

Esperienza 2

Separazione su TLC di fluorene e 9-fluorenone

Scopo dell'esperienza

Applicare i principi di base della separazione cromatografica.

L'obiettivo specifico è testare diversi eluenti per l'analisi TLC di fluorene e 9-fluorenone e individuare l'eluente che fornisce una separazione ottimale tra i due.

Minime note di sicurezza:

Indossare sempre gli occhiali.

Disporre i solventi secondo la distinzione alogenati/non alogenati. Ciò che conta è il solvente, non il composto sciolto in esso. Nei lavandini deve scorrere solo acqua pulita!

Disporre le lastrine usate negli appositi bidoni, evitando di spezzettare ulteriormente la silice (è irritante).

La luce della lampada UV è dannosa. Usare i guanti e puntare la lampada solo verso il bancone, mettendo sotto la lastrina.

La soluzione di permanganato è estremamente ossidante, chiedere l'assistenza di un istruttore prima di usarla.

Prima di iniziare l'esperienza, annotare nel quaderno di laboratorio le frasi H e P relative alle nuove sostanze che verranno usate. Trattare i composti incogniti 1 e 2 come composti irritanti.

Minima introduzione

Fare riferimento anche alla scheda dell'esperienza 1.

In questo caso si vuole osservare anche il fluorene, che non è colorato. Per poter osservare anche composti non colorati, le lastrine TLC includono già in partenza una molecola fluorescente, che emette alla lampada UV. In corrispondenza della macchia la luminescenza è soppressa e la lastrina appare scura.

Se un composto non è UV-attivo non si riesce a visualizzare alla lampada. Per aggirare questa difficoltà, una possibilità è sfruttare la sua reattività, ad esempio, se contiene gruppi OH si può ossidare con una miscela di permanganato. In quel caso la lastrina viene immersa in una soluzione di permanganato e poi scaldata leggermente per favorire l'ossidazione. La lastrina rimane viola (permanganato non reagito) mentre la macchia si ingiallisce.

Materiali e reagenti

- Lastre di silice per TLC
- Piccolo vial (o provetta da saggio)
- Capillari per TLC (o pipette Pasteur)
- Camera di eluizione (o barattolo)
- Cilindro graduato
- Becker
- Lampade UV
- Miscela di permanganato

- Fluorene
- 9-fluorenone
- Incognito 1
- Incognito 2

- Metanolo
- Acetone
- Diclorometano
- Acetato di Etile
- Etere di petrolio

(varie: matita, spatola, righello)

Procedura:

- 1) Sciogliendo una punta di spatola di composto in qualche mL di diclorometano preparare: (1) soluzione di fluorene; (2) soluzione di 9-fluorenone;
- 2) Facendo tesoro delle informazioni ricavate dall'esperienza 1, individuare l'eluente migliore per separare i due composti in modo ottimale (indicativamente R_f superiori a 0.2, inferiori a 0.8 e con la massima differenza tra i due R_f); almeno sulle prime lastre depositare le soluzioni e una terza macchia ottenuta depositando una sopra l'altra le soluzioni (1) e (2);
- 3) Osservare le lastre sotto alla lampada UV e segnare con la matita le macchie osservate.

Nel quaderno di laboratorio disegnare ogni lastrina sviluppata e calcolare gli R_f di ogni macchia. Disegnare il grafico R_f vs polarità dell'eluente, secondo le indicazioni date a lezione.

Esperimento bonus, da fare solo se avanza tempo.

Sviluppare una lastrina TLC con incognito 1 e incognito 2, sciogliendone una punta di spatola in diclorometano. Usare come eluente una miscela etere di petrolio/acetato di etile (indicativamente usare dal 50% in giù di acetato di etile). Usare la tecnica della macchia sovrapposta. Analizzare la lastrina all'UV. Analizzare la lastrina usando la miscela di permanganato.

Sapendo che i due composti sono benzeni *para*-sostituiti isomeri, con formula $C_6H_{10}O_2$ di struttura, proporre due formule di struttura compatibili con i dati TLC e giustificare la scelta.