

ESPERIENZA 3 – Separazione TLC di fluorene e fluorenone

La cromatografia si definisce come la separazione di una miscela di due o più composti diversi (in certi casi ioni) per distribuzione tra due fasi, una delle quali è stazionaria mentre l'altra è in movimento. Sono possibili vari tipi di cromatografia classificabili in base alla natura delle due fasi utilizzate: solido-liquido (colonna strato sottile, carta), liquido-liquido e gas-liquido (in fase vapore).

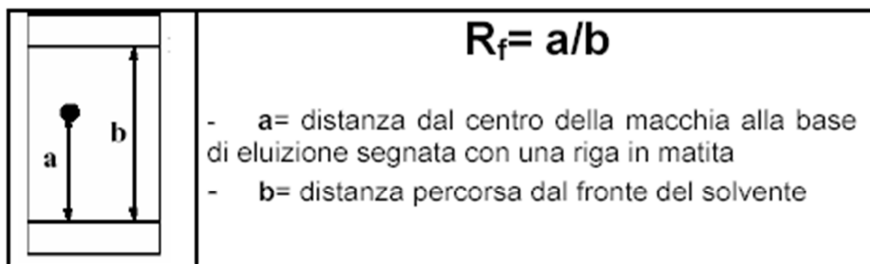
Tutte le tecniche cromatografiche operano essenzialmente con lo stesso principio dell'estrazione mediante solvente. In sostanza il risultato di questa operazione dipende dalla differenza di solubilità (o di assorbività) delle sostanze che devono essere separate nei confronti dell'una e dell'altra fase tra le quali esse vengono ripartite.

Tecniche cromatografiche vengono generalmente utilizzate sia per applicazioni analitiche come: (i) seguire il decorso della reazione, (ii) determinare l'identità e la purezza del prodotto, che per scopi preparativi per: separare miscele di più componenti. In laboratorio saranno utilizzate per scopi analitici due tecniche principali: la cromatografia su strato sottile (TLC, thin layer chromatography) e la gas cromatografia (GC) eventualmente abbinata alla massa (GC-MS). La prima è adatta a composti solidi o liquidi con punto di ebollizione relativamente elevato; la gas cromatografia, al contrario, è particolarmente indicata per composti volatili. La cromatografia su strato sottile (TLC) è il metodo più comunemente usato per a) determinare qualitativamente la purezza di un composto; b) identificare un prodotto noto in una miscela; c) seguire e verificare l'andamento di una reazione chimica. Saranno utilizzate lastre di gel di silice contenenti un indicatore fluorescente che permette la visualizzazione degli eluiti per esposizione della lastra sviluppata alla luce UV. Alternativamente gli eluiti possono essere rivelati trattando la lastra con un opportuno reattivo (iodio, 2,4-dinitrofenilidrazina, KMnO_4 , acido fosfomolibdico).

Procedura generale:

- in una provetta da saggio contenente circa 0.5 ml di eluente (o solvente volatile quale cloroformio o cloruro di metilene) introdurre 2 gocce di miscela di reazione, oppure 1 goccia, introdotta con un capillare, di composto liquido, oppure qualche cristallo di solido; preparare nello stesso modo i campioni contenenti i reagenti di riferimento
- sulla lastra di silice a circa 1-2 cm dal bordo si segna in matita una riga e alcuni punti con sigle di riconoscimento. In corrispondenza di questi punti si caricano le soluzioni di riferimento e quella relativa alla miscela da analizzare con un capillare facendo delle macchioline piccole.
- quando asciutta la lastra viene posta nella camera di eluizione contenente l'eluente (circa 10 ml). È necessario provare alcuni eluenti diversi (solventi puri o più comunemente miscele di solventi di diversa polarità, per esempio etere di petrolio/etere etilico, in diverse proporzioni) per poi scegliere l'eluente ottimale per la separazione dei componenti la miscela di reazione.
- Per capillarità il solvente sale sulla lastra eluendo il composto organico. La diversa interazione del composto organico con il solvente e con la fase stazionaria (silice) determinerà una diversa velocità di eluizione e una diversa posizione della macchia relativa al composto sulla lastra di silice, determinata misurando il valore di **R_f** che per una definita miscela di eluente, è specifico per ogni sostanza organica (**R_f** = distanza percorsa dall'eluuto/distanza percorsa dal fronte dell'eluente, *ratio to front*).

- Quando il fronte del solvente ha raggiunto $\frac{3}{4}$ della lastrina, la TLC può essere tolta dalla camera, il fronte del solvente viene segnato con una riga a matita e la TLC viene asciugata.
- le macchie sono generalmente visualizzate sotto la lampada UV (ricordarsi di indossare gli occhiali di protezione) e segnate in matita. Sul quaderno di laboratorio devono essere riportate le condizioni di eluizione (composizione della miscela di eluenti in percentuale) e il valore di **R_f** dei vari componenti caricati sulla lastrina.

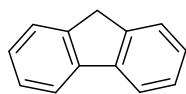


In questa esperienza si deve trovare l'eluente migliore per separare FLUORENE da FLUORENONE.

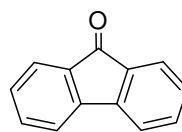
In due provette da saggio mettere una punta di spatola, pochi cristalli, di ciascun composto e in una terza provetta un poco di entrambi per fare una miscela. Aggiungere poche gocce di cloruro di metilene per preparare la soluzione da caricare in lastrina.

Come eluenti provare con cloruro di metilene, etanolo, e miscele di etere di petrolio/acetato di etile ed etere di petrolio/cloroformio in diversi rapporti.

Disegnare nel quaderno le lastre come si presentano dopo eluizione, calcolare il valore di R_f e trovare l'eluente che separa più efficacemente i due composti.



FLUORENE



FLUORENONE