

Experiencia 7

PURIFICACIÓN DE ACETILFERROCENO POR MEDIO DE CROMATOGRAFÍA

Introducción:

Una de las técnicas que se utilizan con frecuencia en el laboratorio para purificar y separar mezclas de compuestos es la cromatografía, en la cual los diversos componentes de la mezcla son separados por sus diversas polaridades.

Objetivo:

Utilizando la cromatografía en capa fina y en columna, separar los componentes que se encuentran mezclados con el producto de la síntesis de acetilferroceno (práctica anterior).

- ☐ Investigue los fundamentos de la cromatografía en columna y en capa fina, ¿qué ventajas y desventajas presenta una sobre la otra y cuándo se aplican?

Material:

Placas de sílica gel para cromatografía en capa fina
Dos cámaras de elución
Una cámara de revelado con yodo
Capilar de vidrio
Bureta de 50 mL
Fibra de vidrio
10 vasos de precipitado de 100 mL
Soporte universal
Pinzas para bureta
Sílica gel para cromatografía en columna

Reactivos:

Acetilferroceno (crudo) (de la práctica anterior)
Sílica gel para cromatografía en columna
Hexano RA
Tolueno RA
Acetato de etilo RA

Procedimiento:

Utilizando las placas de cromatografía, haga pruebas de separación de la mezcla de reacción con los siguientes eluyentes: tolueno, acetato de etilo y hexano. Se pueden utilizar mezclas de ellos para encontrar el eluyente adecuado que permita separar mejor los componentes de la mezcla obtenidos en la práctica anterior (acetilferroceno).

Una vez que haya encontrado el mejor eluyente, proceda a empacar la columna (bureta) siguiendo el esquema de la figura 7.1. Tape con fibra de vidrio o algodón la parte inferior de la columna, adicione suficiente sulfato de sodio anhidro sólido hasta formar una capa de un centímetro de espesor. Prepare una suspensión de sílica gel según el eluyente que haya elegido y viértalo en la columna. Deje que sedimente la sílica, disminuya el volumen del eluyente hasta dos centímetros antes de llegar a la superficie de la sílica y adicione una segunda capa de sulfato de sodio anhidro sólido. Coloque en la parte superior de la columna una disolución o suspensión (en el eluyente elegido) de su muestra problema y adicione pequeñas cantidades de eluyente al tiempo que abre y cierra la llave de la columna. Repita esta operación hasta que toda su muestra se encuentre inmersa en la capa superior de sulfato de sodio, finalmente, llene la columna con el eluyente. Recuerde que es importante que la columna nunca se seque. Debe obtener una fracción de ferroceno y otra de acetilferroceno. En la parte superior de la columna quedará un residuo.

Recupere de la disolución los productos, dejando evaporar el disolvente.

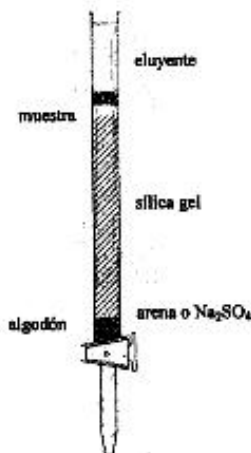


Figura 7.1. Componentes de una columna de sílica gel para cromatografía.

Cuestionario:

1. ¿Eluye primero el ferroceno o el acetilferroceno? ¿Por qué?
2. ¿Qué es el residuo que queda en la parte superior de la columna?
3. Si sus productos no hubieran sido coloridos, ¿cómo los podría haber detectado?
4. Ordene los disolventes utilizados en la práctica de acuerdo con su polaridad (de menor a mayor), junto con otros disolventes de uso común en el laboratorio.
5. Explique qué es la serie electrofórica.

Referencias:

- R.J. Angelici, *Synthesis and Techniques in Inorganic Chemistry*, W.B. Saunders & Co., USA (1977) Cap.16.
- A.I. Vogel, *Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry*, 4th. Ed. Longman Inc. New York (1979).