

Capítulo 4. Práctica 2

Mezclas, compuestos y elementos

Esta práctica de laboratorio ha sido diseñada con el propósito de que el estudiante aprenda a reconocer y diferenciar diferentes tipos de materia, y de que se familiarice con algunos de los procedimientos comunes de separación de mezclas y/o de descomposición de sustancias químicas en sus elementos componentes.

4.1 Objetivos generales

- Inculcar en los estudiantes hábitos de seguridad, puntualidad, seriedad, orden, limpieza y rigurosidad científica en el trabajo de laboratorio.
- Desarrollar en los estudiantes su capacidad para el diseño y realización de montajes de laboratorio
- Desarrollar habilidad y destreza en las operaciones de solubilización, filtración, decantación, destilación y técnicas de cromatografía en papel.
- Desarrollar en el estudiante su capacidad crítica para observar, analizar y extraer conclusiones a partir de datos experimentales.
- Fomentar e incentivar la aplicación de los conocimientos teóricos, al desarrollo de actividades experimentales.
- Fomentar el desarrollo de la capacidad autocrítica en pro del cuestionamiento, del análisis y de la reflexión lógica.

4.2 Objetivos específicos

- Reconocer y diferenciar diferentes tipos de materiales: mezclas, compuestos y elementos
- Familiarizarse con algunos métodos de separación de mezclas, tales como la Solubilización Selectiva, la Filtración, la evaporación, la destilación y la Cromatografía en Papel.
- Ejercitar y mejorar la capacidad del estudiante para el diseño y montaje de experimentos de laboratorio.
- Introducir y familiarizar al estudiante con los procesos de separación de un compuesto en sus elementos componentes, por métodos electroquímicos.
- Ejercitar la capacidad del estudiante para la realización de informes técnicos y de laboratorio.

4.3 Materiales y reactivos

- 2 Beaker o Vaso de Precipitados de 100 mls.
- 2 Erlenmeyer 250 mls.

- 1 Embudo de Vidrio
- Papel de Filtro
- Frasco Lavador
- Celdas para Cromatografía en Papel, (Traerlas)
- Equipo de destilación
- Equipo de Electrólisis

Cada grupo de estudiantes deberá llevar a la práctica como implementos generales, Cuaderno de Laboratorio, Blusa blanca larga, toallas de papel o paños absorbentes, un jabón detergente pequeño, y un marcador de tinta indeleble.

Como elementos específicos, cada grupo de estudiantes deberá cinco sustancias colorantes diferentes, utilizadas en la industria de alimentos, tres marcadores de tinta de agua de diferente color, 10 g de clavos¹ de olor y papel Whatman para cromatografía o en su defecto, papel de filtro para cafetera², cortados en trozos de aproximadamente 3,0 x 11,0 cm.

Adicionalmente, cada grupo de estudiantes deberá llevar dos frascos delgados, idénticos y transparentes de aproximadamente 1,0 cm de diámetro y 5 cm. de longitud y dos frascos mas, de aproximadamente 5 cm. de diámetro y 12 de longitud, todos con tapa plástica. Cuanto mas transparentes, mucho mejor.

4.4 Fundamentación teórica

Cuando se quiere averiguar la composición de un determinado material, generalmente es preciso seguir cuatro etapas básicas: La primera etapa consiste en obtener una muestra representativa de dicho material; la segunda etapa consiste en separar o aislar cada una de las sustancias componentes del material, de tal suerte que estas puedan medirse perfecta e inequívocamente; la tercera etapa consiste en la identificación y cuantificación propiamente dicha, de cada uno de los componentes del material. La cuarta etapa consiste en interpretar correctamente los resultados numéricos en términos de la composición de la muestra, de las limitaciones propias de los métodos analíticos empleados y de las posibles fuentes de error involucradas en el proceso de medición.

Aunque todas estas etapas son importantes y en algunas ocasiones la subdivisión del método analítico en estas cuatro etapas pueda resultar meramente simbólica, la segunda etapa, es decir la separación de las sustancias para su análisis, es quizá una de las más complejas, laboriosas y difíciles de realizar. Para muchos propósitos analíticos, particularmente en Química Orgánica, la etapa de separación de mezclas se realiza mediante alguna de las muy diversas técnicas cromatográficas que existen en la actualidad.

4.4.1 CROMATOGRAFÍA Y TIPOS DE CROMATOGRAFÍA

Se entiende por cromatografía, “el conjunto de técnicas analíticas que se fundamenta en la separación que ocurre, cuando una mezcla de compuestos es arrastrada por una Fase Móvil, a lo largo de una Fase Estacionaria”. Aunque históricamente el nombre de cromatografía se aplicó a la separación de mezclas de sustancias coloreadas, --pigmentos naturales--, en la actualidad su uso se ha extendido prácticamente a cualquier tipo de sustancias, figura 4.1.

¹ El material puede variarse, dependiendo de la esencia que se quiera extraer.

² Un pliego de papel Whatman es suficiente para un grupo de 20 estudiantes.

La cromatografía en sus diversas modalidades constituye hoy por hoy, una de las herramientas analíticas más potentes que se conocen. Las técnicas cromatográficas pueden clasificarse de diversas formas:

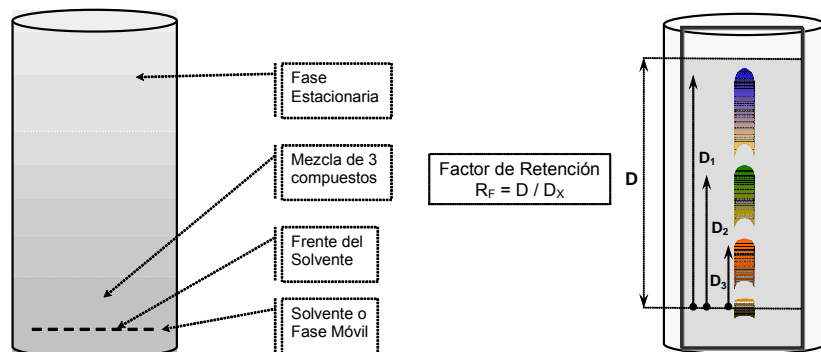


FIGURA 4.1 CROMATOGRFIA EN PAPEL Y COLUMNA. FUENTE: AUTOR.

- Atendiendo al mecanismo esencial de la separación en Cromatografía de Adsorción, Cromatografía de Reparto y Cromatografía de Intercambio Iónico.
- Atendiendo al estado físico de las fases involucradas, en Cromatografía Sólido-Líquido, Cromatografía Líquido-Líquido, Cromatografía Sólido-Gas y Cromatografía Líquido-Gas.
- Atendiendo a la forma de la fase estacionaria, en Cromatografía en Capa Fina, Cromatografía en Papel y Cromatografía en Columna.
- Atendiendo a otras innovaciones tecnológicas y demás coqueterías, se han realizado diversas variaciones, particularmente en las en las fases estacionarias, que permiten hablar de otros tipos de cromatografía tales como, Cromatografía de Exclusión Molecular, Cromatografía en Fase Reversa, Cromatografía Ascendente y Descendente, Cromatografía Bidimensional, etc.

De las muchas variantes cromatográficas que se conocen en la actualidad, son de particular importancia en medio ambiente, la Cromatografía de Gases, útil para el análisis de compuestos orgánicos volátiles tales como hidrocarburos, fenoles, solventes, ácidos grasos, etc., la Cromatografía Líquida de Alta Eficiencia, HPLC, útil en el análisis de compuestos orgánicos pesados, pesticidas, aromáticos polinucleares, fármacos y vitaminas, etc., y la Cromatografía de Intercambio Iónico, útil en el análisis de iones tales como NO_3^- , $\text{SO}_4^{=}$, etc.

La figura 4.2, muestra un diagrama esquemático de los principales componentes y del funcionamiento interno de un cromatógrafo de gases.

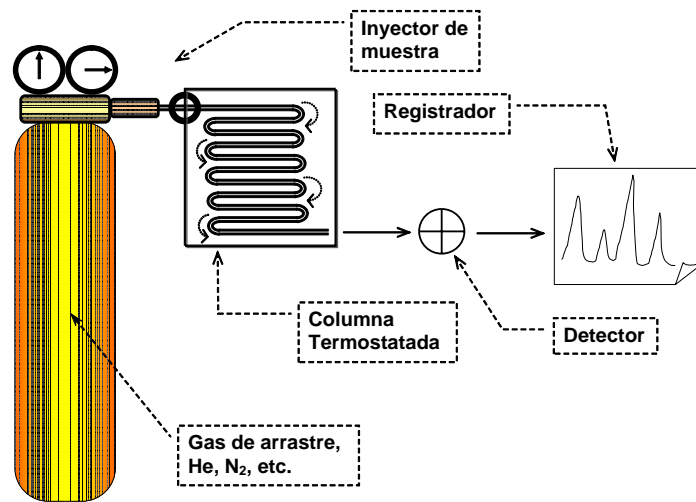


FIGURA 4.2 DIAGRAMA ESQUEMÁTICO DE UN CROMATÓGRAFO DE GASES. FUENTE: AUTOR.

4.4.2 DESTILACIÓN

La destilación es el proceso de separación de uno o más líquidos, en función de sus diferencias de puntos de ebullición. En la destilación se calienta lentamente una mezcla líquida, hasta cuando el líquido más volátil comienza a separarse en forma de vapor. La masa evaporada se recibe entonces sobre una superficie fría en donde se condensa nuevamente a su forma líquida y se recoge, libre ya, de los demás componentes de la mezcla. Por este método se pueden separar mezclas de diversos líquidos, siempre y cuando las diferencias en puntos de ebullición sean apreciables, aproximadamente 5 °C.

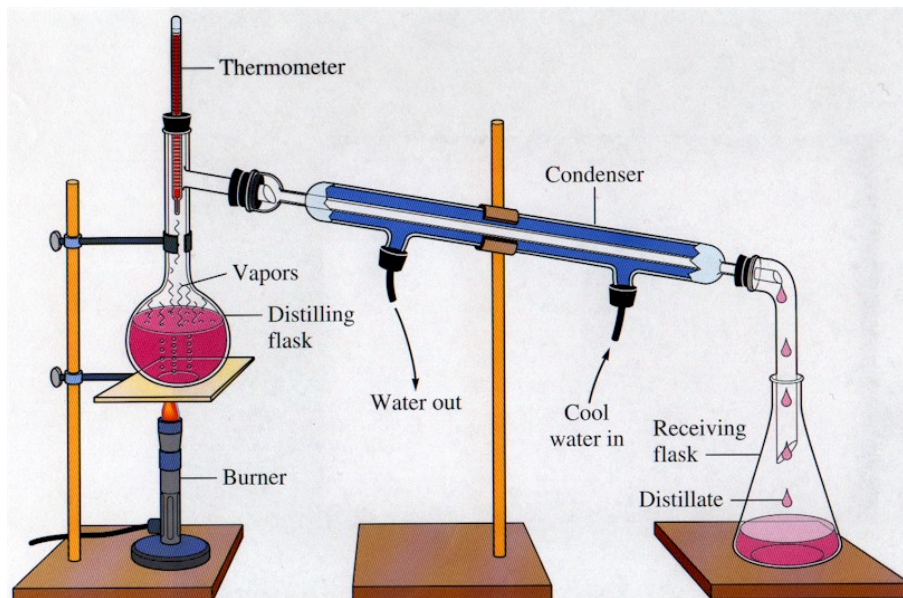


FIGURA 4.3 MONTAJE PARA DESTILACIÓN SIMPLE. TOMADO DE: [LIBRARY.TEDANKARA.K12.TR/ .../Z8.HTM](http://LIBRARY.TEDANKARA.K12.TR/.../Z8.HTM)

Existen diversas técnicas de destilación de las cuales las más conocidas son la destilación fraccionada, la destilación a baja presión y la destilación por arrastre con vapor. Esta última, es quizá el principal método de obtención de los “aceites esenciales”, fragancias naturales muy apreciadas que se encuentran en las plantas, tales como el mentol, el eucaliptol, el eugenol, la vainillina, etc.

4.4.3 SOLUBILIZACIÓN—DECANTACIÓN

Las mezclas también pueden separarse sobre la base de las diferencias en la solubilidad de sus diversos componentes, frente a un determinado solvente o solventes. Así, cuando un solvente lava una mezcla, disuelve y separa los componentes que son solubles en él, de aquellos que no lo son. Los componentes insolubles se separan de los solubles por decantación y/o filtración y posteriormente, a partir del filtrado, por evaporación o cristalización, se recuperan los componentes que fueron separados mediante el solvente.

4.4.4 CRISTALIZACIÓN

La cristalización es el proceso de separación de un soluto a partir de su solución, por sobresaturación, concentración o enfriamiento de la misma. La cristalización permite separar solutos a partir de una solución, en forma prácticamente pura.

Existen varias formas de sobresaturar una solución para hacer que esta comience a cristalizar fracciones del soluto: Por saturación de la solución en caliente y posterior enfriamiento de la misma. Por concentración de la solución, mediante la evaporación de una parte del solvente. Por adición de una sustancia de mayor solubilidad en el solvente, que el compuesto que se desea separar. Cuanto más lento sea el enfriamiento de la solución saturada, mas grandes y puros serán los cristales del sólido que se separa.

4.4.5 EXTRACCIÓN

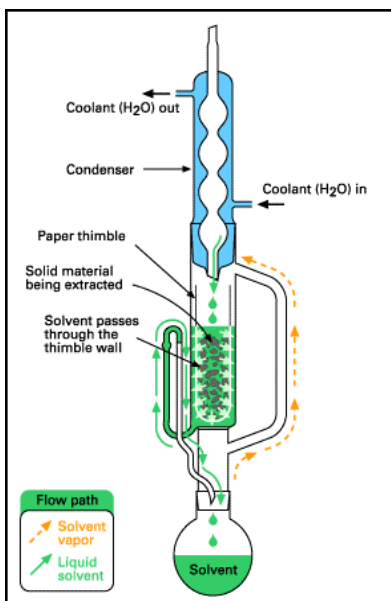


FIGURA 4.4 SISTEMA DE EXTRACCIÓN CON SOXHLET. TOMADO DE: WWW.ANL.GOV/OPA/LOGOS16-2/PHOTO/SOXLET.G

La Extracción es el proceso de separación de una sustancia o sustancias, basado en la libre distribución de esta en dos fases. Mediante esta técnica se pueden separar componentes que se hallan presentes en mezclas sólidas, (utilizando un Soxhlet) o mezclas líquidas, (utilizando un embudo de decantación), basados siempre en las diferencias de distribución de sus componentes individuales en dos fases que se contactan íntimamente a través de una gran área de superficie.

La extracción con Soxhlet consiste básicamente en el lavado sucesivo de una mezcla sólida con un determinado solvente, que va "lavando o extrayendo" de la mezcla, los componentes mas solubles en él. Mediante el lavado sucesivo de una mezcla, se pueden extraer de ella componentes cuya solubilidad en el solvente extractante es muy baja, debido al efecto acumulado de las múltiples extracciones. Un equipo especialmente diseñado para realizar extracciones a partir de mezclas sólidas diversas, es el Soxhlet, (figura 4.4) instrumento ingenioso de amplia utilidad en fitoquímica.

La Extracción con Embudo de Decantación, Figura No 4.5, es un proceso mucho más manual pero igualmente efectivo. En efecto, cuando un soluto se distribuye libremente entre dos fases líquidas inmiscibles que se ponen en contacto íntimo por agitación vigorosa, luego de un corto tiempo de contacto se establece un equilibrio en el cual, el soluto se habrá distribuido en cada una de las fases, en proporción directa a su solubilidad en cada uno de ellos y al volumen de cada una de las fases.



FIGURA 4.5 EXTRACCIÓN CON EMBUDO DE DECANCIÓN. TOMADO DE: WWW.SOS.BANGOR.AC.UK/ABOUT/FACILITIES/ORG-GEO.HTML

La proporción en que se realiza la distribución esta regida por una constante de equilibrio conocida genéricamente como "Constante de Reparto". Para un soluto "S" que se distribuye en una fase orgánica y una fase acuosa, la constante de reparto, K_R , puede expresarse como:

$$K_R = S_{ORG.} / S_W$$

en donde [$S_{ORG.}$] representa la concentración de " S^3 " en la fase orgánica, S_W , la concentración de "S" en la fase acuosa y K_R la Constante o Coeficiente de Reparto, de valor constante para una determinada temperatura.

³ Concentraciones expresadas en términos de porcentaje peso a volumen.

Imaginemos por ejemplo, que la solubilidad de una sustancia "A" en cloroformo, a 20 °C, es de 0,6 g. / 100 mls, mientras que su solubilidad equivalente en agua es de 0,1 g. / 100 mls. Esto significa que cuando la sustancia "A" se distribuye libremente entre dos volúmenes iguales de agua y cloroformo, la concentración en la capa orgánica será seis veces mayor, (0,6 / 0,1), que en la capa acuosa y que el "Coeficiente de Reparto" será igual a 6.

Así, si se extraen 500 mls de una solución saturada de "A", con porciones de a 50 mls de cloroformo, entonces

$$6 * (0,1 - X) / 500 \text{ mls.} = X / 50 \text{ mls}$$

6 veces la Solubilidad de "A" en agua = Solubilidad de "A" en cloroformo

Resolviendo para X, encuentra fácilmente que la masa de "A" extraída por el cloroformo en la primera extracción es de X = 0,0545 g. y por tanto, la cantidad de "A" remanente en la fase acuosa será de 0,1 — 0,0545. Si se plantea nuevamente la ecuación para una segunda extracción con cloroformo:

$$6 * (0,0455 - X) / 500 \text{ mls.} = X / 50 \text{ mls}$$

X = 0,017 g. = masa de "A" extraída en el segundo proceso de extracción con cloroformo y

0,0455 — 0,017 = 0,0284 g. es la masa de "A" remanente en la fase acuosa.

Para una tercera extracción:

$$6 * (0,0284 \text{ g.} - X) / 500 \text{ mls.} = X / 50 \text{ mls}$$

X = 0,01066 g. es la masa de "A" extraída por el cloroformo en el tercer proceso de extracción.

En consecuencia quedarán 0,0284 — 0,01066 = 0,0177 g. de "A" en la fase acuosa.

Hay al menos dos hechos prácticos interesantes en este ejercicio: El primero, *"que el proceso de extracción es mucho más efectivo cuando se emplean pequeñas porciones de solvente extractante, que cuando se emplea una sola porción de tamaño equivalente"*. El segundo, que el proceso de extracción es grande al comienzo, pero decrece rápidamente después de las primeras extracciones.

4.5 Procedimiento

4.5.1 SEPARACIÓN DE MEZCLAS POR SOLUBILIZACIÓN SELECTIVA

Como ejercicio práctico e ilustrativo de la eficiencia de las separaciones por solubilización selectiva, en esta práctica de laboratorio se puede ensayar las siguientes separaciones por este método:

- Separación de una mezcla de naftaleno, azufre y cloruro de sodio, por Solubilización selectiva, primero con agua y posteriormente con éter de petróleo.
- Separación de una mezcla de un triglicérido, (grasa), un azúcar y arena, (bióxido de silicio), por Solubilización selectiva, primero con éter de petróleo y luego con agua.

- Separación de una mezcla de limaduras de hierro, arena, sal y alcanfor, utilizando primero un magneto para retirar el hierro, posteriormente agua para retirar la sal y luego éter de petróleo para retirar el alcanfor. El estudiante debe llevar el magneto.
- Separación de una mezcla de alcanfor, glicerina, un azúcar y arena, (bióxido de silicio), por Solubilización selectiva, primero con éter de petróleo, luego con etanol frío y posteriormente con agua.

4.5.2 SEPARACIÓN DE MEZCLAS POR CROMATOGRAFÍA EN PAPEL

Como ejercicio práctico e ilustrativo de la eficiencia de la cromatografía en la separación de mezclas, en esta práctica de laboratorio se puede ensayar la separación de los siguientes sistemas por Cromatografía en Papel:

- Mezcla de Azul de Metileno y Naranja de Metilo, eluyendo con agua, sobre papel de filtro de café o papel Whatman, cortados en tiras de aproximadamente 11 x 3 cm. El estudiante deberá llevar el papel y los frascos con tapa plástica para la elución.
- Mezcla de Tintas de marcadores hidrosolubles, eluyendo con agua sobre papel, con las mismas especificaciones anteriores. El estudiante deberá llevar el papel, los marcadores y los frascos con tapa para la elución.
- Mezcla de Fushina de Gram, Violeta de Genciana y Verde de Malaquita, eluyendo con etanol al 5% sobre papel, con las mismas especificaciones anteriores. El estudiante deberá llevar el papel, los marcadores y los frascos con tapa para la elución.
- Mezcla de colorantes alimenticios, frecuentes en productos tales como dulces y refrescos, eluyendo con agua sobre papel, con las mismas especificaciones anteriores. El estudiante deberá llevar el papel, los colorantes y los frascos con tapa para la elución.
- Mezcla de pigmentos naturales, presentes en flores, eluyendo con acetona sobre papel, con las mismas especificaciones anteriores. El estudiante deberá llevar el papel, los colorantes, (pétalos de flores de diferentes colores) y los frascos con tapa para la elución.
- Una variante de esta práctica consiste en intentar las mismas separaciones anteriores, por Cromatografía en Columna, en una bureta de 25 mls, empacada con Sílica—Gel o alúmina.

Se debe tener la precaución de aplicar las mezclas sobre el papel utilizando un capilar delgado de vidrio, a manera de una mancha fina y concentrada, a no menos de 1 cm del borde inferior, y de realizar por lo menos dos aplicaciones de mezclas diferentes en cada tira de papel. Las tiras de papel se deben atar a la tapa del frasco y evitar al máximo que esta toque las paredes del recipiente.

Cuando se trate de Cromatografía en Columna, se recomienda aplicar una mezcla concentrada de máximo 1ml, en una sola aplicación. El estudiante deberá hacer las separaciones y medir el R_f de cada compuesto o mancha individual.

$$R_f = \frac{\text{Distancia del punto de siembra al centro de la mancha}}{\text{Distancia del punto de siembra al frente del solvente}}$$

4.5.3 SEPARACIÓN DE MEZCLAS POR DESTILACIÓN

Como ejercicio práctico e ilustrativo de la eficiencia de las separaciones por destilación, en esta práctica de laboratorio se pueden ensayar las siguientes separaciones de aceites esenciales:

Obtención de Eugenol: Se colocan aproximadamente 100 g. de clavos de olor sin macerar en un balón de destilación, se arma un montaje para destilación por arrastre con vapor de agua y se destilan lentamente hasta recoger aproximadamente unos 300 mls de destilado. Los clavos, en su estado normal contienen aproximadamente un 10 % de eugenol.

El destilado se basifica con 50 mls de NaOH al 50 % y se extrae tres veces con porciones de 20 mls de cloroformo que se desechan. Se acidifica entonces el destilado con 3 mls de ácido sulfúrico R. A. y se extrae nuevamente con cinco porciones de a 20 mls de cloroformo. Se juntan las porciones orgánicas, se secan con CaCl_2 y se evapora el cloroformo.

También mediante destilación por arrastre con vapor de agua y posterior extracción del destilado con porciones sucesivas de un solvente orgánico, se puede obtener esencia de menta, anís, eucalipto y pino.

Una variante efectiva en los procedimientos de extracción de esencias naturales consiste en macerar o picar finamente el material crudo que las contiene y en calentar suavemente el macerado con manteca de bajo punto de fusión para que los componentes de interés, (éteres, fenoles y alcoholes en la mayoría de los casos), pasen a la capa orgánica.

Posteriormente se extrae con pequeñas porciones de etanol la fase orgánica, se juntan los extractos etanólicos y se extrae esta nueva fase con pequeñas porciones de hexano o éter de petróleo. Se juntan estas nuevas fases y se evapora el solvente. El procedimiento especialmente útil para la obtención de fragancias de flores.

4.5.4 ELECTRÓLISIS DEL AGUA

La electrólisis es un proceso endotérmico de descomposición del agua, que ocurre cuando se hace pasar a través de una solución acuosa, de un ácido, una base o una sal, una corriente eléctrica continua.

En este experimento se hace circular una corriente eléctrica continua de 9,0 voltios, a través de un vaso de precipitados que contiene aproximadamente 600 mls de una solución de bicarbonato de sodio al 20 %. Las conexiones se realizan con alambre de cobre o aluminio, procurando que el área descubierta del metal en la solución, sea suficientemente grande, para obtener un flujo sostenido de gas dentro de las buretas, Figura No 4.6.

En esta reacción, la energía liberada por la formación de los nuevos enlaces H—H y O—O , es inferior a la energía requerida para romper las uniones H—O . La energía eléctrica de la pila o el adaptador, suple esta diferencia y por ello, la reacción procede solamente cuando el sistema esta eléctricamente conectado o en corto.

El estudiante deberá observar cuidadosamente el proceso y medir los volúmenes de gases que se generan en cada una de las buretas. Posteriormente en su informe, intentará explicar mediante ecuaciones químicas, los hechos observados.

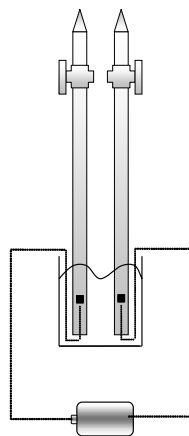


FIGURA 4.6 MONTAJE PARA ELECTROLISIS. FUENTE: AUTOR.

Una vez que las buretas se han llenado con gas hasta aproximadamente la mitad de su capacidad, abra cuidadosamente una de las llaves y aproxime una llama o un fósforo encendido. ¿Que observa?, Repita cuidadosamente este ensayo con la otra bureta y explique mediante ecuaciones sus observaciones.

4.6 Preguntas y temas de reflexión

- Mencione y explique tres tipos de industrias en donde la separación por solubilidad constituya una de las operaciones básicas.
- Mencione al menos dos casos de industrias en donde las separaciones por cristalización y/o extracción, constituyan una de las operaciones básicas.
- Mencione y explique tres tipos de industrias en donde la destilación constituya una de las operaciones básicas.
- Mediante la revisión y análisis de la información a su alcance, diseñe un procedimiento para la obtención de una fragancia de su predilección.
- En el experimento de la electrólisis, especifique claramente la reacción que ocurre sobre la superficie de cada electrodo.
- ¿Que sucede cuando se invierte la polaridad de la pila o el adaptador?
- ¿Que constituye la corriente que circula a través de los alambres conductores?
- ¿Que constituye la corriente que circula a través de la solución?

4.7 Bibliografía

Phillips, Strozag & Wistrom. Química. Capítulos 1 al 3. McGraw Hill, Bogotá, Colombia. Interamericana Editores, 2.000.
Chang Raymond. Química. Capítulos 1 y 2. McGraw Hill Interamericana Editores, 1.999.
<http://WW.fisicanet.com>. Sección General de Química.
<http://www.ur.mx/cursos/diya/quimica/jescobed/separa.htm>
<http://www.labiblio.com/fyq.htm>

<http://www.mcgraw-hill.com.mx/test/MC.FICHA?IISBN=9701028384>
http://www.stillmaker.de/es/destilacion_.html<http://www.terra.es/personal6/jgallego2/selectividad/quimica/precipitacion%20y%20solubilidad.htm>
<http://www.stillmaker.de/es/>
<http://www.labconco.com/pdf/spanish/SpanishKjeldahl.pdf>
<http://alfinal.com/monografias/destilado.shtml>
<http://www.aidche.org/distancelearning/cdrom/distopspan/content>.

