Senza interrompere il mescolamento, aggiungere quindi molto lentamente un volume d'acqua uguale a quello di DMSO precedentemente impiegato: durante il raffreddamento, l'esperidina cristallizza. Filtrare il precipitato su un imbuto da vuoto Büchner e lavarlo prima con acqua tiepida, poi con *i*-propanolo; seccare quindi il solido puro in un essiccatore, fino a raggiungere un peso costante.

Resa: 450 mg; punto di fusione: 262 °C; aspetto: cristalli incolori;

Commenti

L'iniziale estrazione con etere di petrolio permette di allontanare gli oli eteri (terpeni) presenti nella buccia d'arancia.

Gestione dei rifiuti

Riciclo

L'etere di petrolio utilizzato nella prima estrazione viene evaporato, raccolto e distillato.

Il metanolo evaporato viene raccolto e distillato.

Suggerimenti per lo smaltimento dei rifiuti

Rifiuto/i	Smaltimento
Residuo proveniente dall'estratto di etere di petrolio (sciolto in poco acetone)	Solventi organici, non contenenti alogeni
Filtrato acido	Miscele acquose di solventi, non contenenti alogeni
Filtrato contenente DMSO, acqua e <i>i</i> -propanolo	Miscele acquose di solventi, non contenenti alogeni
Filtro per estrazione (con residuo)	Rifiuti solidi, non contenenti mercurio

Durata dell'esperimento

8-9 ore (delle quali almeno 4 di riscaldamento a riflusso), escluso il tempo necessario per seccare il prodotto.

Quando posso interrompere l'esperimento?

Prima di estrarre con metanolo;
Prima di ricristallizzare.

Grado di difficoltà

Facile

- **Caratterizzazione**

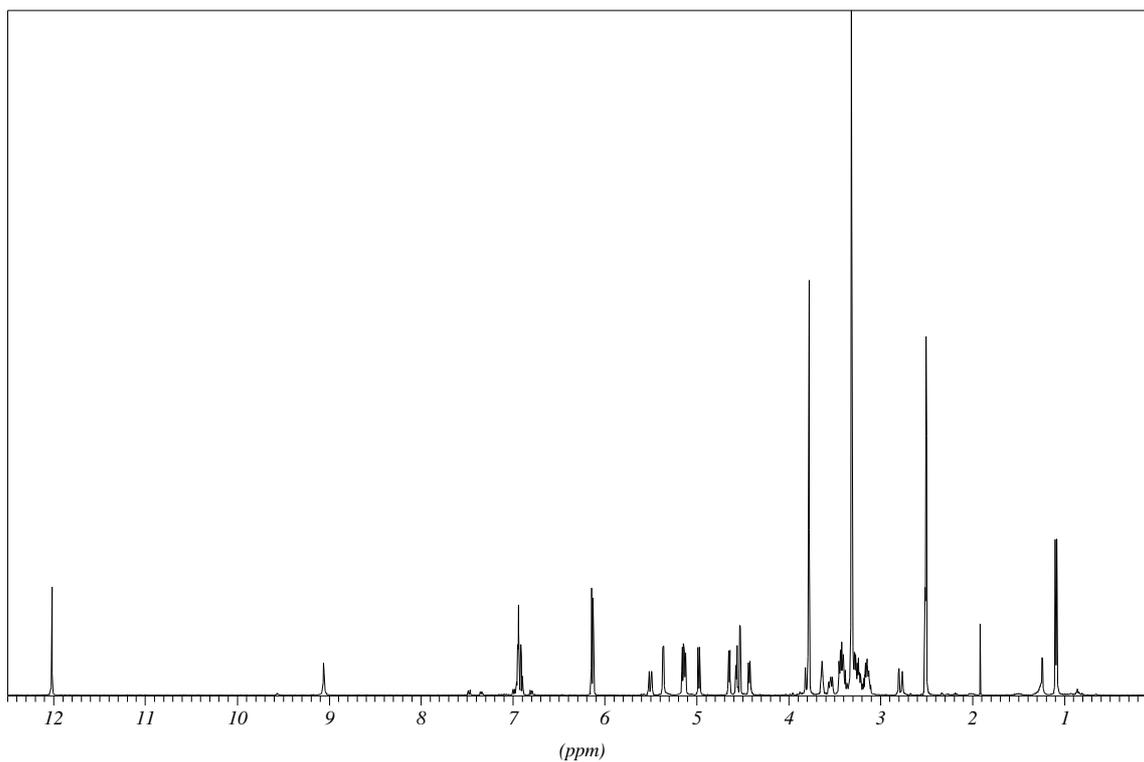
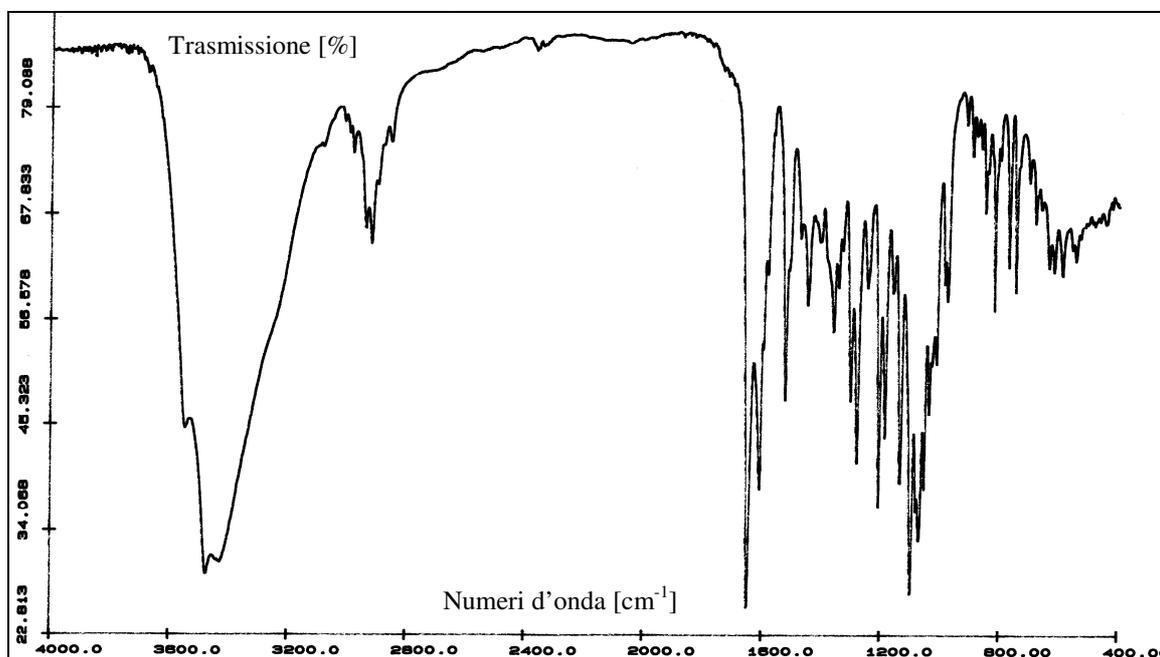
Monitoraggio della reazione tramite TLC

Condizioni TLC:

Adsorbente: Lastrina Merck TLC Alu plates silica gel 60 F₂₅₄; dimensioni: 5 x 10 cm;
Eluente: *n*-butanolo : acido acetico : acqua = 4 : 1 : 5
R_f (esperidina): 0,6

Spettro UV (metanolo)

λ_{\max} [nm]	log ϵ
204	5.34
284	5.71
328	6.42
222	5.58
228	5.60
352	6.68

Spettro ^1H NMR del prodotto puro (400 MHz, DMSO- D_6)**Spettro IR del prodotto puro (KBr)**

[cm^{-1}]	Assegnazione
3500	O-H stretching
3080-3010	C-H stretching, aromatico
2980-2865	C-H stretching, alcano
2850	C-H stretching, alcano (- OCH_3)
1650	C=O stretching