

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

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

