

**CORSO DI LAUREA IN CHIMICA
ESERCITAZIONI DI CHIMICA ORGANICA I-MODULO B**

**ESERCITAZIONI N. 4: Separazione di una miscela di prodotti via
colonna cromatografica**

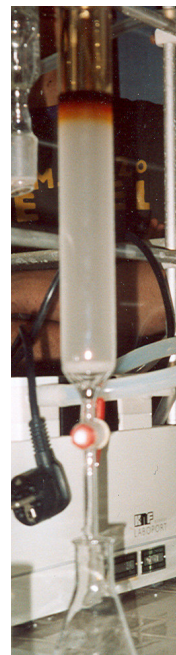
Obiettivo:

- eseguire una cromatografia di adsorbimento su colonna
- separare i componenti di un campione incognito
- riconoscere i prodotti per TLC utilizzando dei composti di riferimento

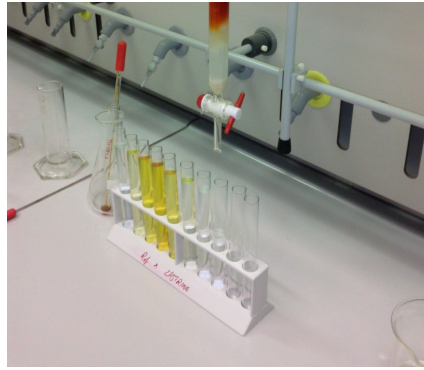
PROCEDURA OPERATIVA

- 1) Prendere una provetta contenente 200 mg di una miscela di Ferrocene e Difenilacetone nitrile sciolti in Etere di Petrolio
- 2) Prelevare 100 ml di etere di petrolio
- 3) Pesare rapidamente 15 g di SiO_2 in un beker e miscelarli accuratamente con circa 50 ml di etere di petrolio.
- 4) Inserire dell'ovatta sul fondo della colonna con una bacchetta di vetro e versare 20 ml di solvente.
- 5) Tenendo chiuso il rubinetto, versare nella colonna la sospensione di gel di silice (SiO_2) servendosi di un imbuto
- 6) Far fluire l'eccesso di solvente dalla colonna lasciando un sottile strato di solvente* sulla silice.
- 7) Chiudere la colonna e aggiungere, con una pipetta, la soluzione del campione sulla silice facendola scorrere lungo le pareti per un caricamento omogeneo
- 8) Aprire la colonna e far adsorbire dalla fase stazionaria questa soluzione
- 9) Lavare il pallone con 2 ml di etere di petrolio, prelevare con la pipetta e lavare con questi le pareti della colonna
- 10) Far adsorbire dalla fase stazionaria questa soluzione e subito dopo aggiungere lentamente lungo le pareti l'etere di petrolio fino alla sommità della colonna.
- 11) Far fluire l'eluente attraverso la colonna e raccogliere frazioni successive e numerate in diverse provette (volume di raccolta ca. 15 ml).

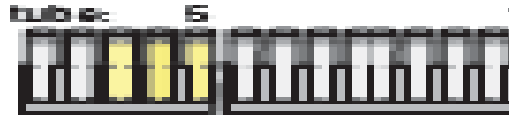
*N.B. Ricordarsi di riversarlo nel cilindro e calcolare il volume morto



- 12) Mantenere il livello alto del solvente nella colonna aggiungendo etere di petrolio in piccoli volumi fino all'eluizione completa della banda colorata del **1° prodotto**.



- 13) Al completamento, aumentare la polarità del solvente preparando circa 100ml di una **miscela di Etere di Petrolio/Acetato di Etile 8:2** e aggiungendola in porzioni di 20ml alla volta alla colonna, continuando l'eluizione.
- 14) Raccogliere altre cinque frazioni.
- 15) Fermare la colonna.



N.B. Durante la cromatografia la colonna non deve andare a secco!

- 16) Effettuare una TLC:
- Preparare una lastra da 8 punti
 - Caricare i due composti di riferimento (**NB. usare capillari diversi**) posizionandoli al centro della lastra.
 - Poi, per le bande più intensamente colorate del **1° prodotto** caricare:
 - la prima frazione in cui compare il composto colorato
 - la frazione più intensamente colorata
 - l'ultima frazione colorata
 - Delle frazioni eluite con la miscela 8:2 caricare:
 - la prima frazione eluita
 - la terza fraz..
 - l'ultima fraz.
 - Sviluppare la lastra usando come eluente **Etere di petrolio/Acetato di etile 9.6 : 0.4**.

Interpretare i risultati.

- 17) Riunire le provette che contengono il 1° prodotto colorato in un pallone tarato e fare lo stesso con il 2° prodotto.
- 18) Portare a secco i due palloni al rotavapor e pesarli.