

Witam wszystkich

druga część analizy metodą TLC której wynikami chciałem się z wami podzielić to analiza lotnych alkoholi monohydroksylowych.

Problem z nimi jest tego rodzaju że na etapie suszenia płytki po naniesieniu roztworu badanego cały nasz alkohol ucieka, dlatego należy przeprowadzić go w pochodną benzoesanową lub p-nitrobenzoesanową. Dla polihydroksylowych alkoholi takich jak glicerol, sorbitol ect. nie jest konieczne wykonywanie takich pochodnych.

Preparatyka p-nitrobenzoesanu etylu

1ml EtOH 95%

3ml pirydyny

0.5g chlorku p-nitrobenzoliu (biało-żółtawe płatki)

Zmieszano, ogrzano na łaźni wodnej (+60°C) i utrzymano w tym stanie przez 10min. Wlano całość do 10ml wody i ochłodzono. Przesączono biały produkt i przemyto kilkoma porcjami wody oraz 7% węglanem sodu. I ponownie wodą.

Następnie osuszono wstępnie osad (0.5g) i przekrystalizowano z 4-5ml EtOH otrzymując produkt w postaci białych igieł.

Wykonano w ten sposób p-nitrobenzoesan metylu, etylu, izopropylu oraz n-butyłu używając alkoholi co najmniej czystych i teoretycznie bezwodnych. Postacie produktów nieznacznie różniły się od siebie, w przypadku pochodnej n-butyłowej otrzymano coś na kształt blaszek-płytek zamiast igieł. Starano się rekrystalizować je z alkoholi macierzystych celem uniknięcia transestryfikacji.

Po osuszeniu produktów (nie przesadzać z temperaturą bo związki te mają niskie temperatury topnienia a także sublimują) wykonano wzorcowe roztwory w eterze dietylowym.

Naniesiono je w małych ilościach na płytkę chromatograficzną i odczekano kilka minut.

System : toluen - octan etylu 16:4,25

Temperatura pomiaru 16°C czas 5min (Uwaga na czoło! Można przegapić koniec rozwijania chromatogramu, jeśli ucieknie nam czoło rozpuszczalnika, pomiar należy powtórzyć). Komora wysycono podobnie jak w trakcie oznaczania aminokwasów (TLC część pierwsza). Wywołano spryskując rr rodaminy B w izopropanolu oraz ogrzewając płytkę strumieniem gorącego powietrza. Plamki (niebiesko fioletowe na różowym tle) są efemeryczne i należy je bardzo szybko obrysować!

Wyniki pomiarów:

Pochodna	Metylowa	Etylowa	Izopropylowa	Butylowa	
Rf	0.714	0.735	0.765	0.801	

Jak widać metoda ta nadaje się do oznaczenia obecności metanolu w etanolu co daje nam możliwość oceny jakości niektórych wyrobów spożywczych wątpliwego pochodzenia.

Pozdrawiam

Set