

24. Giuseppe PRUNER. — Uso dell'apparecchio estrattore Soxhlet per la preparazione di alcool assoluto.

Riassunto. — Viene descritto l'uso dell'apparecchio estrattore Soxhlet per la preparazione di alcool assoluto. Come mezzo disidratante viene usato l'ossido di calcio previamente calcinato, ottenendo una resa in alcool assoluto praticamente del 100%. Lo stesso apparecchio Soxhlet fornito come viene descritto con termometro, può pure servire vantaggiosamente per la distillazione semplice e frazionata.

Résumé. — On décrit l'emploi de l'appareil extracteur Soxhlet pour la préparation de l'alcool absolu.

Come moyen déshydratant on emploie l'oxide de calcium préalablement calciné, ce qui permet d'obtenir un rendement en alcool absolu pratiquement de 100%. Ce même appareil Soxhlet, muni de thermomètre ainsi qu'il est décrit, peut servir avantageusement pour la distillation simple ou fractionnée.

Summary. — A description is made of the manner in which Soxhlet extraction apparatus can be used for the preparation of absolute alcohol.

As dehydrating means, previously calcined calcium oxide is used, whereby the yield obtained of absolute alcohol amounts practically to 100%. The same Soxhlet apparatus, supplied with thermometer as described, can also be used advantageously for ordinary as well as for fractional distillation.

Zusammenfassung. — Es wird die Anwendung des Extraktionsapparates von Soxhlet zur Gewinnung von absolutem Alkohol beschrieben. Als Dehydratisierungsmittel wird gebranntes Calciumoxyd verwendet. Die Ausbeute des erhaltenen absoluten Alkohols beträgt praktisch 100%. Der mit Thermometer versehene Soxhletapparat findet bei der einfachen sowie fraktionierten Destillation vorteilhafte Anwendung.

Nella ricerca di un procedimento semplice, rapido e nel contempo economico, per la preparazione dell'alcool assoluto, ho trovato che il Soxhlet ⁽¹⁾, l'apparecchio estrattore più comune che non manca in nessun laboratorio, si presta assai bene a tale scopo.

I risultati soddisfacenti ottenuti fin dai primi esperimenti, mi hanno indotto alla presente breve nota.

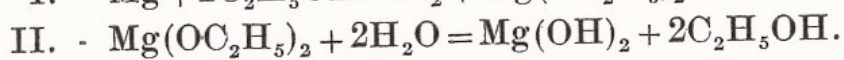
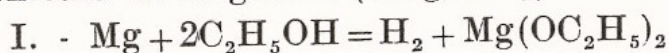
Prima di descrivere il procedimento, ritengo opportuno accennare ai più comuni metodi oggi in uso nei laboratori, che sono i seguenti:

(1) F. SOXHLET, Professore di Chimica Agraria nella scuola superiore di agricoltura, Monaco 1879 al 1913.

Disidratazione dell'alcool del commercio a 95° con ossido di calcio (g 200 circa per litro). Riscaldamento a b. m. in pallone fornito di refrigerante a ricadere per 3 ore, successiva distillazione e raccolta dell'alcool in collettore fornito di tubo a cloruro di calcio. Raccogliendo la frazione intermedia, si può ottenere con questo metodo un alcool a 99°-99,5°. Al posto dell'ossido di calcio si può anche usare l'ossido di bario, il sodio metallico o il solfato di rame anidro.

Partendo da alcool a 99°, si arriva ad una ulteriore disidratazione col metodo di Adickes ⁽²⁾, per mezzo di sodio in filamenti, con l'aggiunta del corrispondente estere etilico dell'acido formico.

Un altro metodo infine è quello suggerito da Lund e Bjerrum ⁽³⁾, con tornitura di magnesio (Grignard), che si basa sulle seguenti reazioni:



Da ricordare sono poi i vari apparecchi più o meno complicati che servono a tale scopo, per es. di Wurtz, Lebel-Henniger, Vigreux, ecc.

PARTE SPERIMENTALE

Per il primo esperimento ho usato un Soxhlet fornito di rubinetto di scarico alla base del cilindro di raccolta, che si trova comunemente in commercio, delle seguenti dimensioni: capacità del cilindro centrale di raccolta cm³ 60, del matraccio cm³ 300.

Per poter registrare la temperatura di distillazione dell'alcool, ho pensato di introdurre un termometro lungo e sottile, dall'alto nel cilindro centrale, attraverso il refrigerante a ricadere, in modo da porre il bulbo dello stesso in corrispondenza del tubo laterale che stabilisce la comunicazione tra il tubo di sostegno ed il cilindro.

Il termometro viene mantenuto in posizione, da un tappo di gomma fissato all'estremità superiore, avente un foro centrale, ed una fessura laterale, per l'uscita dell'aria durante il riscaldamento.

Un tubo di vetro, opportunamente foggato, mi servì per stabilire il collegamento tra il rubinetto di scarico ed il recipiente, destinato a raccogliere l'alcool assoluto, fornito di un tappo di gomma a due fori, uno attraversato dal tubo di connessione col Soxhlet e l'altro da un tubo di assorbimento, contenente del cloruro di calcio.

Posto il Soxhlet in un b. m., introdussi nel matraccio g 100 di ossido di calcio in pezzetti (previamente calcinato in muffola al calor rosso per 3 ore) e cm³ 200 di alcool del commercio a 95,82°. Dall'inizio della distillazione alla raccolta della prima frazione di alcool lasciai trascor-

⁽²⁾ Ber., 63, 2753 (1930).

⁽³⁾ Ber. 64, 210 (1931).

rere circa 2 ore. Nella seguente tabella si trovano segnati i vari quantitativi di alcool immesso successivamente nel matraccio (senza cambiare, si noti bene, l'ossido di calcio) e le rispettive frazioni in alcool ricavate, coi corrispondenti quantitativi di alcool al 100%. Si trova anche indicata la quantità di acqua aggiunta al termine della serie di distillazioni dell'alcool per recuperare l'alcool residuo trattenuto nel matraccio di ebollizione. Come si vede, il risultato della prima prova è stato soddisfacente, avendo ottenuto una resa praticamente del 100%, con la maggior parte in alcool praticamente assoluto. Una certa sorpresa ha destato l'alto grado dell'alcool di recupero, cioè 89,39°.

TABELLA I.

N.	A l c o o l i m m e s s o			A l c o o l o t t e n u t o		
	Quantità	Gradazione	Cont. in Alc. 100‰	Quantità	Gradazione	Cont. in Alc. 100‰
1	cm ³ 200	95,82°	191,64	160	99,86°	159,80
2	» 150	»	143,73	120	99,98°	120,—
3	» 100	»	95,82	100	99,98°	99,98
4	» 100	»	95,82	100	98,98°	99,98
-	H ₂ O » 100	—	—	55	89,39°	49,16
Tot. cm ³ 550			527,01	535		527,92

Per dare una certa spiegazione a questi buoni risultati, si potrebbe pensare ai ripetuti cicli di distillazione e riflusso subiti dall'alcool durante il riscaldamento e alla sua separazione netta dal vapore acqueo, durante il passaggio dal tubo laterale del Soxhlet che funge in certo modo da deflemmatore. Ciò verrebbe confermato dal rapido abbassamento della temperatura nell'interno del cilindro centrale, non appena la distillazione è ultimata.

Per la misura delle varie densità mi servii di una serie di densimetri, calcolando la percentuale in volume di alcool dalla tabella di O. Hehner.

In un secondo esperimento ho voluto adoperare un Soxhlet di dimensioni più grandi, cilindro centrale cm³ 250, matraccio cm³ 500. Per la disidratazione dell'alcool g 160 di ossido di calcio in polvere invece che in pezzetti. Per semplificare poi l'esperimento, ho voluto limitare l'aggiunta di alcool a due frazioni, invece che a quattro come nell'esperimento precedente.

Come si vede nella tabella II, i risultati sono stati pure buoni per le prime due frazioni, con una perdita di soli 6,37% sul totale dell'alcool impiegato, calcolato in alcool al 100%

TABELLA II.

N.	Alcool immesso			Alcool ottenuto		
	Quantità	Gradazione	Cont. in Alc. 100 ‰	Quantità	Gradazione	Cont. in Alc. 100 ‰
1	cm ³ 350	95,82	335,40	282	99,86°	281,60
2	» 300	«	287,50	246	99,98°	246,—
-	H ₂ O » 300	—	—	62	89,70°	55,60
Tot. cm ³ 650			622,90	590		583,20

Naturalmente l'alcool ottenuto con detto sistema non è da considerarsi del tutto esente dalle solite impurezze che accompagnano l'alcool puro a 95° preso dal commercio. Queste impurezze si possono eliminare con i procedimenti usuali, ed anche servendosi vantaggiosamente del Soxhlet stesso.

Infine ho trovato, che il Soxhlet fornito di termometro si presta pure assai bene per la distillazione semplice e frazionata, potendosi raccogliere con facilità, mediante il rubinetto di scarico, le varie frazioni di liquido. In ultimo ho adottato anche con molto vantaggio il Soxhlet per la preparazione di etere solforico privo di perossidi e per il recupero di solventi.

Roma. - Istituto Superiore di Sanità - Laboratorio di biologia. 7 febbraio 1949.