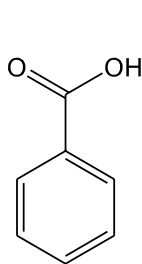


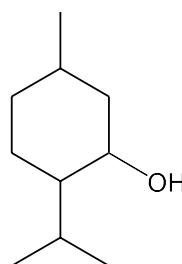
Esperienza**1**

Separazione acido-base. Cromatografia su strato sottile (TLC)

L'esperienza si propone di separare due composti mediante estrazione da solvente organico con fasi acquose acide e basiche. La separazione ed infine la purezza e l'identità dei composti verrà controllata mediante TLC e PF. I composti da separare sono:



acido
benzoico



mentolo

Materiali

- 50 mL di una soluzione dei due composti in acetato di etile
- HCl 6N
- NaOH 3N
- imbuto separatore da 250 mL
- beute, palloni, imbuti normali, cilindri graduati
- materiale per filtrazione sotto vuoto (imbuto di buchner, beuta da vuoto, carta da filtro)
- materiale per analisi TLC (lastrine, capillari, camera di eluizione, eluenti)
- cartine al tornasole

Procedura

Analisi TLC preliminare.

Per individuare la presenza dei due composti nella miscela iniziale porre in una provetta una piccola quantità della miscela e diluirla con un volume circa doppio di acetato di etile. Preparare ciascuna una lastra TLC caricando la soluzione. Eluire la lastra con CH_2Cl_2 .

Analizzare la lastra TLC mediante l'uso della lampada UV e dopo aver segnato in matita le macchie presenti trattarla con soluzione di permanganato di potassio. Riportare sul quaderno il disegno delle lastre, i valori di RF dei diversi composti e il loro comportamento con i diversi eluenti e con i diversi metodi di sviluppo.

Separazione.

Prelevare circa 50 mL di una soluzione di acido benzoico e mentolo in acetato di etile e trasferirli in un imbuto separatore da 250 mL. Estrarre la fase organica con una porzione da 25 mL di una soluzione di NaOH 3 N (**Nota:** ricordarsi di sfiatare l'imbuto separatore durante l'operazione): *quale dei due composti viene estratto e perché?* Controllare mediante TLC che tutto il composto in questione sia stato estratto. Quando l'estrazione è completa riunire le soluzioni basiche in una beuta di dimensioni opportune.

Dalle due soluzioni ottenute [**a**] basica e [**b**] organica] si devono ora ottenere i due composti separati procedendo nel seguente modo:

soluzione organica (b): Versare la fase organica in una beuta e anidrificarla con Na₂SO₄ (ca. 2 cucchiaini da tè). Far agire l'anidrificante agitando la beuta, quindi filtrare, utilizzando un imbuto normale ed un filtro a pieghe, direttamente in un pallone da 100 mL (cono 26) precedentemente pesato (tara). Lavare il filtrato con alcuni ml di solvente. Allontanare il solvente con l'evaporatore rotante; *da cosa è costituito il residuo che rimane nel pallone?* Pesare il prodotto ottenuto.

soluzione basica (a): raffreddare la beuta contenente la fase acquosa basica in una bagno di acqua e ghiaccio. Calcolare la quantità di HCl 6N necessaria per acidificare la soluzione ed aggiungerla in porzioni da 3-5 mL e sotto agitazione alla soluzione basica. Controllare che la miscela finale abbia pH acido: *come?* Si forma un precipitato: *da che cosa è costituito e perché si separa dalla soluzione? che variazione è avvenuta in seguito all'acidificazione?* Filtrare il precipitato su Buchner sotto vuoto e lavarlo, sempre su buchner, con 3-5 mL di acqua fredda. Lasciare quindi asciugare il composto e pesarlo. Infine ricristallizzarlo da acqua con la tecnica caldo-freddo (ca. 5-8 mL di acqua). Filtrare il cristallizzato su buchner sotto vuoto, lavare con poca acqua fredda e, dopo aver lasciato asciugare il solido, determinarne il punto di fusione ed il peso.

Eeguire un controllo TLC finale dei 2 composti separati caricandoli sulla stessa lastrina. *E' avvenuta la separazione? Da cosa lo si capisce?*