

# ESERCIZI – CROMATOGRAFIA SU STRATO SOTTILE

## A SPUNTI DI RIFLESSIONE

1. Quale analogia esiste fra l'esigenza di depositare macchie di diametro molto ridotto alla base dello strato e quella di iniettare piccole quantità di sostanza in una colonna cromatografica?

.....  
.....  
.....

2. In questi ultimi anni è sempre più raro preparare le lastre direttamente in laboratorio, sia per i costi contenuti delle lastre già pronte sia per una ragione connessa alle prestazioni del sistema. Quale?

.....  
.....  
.....

3. Definire il **mesh** e stabilire se è più fine una granulometria di 50 mesh o una di 120 mesh.

.....  
.....  
.....

4. Che cosa si intende per **fase chimicamente legata**?

.....  
.....  
.....

5. Che cos'è una **serie eluotropa**?

.....  
.....  
.....

6. Che cosa si intende per **attività** dell'allumina?

.....  
.....  
.....

7. Alcune sostanze, come i tensioattivi, hanno una grande tendenza a diffondersi sullo strato di gel di silice usato per separarli. Quali accorgimenti è opportuno adottare per minimizzare il fenomeno?

.....  
.....  
.....

8. Spiegare che cosa sono i fenomeni di **tailing** e **fronting**.

.....  
.....  
.....



**9.** Spiegare per quale motivo può essere preferibile deporre una sottile striscia di campione invece di una piccola macchia rotonda.

.....  
.....  
.....

**10.** Una cromatografia su strato può anche durare un'ora in più, ma consente anche 20 analisi alla volta; questo rappresenta un vantaggio rispetto alle tecniche di separazione su colonna?

.....  
.....  
.....

**11.** Descrivere i problemi che possono insorgere durante la rivelazione delle macchie in TLC e i diversi metodi escogitati per superarli, inclusi quelli più moderni.

.....  
.....  
.....

**12.** Esporre i principali criteri da seguire nella scelta della fase mobile e della fase stazionaria in TLC.

.....  
.....  
.....

**13.** Quali problemi possono insorgere usando un eluente a tre componenti per la separazione di miscele su strato?

.....  
.....  
.....

**14.** Elencare i vantaggi della cromatografia bidimensionale.

.....  
.....  
.....

**15.** La separazione di amminoacidi può essere eseguita con successo su carta, o meglio su strato sottile di cellulosa, usando come eluente 1-butanolo/acido acetico/acqua, 12+3+5 (V/V). Suggestire quali meccanismi intervengono nella separazione e valutare se il pH potrebbe influenzarne i risultati.

.....  
.....  
.....

## **B PROBLEMI NUMERICI**

**1.** Una miscela di 5 sostanze diverse è stata separata in TLC portando la corsa del solvente fino a 15 cm dalla linea di semina su una lastrina di 5 × 20 cm. Supponendo di avere depositato una macchia con un diametro di 2 mm, sapendo che la corsa dei componenti è stata di 10,2 (A); 8,3 (B); 5,1 (C); 4,7 (D) e 3,2 (D) cm e che le macchie hanno, rispettivamente, un diametro di: 6, 5, 4, 4 e 3 mm:

- calcolare i relativi  $R_f$
- disegnare il cromatogramma ottenuto
- valutare la risoluzione delle macchie, sia visivamente sia in termini matematici



d) valutare la **qualità del dosaggio** secondo la definizione di Kaiser:

$$Q_D = (b_1 - b_0)/(b_1 + b_0)$$

dove  $b_1$  è il diametro finale di ogni macchia •  $b_0$  il diametro iniziale (assumendo che fosse di 2 mm per tutte le macchie).

Da notare che  $Q_D$  tende a 1 per  $b_0$  che tende a 0, ossia quando la macchia deposta ha il minimo diametro possibile. [Fonte: S.J. Costanzo, «HPTLC», *J. Chem. Ed.*, 11 (nov. 1984)]

.....  
.....  
.....  
.....

**2.** In una separazione di acidi dicarbossilici su gel di silice, usando acetato d'etile e metanolo come eluenti, si sono ottenuti i seguenti risultati:

	<u><math>R_f</math> acetato di etile</u>	<u><math>R_f</math> metanolo</u>
C <sub>2</sub> (a. <u>ossalico</u> )	0,21	0,28
C <sub>3</sub> (a. <u>malonico</u> )	0,25	0,37
C <sub>4</sub> (a. <u>succinico</u> )	0,29	0,48
C <sub>5</sub> (a. <u>giutarico</u> )	0,32	0,53
C <sub>6</sub> (a. <u>adipico</u> )	0,37	0,6
C <sub>7</sub> (a. <u>pimelico</u> )	0,41	0,64

Sono state analizzate soluzioni standard contenenti 10 mg/mL di ogni acido in etanolo portando la corsa del solvente fino a 7-8 cm in circa 15 min (a 19 °C).

Trasferire su un grafico  $R_f$ /massa molare i dati ottenuti nell'esperimento e spiegare i diversi andamenti. [Fonte: V. Giuliano, J.P. Rieck, «Quantitative application of TLC in the analysis of organic compounds», *J. Chem. Ed.*, **64**, 7 (luglio 1987)]

.....  
.....  
.....  
.....

