

ESERCITAZIONE

CRISTALLIZZAZIONE DI UNA SOSTANZA NOTA

Riportare subito sul quaderno di laboratorio tutti i dati via via raccolti e le osservazioni

- PROVE DI SOLUBILITA' A FREDDO: ^{punto di partenza} 10 mg di sostanza in una provetta piccola, aggiunta del solvente prescelto goccia a goccia, utilizzando una pipetta graduata da 1 mL, fino a completa dissoluzione del prodotto. Le prove devono essere fatte con tre solventi diversi, apolare, mediamente polare, polare. Segnare le provette in modo da poter in seguito utilizzare le soluzioni per la T.L.C.
- Punto di fusione
- PROVE DI CRISTALLIZZAZIONE: ^{30 mg} 30 mg di prodotto in una provetta piccola. Aggiungere 0.5 mL^a del solvente scelto e verificare la solubilità a freddo e a caldo (scaldare in un bagno di H₂O o olio sotto cappa, tenendo una bacchetta di vetro nella provetta), se necessario aggiungere altro solvente in porzioni di 0.5 mL (fino ad un massimo di 2 mL totali). Quando il composto si è dissolto completamente a caldo, raffreddare la soluzione a temperatura ambiente o in bagno di ghiaccio e verificare la comparsa del precipitato.
- T.L.C. (usare la soluzione del solvente più volatile) ^{70 ml}
- CRISTALLIZZAZIONE In una beuta^b (o palloncino^b) con cono a smeriglio contenente un'ancorina magnetica^b e dotata di refrigerante a ricadere, si pesa la sostanza da purificare e si aggiunge una piccola porzione del solvente di ricristallizzazione. La sospensione viene portata a riflusso per riscaldamento con piastra riscaldante o bagno riscaldante. Si aggiunge ancora solvente, se necessario, dalla cima del refrigerante con una pipetta fino a completa dissoluzione del composto (registrare il volume totale di solvente utilizzato). Se rimane un corpo di fondo è necessario filtrare la soluzione calda con un imbuto scodato e filtro a pieghe. Se la soluzione è limpida non è necessario filtrarla. Si lascia tornare la soluzione a temperatura ambiente lentamente in un recipiente tappato. Si filtrano i cristalli in depressione su imbuto buckner e si seccano sotto aspirazione. La sostanza ricristallizzata viene quindi seccata fino a peso costante in essiccatore sotto vuoto ed in presenza dell'opportuno essiccante.
- registrare la resa di cristallizzazione
- fare un controllo T.L.C. in parallelo con la sostanza di partenza.
- Registrare il punto di fusione e lo spettro IR
- Interpretare gli spettri I.R. e ¹H NMR

Conservare il prodotto purificato, in una bottiglietta etichettata (nome cognome, nome prodotto, peso, pf), per l'esperienza successiva e riconsegnare la sostanza non utilizzata.

Liberare il banco ed il posto cappa rimettendo al loro posto: agitatore (quando la piastra è fredda), bagno ad olio/acqua, pinze, noci, anelli etc etc e ripulirli di tutto (capillari, pipette etc etc).

- a) Se la sostanza è molto solubile in tutti i solventi fare le prove di solubilità a freddo e a caldo su 50 mg di sostanza aggiungendo 1 goccia di solvente alla volta.
- b) Di adeguate dimensioni

ESERCITAZIONE

DISTILLAZIONE DI UNA SOSTANZA NOTA

Riportare subito sul quaderno di laboratorio tutti i dati via via raccolti e le osservazioni

- PROVE DI SOLUBILITA'

10 mg (o una goccia) di sostanza in una provetta piccola, aggiunta del solvente prescelto goccia a goccia, utilizzando una pipetta graduata da 1 mL, fino a completa dissoluzione della sostanza. Le prove devono essere fatte con tre solventi diversi, apolare, mediamente polare, polare. Segnare le provette in modo da poter in seguito utilizzare le soluzioni per la T.L.C.

- G.C. (della soluzione nel solvente più volatile o del liquido puro se il p. eb. della sostanza è $<150^{\circ}\text{C}$)
- T.L.C. (se non è troppo volatile, usare la soluzione del solvente più volatile, *non deporre la sostanza pura ma diluita*)
- DISTILLAZIONE

In un pallone^a munito di ancorina magnetica^a si aggiunge la sostanza (registrare il peso o il volume esatto) si monta l'apparecchio dotato di testa di distillazione semplice, termometro, refrigerante Liebig, ragno, palloncini^a o provette^a con cono (registrare il peso di ciascuno). Si distilla la sostanza scaldando il pallone di partenza con un bagno ad olio controllando la temperatura del bagno con un termometro. Si registra la temperatura di inizio distillazione (sia del bagno che dei vapori) e si raccoglie la prima frazione (testa) fino allo stabilizzarsi della temperatura dei vapori, si raccoglie quindi la seconda frazione (temperatura dei vapori stabile) registrando il valore della temperatura. All'aumentare della temperatura dei vapori si raccoglierà quindi una terza frazione (coda, registrare l'intervallo della temperatura). **Attenzione a non lasciare andare completamente a secco il residuo di distillazione.** Si determina il peso delle tre frazioni e si caratterizza la frazione centrale.

Nel caso delle distillazioni a pressione ridotta registrare anche il valore della pressione.

- registrare la resa della distillazione
- T.L.C. in parallelo con la sostanza di partenza (del distillato se non troppo volatile)
- G.C. del distillato
- Registrare ed interpretare lo spettro I.R.
- Interpretare lo spettro ^1H NMR

Conservare il prodotto purificato, in una bottiglietta etichettata (nome cognome, nome prodotto, peso, purezza gascromatografica), per l'esperienza successiva e riconsegnare la sostanza non utilizzata.

Liberare il banco ed il posto cappa rimettendo al loro posto: agitatore (quando la piastra è fredda), bagno ad olio/acqua, pinze, noci, anelli etc etc e ripulirli di tutto (capillari, pipette etc etc).

a) di adeguate dimensioni

ESERCITAZIONE

SEPARAZIONE DI UNA MISCELA DI DUE SOSTANZE

PER CROMATOGRAFIA SU COLONNA

Riportare subito sul quaderno di laboratorio tutti i dati via via raccolti e le osservazioni

- T.L.C. e scelta dell'eluente/eluenti in base all' R_f delle due sostanze.
- Verificare la solubilità a freddo della miscela nell'eluente.

• SEPARAZIONE

Utilizzare ca. 100 mg della miscela (registrare il peso esatto) e una colonna di 1 cm di diametro

Pesare 5-6 g di SiO_2 **Attenzione a non inalare la SiO_2 (indossare la mascherina) e a non lasciarla in giro!!! (se si versa: ripulire immediatamente con carta bagnata)**

Condizionare della colonna .

Deporre la miscela sciolta nell'eluente (usando la minima quantità possibile di eluente - < 0.5 mL) o come 'solido' (se è troppo poco solubile nell'eluente).

Eluire e raccogliere l'eluato in diverse frazioni.

- controllare la separazione via TLC depositando su ogni lastrina anche la miscela di partenza
- unire le frazioni contenenti lo stesso composto e concentrarle
- seccare, pesare i composti separati.
- punto di fusione di entrambi i prodotti (fare prima un pf approssimativo con l'apparecchio di Thiele e poi misurare il pf esatto con l'apparecchio elettronico o con il Thiele scaldando molto lentamente).

Riconsegnare la miscela non utilizzata.

Liberare il banco ed il posto cappa rimettendo al loro posto: colonna, provette (pulite), pinze, noci, etc etc e ripulirli di tutto (capillari, pipette etc etc).