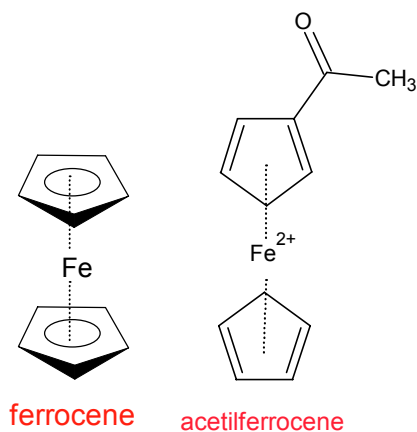


SEPARAZIONE DI FERROCENE E ACETIL FERROCENE PER CROMATOGRAFIA

REAZIONI:

Miscela iniziale:



TAVOLE DEI REATTIVI

Mix $C_{10}H_{10}Fe/C_{12}H_{12}FeO$		0,4112 g			
H_3PO_4 85%	P.M. 97,995 d:1,695	1 ml		CAS 7664-38-2	R:34 S:26-45
$(CH_3CO)_2O$	P.M. 102,09 d:1,082	5 ml		CAS 108-24-7	R:10-34 S:26-45

PROCEDIMENTO:

Le prove preliminari per separare $Fe(C_5H_5)_2$ e $Fe(C_5H_5)(C_5H_4COCH_3)$ vengono eseguite su strato sottile di silice, usando i seguenti solventi (o miscele opportune di questi): acetone, esano, cloruro di metile. Una volta individuato l'eluente migliore, verrà eseguita la separazione su colonna di silice. Le frazioni contenenti soltanto il ferrocene saranno messe insieme e portate a secchezza. In modo simile, le frazioni contenenti soltanto il $Fe(C_5H_5)(C_5H_4COCH_3)$ saranno portate a secchezza.

Conservare i complessi per lo spettro IR.

PROCEDIMENTO PER LA COLONNA CROMATOGRAFICA:

In un beaker, si pesano esattamente circa 400 mg di mix da separare (prodotto esperienza 3), e si sciolgono nella minima quantità di cloruro di metilene.

Si prepara il mezzo adsorbente, che nel nostro caso è silice, attraverso uno slurry. Lo slurry si ottiene per via umida miscelando la silice con lo stesso solvente usato nella separazione cromatografica, cercando di omogeneizzare il più possibile.

Prima dell'impiego, la colonna deve essere bagnata con la miscela eluente, e tappata all'altezza del rubinetto con un piccolo batuffolo di cotone idrofilo.

Durante la carica dello slurry è consigliabile lasciare defluire il solvente in modo da evitare la formazione di gorgi con conseguente stratificazione irregolare. **Si deve aver cura che la colonna non vada a secco.**

La soluzione contenente la sostanza da separare, a concentrazione elevata ma tale da non dare luogo a precipitazione del solido nella colonna, è introdotta per mezzo di una pipetta la cui punta viene appoggiata vicino alla parete il più vicino possibile alla superficie dell'adsorbente. A questo punto si può iniziare la percolazione avendo cura di separare tutte le fasi colorate.

PROCEDIMENTO PER LA TLC (Thin Layer Chromatography)

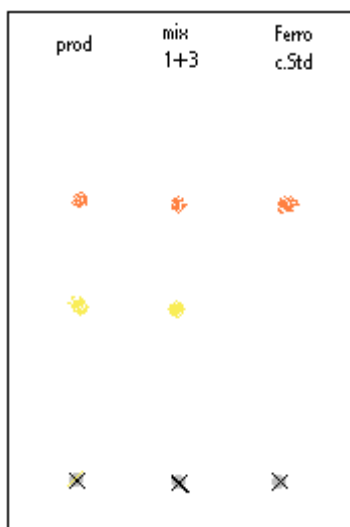
Su una lastrina in gel di silice o altro materiale equivalente si disegna a matita una riga, che sarà il punto di partenza delle deposizioni. Tale riga deve distare 1-1,5 cm dal bordo inferiore della lastra perché tale bordo sarà immerso nella miscela eluente. La miscela viene preparata in un apposito recipiente, chiuso, in modo da permetterne il condizionamento ovvero la saturazione.

Una piccola quantità delle sostanze da cromatografare viene sciolta in un po' di solvente (sarà lo stesso della cromatografia su colonna). Con un capillare, si deposita sulla linea di partenza una o più gocce di soluzione. Dopodiché la lastra viene posta nella camera di sviluppo (precedentemente preparata) in posizione verticale con l'estremità cui è applicata la sostanza immersa nel solvente di sviluppo per circa 0,5-1 cm, facendo attenzione che il livello del solvente non raggiunga mai direttamente il punto di deposizione.

Si ripete la procedura con più solventi fino a che non si trova la migliore risoluzione di separazione.

CONSIDERAZIONI PRATICHE:

Dapprima sono state eseguite tre cromatografie su strato sottile per testare la miscela più adeguata per questa separazione cromatografica. La miscela eluente che si è dimostrata appropriata a tale scopo è composta da Esano/Acetone nei rapporti 8:2. Come si può vedere dalla rappresentazione seguente:



Dalla TLC vediamo che i valori di R_f sono tali da poter utilizzare una quantità di adsorbente maggiore di circa 60-80 volte al peso di campione.

Il prodotto è stato sciolto nella minima quantità di cloruro di metilene e depositato sulla colonna, non appena è iniziata l'eluizione si è verificata una separazione, ben distinguibile dai colori dei composti. Il ferrocene è stato il primo composto ad essere eluito, probabilmente per la minore interazione con la fase stazionaria, dovuta alla mancanza di ossigeni, ed è stato raccolto in un recipiente. Poi è venuto il turno del ferrocene acetilato, con un cambio di miscela per velocizzare l'eluizione (Esano/Acetone 7:3), abbiamo raccolto le frazioni rosacee. Ultimo e meno interessante è stato il diacetilferrocene, composto bruno presente come sottoprodotto indesiderato. La sua eluizione era pressoché inesistente per via della forte affinità con la fase stazionaria e della bassa polarità della miscela. Dopo aver unito le frazioni di acetyl ferrocene, abbiamo concentrato e portato a secchezza su rotavapor, e il solido cristallizzato ottenuto è stato analizzato all'infrarosso.