

# **Métodos de Separación y Purificación de Sustancias**

## **Manual de Prácticas**

### **Autores**

**Joel Castillo Castillo, Ana Ma. Gurrola Togasi, Ma. Teresa Herrera Islas, Yeni Islas Fonseca, Araceli Márquez Moreno, Alberto Martínez Alcaráz, Silvia D. Ramírez Raya, Viviana Ramírez Murguía.**

# Métodos de Separación y Purificación de Sustancias

---

## CONTENIDO

Práctica No.1	Determinación del punto de fusión.
Práctica No. 2	Extracción simple y múltiple.
Práctica No. 3	Decoloración.
Práctica No. 4	Destilación simple.
Práctica No. 5	Destilación fraccionada.
Práctica No. 6	Destilación por arrastre de vapor.
Práctica No. 7	Cromatografía en capa fina.
Práctica No. 8	Cromatografía radial en papel.
Práctica No. 9	Cromatografía radial en papel.
Práctica No. 10	Cromatografía radial en papel.
Práctica No. 11	Cromatografía en columna.
Práctica No. 12	Obtención de acetanilida
Práctica No. 13	Cristalización
Práctica No. 14	Separación de muestras problema

---

---

## **Determinación del punto de fusión**

### **Propósitos:**

Que el alumno

- Determine el punto de fusión de una sustancia.
- Utilice el punto de fusión como criterio de pureza e identificación de una sustancia.

### **Fundamento:**

El punto de fusión es una propiedad física de las sustancias que se define como la temperatura a la cual la fase sólida y la líquida se encuentran en equilibrio bajo una atmósfera de presión, esto quiere decir que es la temperatura a la cual un sólido pasa al estado líquido. Para determinar el punto de fusión de una sustancia se considera el intervalo de temperatura en la cual la sustancia sólida comienza a fundir hasta que se vuelve completamente líquida. Si la sustancia está pura el intervalo de fusión es máximo de un grado, si la sustancia está impura el intervalo es mayor a un grado además se observa un abatimiento del punto de fusión, esto significa que el intervalo de fusión se lleva a una temperatura menor. Los puntos de fusión de las sustancias se encuentran reportados en tablas, manuales de hojas de seguridad y el Index Merck. Debido a lo anterior el punto de fusión se utiliza como criterio de identificación de sustancias.

Para la identificación de una sustancia pura desconocida es útil la determinación del punto de fusión mixto. Esta prueba consiste en colocar en un capilar la muestra desconocida, en otro capilar la sustancia de referencia que se piensa es idéntica a la muestra problema, y en un tercer capilar una mezcla (1:1) la sustancia de referencia y la muestra problema, si las sustancias son idénticas, la temperatura a la cual funden será la misma, si la mezcla tiene un punto de fusión diferente esto indica que las sustancias son distintas.

Cuando no se dispone de una sustancia de referencia el punto de fusión se utiliza solo como un criterio de pureza y como prueba preliminar de identidad.

En los laboratorios de la Opción Técnica contamos con aparatos para determinar el punto de fusión, en la siguiente figura se muestra una foto.



**Figura No. 1 Aparato para determinar punto de fusión**

<b>Material</b>	<b>Sustancias</b>
3 Capilares 1 Lámpara de alcohol o mechero 3 Vidrios de reloj Aparato para determinar el punto de fusión Termómetro de -10-260 °C Mortero con pistilo	Posibles muestras problema: <ul style="list-style-type: none"><li>○ Benzofenona (47-49 °C)</li><li>○ Ácido Benzoico (121-124°C)</li><li>○ Ácido cítrico (157-159°C)</li><li>○ Alfa-naftol (95-96°C)</li><li>○ Ácido salicílico (158-161°C)</li></ul> Precaución es irritante al contacto manéjese con guantes <u>Todas las sustancias deben estar pulverizadas</u>

**Metodología:**

**Actividades para el profesor:**

- a) Las muestras deben estar pulverizadas en mortero.\*
- b) Para evitar la contaminación de los frascos de reactivo colocar las muestras en vidrios de reloj o frascos vial y etiquetarlos debidamente.

**Actividades para el alumno:**

1. Cerrar los tubos capilares por un extremo con la flama de una lámpara de alcohol o mechero.
2. Numerar los capilares: 1, 2, 3, llenarlos de acuerdo a la tabla siguiente:

<b>Capilar</b>	<b>Sustancia</b>
1	Muestra problema
2	Mezcla (1:1) de la muestra problema y la referencia
3	Referencia

3. Para el llenado adecuado de los capilares se puede ayudar dando pequeños golpecitos para que el polvo se acomode en el fondo del capilar, llenar aproximadamente hasta 2 mm de la longitud del capilar.
4. Colocar los tres capilares en el aparato de Fusión, y prender el equipo a una temperatura baja, la velocidad de calentamiento ideal debe ser de 1 grado por minuto.\*\*
5. Observar detenidamente a que temperatura comienzan a fundir.
6. Anotar en la tabla de resultados la temperatura de inicio y termino de fusión de cada capilar.

\* La mezcla debe estar homogénea para ello se puede triturar un mortero.

\*\* Dependiendo del punto de fusión de la referencia y de la eficiencia del aparato, se puede iniciar con un calentamiento de 5 grados por minuto, y 20 grados antes de llegar al punto de fusión disminuir la velocidad.

**Resultados:**

Capilar	Temperatura de fusión inicial (°C)	Temperatura de fusión final (°C)
1-Muestra problema		
2-Mezcla		
3-Referencia		

**NOTA:** El intervalo de fusión puede variar de acuerdo a la precisión del aparato de fusión utilizado, independientemente de la pureza de las sustancias.

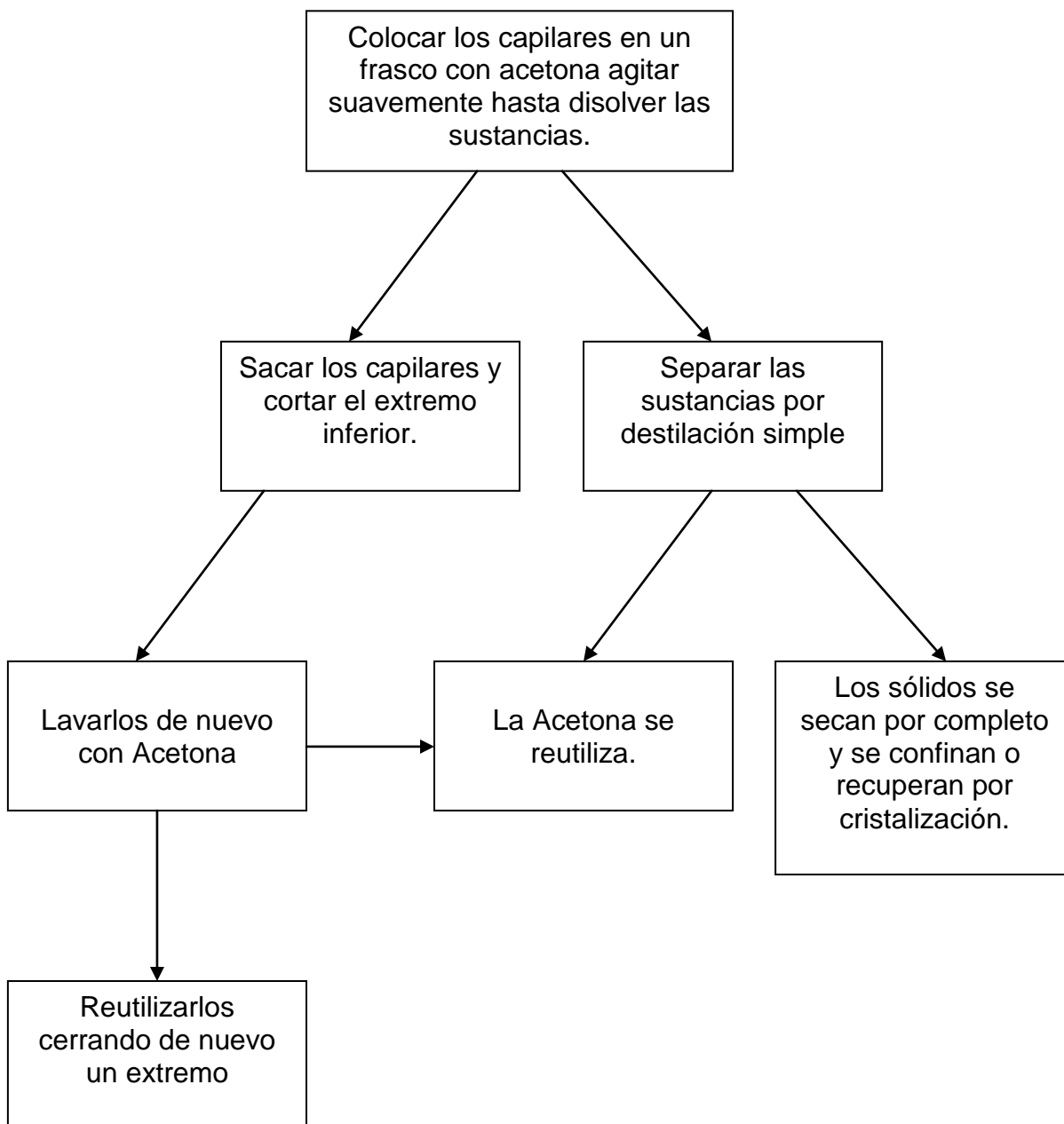
**Cuestionario:**

1. De acuerdo a los resultados ¿la muestra problema es igual o diferente a la referencia?
2. Explicar como se espera que sea el punto de fusión de una mezcla que contiene dos compuestos diferentes pero con el mismo punto de fusión.

**Bibliografía:**

- 1) Ávila Zárraga y otros. (2001). **Química Orgánica Experimentos con Enfoque ecológico**, UNAM, México.
- 2) Miranda Ruvalcaba y otros (2005). **Técnicas básicas para la experimentación en química orgánica**, UNAM, México.
- 3) Shriner, Ralph L. y otros. (2004). **Identificación sistemática de compuestos orgánicos**, Limusa, México.

**Diagrama ecológico. Práctica 1 Punto de fusión.**



### Evaluación

Para comprobar que se cumple con la metodología requerida para la determinación del punto de fusión, llenar la siguiente lista de cotejo y anotar las recomendaciones pertinentes.

El alumno:

	<b>sí</b>	<b>no</b>
1.- ¿Maneja adecuadamente el capilar en la flama del mechero?		
2.- ¿Etiqueta los capilares correctamente?		
3.- ¿Maneja las sustancias químicas de forma segura?		
4.- ¿Manipula el aparato de punto de fusión de acuerdo a las instrucciones de la práctica?		
5.- ¿Observa detenidamente la temperatura en el termómetro?		
6.- ¿Registra datos de forma limpia y ordenada?		
7.- ¿Obtiene conclusiones sobre la pureza de la sustancia de acuerdo al rango de punto de fusión?		
8.- ¿Trabaja colaborativamente con sus compañeros de equipo?		
9.- ¿Su lugar de trabajo está limpio y ordenado?		
10.- ¿Trata los residuos de acuerdo al diagrama ecológico de la práctica?		

**Recomendaciones:** \_\_\_\_\_

---

---

---

---

---

---

---

---

## Práctica No. 2

### Extracción simple y múltiple.

#### **Propósitos:**

Que el alumno:

- Identificar la extracción como un método de separación de mezclas, sus características y los factores que intervienen.
- Realizar la extracción del ambroxol (principio activo) de un jarabe para la tos.
- Identificar experimentalmente el ambroxol extraído.

#### **Fundamento:**

La extracción es un proceso de separación en el cual uno o más compuestos contenidos en un sólido o un líquido se reparten o distribuyen entre dos fases diferentes. Las fases pueden ser líquido-líquido constituidas por dos líquidos inmiscibles, sólido-líquido uno o más compuestos contenidos en una fase sólida son extraídos por una fase líquida.

Por lo general, en la extracción líquido-líquido uno de los disolventes es agua y el otro un disolvente orgánico inmiscible en agua. Cuando la densidad del disolvente orgánico es mayor que la del agua forma la fase inferior (cloroformo  $d=1.49$ , o tetracloruro de carbono  $d=1.59$ ). Si la densidad es menor, forma la fase superior (éter etílico  $d=0.71$ , benceno  $d=0.88$ ).

Cuando una disolución acuosa, que contiene un soluto A, se agita energicamente con un disolvente orgánico inmiscible en ella y se deja reposar se forman dos fases. El soluto se habrá repartido entre los dos disolventes de acuerdo con sus solubilidades respectivas, hasta encontrar el equilibrio en donde las concentraciones del soluto en la fase orgánica y en la fase acuosa son constantes.

Cuando el soluto es muy soluble en uno de los disolventes, pasa casi en su totalidad de un disolvente a otro con solo una extracción. A este método se le conoce como extracción simple. Para asegurar la extracción del soluto es recomendable utilizar porciones pequeñas del disolvente, a este método se conoce como extracción múltiple.

Los factores esenciales que afectan las separaciones por extracción son: la solubilidad de los compuestos en los disolventes orgánicos, el pH de la disolución acuosa, la formación de complejos y la variación en el volumen de los disolventes.



<b>Material</b>	<b>Sustancias</b>
2 Embudos de separación de 250 mL 2 Soportes Universales 2 Anillos metálicos 3 Probetas de 25 mL 2 Probetas de 50 mL 3 Vasos de precipitado de 100 mL 2 Pipetas graduadas de 5 mL 1 Pipeta graduada de 1 mL 2 Frascos chicos de vidrio 2 Portaobjetos 2 Tubos capilares 1 Espátula Algodón	Frasco comercial de ambroxol 300 mg Clorhidrato de ambroxol Cloroformo Hidróxido de amonio Hidróxido de sodio 1N Agua destilada Solución reactivo de ácido nítrico (0.130 g/mL) Isopropanol Solución reactivo de nitrato de plata (0.04 g/mL) Solución reactivo de amoniaco (0.1 g/mL)

**Metodología:**

a) Preparación de la muestra:

1. Sujetar el anillo metálico al soporte universal y colocar el embudo de separación dentro del anillo. Verificar que la llave del embudo este cerrada. Transferir 20 mL del jarabe de adulto de ambroxol al embudo de separación. Ver la figura No. 1.



**Figura No. 1**  
**Posición correcta del embudo de separación**

2. Adicionar al embudo de separación 20 mL de agua destilada, 5 mL de hidróxido de sodio 1N y 10 mL de cloroformo.
3. Tapar el embudo de separación y agitar lentamente durante algunos minutos. Ver la figura No. 2.



**Figura No. 2**  
**Agitación suave del embudo de separación.**

4. Después del tiempo de agitación, colocar el embudo de separación en el anillo metálico, quitar el tapón y dejar que se formen las dos fases.
5. Separar la fase clorofórmica en un vaso de precipitado de 100 mL. Repetir nuevamente la extracción con 10 mL de cloroformo y juntar ambas fases clorofórmicas. Utilizar esta fase para la identificación del clorhidrato de ambroxol.

**\*\*NOTA:** Liberar la presión interna del embudo de separación después de cada agitación. Para ello con la mano derecha tomar de la parte superior el embudo de separación, con el dedo índice mantener la tapa del embudo unido a la boca del mismo y con el resto de la mano sostener el embudo. Posteriormente, agitar lentamente durante algunos segundos. Sin quitar la posición de la mano derecha invertir el embudo de separación de forma tal que la llave quede en la parte superior. Sin dirigirla al cuerpo o a algún compañero, abre lentamente la llave del embudo, deja salir los gases y ciérrala nuevamente para volver a agitar. Realiza este último paso después de cada agitación. Ver esquema 1. Utiliza guantes de látex y lentes de protección cuando realices la extracción.

- b) Identificación del clorhidrato de ambroxol (principio activo):
1. Colocar 0.5 mL de la fase clorofórmica en un tubo de ensayo.
  2. Agregar 0.5 mL de solución reactivo de ácido nítrico y unas gotas de solución reactivo de nitrato de plata, se forma un precipitado blanco grueso.
  3. Agregar unas gotas de solución reactivo de amoníaco.
  4. Si el precipitado se disuelve estarás comprobando la presencia de ambroxol.

**Questionario:**

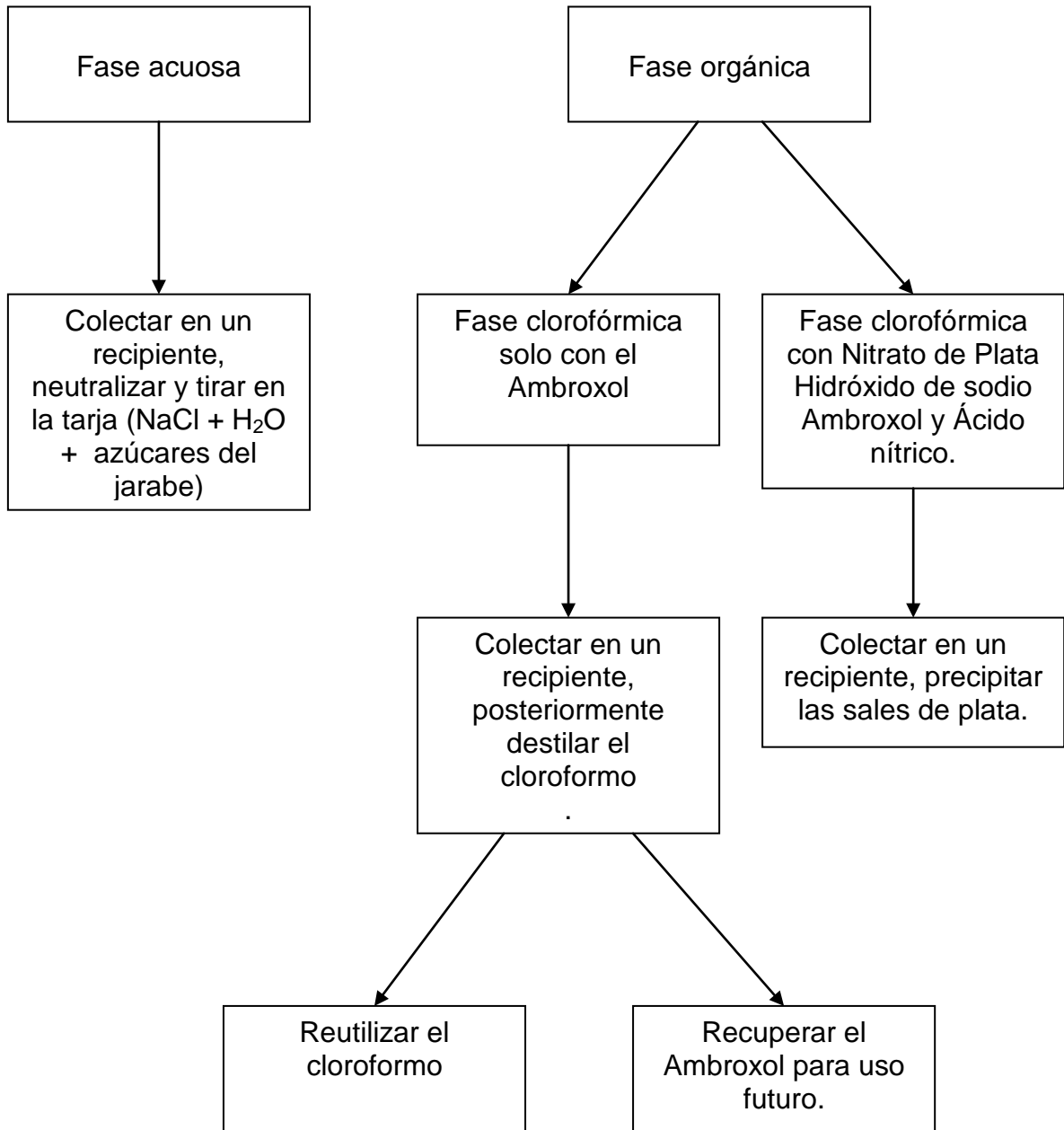
1. ¿A qué se debe que el cloroformo forme la fase inferior?
2. ¿Por qué crees que se utiliza cloroformo para realizar la extracción del principio activo?
3. ¿Qué otro disolvente se puede utilizar en la extracción del principio activo?

4. ¿Para que se adiciona hidróxido de sodio en la extracción?

**Bibliografía:**

- 1) Secretaria de Salud. (2003). **Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos**. México.

**Diagrama ecológico. Práctica 2 Extracción simple y múltiple**



### Evaluación

Para verificar que se trabaja en el laboratorio siguiendo el procedimiento establecido para la extracción, llenar la siguiente guía de observación para un compañero, además de llenar una para ti como auto evaluación y al final, comentar los resultados obtenidos en el grupo.

Nombre del compañero :	nunca	rara vez	frecuente-mente	siempre
1.- Consulta las hojas de seguridad para conocer las características de las sustancias.				
2.- Verifica que la llave del embudo de separación esté cerrada.				
3.- Transfiere con seguridad e higiene las sustancias al embudo de separación.				
4.- Tapa el embudo antes de agitar				
5.- Agita lentamente el embudo de separación.				
6.- Libera la presión interna del embudo de separación después de cada agitación				
7.- Destapa el embudo de separación cuando espera que se separen las fases.				
8. Trabaja colaborativamente con sus compañeros de equipo.				
9.- Su lugar de trabajo está limpio y ordenado.				
10. Trata los residuos como lo indica el diagrama ecológico				

Tu nombre :	nunca	rara vez	frecuente-mente	siempre
1.- Consulta las hojas de seguridad para conocer las características de las sustancias.				
2.- Verifica que la llave del embudo de separación esté cerrada.				
3.- Transfiere con seguridad e higiene las sustancias al embudo de separación.				
4.- Tapa el embudo antes de agitar				
5.- Agita lentamente el embudo de separación.				

Tu nombre :	nunca	rara vez	frecuente-mente	siempre
6.- Libera la presión interna del embudo de separación después de cada agitación				
7.- Destapa el embudo de separación cuando espera que se separen las fases.				
8. Trabaja colaborativamente con sus compañeros de equipo.				
9.- Su lugar de trabaja está limpio y ordenado.				
10. Trata los residuos como lo indica el diagrama ecológico				

**Recomendaciones:** \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

## Práctica No. 3

### Decoloración

#### **Propósitos:**

Que el alumno:

- Reconocer los principios teóricos de la decoloración.
- Aplicar la decoloración como parte de un proceso de purificación de sustancias.

#### **Fundamento:**

La decoloración consiste en retirar de una mezcla sustancias orgánicas coloridas que son consideradas impurezas. El método más común de decoloración es utilizando carbón activado.

El carbón activado es un material natural que se produce al calentar madera u otro material orgánico en ausencia de aire. Se caracteriza por tener grandes cantidades de poros microscópicos que adsorben moléculas de contaminantes. La adsorción es un proceso por el cual las moléculas de impurezas se adhieren a la superficie del carbón activado. La unión entre el carbón y las impurezas se lleva a cabo por medio de fuerzas electrostáticas débiles. El carbón activado, por ser un compuesto covalente, muestra preferencia por moléculas que tienden a ser no iónicas y poco polares. Tal es el caso de la mayoría de los compuestos orgánicos. Por lo tanto, el carbón activado se considera un adsorbente casi universal de moléculas orgánicas.

Debido a lo anterior, una de las principales aplicaciones del carbón activado es la purificación de líquidos y gases contaminados con alguna molécula orgánica. De forma industrial se lleva a cabo la decoloración de jugos, néctares, vinagres, azúcares, mieles, caramelos, aguas residuales y potables, entre otras mezclas.

La decoloración forma parte del proceso de purificación de sustancias por el método de cristalización. Es frecuente que los productos de síntesis orgánicas se encuentren contaminados con otras sustancias orgánicas que les confieren colores característicos. La filtración mediante carbón activado ayuda a la eliminación de las impurezas coloridas.

<b>Material</b>	<b>Sustancias</b>
Embudo de tallo corto Vasos de precipitados de 250 mL. Papel filtro. Varilla de vidrio. Soporte universal. Anillo de metal. Mechero. Tela de asbesto.	Azúcar morena, estándar, piloncillo o mascabado Refrescos coloridos. Bebidas coloridas sin gas (Frutsi, Pau-Pau, etc.) Vinagre de manzana. Agua contaminada. Carbón activado

**Metodología:**

1. Disolver el azúcar hasta formar un jarabe poco espeso.
2. Doblar el papel filtro por múltiples pliegues (ver procedimiento en la figura No. 2) y colocarlo dentro del embudo de tallo corto. Ver la figura No. 1.



**Figura No. 1**

**Posición del embudo en el anillo**

3. Colocar el embudo dentro del anillo de metal sujeto al soporte universal de manera que lo sostenga.
4. Colocar la cuarta parte de una cuchara pequeña de carbón activado en el fondo del papel filtro.
5. Filtrar por separado el jarabe de azúcar, el refresco de color, el vinagre de manzana y el agua contaminada. Nota: el agua contaminada puede ser agua de uso doméstico (lavado de ropa, platos, floreros, etc.), la cual se dejó sedimentar desde el día anterior.
6. Recolectar cada filtrado por separado en un vaso de precipitados.
7. Comparar el filtrado con la sustancia original. Anotar los resultados.
8. En caso de que la decoloración no haya sido notoria, agregar a la solución carbón activado y calentar hasta que la sustancia hierva suavemente.
9. Filtrar usando papel filtro.
10. Recolectar el filtrado. Anotar los resultados.

**Tabla de resultados:**

Sustancia original	Filtración en frío	Filtración en caliente

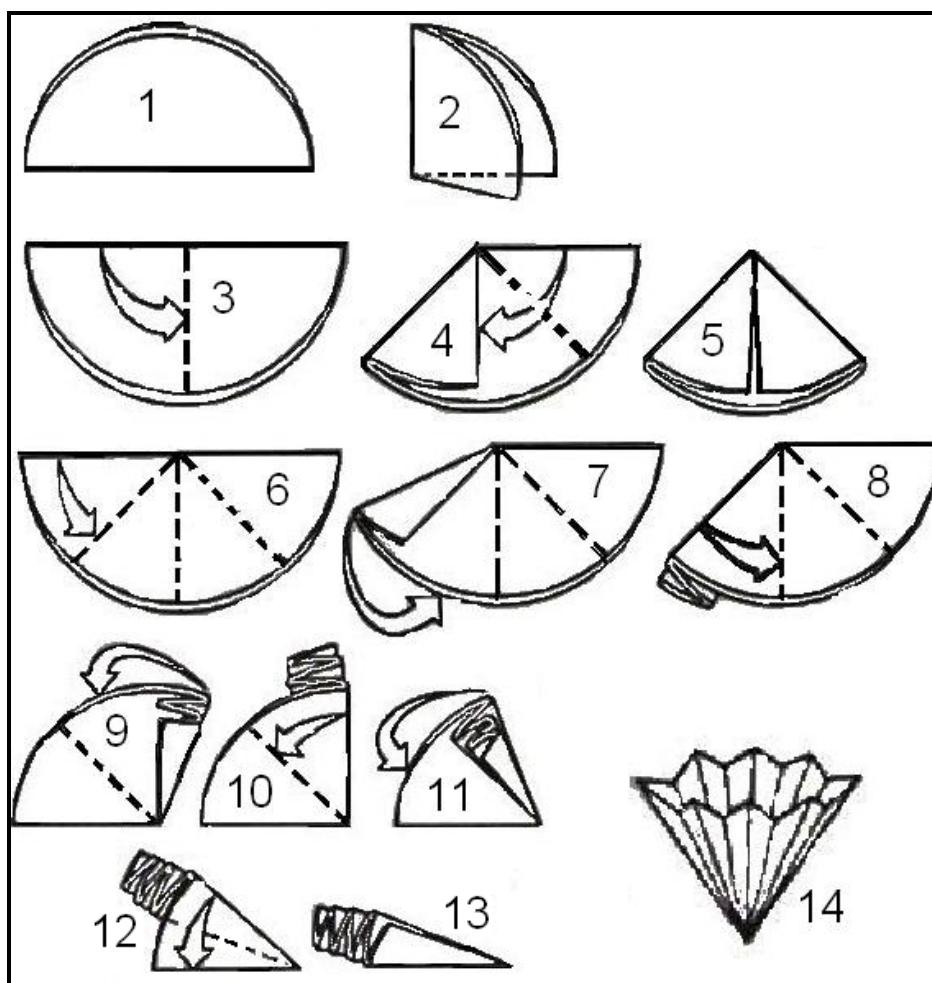


Figura No. 2

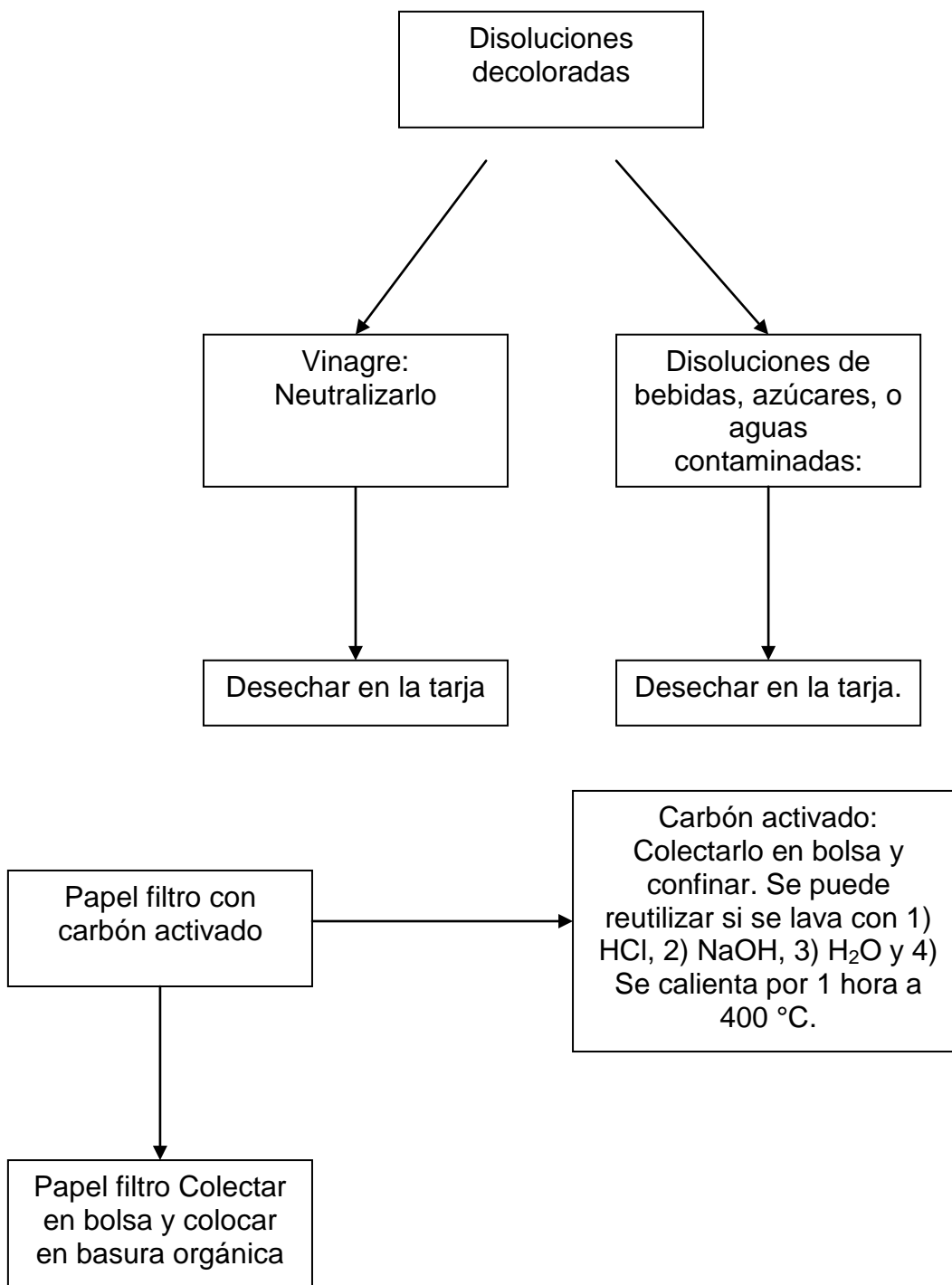
Procedimiento para doblar el papel filtro por múltiples pliegues.

**Bibliografía:**

- 2) Ávila Zárraga y otros. (2001). *Química Orgánica Experimentos con Enfoque ecológico*, UNAM, México.
- 3) <http://www.carbotecnia.info/carbon%20activado.htm>



**Diagrama ecológico. Práctica 3 Decoloración**



### Evaluación

Para comprobar que se cumple con la metodología requerida para realizar una decoloración, llenar la siguiente lista de cotejo y anotar las recomendaciones pertinentes.

El alumno:

	<b>sí</b>	<b>no</b>
1.- ¿Maneja correctamente el material de laboratorio?		
2.- ¿Dobla el papel filtro adecuadamente?		
3.- ¿Maneja las sustancias químicas de forma segura?		
4.- ¿Obtiene conclusiones sobre la eficacia del proceso de acuerdo a los resultados obtenidos?		
5.- ¿Trabaja colaborativamente con sus compañeros de equipo?		
6.- ¿Su lugar de trabajo está limpio y ordenado?		
7.- ¿Trata los residuos de acuerdo al diagrama ecológico de la práctica?		

**Recomendaciones:** \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

---

---

**Destilación simple**

**Propósitos:**

Que el alumno:

- Comprender los principios de la destilación simple.
- Realizar la separación de una bebida alcohólica por medio de una destilación simple.

**Fundamento:**

La destilación es un método para separar mezclas líquidas homogéneas. Este método se basa en la diferencia de los puntos de ebullición y consiste en la evaporación de un líquido, la condensación del vapor y la colección del condensado.

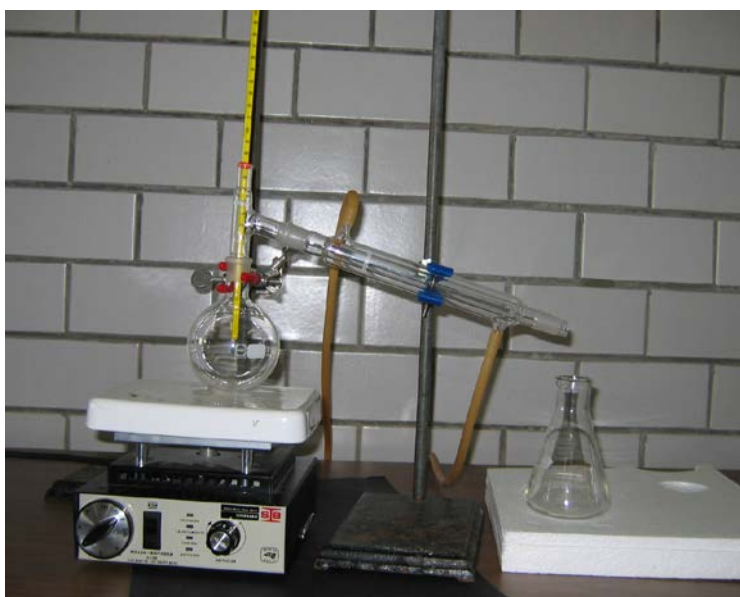
El punto de ebullición de un líquido es la temperatura a la cual su presión de vapor es igual a la presión externa. Para que una sustancia alcance su punto de ebullición es necesario suministrar la energía necesaria para pasar del estado líquido al estado vapor. Los puntos de ebullición se ven modificados por la presión atmosférica a la que se llevan a cabo, por ejemplo, en el caso de la ciudad de México cuya presión atmosférica es de 585 mm de Hg el agua tiene un punto de ebullición de 92 °C y a nivel del mar donde la presión atmosférica es de 760 mm de Hg el punto de ebullición es de 100 °C. Otros factores que determinan el punto de ebullición son: el peso molecular, la forma lineal o ramificada de las moléculas, su polaridad y la asociación intermolecular.

El destilado se compone de tres fracciones importantes: la cabeza; el cuerpo, parte que nos interesa coleccionar y la cola. La primera fracción del destilado es la cabeza, se colecciona hasta antes de que la temperatura se mantenga constante; el cuerpo del destilado es la fracción que se colecciona mientras la temperatura de ebullición permanece constante y la cola es el residuo que permanece en el matraz de destilación.

<b>Material</b>	<b>Sustancias</b>
2 soportes universal termómetro de -10 a 150 °C parrilla de calentamiento 2 pinzas para bureta matraz de destilación refrigerante 2 mangueras 2 tapones de hule horadados probeta vaso de precipitados	50 mL de una bebida alcohólica (Brandy, mezcal, tequila, anís)

**Metodología:**

1. Colocar 50 mL de la bebida alcohólica en el matraz de destilación.
2. Adicionar tres cuerpos de ebullición.
3. Armar el equipo como se muestra en la figura No. 1.
4. Conectar la manguera a la llave del agua a contracorriente (el agua entra por abajo y sale por arriba).
5. Verificar que el bulbo del termómetro se localice a la altura del brazo del matraz.
6. Encender la parrilla de calentamiento..
7. Anotar el valor de temperatura a la cual cae la primera gota.
8. Colectar en un recipiente, etiquetado como cabeza, el destilado hasta antes de que se mantenga constante la temperatura.
9. Recolectar en un recipiente distinto, etiquetado como cuerpo el destilado que se obtiene a temperatura constante. Registrar el valor de la temperatura.
10. Cuando cambie la temperatura, suspender el calentamiento y retirar el recipiente que contiene el cuerpo. Registrar el valor de temperatura.
11. EVITAR QUE EL MATRAZ DE DESTILACIÓN QUEDE SIN LÍQUIDO
12. Medir los volúmenes de las fracciones separadas y observar sus características.



**Figura No. 1**  
**Equipo de destilación simple**

**Resultados:**

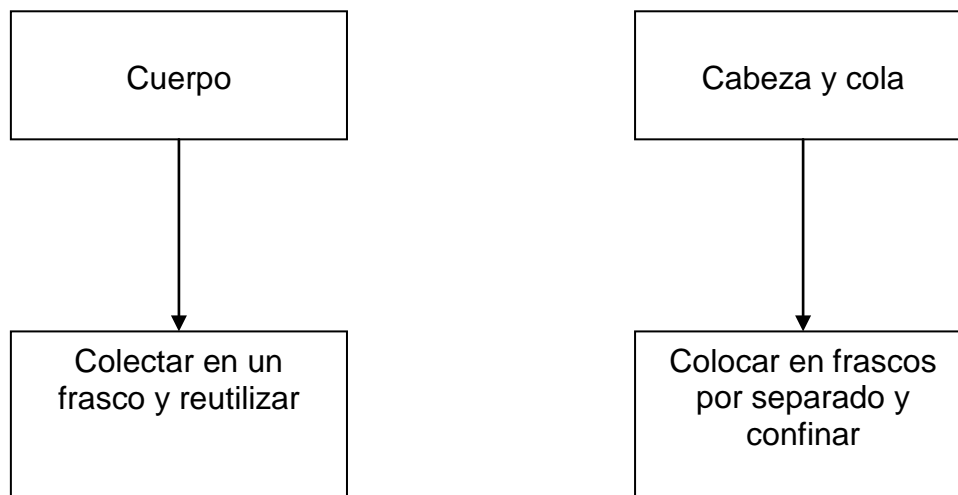
**Tabla de resultados de la destilación.**

Fracción destilada	Características	Temperatura de ebullición	Volumen recolectado
Cabeza			
Cuerpo			
Cola			

**Bibliografía:**

- 1) Ávila Zárraga y otros. (2001). **Química Orgánica Experimentos con Enfoque ecológico**, UNAM, México.
- 2) Espriella A. **De la vida cotidiana a los conceptos básicos. FALTAN DATOS.**

**Diagrama ecológico. Práctica 4 Destilación simple**



### Evaluación

Para comprobar que se cumple con la metodología requerida para la realización de una destilación simple, llevar a cabo la siguiente lista de cotejo.

El alumno:

	<b>sí</b>	<b>no</b>
1.- ¿Adiciona cuerpos de ebullición al matraz de destilación?		
2.- ¿Arma adecuadamente el aparato de destilación?.		
2.- ¿Coloca el bulbo del termómetro a la altura del tubo de desprendimiento del matraz de destilación?		
3.- ¿Verifica que ajuste adecuadamente el tapón que se encuentra en el tubo de desprendimiento con el refrigerante?		
4.- ¿Sujeta el refrigerante con pinzas?		
5.- ¿Sujeta el matraz de destilación con pinzas?		
6.- ¿Conecta la manguera del refrigerante a la llave del agua a contracorriente?		
7.- ¿Sella los posibles puntos de escape de vapor con cinta adhesiva?		
8.- ¿Anota el valor de la temperatura a la cual cae la primera gota?		
9.- ¿Colecta en un recipiente etiquetado como cabeza el destilado hasta antes de que se mantenga constante la temperatura?		
10.- ¿Recolecta en un recipiente distinto etiquetado como cuerpo el destilado que se obtiene a temperatura constante?		
11.- ¿Cuando cambia la temperatura suspende el calentamiento y retira el recipiente que contiene el cuerpo?		
12.- ¿Evita que el matraz de destilación quede sin líquido?		
13. - Su lugar de trabajo permanece limpio y ordenado?		
14.- Trabaja colaborativamente con sus compañeros de equipo.		

15.-Trata los residuos como lo indica el diagrama ecológico.		
--	--	--

**Recomendaciones:** \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

## Práctica No. 5

---

---

### Destilación fraccionada

#### **Propósitos:**

Que el alumno:

- Conozca el proceso de destilación fraccionada y sus características.
- Distinga la diferencia entre la destilación simple y fraccionada.
- Aplique la destilación fraccionada en función de la diferencia de los puntos de ebullición de los componentes de la mezcla de líquidos que se va a separar.

#### **Fundamento:**

El punto de ebullición de un líquido es la temperatura a la cual su presión de vapor es igual a la presión externa. Para que una sustancia alcance su punto de ebullición, es necesario suministrar la energía suficiente para que pase del estado líquido al estado vapor.

En general los factores que determinan el punto de ebullición son: el peso molecular, la forma lineal o ramificada de las moléculas, su polaridad y la asociación intermolecular. Por ejemplo, en el caso de los alcoholes se ha observado que a medida que aumenta el número de átomos de carbono de la cadena lineal, el punto de ebullición también aumenta; sin embargo, éste disminuye al aumentar las ramificaciones moleculares.

La destilación fraccionada debe emplearse para separar y purificar mezclas de sustancias de punto de ebullición cercano. Actualmente se dispone de equipos de destilación fraccionada muy eficaces para lograrlo en este tipo de destilación se utiliza la columna Vigreux (Figura No. 1). La columna de fraccionamiento proporciona una gran superficie para el intercambio de calor en las condiciones de equilibrio entre el vapor ascendente y el condensado descendente.

Un ejemplo de destilación fraccionada puede ser la separación de la mezcla de benceno (80 °C) y tolueno (110 °C).



**Fig. No.1 Columna Vigreux.**



<b>Material</b>	<b>Sustancias</b>
3 Matraces Erlenmeyer de 50 mL 1 Columna Vigreux 1 Refrigerante de agua 1 Embudo de vidrio de tallo corto 1 Matraz de destilación 3 tapones de hule parrilla con calentamiento piedras de ebullición 3 pinzas de tres dedos con nuz 1 termómetro de -10 a 220 °C 1 probeta de 100 mL 2 mangueras 2 soportes universal 1 probeta graduada de 25 mL	Metanol Etanol

**Metodología:**

1. Armar el montaje experimental para la destilación fraccionada como lo indica la Figura 1.
2. Cubrir la columna con un material que mantenga constante el calor en la columna por ejemplo: unicel, franela, algodón, borra, estopa, etc
3. Colocar 25 mL de metanol y 25 mL de etanol en el matraz de destilación, agregar 2 o 3 piedras de ebullición.
4. Calentar el sistema a temperatura moderada utilizando una parrilla eléctrica. **NOTA:** no encender ninguna flama, las sustancias son inflamables
5. Anotar en la tabla No. 1 la temperatura por cada 2 ml de destilado obtenido. **NOTA:** evitar que el matraz de destilación se seque, procurar que el residuo en el matraz sea de aproximadamente 5 mL

**Tabla No. 1**

T de destilación (°C)									
Volumen de destilación (mL)									

Con los datos de la tabla No. 1 construye en papel milimétrico una gráfica de temperatura vs volumen

- 6.
7. De acuerdo a la gráfica anterior determinar la cabeza, cuerpo y cola de cada componente destilado.
8. Anotar los resultados en la tabla siguiente:

**Tabla No. 2**

<b>Fracción de la destilación</b>	<b>Cabeza Volumen (mL)</b>	<b>Cuerpo Volumen (mL)</b>	<b>Cola Volumen (mL)</b>
<b>Componente 1</b>			
<b>Componente 2</b>			

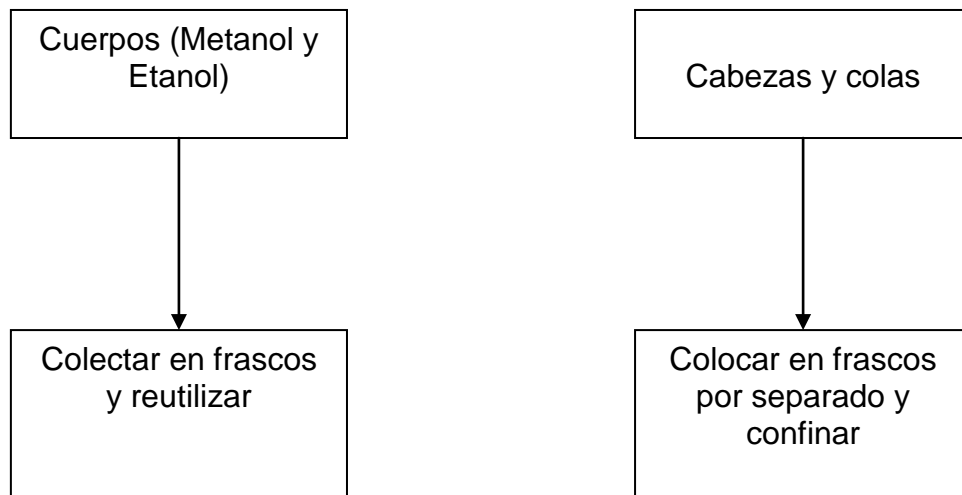
**Tratamiento de residuos.**

Los residuos obtenidos en este experimento consisten en cabeza y cola de destilación de mezclas de disolvente no clorados, los cuales deberán guardarse para utilizarlos en otras prácticas.

**Bibliografía:**

- 1) Ávila Zárraga y otros. (2001). **Química Orgánica Experimentos con Enfoque ecológico**, UNAM, México.
- 2) Garritz, Andoni, J.A. Chamizo. (1995). **Química**. Addison Wesley Iberoamericana, México.
- 3) Morrison, R., T. (1986). **Química Orgánica**, Fondo Educativo Interamericano, México.

**Diagrama ecológico. Práctica 5 Destilación fraccionada**



### Evaluación

Para comprobar que se cumple con la metodología requerida para la realización de una destilación fraccionada, llevar a cabo la siguiente lista de cotejo.

El alumno:

	sí	no
1.- ¿Consulta las hojas de seguridad para conocer las características de las sustancias?		
2.- ¿Arma correctamente el equipo de destilación?		
3.- ¿Adiciona cuerpos de ebullición al matraz de destilación?		
4.- ¿Coloca el bulbo del termómetro a la altura del tubo de desprendimiento del matraz de destilación?		
5.- ¿Verifica que ajuste adecuadamente el tapón que se encuentra en el tubo de desprendimiento con el refrigerante?		
6.- ¿Sujeta el refrigerante con pinzas?		
7.- ¿Sujeta el matraz de destilación con pinzas?		
8.- ¿Conecta la manguera del refrigerante a la llave del agua a contracorriente?		
9.- ¿Sella los posibles puntos de escape de vapor con cinta adhesiva?		
10.- ¿Anota el valor de la temperatura a la cual cae la primera gota?		
11.- ¿Colecta en un recipiente etiquetado como cabeza el destilado hasta antes de que se mantenga constante la temperatura?		
12.- ¿Recolecta en un recipiente distinto etiquetado como cuerpo el destilado que se obtiene a temperatura constante?		
13.- ¿Cuando cambia la temperatura suspende el calentamiento y retira el recipiente que contiene el cuerpo?		
14.- ¿Evita que el matraz de destilación quede sin líquido?		
15.- ¿Su lugar de trabajo permanece limpio y ordenado?		

	<b>sí</b>	<b>no</b>
16.- ¿Trabaja colaborativamente con sus compañeros de equipo?		
17.- ¿Trata los residuos como lo indica el diagrama ecológico?		

Recomendaciones: \_\_\_\_\_

---

---

---

---

---

---

---

## Práctica No. 6 Destilación por arrastre de vapor

### **Propósitos:**

Que el alumno:

- Distinguir el fundamento teórico de la técnica de destilación por arrastre de vapor.
- Aplicar la técnica de destilación por arrastre de vapor en la separación de aceites esenciales de productos naturales.

### **Fundamento:**

La destilación por arrastre de vapor es una técnica, que permite aislar y purificar sustancias orgánicas poco solubles o insolubles en agua y ligeramente volátiles de otros productos no volátiles, permitiendo la purificación de muchas sustancias de punto de ebullición elevado o de aquellas que se descomponen al alcanzar su punto de ebullición, mediante una destilación a baja temperatura.

Los vapores saturados de los líquidos inmiscibles siguen la Ley de Dalton “cuando dos o más gases o vapores, que no reaccionan entre sí, se mezclan a temperatura constante, cada gas ejerce la misma presión que si estuviera solo y la suma de las presiones de cada uno, es igual a la presión total del sistema” y su expresión matemática es la siguiente:

$$P_t = P_1 + P_2 + P_3 + \dots + P_n$$

Donde  $P_t$  es la presión total y  $P_1, P_2, P_n$  son las presiones parciales.

Al destilar una mezcla de dos líquidos inmiscibles su punto de ebullición será la temperatura a la cual la suma de las presiones parciales es igual a la atmosférica. Esta temperatura será inferior al punto de ebullición del componente más volátil.

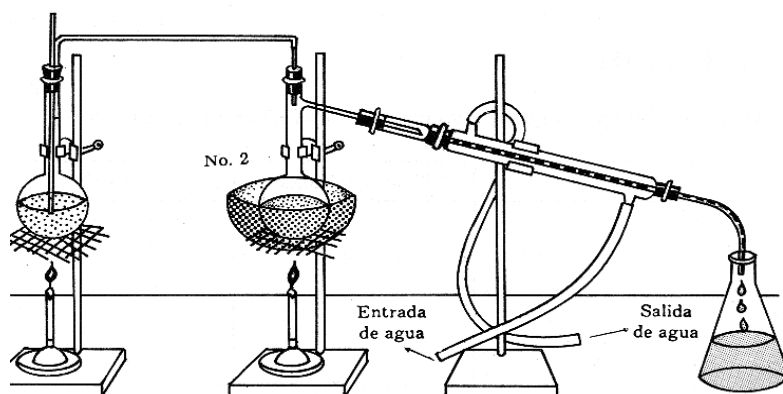
Cuando se destila una mezcla de líquidos inmiscibles, el punto de ebullición de esta mezcla permanece constante hasta que uno de los componentes se ha evaporado completamente.

La destilación por arrastre de vapor es de gran utilidad para separar aceites esenciales de tejidos vegetales, tales como menta, eucalipto, alcanfor, tomillo, naranjo, etc. Los aceites esenciales son generalmente mezclas complejas de hidrocarburos, alcoholes, compuestos carbonílicos, aldehidos aromáticos y fenoles, los cuales son los que proporcionan el aroma característico.

<b>Material</b>	<b>Sustancias</b>
1 matraz de bola de fondo plano de 250 mL 1 matraz de destilación de 250 mL 1 probeta graduada de 25 mL Tubo de vidrio doblado de 80 cm de largo 3 pinzas de tres dedos con nuez 3 tapones de hule monohoradado para el matraz de destilación 1 refrigerante con manguera 2 parrilla de calentamiento 1 Vaso de precipitado de 100 mL	Agua 30 g de alguna de las siguientes sustancias: Clavo, té limón, canela en raja, anís, cáscara de naranja, etc.

**Metodología:**

1. Montar el equipo como se muestra en la figura No. 1. El matraz no. 1 tiene un tubo de vidrio doblado, que realiza la conexión con el matraz No.2 que contiene la muestra y el tubo de vidrio debe de entrar hasta un poco más de la mitad de la bola. Verificar que el sistema no tenga fugas.
2. Colocar aproximadamente 150 mL de agua en el matraz No. 1 (generador de vapor) y algunos cuerpos de ebullición.
3. Colocar 30 g de la muestra en el matraz No. 2.
4. Calentar el matraz No. 1 hasta que el agua hierva, el vapor generado pasará al matraz No. 2 separando de esta manera el compuesto que es inmediatamente arrastrado por el vapor de agua. NOTA: al tapar el matraz No. 2, cuidar que la conexión de vidrio no se obstruya con los trozos de la muestra; pues de ser así no habrá paso de la corriente de vapor.
5. Recibir en un vaso de precipitado de 100 mL el destilado. Guardarlo para realizar posteriormente una extracción.
6. Registrar el volumen obtenido.



**Figura No. 1**

**Equipo de destilación por arrastre de vapor**

**Cuestionario:**

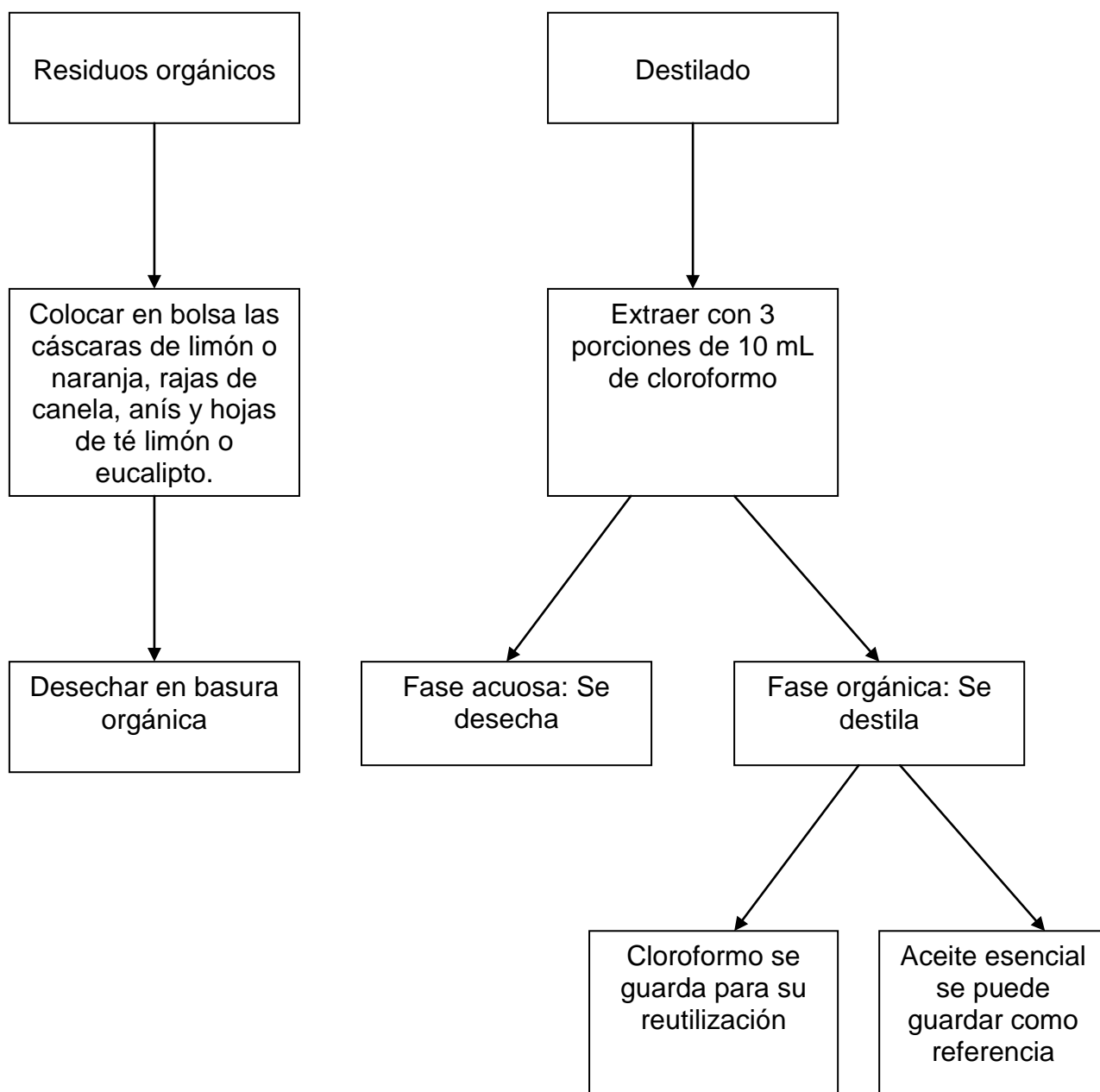
1. ¿Por qué se debe de calentar el matraz No. 2?
2. Describa cuál es el aspecto y el olor que presenta el extracto obtenido.
3. ¿En que momento se detiene la destilación?
4. ¿Cómo purificarías este producto?
5. ¿Cómo sabes si el extracto del aceite esencial tiene agua?
6. ¿Qué fracción del destilado crees tú que corresponde al aceite esencial?
7. ¿Qué otra técnica de separación permitiría obtener mayor rendimiento?

**Bibliografía:**

- 1) Ávila Zárraga y otros. (2001). **Química Orgánica Experimentos con Enfoque ecológico**, UNAM, México.
- 2) Domínguez, Xorge. (1975) .**Química Orgánica Experimental**. Limusa, México.



**Diagrama ecológico. Práctica 6 Destilación por arrastre de vapor.**



### Evaluación

Para comprobar que se cumple con la metodología requerida para la realización de una destilación por arrastre de vapor, llevar a cabo la siguiente lista de cotejo.

El alumno:

	sí	no
1.- ¿Arma adecuadamente el equipo de destilación?		
1.- ¿Coloca el tubo de vidrio doblado a la altura correspondiente en ambos matraces?		
2.- ¿Adiciona cuerpos de ebullición al matraz de destilación?		
3.- ¿Verifica que el sistema no tenga fugas?		
4.- ¿Sujeta el refrigerante con pinzas?		
5.- ¿Sujeta ambos matraces con pinzas?		
6.- ¿Conecta la manguera del refrigerante a la llave del agua a contracorriente?		
7.- ¿Coloca agua en el matraz de bola?		
8.- ¿Coloca la muestra en el matraz de destilación?		
9.- ¿Mantiene en calentamiento constante el matraz de destilación?		
10.- ¿Recolecta en un recipiente el destilado?		
11.- ¿Verifica que no pase agua al matraz de destilación?		
12.- ¿Evita que la sustancia del matraz de destilación se quemé?		
13. - ¿Su lugar de trabajo permanece limpio y ordenado?		
14.- ¿Trabaja colaborativamente con sus compañeros de equipo?		
15.- ¿ Trata los residuos como lo indica el diagrama ecológico?.		

**Recomendaciones:** \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

---

**Cromatografía en capa fina**

**Propósitos:**

Que el alumno:

- Reconozca los principios de la cromatografía en capa fina.
- Aplique la técnica de cromatografía en capa fina, para separar los pigmentos presentes en un extracto de pasto.
- Aplique la cromatografía en capa fina para identificar los componentes de una mezcla de analgésicos.

**Fundamento:**

La cromatografía es una técnica para separar e identificar mezclas de compuestos y se define como la separación de los componentes de una mezcla por distribución entre dos fases, una móvil y la otra estacionaria. Debe su nombre al hecho de que se empleó por primera vez en la separación de materiales colorantes. Desde 1906 el catedrático en botánica de la universidad de Varsovia Michael Tswett, logró separar los pigmentos de hojas vegetales obtenidos por extracción con éter de petróleo, utilizando una columna de carbonato de calcio pulverizado. Los pigmentos separados aparecían como bandas coloreadas en la columna, lo que justifica el nombre que eligió para el método (del griego **kromatos** que significa <color>, y **graphos** que significa <escrito>).

La cromatografía en capa fina se lleva a cabo empleando como fase estacionaria un sólido (adsorbente) finamente dividido colocado en forma de una capa fina sobre una placa de vidrio, denominada *cromatoplaca*.

Para llevar a cabo la separación, se coloca en el origen de la cromatoplaca una pequeña cantidad de la mezcla por separar y se deja que ascienda por medio de capilaridad con la ayuda de un disolvente adecuado (eluyente). Los componentes de la mezcla se separan dependiendo de la afinidad que tengan con el adsorbente y el eluyente.

Un componente es atraído por el adsorbente de acuerdo a su polaridad, por ejemplo, los alcoholes, ácidos carboxílicos y aminas son compuestos polares y por lo tanto, son atraídos con mayor fuerza por adsorbentes polares como la alúmina y el óxido de magnesio. La diferencia de polaridad causará que los componentes de la mezcla asciendan a diferentes velocidades y se separen.

Por ello es importante realizar una buena elección del adsorbente, considerando las propiedades físicas (polaridad) del componente a separar. Los adsorbentes más empleados son la sílica gel y la alúmina mientras que la elección del eluyente dependerá de la polaridad de los componentes de la mezcla a separar.

El Factor de retención ( $R_f$ ) es la relación que se establece entre la altura del componente separado y la altura alcanzada por el eluyente y nos sirve para identificar el tipo de sustancia separada.

$$R_f = \frac{\text{Altura alcanzada por el compuesto}}{\text{Altura alcanzada por el eluyente}}$$

El  $R_f$  también se usa para seleccionar el disolvente o mezcla de disolventes ideales para la separación: si es menor de 0.5 el eluyente es de muy baja polaridad para la separación y si es mayor de 0.5 es de muy alta polaridad.

La siguiente lista de adsorbentes y disolventes están ordenados de menor a mayor polaridad, lo cuál facilita la elección del sistema a utilizar para la separación de un determinado componente.

<b>Adsorbentes</b>	<b>Disolventes</b>
Azúcar, almidón Inulina Talco Carbonato de sodio Carbonato de potasio Carbonato de calcio Magnesia Gel de sílice activada Alúmina activada	Hexano, éter de petróleo Heptano Ciclohexano Tetracloruro de carbono Benceno Tolueno Cloroformo Éter dietílico Acetato de etilo Piridina Acetona Propanol Etanol Metanol Agua Mezclas de ácidos, bases con agua y alcoholes

La cromatografía en capa fina posee la ventaja de ser rápida, sencilla y versátil. Para realizar las separaciones no es necesario utilizar equipo especial o costoso y el analista puede modificar las condiciones experimentales de manera fácil y rápida. Así la técnica resulta útil para diversos propósitos, tales como corridas de prueba, para probar fases móviles y estacionarias de la cromatografía, en el control del progreso de reacciones sintéticas, para hacer diagnósticos clínicos etc.

<b>Material</b>	<b>Sustancias</b>
Portaobjetos Tubos capilares Vaso de precipitados de 150 mL Probeta de 50 mL Mortero con pistilo Tubos de ensayo 15x125 Gradilla Pipeta graduada 5 mL Frascos "Gerber" Lámpara de luz UV	Acetato de etilo Acetona Etanol absoluto Sílica gel para cromatografía en capa fina Yodo Ácido acetilsalicílico Cafeína Muestras problema: Pasto verde fresco Aspirina Cafeaspirina

**Mtología:**

**A) Preparación de placas para cromatografía en placa fina (técnica de vaciado)**

1. Lavar y desengrasar con acetona los portaobjetos y dejar que sequen perfectamente.
2. Preparar en un vaso de precipitados de 150 mL una suspensión de sílica gel (30 g) en acetato de etilo (70 mL).
3. Agitar la suspensión y sumergir dos portaobjetos juntos tomándolos por los lados.
4. Sacar con cuidado los dos portaobjetos del vaso de precipitados, permitiendo que se elimine el exceso de suspensión.
5. Con sumo cuidado separar los portaobjetos, evitando hacer contacto con la superficie que tiene la sílica.
6. Colocar la cromatoplaca sobre una superficie plana y dejar que se evapore el disolvente. Ver figura No. 1.
7. Activar las cromatoplasas en una estufa a 100°C durante 30 minutos.



**Figura No. 1**  
**Cromatoplasas con sílica gel**

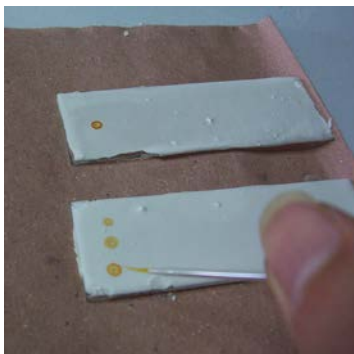
***Extracción y separación de los pigmentos de pasto***

1. Triturar en el mortero el aproximadamente 1 g de pasto fresco con 10 mL de acetato de etilo. Ver figura No. 2.



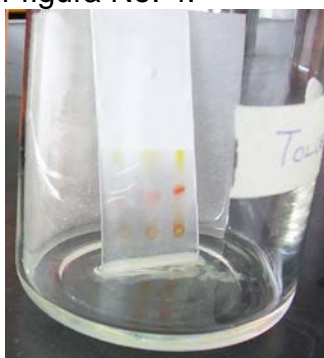
**Figura No. 2**  
**Pigmentos de pasto**

2. En las cromatoplasmas preparadas y activadas anteriormente, colocar con la ayuda de un capilar el extracto de pigmentos en el centro y a una altura de 0.5 cm del borde de la cromatoplasma (Evitar perforar la sílica gel). Ver



**Figura No. 3**  
**Aplicación de las muestras**

3. Dejar secar y aplicar la muestra dos veces más en el mismo punto.
4. En la cámara de elución (frasco), colocar acetato de etilo (eluyente) hasta una altura de 0.4 cm. Ver figura No. 4.



**Figura No. 4**  
**Cámara de elución**

5. Colocar la cromatoplasma ligeramente inclinada dentro de la cámara de elución.
6. Dejar que suba la fase móvil (eluyente) hasta que falten aproximadamente 0.5 cm de la cromatoplasma.
7. Retirar la cromatoplasma de la cámara de elución, marcar hasta donde llegó la fase móvil, así como los componentes de la muestra.
8. Dejar secar y medir para calcular el R<sub>f</sub>. Ver figura No. 5.

#### ***Preparación de las sustancias de referencia***

1. Pesar 0.5 g de cada una de las sustancias de referencia (ácido acetilsalicílico y cafeína) y colocarlas en tubos de ensayo perfectamente etiquetados.
2. Preparar una mezcla 1:1 de etanol absoluto y diclorometano, es decir, medir 7.5 mL de etanol y 7.5 mL de diclorometano.

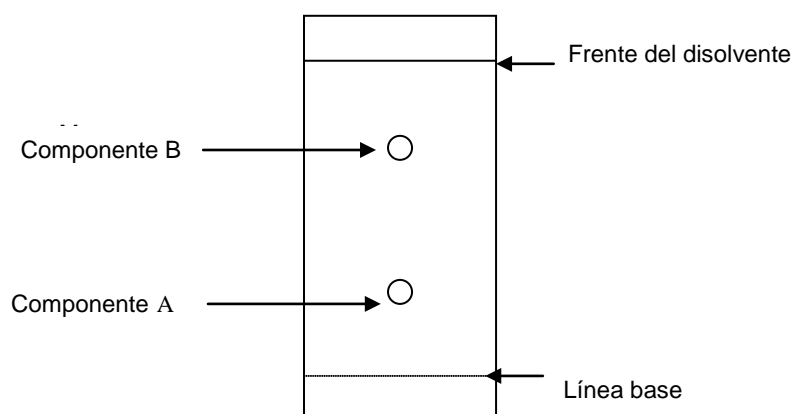
3. Adicionar a cada tubo 5 mL de la mezcla preparada en el punto anterior y agitar hasta disolver la muestra.

#### **Preparación de la muestra problema**

1. Tomar la mitad de la tableta (cafeaspirina) a analizar y triturarla en el mortero.
2. Colocar el triturado en un tubo de ensayo y adicionarle 5 mL de la mezcla etanol absoluto-diclorometano preparada anteriormente.
3. Calentar la mezcla en un baño María durante cinco minutos.

#### **Análisis de la muestra problema**

1. Con la ayuda de una micropipeta o tubo capilar, colocar sobre una de las cromatoplas, a 0.5 cm del borde inferior, la muestra problema y una de las sustancias de referencia (ácido acetil salicílico). Tener cuidado de aplicar las muestras con 1 cm de distancia entre ellas. Ver figura No. 1.
2. Realizar el mismo procedimiento indicado en el paso anterior para la otra sustancia de referencia (cafeína).
3. Preparar una cámara de elusión (frasco gerber), utilizando como eluyente acetato de etilo o acetona.
4. Introducir la cromatoplasca preparada en el paso 1 en la cámara de elución y observar el ascenso del eluyente.
5. Poco antes de que el eluyente toque el borde superior de la cromatoplasca, retirarla de la cámara y colocarla sobre una superficie plana hasta que el disolvente se evapore. No olvidar marcar la altura alcanzada por el eluyente.
6. Repetir la misma operación con la cromatoplasca preparada en el paso 2.
7. Colocar las cromatoplascas en una cámara de revelado de luz UV o de yodo, para observar el corrimiento de las sustancias.
8. Determinar el Rf de cada una de las sustancias e identificar el componente o componentes de la muestra problema.



$$R_f = \frac{\text{Altura alcanzada por el compuesto}}{\text{Altura alcanzada por el eluyente}}$$

**Figura No. 5**  
**Cálculo del Rf**

**Cuestionario:**

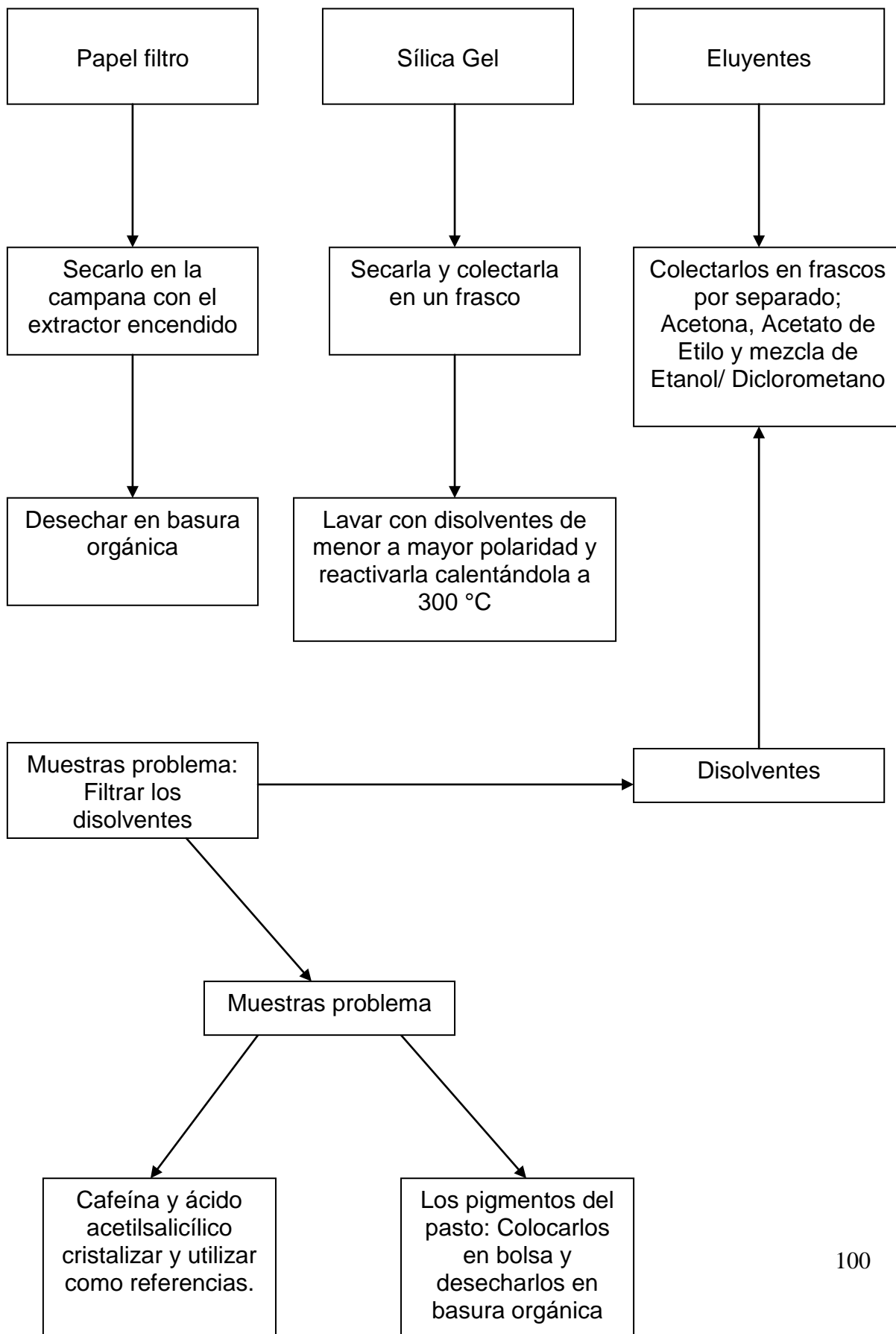
- 1) ¿Qué colores se identificaron en la separación del pasto?
- 2) Investiga los componentes en el pigmento del pasto.
- 3) ¿Por qué es necesario el uso de la lámpara de luz UV para identificar los compuestos en las tabletas?
- 4) ¿Cuál es el Rf del ácido acetilsalicílico? ¿Cuál el de la cafeína?
- 5) ¿Qué compuestos se pudieron identificar en las tabletas?

**Bibliografía:**

- 1) Abbot, David y R.S. Andrews. (1983). **Introducción a la Cromatografía**. Alhambra. México,.
- 2) Ávila, J et al. (2001). **Química Orgánica. Experimentos con un enfoque ecológico**. UNAM, México.
- 3) Bailey Leonard C. (1990). **Cromatografía**. Compilación de Alfonso R. Gennaro, Grafton D. Chase et al. Argentina, Panamericana S.A de C.V.
- 4) Domínguez, Xorge A. (1975) .**Experimentos de Química Orgánica**. Alhambra. México,



**Diagrama ecológico. Práctica 7 Cromatografía en capa fina.**



### Evaluación

Para comprobar que se cumple con la metodología requerida para la realización de una cromatografía en capa fina, llevar a cabo la siguiente lista de cotejo.

El alumno:

	sí	no
1.- ¿Desengrasa el portaobjetos antes de preparar las placas?		
2.- ¿Verifica que se cuente con los reactivos necesarios antes de iniciar?		
3.- ¿Verifica las hojas de seguridad las características de los solventes a utilizar?		
4.- ¿Prepara la sílica gel cómo se marca en el método?		
5.- ¿Activa las cromatoplasas?		
6.- ¿Marca la línea de aplicación en la cromatoplasa?		
7.- ¿Espera que se seque una aplicación de la muestra antes de aplicar otra?		
8.- ¿Coloca correctamente la cromatoplasa en la cámara de elusión?		
9.- ¿Verifica que el eluyente no toque el punto de aplicación?		
10.- ¿Retira la cromatoplasa de la cámara en el momento adecuado?		
11.- ¿Revela la placa de acuerdo al método adecuado?		
12.- ¿Realiza adecuadamente los cálculos para determinar el Rf?		
13.- ¿Identifica adecuadamente los componentes de la muestra problema?		
14.- Su lugar de trabajo permanece limpio y ordenado?		
15.- Trabaja colaborativamente con sus compañeros de equipo.		
16.- ¿Trata los residuos como lo indica el diagrama ecológico?		

**Recomendaciones:** \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

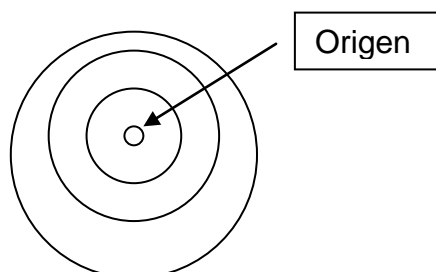
## **Cromatografía radial en papel**

### **Propósitos:**

- Aplicar la cromatografía radial en papel para la separación e identificación de cationes.
- Conocer y aplicar diferentes métodos de revelado para cromatografías.
- Reconocer la importancia que tiene el R.f. para la identificación de sustancias

### **Fundamento:**

La cromatografía radial es una técnica que se debe a Rutter (1948). El papel es usualmente circular y la muestra se coloca en el centro del mismo. El eluyente también se aplica en el centro del papel y se extiende radialmente. Así los componentes de la mezcla son extendidos en una serie de bandas circulares como lo muestra la figura 1.



**Figura No. 1. Punto de aplicación**

Cuando se ha realizado la separación de las sustancias, nos interesa localizar la posición de cada uno de los componentes de la mezcla en el papel. Si las sustancias son coloreadas esto no representa dificultad, pero muchos compuestos, principalmente los que tienen interés biológico, son incoloros, y por consiguiente son invisibles. En este caso se puede hacer uso de varios métodos físicos o químicos para revelar la posición de los componentes. Los métodos físicos más utilizados son la fluorescencia, con una aplicación muy limitada, y la radiación con luz ultravioleta. Los métodos químicos se caracterizan por hacer reaccionar a las sustancias a identificar con algún agente químico con el que formen compuestos coloreados. Hay dos técnicas para aplicar el revelador en el caso de los métodos químicos y son:

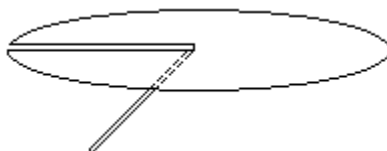
1. La técnica de vaporización : se introduce el papel en una cámara que contenga los vapores de la sustancia reveladora
2. La técnica de pulverización: se pulveriza uniformemente el revelador sobre la superficie del cromatograma por medio de un atomizador.

Material	Sustancias
2 atomizadores	Solución de cromato de potasio 0.25 M
8 vasos de precipitados de 150 mL	50 mL de hidróxido de amonio
Espátula	Ditizona al 0.1% en cloroformo
Tijeras	20 mL de alcohol n-butílico
Regla de 30 cm	Ácido clorhídrico 3 N
8 micropipetas	4 círculos de papel filtro, de poro pequeño, de 12.5 cm (preferentemente Whatman No. 1)
Piseta con agua destilada	Soluciones saturadas de : Nitrato de plomo II, nitrato de plata, nitrato de mercurio II, cloruro de cobre II, cloruro de plomo II y cloruro de mercurio II. (Los cloruros se pueden sustituir por sus sales en forma de nitratos).
1 vaso de precipitado de 1000 mL	
1 embudo de separación	
1 vidrio de reloj	
1 pinzas de disección	

**Metodología:**

**a)** Separación e identificación de los iones  $Pb^{+2}$ ,  $Ag^{+1}$ ,  $Hg^{+2}$ .

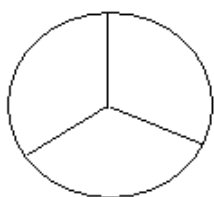
1. La técnica clásica consiste en hacer un pabito por medio de un corte diagonal al centro de la circunferencia del papel como se muestra en la figura 2 (no desprender el pabito del papel).



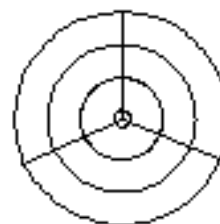
**Figura No. 2. Corte del papel**

Para mejorar la absorción se propone la técnica siguiente:

2. Tomar el papel filtro y trazar tres líneas equidistantes como se muestra en la figura 3a y 3b.



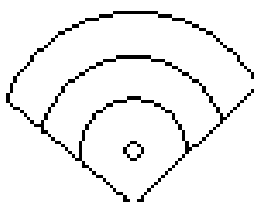
**Figura 3a**



**Figura 3b**

**Trazo de líneas equidistantes**

3. Recortar la tres secciones, obteniéndose el papel que se usará en la cromatografía como se indica en la figura 4





**Figura No.4**  
**Sección para el cromatograma**

4. Aplicar individualmente cada una de las disoluciones de los iones  $Pb^{+2}$ ,  $Ag^{+1}$ ,  $Hg^{+2}$  en el punto indicado en la figura 4, esto se realiza por medio de una micropipeta, dejar secar y aplicar 2 veces más. Identificar los papeles.
  5. Preparar 4 cámaras de elución agregando el eluyente (15 mL de agua destilada) a cada vaso de precipitados de 150 mL.
  6. Colocar cada papel en vasos de precipitados de 150 mL, en forma vertical de modo que no se caigan y taparlos con un vidrio de reloj, dejar correr el cromatograma hasta que el eluyente se encuentre a 1 cm de la periferia del círculo.
  7. Aplicar de la misma forma la muestra problema proporcionados por el profesor.
  8. Retirar los cromatogramas con pinzas y dejarlos secar.
  9. Para revelar el cromatograma, rociarlo con una solución de 0.25 [M] de cromato de potasio con ayuda de un atomizador, dando como resultado la observación de tres colores:  $Pb^{+2}$  amarillo,  $Ag^{+1}$  rojo-anaranjado y  $Hg^{+2}$  naranja. El exceso de cromato se lava con bastante agua destilada usando la piseta..
  10. En la campana de extracción, someter el cromatograma a vapores de hidróxido de amonio pasándolo con las pinzas sobre el borde del frasco de reactivo. TENER MUCHO CUIDADO DE NO INHALAR NI CONTAMINAR EL REACTIVO. Desaparece el color del cromato de plata, mientras que el compuesto mercuríco se transforma en negro.
- b) Separación e identificación de iones  $Cu^{+2}$ ,  $Pb^{+2}$  y  $Hg^{+2}$ .**
1. Preparar el papel igual que en el caso anterior.
  2. Eluyente : mezcla de alcohol n-butílico con una solución de ácido clorhídrico 3 [N] en proporción (2:1), agitada en un embudo de separación, retirando la capa acuosa inferior y la superior se utilizará como eluyente.
  3. Solución reveladora : solución al 0.1% de ditizona disuelta en cloroformo y disulfuro de carbono.
  4. Seguir el procedimiento del inciso a)
  5. Se pueden observar los siguientes colores:  $Cu^{+2}$  marrón,  $Hg^{+2}$  rosa. Los iones de  $Pb^{+2}$  se pueden revelar volviendo a rociar con disulfuro de carbono apareciendo un color negro.

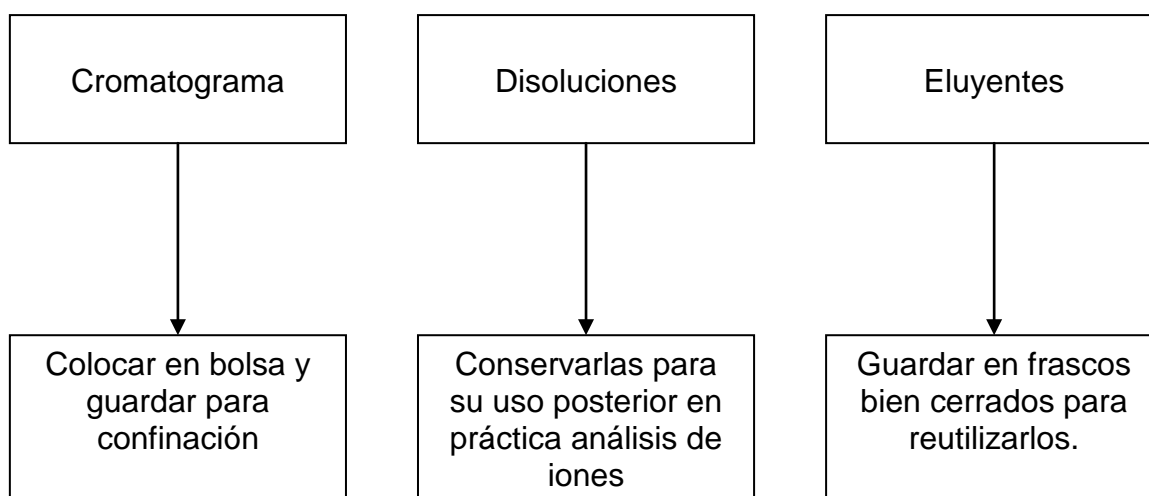
**Tabla de Resultados**

Catión	Color sin revelar	Revelador	Color con revelador	Rf

**Bibliografía:**

- 1) Abbot, D. y Andrews, R.S. (1983). **Introducción a la cromatografía**. Alambra, Madrid.
- 2) Brescia, F. et al. (1979) **Fundamentos de Química**. CECSA, México,.
- 3) Edwards, D.I. (1975) **Cromatografía, principios y técnicas**. El manual moderno, México.

**Diagrama ecológico. Práctica 8. Cromatografía radial en papel.**



**Evaluación**

Para Verificar que el alumno lleva a cabo el procedimiento adecuado, llenar la siguiente lista de cotejo.

El alumno:

	<b>sí</b>	<b>no</b>
1.- ¿Corta correctamente el papel?		
2.- ¿Identifica los papeles antes de iniciar?		
3.- ¿Verifica que se cuente con los reactivos necesarios antes de iniciar?		
4.- ¿Verifica las hojas de seguridad de los solventes a utilizar?		
5.- ¿Espera que se seque una aplicación de la muestra antes de aplicar otra?		
6.- ¿Coloca correctamente el papel en la cámara de elusión?		
7.- ¿Verifica que el eluyente no toque el punto de aplicación?		
8.- ¿Retira el papel de la cámara en el momento, y de la forma adecuada?		
9.- ¿Revela el cromatograma de acuerdo al método adecuado?		
10.- ¿Identifica adecuadamente todos los iones?		
11.- ¿Su lugar de trabajo permanece limpio y ordenado?		
12.- ¿Trabaja colaborativamente con sus compañeros de equipo?		
13.- ¿Trata los residuos como lo indica el diagrama ecológico?		

**Recomendaciones:** \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_



## Práctica No. 9

### Cromatografía en columna.

#### **Propósitos:**

Que el alumno:

- Conozca la cromatografía en columna como una técnica de separación de mezclas, sus características y los factores que en ella intervienen.
- Aplique la técnica de cromatografía en columna para separar los pigmentos vegetales extraídos de hojas frescas.

#### **Fundamento:**

La cromatografía en columna es un método físico de separación e identificación en el cual los componentes que se van a separar se distribuyen entre dos fases; una de estas fases constituye una capa estacionaria de gran área superficial, la otra es un fluido que eluye a través o a lo largo de la fase estacionaria. La fase estacionaria puede ser un sólido o un líquido. Mientras que la fase móvil puede ser un líquido, dando origen a un grupo de técnicas conocidas como cromatografía líquida (p.ej. cromatografía de líquidos de alta resolución, CLAR, o del inglés "high performance liquid chromatography", HPLC) o puede ser un gas, en el cual la técnica fundamental se conoce como cromatografía de gases (del inglés "gas liquid chromatography", GLC).

De este modo, los diferentes tipos de cromatografía se clasifican con base al estado físico de las dos fases involucradas (líquido-sólido, gas-sólido, líquido-líquido y gas-líquido) y por el tipo de fenómenos por los cuales los compuestos son retenidos en la fase estacionaria (adsorción, reparto e intercambio iónico).

En la cromatografía en columna por adsorción (líquido-sólido), la fase estacionaria está constituida por un sólido adsorbente que se empaqueta en una columna, normalmente de vidrio, mientras que la fase móvil es un líquido llamado eluyente.

La tendencia que tienen los compuestos de adsorberse sobre la fase sólida retarda su movimiento, mientras que su afinidad por la fase móvil líquida (polaridad) los mueve a lo largo de la columna.

Por lo tanto, las propiedades de la fase estacionaria, la polaridad de la fase móvil, la complejidad y la naturaleza química de la mezcla a separar son algunos factores que deben tomarse en cuenta para obtener un proceso cromatográfico eficiente. A continuación se mencionan algunos adsorbentes utilizados en la cromatografía en columna:

**Tabla 1.**  
**Adsorbentes en orden decreciente de polaridad.**

<b>Adsorbentes</b>
Alumina ( $Al_2O_3$ )
Talco ( $MgO.SiO_2$ hidratado)
Gel de sílice (ácido silícico)
Almidón
Cal ( $CaO$ )
Celulosa
Magnesia ( $MgO$ )
Polivinilpirrolidona (PVP)
Carbonato de magnesio ( $MgCO_3$ )
Nylon 66
Fosfato de calcio $Ca_3(PO_4)_2$
Carbonato de calcio $CaCO_3$
Carbonato de potasio $K_2CO_3$
Carbonato de sodio $Na_2CO_3$

Inicialmente, la cromatografía utilizaba fases estacionarias muy polares, tales como la sílice y alúmina. Por razones históricas, a este tipo de cromatografía se le conoce como cromatografía en fase normal.

En cromatografía fase normal, el componente menos polar eluye primero, debido a que relativamente es el que menos interacciona con la fase estacionaria. Mientras que los compuestos más polares eluyen al último, debido a que interaccionan electrostáticamente más con la fase estacionaria y sólo serán eluidos de la columna utilizando una fase móvil lo suficientemente polar como para desplazarlos de la fase estacionaria.

**Metodología:**

**Extracción de los pigmentos vegetales.**

- 1) Fragmentar las hojas frescas y colocarlas en el mortero.
- 2) Adicionar 20 mL de acetona, 3 mL de éter de petróleo y 1g de carbonato de calcio.
- 3) Triturar con el pistilo durante 5 minutos la mezcla anterior.
- 4) Colocar en el embudo de tallo corto el papel filtro, verter el extracto sobre el mismo y recibir el líquido en un frasco de vidrio.
- 5) Transferir el extracto al embudo de separación.
- 6) Adicionar 20 mL de la solución de cloruro de sodio al 10% y extraer cuidadosamente con 10 mL de éter de petróleo.

- 7) Liberar la presión interna del embudo después de cada agitación.
- 8) Eliminar la fase acuosa.
- 9) Lavar 3 veces la fase orgánica con 5 mL de la solución de cloruro de sodio al 10%.
- 10) Transferir la fase orgánica a un matraz Erlenmeyer de 50 mL y adicionar suficiente sulfato de sodio anhidro ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) hasta eliminar residuos de humedad, es decir, hasta que el sulfato de sodio no se adhiera a la superficie del vidrio.
- 11) Decantar la fase orgánica y desechar el sulfato de sodio.

**a) Preparación de la columna y separación del extracto.**

1. Preparar el eluyente, mezclando 21 mL de éter de petróleo y 9 mL de acetona.
2. Adicionar 1 g de sílica gel a 10 mL de la mezcla anterior.
3. Quitar el embolo de la jeringa, con ayuda de un soporte universal y pinzas para soporte, fijarla en posición vertical con la punta hacia abajo con la aguja y su protección.
4. Con ayuda de un agitador de vidrio, colocar en el fondo de la jeringa un pedazo pequeño de algodón.
5. Verter la suspensión de sílica gel en la jeringa, hasta que el nivel de sílica gel sedimentada alcance 10 mL. Colocar un pedazo pequeño de algodón en la parte superior de la fase estacionaria. No se debe mover la jeringa ni golpear el soporte de sílica gel recién formado.
6. Adicionar el eluyente de forma tal que no se seque el soporte de la columna.
7. Cuando el eluyente alcance 0.2 mL por arriba de la fase estacionaria, con ayuda de una pipeta Pasteur adicionar cuidadosamente el extracto obtenido. Una vez adicionado el extracto, permitir la salida de disolvente retirando la aguja y su protección. Dejar que se adsorba una parte del extracto a la fase estacionaria y sin dejar secar la columna, eluir la muestra.
8. Colectar en los frascos de vidrio las diferentes fracciones obtenidas. Cada vez que cambie el color del eluyente cambiar el frasco de vidrio.



**Figura No. 1**  
**Cromatografía en columna**

**Cuestionario:**

Observar las diferentes bandas que aparecen en la columna y determinar con base a la siguiente tabla que tipo de pigmentos vegetales se logro separar durante el fraccionamiento del extracto vegetal.

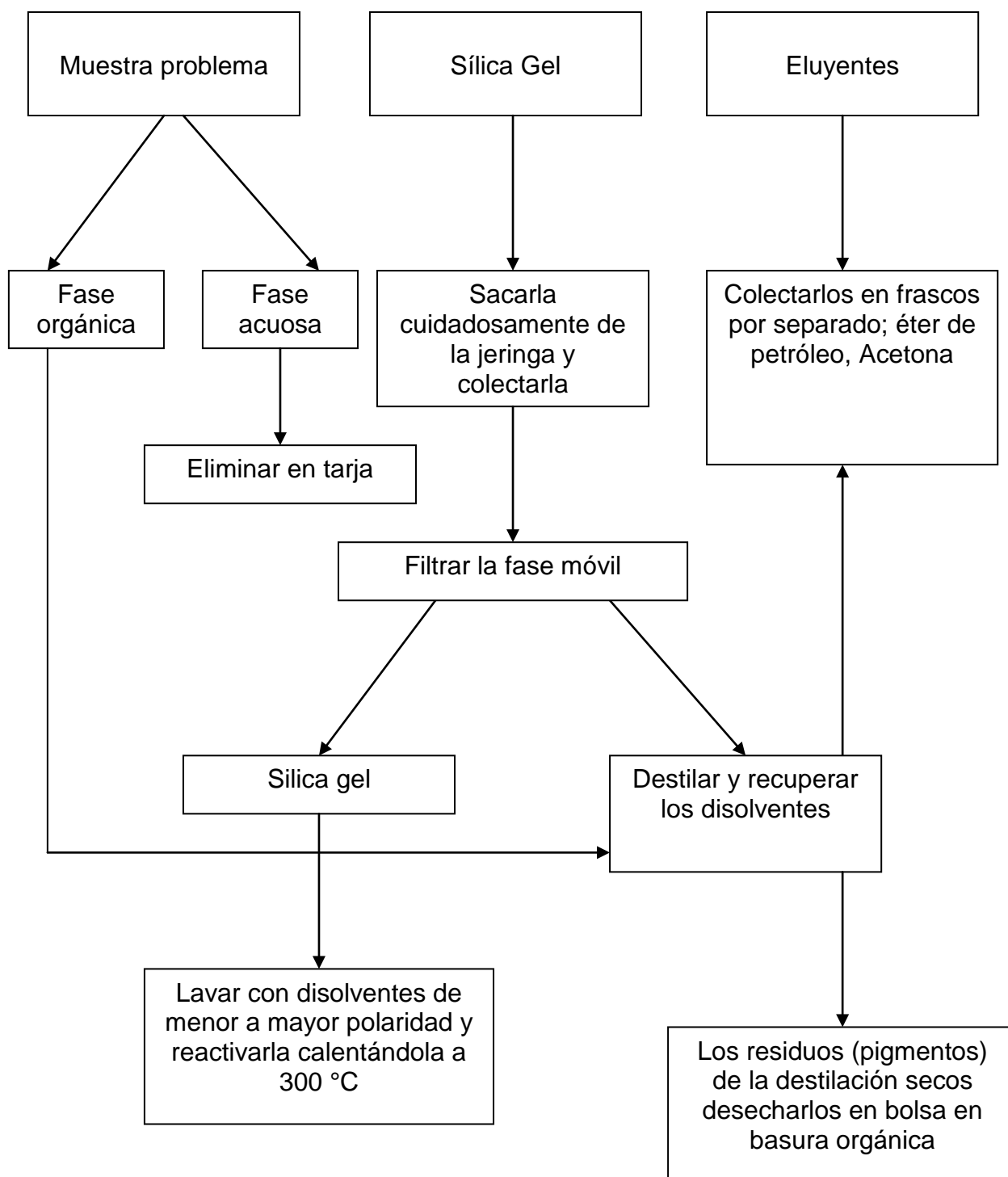
<b>Pigmentos vegetales</b>	<b>Color de la banda</b>
Carotenos	Dorado
Feofitina	Verde aceituna
Clorofila a	Verde azulado
Clorofila b	Verde amarillento
Luteina	Amarillo
Xantofila	Amarillo

1. ¿Qué tipo de pigmentos lograste obtener en la separación del extracto? Menciona el orden de elución de cada pigmento.
2. Con base a su orden de elución, ¿Qué pigmento es el más polar y cual es el menos polar?
3. ¿Cómo determinarías experimentalmente la pureza de las fracciones colectadas?
4. Si realizaras una cromatografía en placa fina del extracto utilizando las mismas condiciones ¿En donde se observaría el pigmento de menor polaridad y en donde el pigmento de mayor polaridad?

**Bibliografía.**

- 1) Ávila, J et al. (2001). **Química Orgánica. Experimentos con un enfoque ecológico.** UNAM, México.
- 2) Burriel F. Marti, Lucena F. Conde y otros (1992). **Química Analítica Cuantitativa,** Paraninfo, Barcelona, España.
- 3) Day, R.A., Underwood A.L. (1994). **Química Analítica Cuantitativa.** Prentice-hall Hispanoamerica, México, D.F.
- 4) Skoog A. Douglas, (1994). **Análisis Instrumental** , McGraw-Hill, Barcelona, España,

**Diagrama ecológico. Práctica 9 Cromatografía en columna.**



**Evaluación**

Para Verificar que el alumno lleva a cabo el procedimiento adecuado, llenar la siguiente lista de cotejo.

El alumno:

	<b>sí</b>	<b>no</b>
1.- ¿Consulta las hojas de seguridad para conocer las características de las sustancias?		
2.- ¿Verifica que se cuente con los reactivos necesarios antes de iniciar?		
3.- ¿Verifica las hojas de seguridad de los solventes a utilizar?		
4.- ¿Extrae adecuadamente los pigmentos vegetales?		
5.- ¿Prepara correctamente la columna de elusión?		
6.- ¿Separa correctamente las diferentes fracciones?		
7.- ¿Pudo identificar los pigmentos obtenidos?		
8. - Su lugar de trabajo permanece limpio y ordenado?		
9.- ¿Trabaja colaborativamente con sus compañeros de equipo?		

**Recomendaciones:** \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

**Obtención de acetanilida**

**Propósitos:**

Que el alumno:

- Realice el proceso de síntesis de Acetanilida.
- Calcule el rendimiento crudo de una reacción de síntesis.

**Fundamento:**

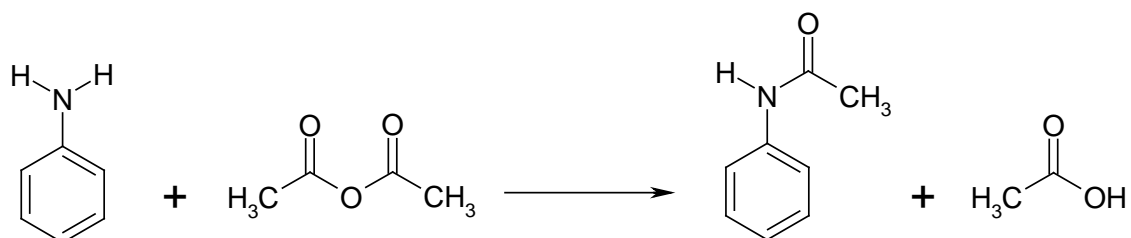
Existen varias formas de clasificación de las reacciones, puede ser según el tipo de producto que se obtenga por ejemplo de combinación, de descomposición, desplazamiento simple y doble desplazamiento. Otra forma de clasificarlas es según la energía que absorben o liberan: endotérmicas o exotérmicas; pueden ser redox o ácido-base.

Una reacción química, expresa un cambio químico, este cambio involucra reactivos y productos, en la práctica los reactivos nunca están exactamente en la misma proporción, siempre hay uno en exceso y otro en menor cantidad. El reactivo en menor proporción se le denomina reactivo limitante y es de gran importancia pues nos indica la cantidad máxima que se obtendrá de los productos.

El reactivo limitante se obtiene calculando el número de moles de cada reactivo, posteriormente se realiza una relación estequiométrica entre estos y el que se encuentre en menor cantidad será el reactivo limitante. Como el reactivo limitante indica la cantidad máxima esperada de los productos lo utilizamos para obtener el rendimiento teórico de la reacción. Desafortunadamente debido a la cantidad de variables experimentales que se pueden tener, el rendimiento teórico no es siempre el mismo que se obtiene realmente, el rendimiento que se utiliza generalmente es el rendimiento obtenido y no el teórico.

Las reacciones de síntesis tienen gran importancia en el campo de la industria farmacéutica y de investigación, es gracias a estas reacciones que podemos obtener fármacos nuevos, precursores de moléculas o diversos derivados de fármacos.

La reacción de síntesis de la acetanilida es:



Anilina

Anhídrido acético

Acetanilida

Ácido acético

Investiga las propiedades fisicoquímicas de la anilina y del anhídrido acético.

<b>Material:</b>	<b>Sustancias:</b>
1 Parrilla de calentamiento con agitador magnético 1 Matraz bola de fondo plano de 250 mL 2 Pipetas graduada de 5 mL 1 Embudo de filtración 1 Vaso de precipitados de 250 mL 1 Anillo metálico 1 Soporte universal 1 Agitador de vidrio Papel filtro	Anilina Anhídrido acético Agua helada o hielo picado o frapé (aprox. 100 mL) Nota: Es recomendable utilizar trampas de humedad, debido a que el anhídrido se hidroliza con la humedad del ambiente.

**Metodología:**

1. Colocar en el matraz bola, el agitador magnético despacio sin dejarlo caer sobre el matraz inclinado.
2. Agregar 3 mL de anilina, y adicionar 5 mL de anhídrido acético.
3. Encender el calentamiento y agitación de la parrilla, mantener durante 10 minutos el calentamiento, continuar la agitación durante 20 minutos más.\*
4. Sin detener la agitación magnética, adicionar aproximadamente 80 mL de agua helada o hielo frapé lentamente, hasta precipitar un sólido amarillo. Romper los grumos formados con un agitador de vidrio.
5. Separar el sólido por medio de una filtración por gravedad, o bien por filtración a vacío\*\*.
6. Lavar el sólido adicionando 50 mL más de agua helada, removiendo mientras se filtra el agua. El agua de lavado se le conoce como "Aguas madres" en este caso son ácidas debido a la presencia de ácido acético formado en la reacción\*\*\*.
7. En caso de filtración a vacío mantenerlo abierto hasta que el sólido seque. En caso de filtración por gravedad sacar el papel filtro con cuidado y extenderlo en una superficie metálica, cubrir con otro papel filtro, permitir que el sólido seque.
8. Una vez seco el sólido pésalo.

\*En caso de precipitación de un sólido amarillento rómpelo con agitador de vidrio y sigue agitando.

\*\*En caso de realizar esta filtración se necesita un embudo Buchner cuyo tamaño debe ser proporcional a la cantidad de sólido a pesar (no ocupar más de  $\frac{3}{4}$  de la capacidad del embudo). Matraz Kitasato con alargadera y sistema de vacío.

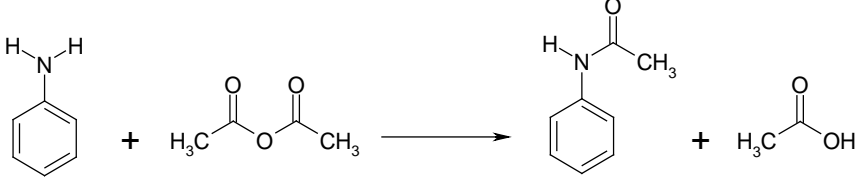
\*\*\*No las puedes tirar a la tarja tienes que neutralizarles el pH con una solución básica de Hidróxido de Sodio o Potasio.





**Resultados:**

Obtener el rendimiento crudo de la reacción considerando el reactivo limitante, indicar como se puede mejorar el rendimiento de la reacción que se llevó a cabo.

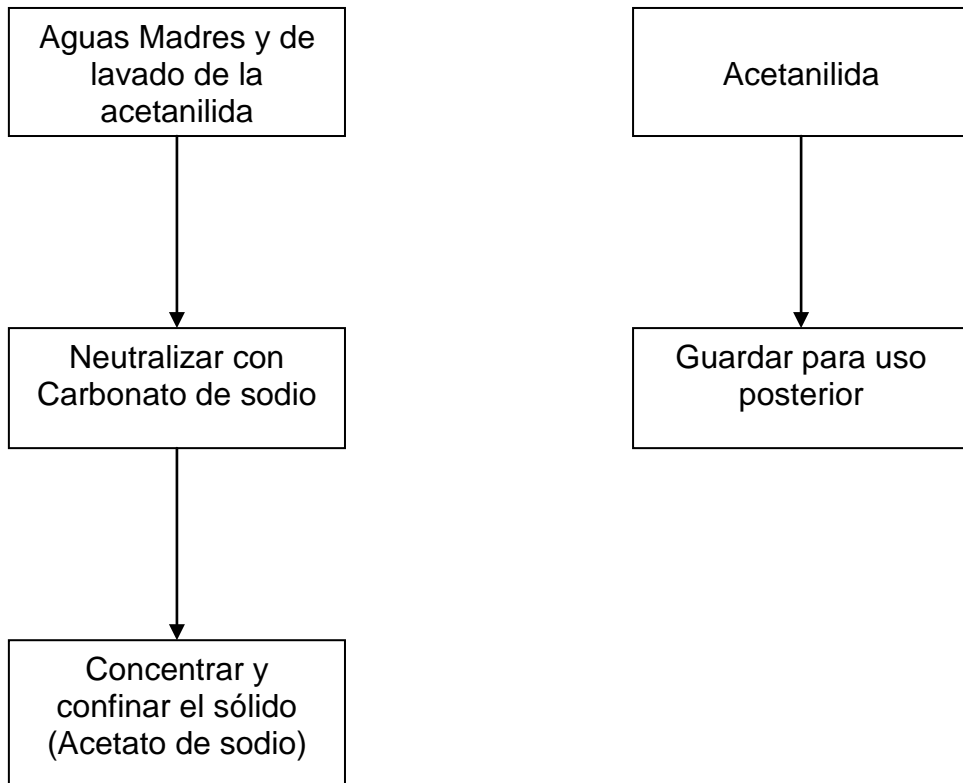
				
Masa molecular				
Densidad				
Masa agregada				
Reactivo limitante				
Rendimiento teórico				
Cantidad obtenida de acetanilida y rendimiento real obtenido.				

**Bibliografía:**

- 1) Ávila, J et al. (2001). **Química Orgánica. Experimentos con un enfoque ecológico.** UNAM, México.
- 2) Zárraga Sarmiento J.C. y otros. (2003). **Química,** McGrawHill, México.



**Diagrama ecológico. Práctica 10 Síntesis de acetanilida.**



### Evaluación

Para Verificar que el alumno lleva a cabo el procedimiento adecuado, llenar la siguiente lista de cotejo.

El alumno:

	<b>sí</b>	<b>no</b>
1.- ¿Lava el material antes de iniciar el experimento?		
2.- ¿Verifica que se cuente con los reactivos necesarios antes de iniciar?		
3.- ¿Verifica las hojas de seguridad de los reactivos a utilizar?		
4.- ¿Calienta el matraz con precaución?		
5.- ¿Obtiene un precipitado amarillo?		
6.- ¿Arma correctamente el equipo de filtración?		
7.- ¿Lava correctamente el precipitado obtenido?		
8.- ¿Permite que se seque totalmente el sólido antes de pesarlo?		
9.- ¿Reconoce el reactivo limitante?		
10.- ¿Obtiene correctamente el rendimiento de la reacción?		
11.- ¿Su lugar está limpio y ordenado?		
12.- ¿Trabaja colaborativamente consus compañeros de equipo?		
13.- ¿Trata los residuos como lo indica el diagrama ecológico?		

## Práctica No. 11

### Cristalización

#### **Propósito:**

- Aplicar el método de cristalización para purificar una sustancia obtenida por síntesis química.
- Elegir el disolvente y equipo adecuado para realizar la cristalización.

#### **Fundamento:**

De manera general la cristalización consiste en llevar un compuesto a la forma de sólido cristalino, partiendo de la sustancia en disolución, fundida o en fase de vapor. La condición principal para que se realice la cristalización de una sustancia es que su solubilidad en un determinado disolvente varíe considerablemente con la temperatura (soluble en caliente e insoluble en frío). Para cristalizar una sustancia partiendo de una disolución, ésta debe saturarse y después enfriarse. La cristalización ocurre cuando el sistema es enfriado por debajo del punto de fusión de la sustancia.

La cristalización persigue tres finalidades principales:

- Obtener un producto puro a partir de una muestra de menor pureza (purificar) por ejemplo: cristalización de sales inorgánicas o sustancias orgánicas.
- Separación de una mezcla compleja: mezcla de sales de distinta solubilidad como NaCl y KCl.
- Aislamiento de una sustancia contenida en una mezcla: mezclas de productos en química orgánica.

En las mezclas de compuestos inorgánicos es fácil la obtención de cristales y se emplea el agua como único disolvente. Sin embargo, en mezclas de compuestos orgánicos es más difícil, teniendo gran importancia la elección del disolvente.

Un disolvente adecuado para cristalización deberá llenar los siguientes requisitos:

- a) a temperatura elevada disuelva fácilmente al compuesto (solute).
- b) a baja temperatura el soluto sea muy poco soluble.
- c) no reaccione con el soluto.
- d) se evapore fácilmente.
- e) en frío, las impurezas sean más solubles que el soluto.
- f) no sea tóxico ni de alto costo.

A grandes rasgos la cristalización de una sustancia implica los siguientes pasos:

- Elección del disolvente con el que se cristalizará el soluto.
- Disolución del sólido o soluto en la mínima cantidad de disolvente caliente.
- Decoloración de la solución con carbón activado.
- Filtración en caliente para remover el carbón activado y/o sólidos suspendidos.

- Cristalización del soluto.
- Filtrado y lavado de cristales.
- Secado de los cristales.

<b>Material</b>	<b>Sustancias</b>
3 tubos de ensayo	Acetanilida
Gradilla	Hexano
Espátula	Acetona
Baño María	Agua destilada
Pinzas para tubo de ensayo	
Parrilla de calentamiento	
2 Vasos de precipitados 250 mL	
Agitador magnético	
Embudo tallo corto	
Tripie	
Balanza granataria	
Papel filtro	

**Metodología:**

a) **Selección del disolvente (Pruebas de solubilidad)**

1. Etiquetar 3 tubos de ensayo con los siguientes nombres: hexano, agua destilada y acetona.
2. Colocar aproximadamente 0.1 g de acetanilida en cada uno de los tres tubos de ensayo.
3. Agregar 1mL de cada sustancia indicada al tubo, agitar y anotar si se disuelve.
4. Calentar cada uno de los tubos a baño María, observar y anotar si se disuelve.
5. Enfriar los tubos en un baño de agua fría.
6. Anotar los resultados en la tabla que se muestra en la sección de resultados.
7. De acuerdo a los resultados obtenidos ¿Con qué disolvente se recristalizará la acetanilida?

b) **Purificación de la muestra**

1. Pesar en vaso de precipitados 3 g de acetanilida.
2. Calentar en otro vaso de precipitados de 50 mL del disolvente ideal seleccionado.
3. Adicionar lentamente el disolvente ideal caliente en el punto anterior hasta cubrir completamente la muestra.
4. Colocar cuerpos de ebullición o un agitador magnético.
5. Calentar la mezcla sobre la parrilla hasta completa disolución, en el caso de que no se disuelva la acetanilida, agregar poco a poco más disolvente caliente, teniendo cuidado que no sobrepase los 100 mL. \*
6. Filtrar la solución caliente por múltiples pliegues, para ello doblar el papel como se muestra en la figura. **Antes de filtrar pasar agua caliente por el material de filtración con el fin de que la acetanilida no cristalice en el papel o embudo de filtración.**

7. Colocar el vaso que contiene el filtrado sobre un baño de agua fría e inducir la cristalización raspando las paredes internas del vaso con un agitador de vidrio.
8. Filtrar los cristales a vacío o por gravedad y lavarlos con el disolvente ideal lo mas frío posible.
9. Dejar secar los cristales y pesar la cantidad obtenida de acetanilida purificada.

\*En caso de que la muestra tenga color amarillo o café es necesario decolorar con carbón activado, para ello una vez disuelto el sólido permitir que se enfríe un poco y agregar con cuidado carbón activado hasta un 2% en peso con respecto a la cantidad colocada de acetanilida. Calentar hasta ebullición durante unos minutos (dependiendo de la coloración), para que no se evapore el disolvente que se adicionó coloca un matraz bola con agua fría sobre el vaso. Posteriormente continuar con el paso 6.

**Resultados:**

**TABLA DE SOLUBILIDAD DE ACETANILIDA.**

Solubilidad	Acetona	Agua	Hexano
<b>Frío</b>			
<b>Caliente</b>			

**CANTIDAD OBTENIDA DE ACETANILIDA RECRISTALIZADA:** \_\_\_\_\_

**RENDIMIENTO DE LA CRISTALIZACIÓN:** \_\_\_\_\_

**Cuestionario:**

1. Indicar como se puede mejorar el rendimiento obtenido.
2. De las siguientes sustancias indicar cuál será el disolvente ideal a utilizar para recrystalizar las siguientes sustancias. **Poner las dos en frío y caliente**

**Tabla de solubilidades.**

Disolvente	Agua	Etanol	Acetato de etilo	Cloroformo	Hexano
<b>Solubilidad</b>					
<b>Solubilidad en frío</b>	*****	****	*	*	*
<b>Solubilidad en caliente</b>	*****	*****	*****	*	*



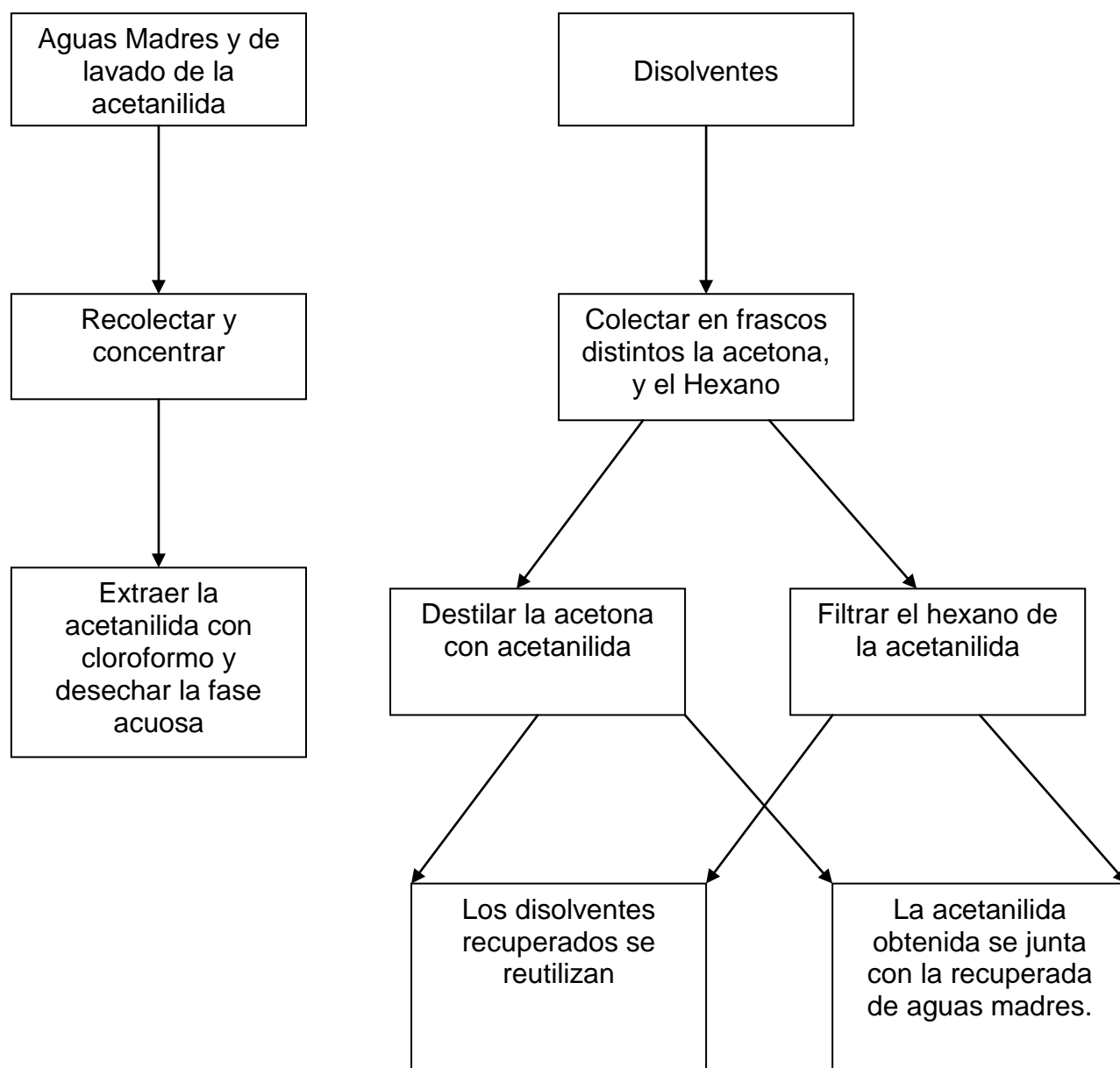
Nota: La solubilidad es proporcional al número de cruces.

3. El ácido 3-cloro-4-nitrobenzoico no reacciona con ningún disolvente, es insoluble en frío en etanol, metanol, cloroformo, y tetracloruro de carbono, en caliente es muy soluble solo en cloroformo y tetracloruro de carbono. Estos dos disolventes poseen la característica de ser muy volátiles, y tener bajo punto de ebullición, sin embargo el tetracloruro de carbono es muy caro y tóxico comparado con el cloroformo. ¿Cuál disolvente es el ideal para recrystalizar el ácido 3-cloro-4-nitrobenzoico?.

**Bibliografía:**

- 1) Fieser Louis F., y otros (1992). **Organic Experiments**, Heath and Company, USA.

**Diagrama ecológico. Práctica 11 Cristalización de acetanilida.**





### Evaluación

Para Verificar que el alumno lleva a cabo el procedimiento adecuado, llenar la siguiente lista de cotejo.

El alumno:

	<b>sí</b>	<b>no</b>
1.- ¿Lava el material antes de iniciar el experimento?		
2.- ¿Identifica el material antes de iniciar las pruebas de solubilidad?		
3.- ¿Verifica que se cuente con los reactivos necesarios antes de iniciar?		
4.- ¿Verifica las hojas de seguridad de los solventes que se van a utilizar?		
5.- ¿Agita los tubos antes de concluir si es soluble o no la sustancia?		
6.- ¿Anota ordenadamente los resultados obtenidos en una tabla?		
7.- ¿Concluye correctamente sobre el disolvente más adecuado para la cristalización?		
8.- ¿Dobla adecuadamente el papel para filtración?		
9.- ¿Permite que se sequen totalmente los cristales antes de pesarlos?		
10.- ¿Obtiene correctamente el rendimiento de la reacción?		
11.- ¿Su lugar está limpio y ordenado?		
12.- ¿Trabaja colaborativamente consus compañeros de equipo?		
13.- ¿Trata los residuos como lo indica el diagrama ecológico?		

**Práctica No. 12**

**Separación de muestras problema**

**Propósitos:**

Que el alumno:

- Emplee correctamente las técnicas de separación en la resolución de los componentes de una mezcla problema.

**Fundamento:**

En prácticas anteriores se ha mostrado la aplicación de los métodos de separación para obtener los componentes de varios tipos de mezclas. Se ha marcado la importancia de aprender la técnica correcta pues así será fácil aplicarla a cualquier mezcla problema.

Debido a que en general las sustancias que un químico analiza se encuentran formando parte de mezclas es importante aplicar los métodos de separación. Para poder separar mezclas adecuadamente es necesario realizar un examen físico preliminar, si se conocen los componentes de la mezcla es conveniente investigar todas las propiedades de los mismos, especialmente las propiedades físicas, pues los métodos se basan sobre todo en propiedades físicas, de polaridad o bien ácido base. Realizando los puntos anteriores se contará con conocimientos adecuados para llevar a cabo una separación eficiente.

**1) Separación de dos sales inorgánicas por cristalización.**

Muestra problema: 2 g de  $\text{KNO}_3$  y 1 g de  $\text{CuNO}_3$

<b>Material:</b>	<b>Sustancias:</b>
Parrilla de calentamiento con agitación magnética Agitador magnético Vasos de precipitado de 50 mL Probeta graduada de 50 mL Pipetas veral Embudo de filtración rápida Papel filtro de poro abierto.	Agua destilada $\text{KNO}_3$ $\text{CuNO}_3$

**Metodología:**

- 1) Calentar a ebullición 25 mL de agua destilada en un vaso de precipitados.
- 2) Colocar la mezcla problema en otro vaso de precipitados con agitador magnético.
- 3) Colocar este vaso sobre la parrilla, e iniciar calentamiento y agitación.
- 4) Adicionar el agua caliente con una pipeta veral gota a gota y muy despacio.

- 5) Observar detenidamente en que punto se disolvió toda la mezcla, y detener la adición de agua pues un exceso de esta evita una adecuada separación.
- 6) Retirar el vaso del calentamiento y colocar en una superficie no metálica que permite el enfriamiento gradual y no brusco.
- 7) Retirar rápidamente el agitador magnético de preferencia con un atrapamoscas, para evitar la pérdida de los compuestos. Después de esto no mover el vaso en absoluto.
- 8) Una vez fría la solución si no se observa la formación de cristales colocarla en hielo.
- 9) Una vez formados los cristales filtrarlos por gravedad.
- 10) Lavar los cristales con un poco de agua helada, observe el color del agua de filtración y de los cristales estos deben ser blancos.
- 11) Dejar secar al aire los cristales.
- 12) Pesar los cristales y obtener rendimiento de la separación.
- 13) ¿Qué compuesto es de color blanco y cual de color verde?

## 2) Separación de una sal inorgánica y un compuesto orgánico.

Muestra problema: 0.5 g de Ácido benzoico y 1 g de Sulfato de cobre II.

Material	Sustancias
Embudo de separación Probeta de 25 mL Anillo de hierro Soporte universal Vaso de precipitado de 100 mL Vaso de precipitado de 50 mL Parrilla de calentamiento con agitación magnética Agitador magnético Embudo de filtración	Acetato de etilo Agua destilada Ácido Benzoico Sulfato de cobre II Sulfato de sodio anhídrido

### **Metodología:**

- 1) Colocar la mezcla en un embudo de separación y adicionar 10 mL de agua.
- 2) Extraer con 10 mL de Acetato de etilo.
- 3) Recordar que al agitar el embudo se debe inclinar y abrir la llave para evitar el aumento de la presión de vapor.
- 4) Permitir que las fases se separen.
- 5) Separar la fase orgánica en un vaso de precipitado de 100 mL.
- 6) Repetir la extracción con dos porciones más de Acetato de etilo.
- 7) Adicionar a la fase orgánica sulfato de sodio anhídrido.
- 8) Filtrar el sulfato y evaporar el disolvente.
- 9) Colocar la fase acuosa en un vaso de 50 mL con agitador magnético.
- 10) Calentar la fase acuosa evaporando el agua hasta la formación de un sólido.

- 11) Adicionar agua caliente hasta disolver el mismo. Recordar adicionar la mínima cantidad de agua caliente que permita disolver el sólido.
- 12) Dejar recristalizar
- 13) Filtrar los cristales y lavarlos con agua helada o alcohol frío.
- 14) Secar al aire.

### 3) Separación de un disolvente por destilación fraccionada.

Muestra problema: Disolventes generados en las prácticas, como los restos de los sistemas de elusión utilizados en las cromatografías. Por ejemplo Metanol, Etanol, y Hexano.

<b>Material</b>	<b>Sustancias</b>
Soportes universales Pinzas de tres dedos Anillo de hierro Mechero o lámpara de alcohol Matraz bola Tapones de corcho Refrigerante Columna de fraccionamiento Termómetro Vaso de precipitados Matraz Erlenmeyer Probeta de 25 mL Perlas de ebullición	100 mL de mezcla de disolventes

#### **Metodología:**

- 1) Investigar los puntos de ebullición en la Ciudad de México de los componentes de la mezcla.
- 2) De acuerdo a lo aprendido armar el sistema de destilación fraccionada.
- 3) Colocar la mezcla junto con las perlas de ebullición en el matraz bola.
- 4) Calentar la mezcla con calor moderado.
- 5) Vigilar la temperatura.
- 6) Observar la temperatura del primer destilado colectarlo en un matraz.
- 7) Al cambiar la temperatura cambiar el matraz colector.
- 8) Cambiar el matraz colector cada vez que la temperatura se modifique.
- 9) Colocar una etiqueta en cada matraz con la temperatura a la que destiló.
- 10) No permitir que el matraz bola quede seco apagar el calentamiento antes.
- 11) De acuerdo a lo investigado que indica que disolvente hay en cada matraz.
- 12) Medir los volúmenes obtenidos de cada disolvente con la probeta.
- 13) Colocar los disolventes separados en frascos adecuadamente etiquetados.

### 4) Separación de ácido salicílico de salicilato de metilo.

Muestra problema: 0.5 g de Ácido salicílico y 1 g de Salicilato de metilo.

<b>Material</b>	<b>Sustancias</b>
Balanza granataria Espátula Embudo de separación Probeta de 25 mL Anillo de hierro Soporte universal Vaso de precipitado de 100 mL Vaso de precipitado de 50 mL Agitador de vidrio Parrilla de calentamiento con agitación magnética Agitador magnético Embudo de filtración Papel pH Papel filtro	Ácido salicílico Salicilato de metilo Acetato de etilo Agua destilada Carbonato de sodio HCl 10%

**Metodología:**

- 1) Colocar la mezcla en 10 mL de agua destilada.
- 2) Adicionar poco a poco una suspensión de carbonato de sodio agitar constantemente hasta que ya no se desprenda gas.
- 3) Colocar la mezcla en un embudo de separación lavar el vaso con 10 mL de Acetato de etilo y verter en el embudo.
- 4) Extraer de acuerdo a la técnica aprendida.
- 5) Repetir la extracción con 2 porciones más de acetato de etilo.
- 6) A la fase orgánica agregarle sulfato de sodio anhidro y evaporar el disolvente.
- 7) Colocar la fase acuosa en un vaso de precipitados y gotearle lentamente una solución de HCl al 10 % hasta pH 4.
- 8) Filtrar el precipitado formado.
- 9) Lavar con agua fría
- 10) Secar al aire.
- 11) ¿Qué compuesto quedó en la fase orgánica y cual precipitó en la fase acuosa?

**5) Separación por cromatografía en columna de una mezcla de Ácido benzoico con Azul de metileno.**

Se pueden utilizar también mezclas de: Azul de metileno con safranina o eosina; Azul de metileno y naranja de metilo, en estos casos no es necesario monitorear la separación por Cromatografía en capa fina ya que ambos componentes de la mezcla son coloridos.



<b>Material:</b>	<b>Sustancias:</b>
Balanza granataria Bureta de 25 mL Vaso de precipitados de 100 mL Cámara de elución o vaso de precipitados y vidrio de reloj Espátula 2 Agitador de vidrio Probeta de 15 mL Algodón Soporte universal 2 Pinzas de 3 dedos con nuez Capilares Portaobjetos Vaso de precipitados de 50 mL Embudo de filtración pequeño	Acetato de etilo Sílica Gel para capa fina Sílica gel para columna Ácido benzoico Azul de metileno Hexano

**Metodología:**

1. Preparar una suspensión de 15 g de sílica gel para columna con 50 mL de acetato de etilo.
2. En el fondo de la bureta colocar un poco de algodón, oprimir al centro sin que se atore con el fondo, de esta forma será fácil sacarlo una vez realizada la separación.
3. Con la llave cerrada adicionar 10 mL de acetato de etilo a la bureta, abrir la llave y recibir en otro vaso el acetato, golpear suavemente la bureta de tal forma que se eliminen las burbujas presentes en el algodón.
4. Adicionar con el embudo la suspensión a la bureta. Golpear suavemente la bureta para eliminar burbujas de aire y favorecer el empacamiento o acomodamiento de la sílica.
5. Permitir la salida del eluyente hasta 0.2 mL por encima del nivel de la sílica.
6. Separar un poco de la mezcla a separar en un vaso y adicionar el resto de la mezcla en la bureta permitir que se adsorba en la sílica.
7. Una vez adsorbida en la sílica, adiciona más eluyente, en este caso es acetato de etilo, y abre la llave de la bureta. **La sílica gel Nunca debe secarse.**
8. Recolectar fracciones de 15 mL.
9. Monitorear la separación utilizando cromatografía en capa fina, para ello es necesario colocar una referencia que será una pequeña cantidad de la mezcla a separar.
10. La separación se abra completado cuando uno de los componentes deje de salir.
11. ¿Qué compuesto fue el primero en eluir?

**Bibliografía:**

- 1) Abbott David., y otros. (1973) **Introducción a la cromatografía**. Alambra, España.
- 2) Ávila,J et al. (2001). **Química Orgánica. Experimentos con un enfoque ecológico**. UNAM, México.
- 3) <http://stainsfile.info/StainsFile/dyes/azures.htm> Junio/2005.
- 4) Sriner Ralph L., y otros. (2004) **Identificación sistemática de compuestos orgánicos**, Limusa, México.
- 5) Zárraga Sarmiento J.C. y otros. (2003). **Química**, McGrawHill, México.

Diagrama ecológico: en esta práctica el alumno debe proponer el diagrama ecológico.

Para Verificar que el alumno lleva a cabo el procedimiento adecuado, llenar la siguiente lista de cotejo.

El alumno:

	sí	no
1.- ¿Lava el material antes de iniciar el experimento?		
2.- ¿Identifica el material antes de iniciar las pruebas de solubilidad?		
3.- ¿Verifica que se cuente con los reactivos necesarios antes de iniciar?		
4.- ¿Verifica las hojas de seguridad de los reactivos que se van a utilizar?		
5.- ¿Utiliza como debe de ser el embudo de separación?		
6.- ¿Separa adecuadamente las diferentes fases?		
7.- ¿Filtra y lava adecuadamente los cristales obtenidos?		
8.- ¿Permite que se sequen totalmente los cristales antes de pesarlos?		
9.- ¿Obtiene correctamente el rendimiento de la separación?		

Métodos de Purificación y Separación de sustancias

10.- ¿Monta correctamente el equipo para el método de destilación?		
11.- ¿Recolecta e identifica adecuadamente los diferentes componentes de la mezcla separados por destilación?		
12.- ¿Monta correctamente el equipo para el método de cromatografía en columna?		
13.- ¿Recolecta e identifica adecuadamente los diferentes componentes de la mezcla separados por cromatografía en columna?		
14.- ¿Su lugar está limpio y ordenado?		
15.- ¿Trabaja colaborativamente con sus compañeros de equipo?		
16.- ¿Trata los residuos como lo indica el diagrama ecológico?		