

Cromatografia sólido-líquido em coluna

Reagentes		Vidraria	
Nome / CAS	Quantidade	Bandeja (fornecida)	Armário (aluno)
Silicagel, 60A, 230-400mesh (112926-00-8)	10g	Coluna cromatográfica 30cm (01) Tubo de ensaio (10)	Béquer 100mL (01) Béquer 250mL (01)
Hexano (110-54-3)	40mL	Suporte para tubos de ensaio (01) Placa CCD 50x40mm (01)	Erlenmeyer 125mL (01) Vidro de relógio (01)
Acetato de etila (141-78-6)	10mL	Papel de filtro p/CCD (01)	Bastão de vidro (01) Pipeta Pasteur
(R)-(+)-1-Feniletanol (5%) (1517-69-7)	0,5mL		Tetina de silicone (01) Pinça (01)
			Espátula (01)

Outros materiais	Disponibilizar
Suporte universal (01) Garras c/mufa (01) Balança (04) Rotaevaporador (01) Lâmpada UV (02)	Algodão Capilares Descarte orgânico

Procedimento Experimental

Em um bequer de 100mL, pesar 10g de sílica e adicionar 50mL de eluente hexano / acetato de etila (4 : 1). Colocar uma bolinha de algodão na coluna com o auxílio de um bastão de vidro. Posicionar um erlenmeyer embaixo da coluna e verter a mistura de sílica / eluente na coluna.

Atenção para não deixar secar a coluna (ficar sem solvente). Aplicar a mistura álcool / éster obtidos da reação de esterificação química do (R,S)-1-feniletanol.

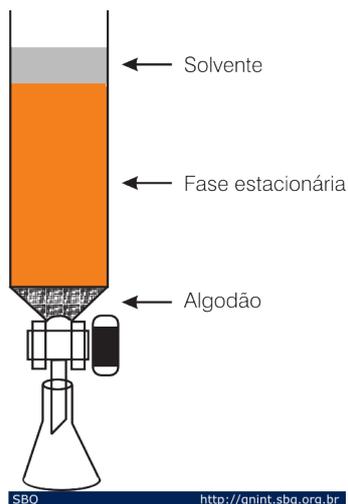
Recolher as frações em 10 tubos de ensaio, prestando atenção para que o volume das frações não ultrapasse 5 mL (metade do tubo de ensaio).

Para análise das composições das frações coletadas nos tubos de ensaio, aplicar em um ponto o padrão fornecido, e na sequência aplicar as frações coletadas, intercalando os tubos (Ex.: aplicar fração do tubo 2, 4, 6...). Revelar a plaquinha em câmara de UV.

Observações:

Preparação do eluente (4 : 1): Em uma proveta de 1L, colocar 800mL de Hexano e diluir com 200mL de acetato de etila.

Preparação da solução de (R)-(+)-1-Feniletanol 5%: Em uma proveta de 25mL, colocar 1mL de (R)-(+)-1-Feniletanol e diluir com hexano para 20mL.



Propriedades físico-químicas dos reagentes

Propriedades	Hexano	Acetato etila	(R)-(+)-1-Feniletanol
Fórmula molecular	C ₆ H ₁₄	C ₄ H ₈ O ₂	C ₈ H ₁₀ O
Massa molar	86,18 g/mol	88,105 g/mol	122,16 g/mol
Densidade	0,6548 g/mL	0,897 g/L	1,012 g/mL
Ponto de fusão	-95 °C	-83,6 °C	19-20 °C
Ponto de ebulição	69 °C	77,1 °C	204 °C
Solubilidade em água	13mg/L (20 °C)	83 g/L (20 °C)	nd
Viscosidade	0,294 cP (25 °C)	0,426 cP (25°C)	nd