

CORSO DI LAUREA IN SCIENZE BIOLOGICHE

Chimica Organica- Laboratorio

Esercitazione n°2

VALUTAZIONE DELLA RESA E DELLA EFFICIENZA DI SEPARAZIONE DI CUMARINA E ACIDO BENZOICO

Scopo dell'esperienza:

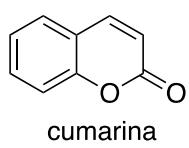
1. Determinare la resa della separazione di cumarina e acido benzoico, precedentemente effettuata mediante estrazione liquido-liquido.
2. Valutare l'efficienza di separazione mediante cromatografia su strato sottile.

TEORIA

Determinazione della resa del processo di estrazione e dell'efficienza di separazione

A seguito della separazione di una miscela di due sostanze mediante **estrazione liquido-liquido**, è importante determinare la resa del processo di separazione. In effetti, nel corso del processo in questione, ci sono diversi fattori che possono determinare una perdita del materiale iniziale. Ricordiamo che la distribuzione delle molecole tra le due fasi dipende dal coefficiente di distribuzione o di ripartizione e che in genere, per ottenere una buona separazione dei due componenti della miscela è necessario effettuare più estrazioni sequenziali. Inoltre, bisogna sempre prendere in considerazione la possibilità di incorrere in errori sperimentali. Nel calcolare la resa, determineremo quindi la quantità di acido benzoico e cumarina che è stato possibile ottenere nelle due frazioni raccolte.

Valuteremo inoltre l'efficienza della separazione andando a verificare l'effettiva separazione dei due composti nelle due frazioni, utilizzando la cromatografia su strato sottile



cumarina



acido benzoico

MATERIALE OCCORRENTE	
Da prelevare dal cassetto del laboratorio:	
1 camera cromatografica	Occhiali di protezione UV
1 cilindro graduato da 10 mL	1 cilindro graduato da 50 mL
Presente sotto cappa	
Lastre cromatografiche di gel di silice	Capillari per cromatografia
Cumarina (ottenuta da separazione L/L)	Acido benzoico (ottenuto da separazione L/L)
Da prelevare nel corso dell'esperienza su indicazione del docente:	
Diclorometano	Acido acetico
Acetone	Esano
Miscela di cumarina e acido benzoico	
A carico dello studente:	
1 matita	1 righello

STRUMENTI ED APPARECCHI UTILIZZATI

Bilancia analitica; Lampada UV.

NORME DI SICUREZZA

Le norme di sicurezza saranno illustrate a lezione dal docente. Le schede di sicurezza sono riportate in appendice. Per qualsiasi dubbio sarà necessario rivolgersi al docente o ai tutor.

ESECUZIONE

A) Calcolo della resa

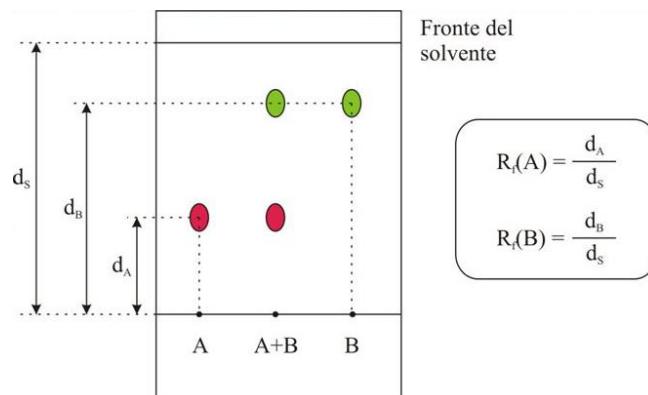
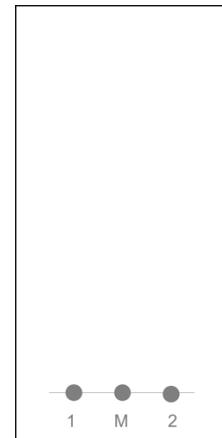
Sotto cappa troverete le beute contenenti il risultato della prima esperienza di laboratorio.

- Osservare bene il contenuto e appuntare eventuali osservazioni sul quaderno di laboratorio.
- Procedere alla determinazione del peso lordo. Utilizzando il valore della tara ottenuto precedentemente, calcolare il peso netto.
- Utilizzare il valore ottenuto, sia per la beuta che dovrebbe contenere la cumarina, sia per quella che dovrebbe contenere l'acido benzoico, per calcolare la resa percentuale dell'estrazione. Utilizzare la seguente formula:

$$\text{Resa percentuale} = \frac{\text{resa sperimentale}}{\text{resa teorica}} \times 100$$

B) Analisi dell'efficienza di separazione mediante TLC

- Solubilizzare il contenuto di ciascuna beuta in un volume di diclorometano tale da avere una concentrazione della soluzione ottenuta di *circa* 5 mg/mL.
- Preparare 10 mL del sistema eluente acetone/esano 10% (gruppi 1, 5, 8, 12, 16) oppure 15% (gruppi 2, 6, 7, 10, 13) oppure 20% (gruppi 4, 9, 11, 15) utilizzando un cilindro da 10 mL e aggiungendo i volumi appropriati dei due solventi. Aggiungere 3 gocce di acido acetico a ciascuna soluzione.
- Versare il sistema eluente in una camera chromatografica. Dopo averla chiusa accuratamente, lasciare che essa si ambienti.
- Intanto, preparare la lastrina chromatografica. Sulla lastra va innanzitutto tracciata **finemente** una riga a matita a circa 1,0 cm dall'estremità inferiore (e dai lati) e poi segnati tre punti equidistanti tra loro (che corrisponderanno ai punti in cui si applicheranno i campioni). Sul punto centrale, va applicata la soluzione della miscela con l'ausilio di un capillare per chromatografia. Ai lati applicherete le due soluzioni precedentemente preparate a partire dai vostri campioni. Siglare i punti.
- Porre in eluizione la lastra.
- Quando la fase mobile avrà raggiunto una distanza di circa 1.0 cm dal bordo superiore della lastra estrarre, asciugare ed esaminare in luce UV: cerchiare a matita le macchie osservate e calcolare i valori di R_f dei vari componenti. NB: nell'osservare la lastra alla luce UV, sarà necessario indossare gli opportuni occhiali di protezione.



- Confrontare il profilo cromatografico ottenuto con quello ottenuto dai due gruppi vicini che hanno preparato una diversa soluzione eluente. In particolare, confrontare i valori di Rf. Inoltre, confrontare il risultato di questa separazione cromatografica con quello ottenuto nell'esperienza precedente.

ASPETTI DA DISCUTERE NELLA RELAZIONE:

- Considerazioni sull'aspetto dei campioni ottenuti a seguito dell'evaporazione del solvente.
- Considerazioni sulla resa ottenuta: di quanto si discosta la resa reale da quella attesa? Quali possono essere i fattori che hanno determinato il risultato osservato?
- Considerazioni sull'efficienza di separazione: osservando i profili cromatografici ottenuti, cosa possiamo affermare? Siete riusciti a separare i due composti? Nel caso in cui la risposta alla domanda precedente fosse negativa, riuscite ad individuare (anche sulla base degli appunti e della relazione dell'esperienza precedente) la causa?
- Considerazioni sulle condizioni cromatografiche: in che modo i valori di Rf sono influenzati dalla polarità della fase mobile utilizzata? Valutare quale tra i sistemi eluenti utilizzati è quello migliore per l'analisi in TLC su gel di silice di acido benzoico e cumarina.

Appendice: Schede di sicurezza

ACETONE- Elementi dell'etichetta*

Pittogramma	
Avvertenza	Pericolo
Indicazioni di pericolo	H225 Liquido e vapori facilmente infiammabili. H319 Provoca grave irritazione oculare. H336 Può provocare sonnolenza o vertigini.
Consigli di prudenza	P210 Tenere lontano da fonti di calore/scintille/fiamme libere/superfici riscaldate. - Non fumare. P305 + P351 + P338 IN CASO DI CONTATTO CON GLI OCCHI: sciacquare accuratamente per parecchi minuti. Togliere le eventuali lenti a contatto se è agevole farlo. Continuare a sciacquare
Descrizioni supplementari del rischio	EUH066 L'esposizione ripetuta può provocare secchezza o screpolature della pelle.

*Etichettatura secondo il Regolamento (CE) n. 1272/2008

ESANO - Elementi dell'etichetta*

Pittogramma	
Avvertenza	Pericolo
Indicazioni di pericolo	H225 Liquido e vapori facilmente infiammabili. H304 Può essere letale in caso di ingestione e di penetrazione nelle vie respiratorie. H315 Provoca irritazione cutanea. H336 Può provocare sonnolenza o vertigini. H361f Sospettato di nuocere alla fertilità. H373 Può provocare danni agli organi in caso di esposizione prolungata o ripetuta. H411 Tossico per gli organismi acquatici con effetti di lunga durata.
Consigli di prudenza	P201 Procurarsi istruzioni specifiche prima dell'uso. P210 Tenere lontano da fonti di calore, superfici riscaldate, scintille, fiamme e altre fonti di innesco. Vietato fumare. P273 Non disperdere nell'ambiente. P301 + P310 in caso di ingestione: contattare immediatamente un centro antiveneni o un medico P308 + P313 in caso di esposizione o di possibile esposizione, consultare un medico. P331 NON provocare il vomito.
Descrizioni supplementari del rischio	nessuna

*Etichettatura secondo il Regolamento (CE) n. 1272/2008

CUMARINA - Elementi dell'etichetta*

Pittogramma	
Avvertenza	Pericolo
Indicazioni di pericolo	H301 Tossico se ingerito.
Consigli di prudenza	P301 + P310 in caso di ingestione: contattare immediatamente un centro antivegni o un medico
Descrizioni supplementari del rischio	nessuna

*Etichettatura secondo il Regolamento (CE) n. 1272/2008

ACIDO BENZOICO - Elementi dell'etichetta*

Pittogramma	
Avvertenza	Pericolo
Indicazioni di pericolo	H315 Provoca irritazione cutanea. H318 Provoca gravi lesioni oculari. H372 Provoca danni agli organi (Polmoni) in caso di esposizione prolungata o ripetuta se inalato.
Consigli di prudenza	P280 Proteggere gli occhi/ il viso. P305 + P351 + P338 + P310 IN CASO DI CONTATTO CON GLI OCCHI: sciacquare accuratamente per parecchi minuti. Togliere le eventuali lenti a contatto se è agevole farlo. Continuare a sciacquare. Contattare immediatamente un CENTRO ANTIVELENI o un medico. P314 In caso di malessere, consultare un medico.
Descrizioni supplementari del rischio	nessuna

*Etichettatura secondo il Regolamento (CE) n. 1272/2008