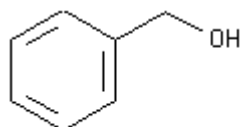


SEPARAZIONE DELL'ALCOOL BENZILICO DAL SALICILATO DI ETILE (METODO CROMATOGRAFICO SU COLONNA).

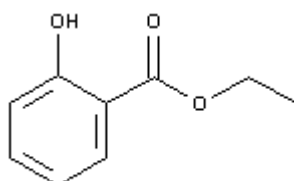
REAZIONI:

COMPOSTI INIZIALI:



Alcool benzilico

p.eb. 205,4 °C +/- 1°C
mm 108,14
indice di rifrazione 20°/D =
1,5396 +/- 0,0020
densità 20°/4° = 1,042 +/-
0,001



Salicilato di etile

PROCEDIMENTO:

Si preleva ~ 1 g di miscela liquida formata da 50% di alcool benzilico e 50% di salicilato di sodio e si miscela in una quantità doppia di eluente esano/AcOET 9:1.

Si carica il prodotto nella colonna e si inizia a eluire con la quantità di solvente necessaria, raccogliendo in piccoli recipienti frazioni di 30 ml ciascuna.

Al termine della prima separazione evidenziata dalla fine del solvente si esegue una TLC per verificare il cromatogramma del salicilato.

Dopo un riscontro positivo alla TLC si può continuare l'eluizione dell'alcool benzilico, variando il solvente con una miscela esano/AcOET 6:4.

Anche in questo caso al termine della cromatografia si verifica l'avvenuta separazione della sostanza con una TLC.

Le frazioni così ottenute per ogni separazione vengono unite in due palloni opportunamente tarati e si esegue la concentrazione su rotavapor per determinarne la resa ponderale finale.

CONSIDERAZIONI PRATICHE

Questo esperimento si basa in una separazione tra due sostanze attraverso un metodo cromatografico eseguito su colonna. Grazie alla diverse polarità è possibile eluire in tempi diversi i due composti.

Il metodo è molto simile a quello della TLC infatti si usa la stessa fase stazionaria (Gel di Silice).

Tra le due sostanze quella che viene eluita per prima, nonostante la presenza di siti attivi nella formazione di legami (tipo Van der Waals, idrogeno, dipolo), è il salicilato di sodio. Infatti si crea un legame interatomico tra l'ossigeno carbossilico e l'OH legato al fenile che diminuisce l'interazione con la fase stazionaria.

Di conseguenza l'alcool benzilico sarà l'ultimo a correre.

I solventi da utilizzare in questo caso sono diversi, dapprima si partirà con una miscela affine al primo prodotto poi si passerà ad una seconda affine all'altro. Per affinità si intende la relazione chimico-fisica del soluto per ciascuna fase. Perciò le

molecole che stabiliscono legami più forti con la fase stazionaria e risultano più solubili con la fase mobile saranno le ultime a eluirsi.

In questo esperimento si è deciso di separare i due prodotti con solventi diversi cioè lavorando in gradiente, infatti il salicilato che interagisce meno con la fase stazionaria viene eluito con una fase mobile poco polare formata da Esano/AcOET in rapporto 9:1. Diversamente l'alcool verrà eluito con una fase mobile più polare, con un rapporto Esano/AcOET 6:4.

PROCEDIMENTO PER LA PREPARAZIONE DELLA COLONNA:

La colonna deve essere perfettamente pulita e asciutta. Alla base della colonna si preferisce inserire un seto poroso, cotone o lana di vetro che consente di controllare al meglio l'eluizione.

In LLC il liquido di ripartizione deve essere miscelato con il materiale di supporto secondo precisi rapporti; di solito si usano da 0,6 a 1 ml di liquido di ripartizione per ogni grammo di supporto.

La miscelazione può essere effettuata in un beaker o in un pallone, mescolando con cura.

Il riempimento della colonna in questo caso si esegue per via umida secondo il metodo dello *slurry*. Il materiale di riempimento viene miscelato in proporzioni tali da ottenere una pasta morbida (*slurry*) e introdotto nella colonna già riempita di eluente. In alternativa, si può riempire la colonna con l'eluente e versare lentamente la fase stazionaria; questo metodo, però, provoca la formazione di un maggiore numero di bolle d'aria.

Per consolidare maggiormente lo *slurry* si consiglia di interpolare due strati di sabbia all'inizio e alla fine dell'impaccamento gelatinoso.

PROCEDIMENTO TLC (Thin Layer Chromatography):

Si esegue una TLC esplorativa per ogni estrazione utilizzando come eluente una mix esano/AcOET 8:2.

Si depositano ~ 10 ml di fase organica contro uno standard di mix iniziale diluita con miscela eluente.