

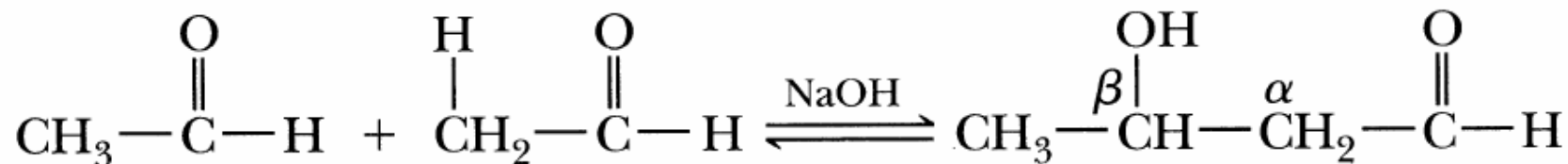
L'esercitazione consiste in due parti:

a) effettuare la reazione di condensazione

b) controllare il risultato via TLC

Maïne DelleGue

La reazione aldolica



Aldolo (β -idrossialdeide)

La reazione aldolica è data da aldeidi (o chetoni) che hanno idrogeni α (possono formare anioni enolato)

Carine Belle Gues

OSSERVAZIONI:

LA REAZIONE PROCEDE CON CATALISI BASICA E CONDUCE DIRETTAMENTE AL PRODOTTO DI DISIDRATAZIONE (FAVORITO DALLA CONIUGAZIONE ESTESA CON IL GRUPPO FENILICO)

SI FORMA LO STEREOISOMERO DEL DIBENZALACETONE PIU' STABILE.

Scheda della reazione

Benzaldeide* 3 mL

Acetone* 1 mL

Etanolo 95% 25 mL + q.b. per cristallizzare

NaOH 10%* 30 mL

Acido acetico 6% in etanolo* 5 mL x 2

*per maneggiare queste sostanze è necessario indossare gli opportuni dispositivi di protezione individuali (guanti e occhiali)

Maria Delle Gues

Procedura sperimentale

- La benzaldeide (**3 ml**) , l'acetone (**1 ml**) (**REAGENTI**) e l'etanolo (**25 ml**, **SOLVENTE**) sono posti in una beuta a temperatura ambiente.
- Si aggiunge la soluzione di NaOH 10% (**30 ml**) (**CATALIZZATORE**) sotto agitazione.

In breve tempo compare un precipitato abbondante giallo di dibenzalacetone.



Maria delle Gues

- Dopo circa mezz'ora si filtra il solido sotto vuoto su imbuto buchner.*
- Nell'imbuto si inserisce un disco di carta di opportune dimensioni umettato con un po' di solvente e si adatta alla beuta con il guko
- Si collega la beuta alla pompa da vuoto
- Si trasferisce la soluzione sul filtro dove il liquido è aspirato.



*per eseguire la filtrazione è necessario indossare gli opportuni dispositivi di protezione individuali (guanti e occhiali)

Maria Delle Gues

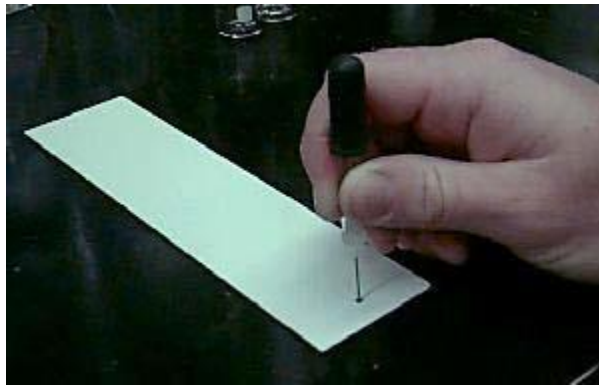
- Il solido viene lavato con acido acetico al 6% in etanolo freddo (2x 5 mL), mantenendo ogni volta il liquido di lavaggio sul filtro senza applicare il vuoto per circa 30s
- Si ricollega alla pompa da vuoto fino a secchezza dei cristalli
- Il lavaggio rimuove la benzaldeide non reagita e elimina tracce di NaOH



Maire Belle Guel

Cromatografia planare su gel di silice

L'esecuzione dell'analisi è molto semplice: il prodotto è disciolto in un solvente e la soluzione va depositata sulla superficie della lastra, posandone con un tubo capillare una goccia su un punto, segnato con una X (**A MATITA**) su una linea a ca. 1-1.5 cm dal bordo.



❖ **1 o 2 μl corrispondente a qualche gamma (10^{-6} g) di miscela**

Mauro Belle Gues

SVILUPPO DELLA LASTRA

Quindi la lastrina si inserisce in una vaschetta contenente la fase mobile che per capillarità (modalità *ascendente*) fluisce sulla fase fissa trascinando gli analiti e separandoli

La vaschetta va chiusa

Se le sostanze sono colorate si vedranno formare delle macchie colorate allineate al punto di partenza.



Mauro Delle Gues

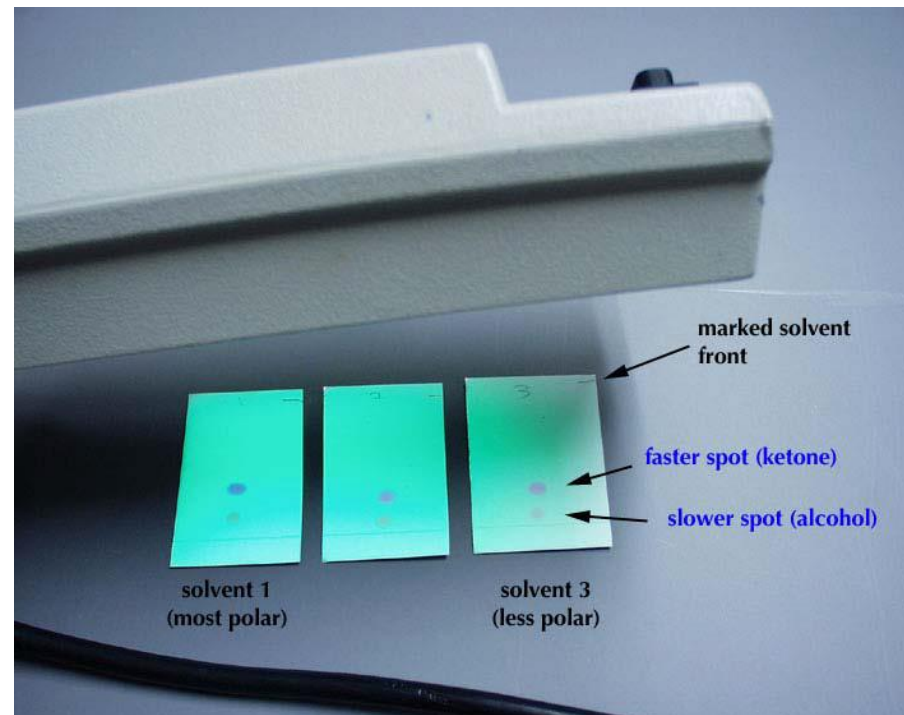
Nel caso le macchie non siano **colorate**, è possibile ricorrere a due metodi per visualizzare il risultato della separazione:

- Utilizzare una lampada UV se le sostanze separate non assorbono la luce visibile ma assorbono nell'ultravioletto ($\lambda < 400 \text{ nm}$);* può essere necessario aggiungere alla fase stazionaria o alla fase mobile un indicatore di fluorescenza per visualizzare meglio le macchie



**Composti aromatici, dieni,
nitroderivati, composti
carbonilici e carbossilici**

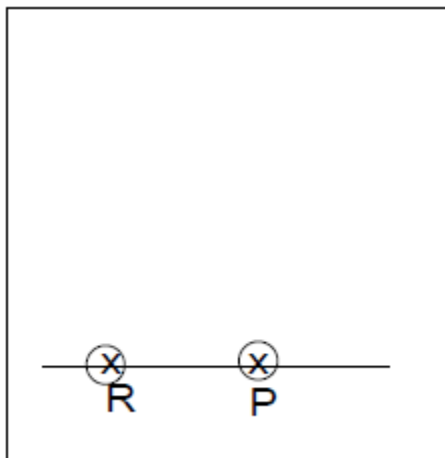
*per osservare la TLC alla lampada UV
è necessario indossare occhiali protettivi



b) Analisi cromatografica su strato sottile (TLC) del prodotto di reazione

L'analisi è fatta su lastre TLC la cui fase stazionaria è gel di silice, un materiale bianco costituito da catene di $(\text{O-Si-OH})_n$

- Preparare una lastra disegnando una linea a circa 1-2 cm dal bordo e due punti come in figura
- Prelevare una porzione del campione (una piccolissima punta di spatola) e trasferirla in una provetta.
- Aggiungere circa 1 mL di diclorometano.*
- Caricare su di un punto la soluzione del prodotto di reazione (P) e accanto, per confronto, una soluzione di benzaldeide in diclorometano (R).



Manuela Delle Gual

*per maneggiare queste sostanze è necessario indossare gli opportuni dispositivi di protezione individuali (guanti e occhiali)

- Sviluppare la lastrina introducendola in un barattolo contenente come fase mobile (eluente) una miscela di solventi costituita da cloruro di metilene/etere di petrolio (8:2 v/v).*
- Chiudere il barattolo
- Far salire l'eluente fino a quasi 1 cm dal bordo superiore

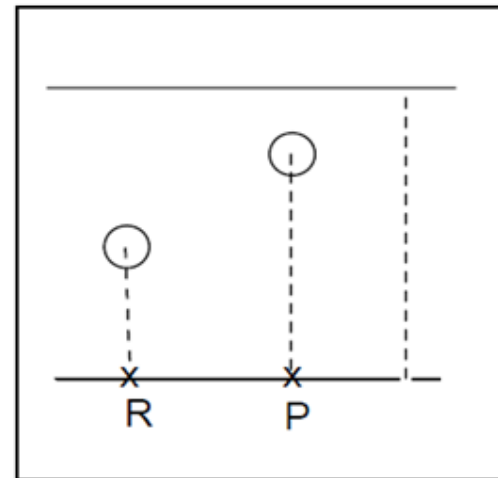


*per maneggiare queste sostanze è necessario indossare gli opportuni dispositivi di protezione individuali (guanti e occhiali)

Mauro Belle Guel

- Estrarre la lastrina, segnando subito il fronte del solvente con una matita.
- Fare asciugare all'aria
- Osservare alla lampada UV* e disegnare le macchie
- Calcolare l'Rf

•Rf = $\frac{\text{distanza del prodotto}}{\text{distanza del fronte del solvente}}$



•Sarà in tal modo possibile valutare se il prodotto ottenuto contiene quantità significative del prodotto di partenza

*per osservare la TLC è necessario indossare gli opportuni dispositivi di protezione individuali