



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA
DE MEXICO**

**FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES
CUAUTITLAN**

**MANUAL DE PRÁCTICAS DE LABORATORIO A NIVEL
SEMI Y MICRO ESCALA PARA LA SEPARACIÓN DE
COMPUESTOS ORGÁNICOS**

**ACTIVIDAD DE APOYO A LA DOCENCIA
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
LICENCIADA EN QUIMICA INDUSTRIAL
P R E S E N T A :
ADRIANA GÓMEZ ALVAREZ**

ASESOR: M. E. VICTORIA ORALIA HERNÁNDEZ PALACIOS



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLAN
 UNIDAD DE LA ADMINISTRACION ESCOLAR
 DEPARTAMENTO DE EXAMENES PROFESIONALES

U.N.A.M.
 FACULTAD DE ESTUDIOS
 SUPERIORES CUAUTITLAN



DRA. SUEMI RODRIGUEZ ROMO
 DIRECTOR DE LA FES CUAUTITLAN
 PRESENTE

DEPARTAMENTO DE
 EXAMENES PROFESIONALES
 ATN: L. A. ARACELI HERRERA HERNANDEZ
 Jefe del Departamento de Exámenes
 Profesionales de la FES Cuautitlán

Con base en el art. 26 del Reglamento General de Exámenes, nos permitimos comunicar a usted que revisamos el Material Didáctico:

Manual de prácticas de laboratorio a nivel semi y micro
escala para la separación de compuestos orgánicos.

de la Opción de Titulación por Actividad de Apoyo a la Docencia que presenta: la pasante: Adriana Gómez Alvarez
 con número de cuenta: 402077077 para obtener el título de: Licenciada en Química Industrial

Considerando que dicho trabajo reúne los requisitos necesarios para ser discutido en el EXAMEN PROFESIONAL correspondiente, otorgamos nuestro VOTO APROBATORIO.

ATENTAMENTE
 "POR MI RAZA HABLARA EL ESPIRITU"

Cuautitlán Izcalli, Méx. a 11 de Diciembre de 2008

PRESIDENTE ME. Victoria Oralia Hernández Palacios

VOCAL Q. María del Rocío Ramírez Salgado

SECRETARIO Q. MA. del Pilar Castañeda Arriaga

PRIMER SUPLENTE MG. Pablo Hernández Matamoros

SEGUNDO SUPLENTE Q. Javier Godínez Covarrubias

DEDICATORIAS Y AGRADECIMIENTOS

A mis padres

A ustedes que me dieron la vida, sin esperar nada, lo dieron todo, sabiendo que no existe una forma de agradecer toda una vida de sacrificios y esfuerzos, que hicieron para hacerme una mujer de bien, ya que en la vida se nos dan pocas oportunidades de salir adelante doy gracias a Dios por haberme dado la suerte de tenerlos y la oportunidad de contar con ustedes.

Señor, gracias te doy porque he visto a mis padres recorrer el camino de la vida, uno al lado del otro, siguiendo por la ruta que les marco el destino, apoyándome siempre para no tropezar.

Hermanas (os)

Por estar cerca de mí, compartiendo las experiencias más importantes de mi carrera y gracias a su apoyo he llegado a realizar una de mis mejores metas. Porque siempre me han apoyado cuando los he necesitado, sin pedir nada a cambio me ayudaron a darme cuenta que el amor y la amistad no sólo son concepto sino entrega noble y desinteresada.

A mis amigas (os)

A ellos que estuvieron conmigo en los momentos difíciles y me dieron animo para seguir adelante.

A mi asesora

Por el apoyo y el tiempo que me brindo en la elaboración de este trabajo.

Gracias a todos aquellos que no están aquí pero que me ayudaron a que este esfuerzo se volviera una realidad.

INDICE

Introducción.....	1
Objetivos.....	2
Generalidades.....	3
Destilación simple de compuestos orgánicos. Separación de la mezcla acetato de etilo-anilina dando seguimiento por índice de refracción.....	6
Destilación fraccionada de compuestos orgánicos. Separación de la mezcla acetato de etilo-clorobenceno dando seguimiento por índice de refracción.....	17
Cromatografía en columna y espectrofotometría UV-Visible. Purificación y cuantificación de β -caroteno en una muestra comercial.....	28
Cromatografía en capa fina. Separación de los componentes de una tinta comercial de un bolígrafo.....	42
Sublimación. Purificación de la mezcla naftaleno-ácido succínico.....	47
Conclusiones.....	53

Este trabajo fue elaborado con el apoyo del proyecto PAPIME PE206406

INTRODUCCIÓN

La separación de mezclas es un problema que el químico enfrenta constantemente y para cuya resolución ha desarrollado una amplia variedad de técnicas.

El manual de prácticas de laboratorio a nivel semi y micro escala para la separación de compuestos orgánicos, está constituido por una serie de prácticas de laboratorio que permiten a los alumnos adquirir experiencia en el aprendizaje de estas técnicas a nivel semi y micro escala, para aplicar conocimientos previos tanto teóricos como experimentales, así como adquirir habilidades motrices finas para el manejo de materiales a escala semi y micro.

La utilización de técnicas a nivel semi y micro escala presentan una serie de ventajas las cuales se mencionan a continuación:

- Reducir la cantidad de reactivos a utilizar.
- Disminuir el tiempo de realización del experimento.
- Mejorar las condiciones de seguridad en el laboratorio, al disminuir la exposición a productos tóxicos así como el riesgo de accidentes.
- Minimizar la generación de residuos.
- Fomentar en los alumnos la cultura del cuidado del medio ambiente.

Se presentan 5 prácticas que pueden ser realizadas como ejemplo de algunas técnicas de separación, que van de 3 prácticas integradoras hasta 2 que son más sencillas. En todos los casos están estructuradas por el objetivo que se pretende alcanzar con el desarrollo del experimento, se incluye una breve introducción sobre el método de separación y la muestra que se analizará, para inducir al conocimiento; a continuación se especifica el material y los reactivos necesarios para la realización de la práctica, posteriormente se detalla la metodología experimental con un ejemplo específico que permite realizar los cálculos correspondientes, expresando los resultados obtenidos, para su análisis e interpretación, realizando las discusiones y conclusiones pertinentes. Se incluye la bibliografía en la que se puede encontrar información adicional sobre los temas tratados.

Las prácticas que constituyen el manual fueron seleccionadas, para realizar el trabajo a nivel semi y micro escala, se probó que fueran reproducibles y que se obtuvieran resultados satisfactorios.

Para manejar el equipo instrumental que se utiliza, se aconseja revisar los fundamentos básicos del refractómetro y del espectrofotómetro UV-Vis así como los principales componentes de los equipos por lo cual es recomendable consultar el Manual de refractómetro (ATAGO IT, TIPO ABBE) y el Manual de Espectroscopia UV-Vis (Instrumentación y Manejo del Equipo), que contiene la guía metodológica del espectrofotómetro UV-Vis Cintra 20 (GBC).

OBJETIVOS

Objetivo General

Presentar un manual de prácticas de laboratorio a nivel semi y micro escala para la separación de compuestos orgánicos, a través de prácticas integradoras donde se manejen conceptos y metodologías de diversa índole, así como prácticas sencillas de rápida realización para apoyar el trabajo experimental de la asignatura de Laboratorio de Química Experimental Aplicada I de las carreras de Química Industrial y Química.

Objetivos Particulares

1. Revisar en la literatura especializada, las experiencias de aprendizaje que incluyan técnicas de separación de componentes orgánicos a nivel semi y micro escala.
2. Implementar en el laboratorio las diferentes prácticas relacionadas, para elegir aquellas en las que se tengan resultados satisfactorios y reproducibles.
3. Integrar en el manual los resultados obtenidos a través de ejemplos específicos para realizar el análisis y discusión correspondientes.
4. Apoyar con este manual la implementación de técnicas a nivel semi y micro escala en el trabajo de Química Experimental Aplicada, contribuyendo a crear una cultura del cuidado del medio ambiente.

GENERALIDADES

Una mezcla es una combinación de dos o más sustancias puras en las que cada una retiene su propia composición y propiedades.

En las mezclas se puede observar que:

- ✓ Son de composición variable.
- ✓ Los componentes retienen sus propiedades características.
- ✓ Pueden separarse en sustancias puras por métodos físicos.
- ✓ Las mezclas de diferentes composiciones pueden tener propiedades muy diferentes.

Se distinguen dos tipos de mezclas:

Las mezclas **homogéneas**, son aquellas que se caracterizan por presentar la misma composición y propiedades en todas sus partes. En otras palabras, cualquier porción de una solución, independientemente de su volumen o masa tiene la misma composición y características de dicha solución y, por lo mismo no es posible distinguir las sustancias que las componen.

Las mezclas **heterogéneas**, están formadas por dos o más sustancias puras que se combinan, conservando cada una sus propiedades particulares, de tal manera que podemos distinguir las sustancias que la componen.

La separación de los componentes de una mezcla debe ser lo mas cuantitativa posible para poder tener una idea del porcentaje de cada componente. Pero es más importante llevar a cabo la separación de la mezcla para así poder identificarlos individualmente.

El origen de una mezcla usualmente nos proporciona la información suficiente para poder indicar el grupo al cual pertenece y, así usar el método adecuado para su separación. Los métodos de separación se basan en diferencias entre las propiedades

físicas de los componentes de una mezcla tales como: punto de ebullición, densidad, presión de vapor, punto de fusión, solubilidad, etc.

La separación de mezclas es un problema que el químico enfrenta constantemente y para cuya resolución ha desarrollado una amplia variedad de técnicas. Los métodos que aquí se consideran se limitan a aquellos que aprovechan la naturaleza química de los compuestos que se van a separar y, más específicamente, las diferencias en polaridad y en acidez y basicidad. La extracción, cromatografía y la destilación pertenecen a este tipo de métodos.

La sublimación es uno de los métodos más convenientes para la purificación de pequeñas cantidades de ciertos sólidos orgánicos, siempre que éstos tengan una presión de vapor relativamente alta. La sublimación se puede llevar a cabo a presión atmosférica, pero a veces es conveniente hacerlo a presión reducida y por ende disminuir la temperatura de calentamiento de la mezcla.

La destilación es un método de separación especialmente valioso a efectos de purificación este proceso consiste en la vaporización del líquido por calentamiento y la condensación del vapor colectado, ésto se logra para los líquidos porque sus moléculas están en constante movimiento y tienden a escapar de la superficie como moléculas gaseosas al exterior.

La cromatografía es la separación y purificación de una mezcla de dos o más compuestos por distribución entre dos fases, una de las cuales es estacionaria y la otra una fase móvil. Varios tipos de cromatografía son posibles, dependiendo de la naturaleza de las dos fases involucradas: sólido-líquido (capa fina, papel o columna), líquido-líquido y gases-líquido (fase-vapor).

**CLASIFICACIÓN
DE LOS
MÉTODOS CROMATOGRÁFICOS**

Clasificación general	Método específico	Fase estacionaria	Tipo de equilibrio
Cromatografía de gases (CG)	Gas-líquido(GLC)	Líquido absorbido o unido a una superficie sólida	Reparto ente gas y líquido
Cromatografía líquida (CL)	Gas-sólido	Sólido	Adsorción
	Líquido-líquido o reparto	Líquido adsorbido o unido a una superficie sólida	Reparto entre líquidos inmiscibles
	Líquido-sólido o adsorción	Sólido	Adsorción
	Intercambio iónico	Resina de intercambio iónico	Intercambio iónico
	Exclusión por tamaño	Líquido en los intersticios de un sólido polímero	Reparto/tamizado
	Afinidad	Líquido con grupo específico unido a una superficie sólida	Reparto entre líquido superficial y líquido móvil
Cromatografía de fluidos supercríticos (SFC) (fase móvil: fluido supercrítico)		Especie orgánica unida a una superficie sólida	Reparto entre fluido supercrítico y superficie unida

DESTILACIÓN SIMPLE DE COMPUESTOS ORGÁNICOS
SEPARACIÓN DE LA MEZCLA ACETATO DE ETILO – ANILINA DÁNDO
SEGUIMIENTO POR ÍNDICE DE REFRACCIÓN

OBJETIVO

Separar los componentes de una mezcla orgánica binaria líquida por medio de una destilación simple dando seguimiento a las fracciones por su índice de refracción.

INTRODUCCIÓN

La destilación es una de las principales técnicas que permite la purificación de líquidos. Lo que realmente ocurre en este proceso es que se calienta el líquido en un recipiente (un matraz de destilación) hasta que se vaporiza, el vapor pasa a un refrigerante donde se convierte de nuevo en líquido y se recoge luego en un recipiente colector. La destilación se basa en el hecho de que cada líquido tiene una temperatura específica de ebullición.

Cuando en la fase líquida están presentes dos componentes distintos, el vapor que cubre al líquido contendrá algunas moléculas de cada uno de ellos. Si convenimos en llamar A y B a los dos componentes del líquido, el número de moléculas de A en la fase líquida vendrá determinado por la volatilidad de A y por la fracción molar de A en la mezcla.

La destilación simple es un proceso que consiste en la vaporización de un líquido, condensación del vapor y colección del condensado.

Esta técnica se utiliza para:

- ❖ Determinar el punto de ebullición de un líquido puro.
- ❖ Purificar un líquido que contiene pequeñas cantidades de impurezas líquidas o sólidas.

-
- ❖ Separar mezclas de líquidos que difieran en 80°C, aunque a veces dependerá de la característica de la muestra.
 - ❖ Separar el soluto del disolvente en una disolución.

El componente de punto de ebullición más bajo es el más volátil, destila con mayor rapidez y es la primera fracción del destilado. El componente de punto de ebullición más alto es el menos volátil cuyo componente principal es la última fracción del destilado.

EJEMPLO:

SEPARACIÓN DE UNA MEZCLA DE ACETATO DE ETILO Y ANILINA

MATERIAL Y EQUIPO

- Equipo básico de química a escala semimicro.
- Termómetro de 0 a 200 °C.
- Soporte universal.
- Pinzas.
- Baño de glicerol.
- Parrilla de calentamiento.
- 2 mangueras de látex.
- Piedras de ebullición
- Refractómetro (ATAGO IT, TIPO ABBE)

REACTIVOS

- Acetato de etilo reactivo analítico
- Anilina reactivo analítico

METODOLOGÍA

Seleccionar una mezcla binaria de dos compuestos orgánicos, con una diferencia de al menos 80 °C de puntos de ebullición.

Esta puede ser proporcionada por el asesor.

Elaboración de la curva estándar.

Con los datos de los componentes de la mezcla que se va a separar, elaborar la Tabla 1, como en el ejemplo, con las propiedades de ambos compuestos.

Preparar una serie de mezclas de los compuestos, variando la composición en volumen y calcularla posteriormente en fracción mol, siguiendo el ejemplo de la Tabla 2. Medir para cada mezcla su índice de refracción.

Graficar los resultados experimentales de índice de refracción contra composición para cada compuesto, realizar la regresión lineal, expresando los datos de la misma.

Armar un equipo de destilación simple, utilizando las piezas a escala semimicro, como se muestra en las Figuras 1 y 2.



Fig. 1 Componentes del equipo de destilación simple

Se colocan aproximadamente 10 mL de la mezcla a separar (preferentemente de composición 1:1 en volumen) en el matraz bola y se añaden piedras de ebullición. El calentamiento se realiza con un baño de glicerol colocado en un cristalizador, sobre una parrilla.



Fig. 2. Equipo de destilación simple a escala semimicro

Se inicia el calentamiento y la destilación colectando fracciones de aproximadamente un mililitro, a las cuales se les va midiendo el índice de refracción.

Una vez terminada la destilación, con los datos obtenidos del índice de refracción, determinar a partir de la curva de calibración la composición de cada fracción de destilado (ver Tabla 3 del ejemplo).

RESULTADOS

Con los resultados obtenidos, se elaboran las tablas y gráficas como se presentan en el ejemplo, para:

- ❖ Determinar si hay separación de los componentes de la mezcla.
- ❖ Establecer qué fracciones contienen los compuestos puros para colectarlas.
- ❖ Eliminar las fracciones que todavía contienen mezcla, colocando los residuos en los frascos correspondientes, correctamente etiquetados.

En la Tabla 1 se presentan las propiedades de los compuestos a separar.

TABLA 1		
PROPIEDADES DE LOS COMPUESTOS		
	ACETATO DE ETILO	ANILINA
MASA MOLAR: (g/mol)	88.100	93.100
DENSIDAD: (g/ml)	0.900	1.200
PUNTO DE EBULLICIÓN: °C	77.000	184.000
ENSAYO: g/g	99.500	99.500
INDICE DE REFRACCIÓN	1.3719	1.5863

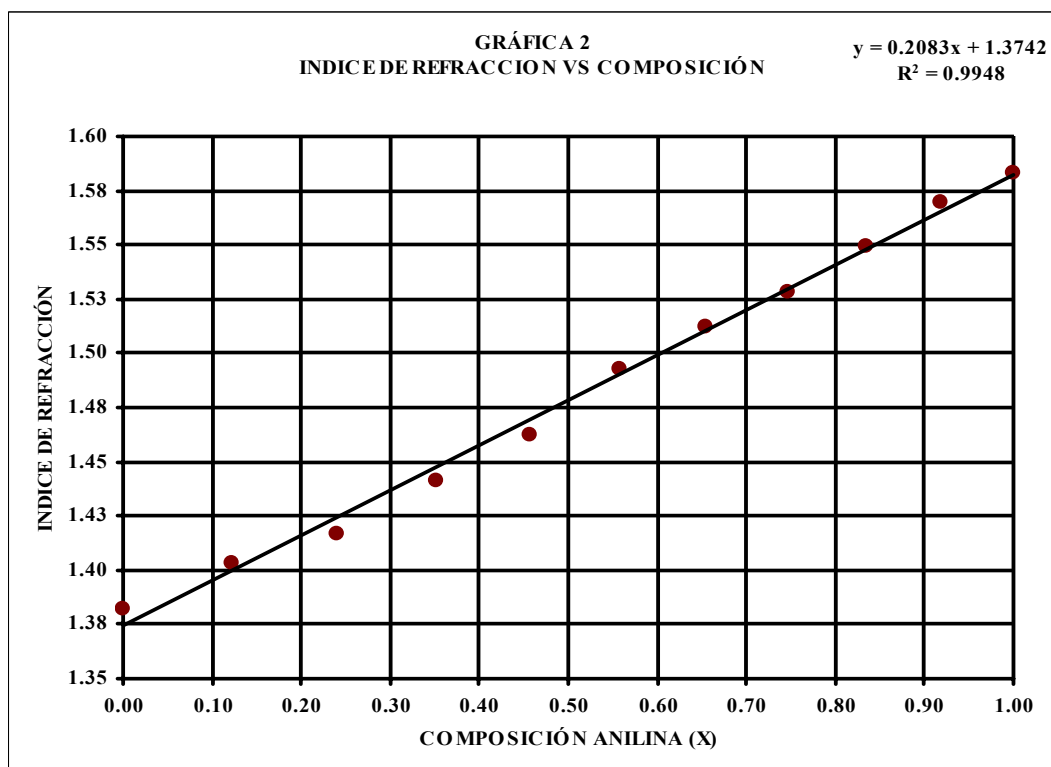
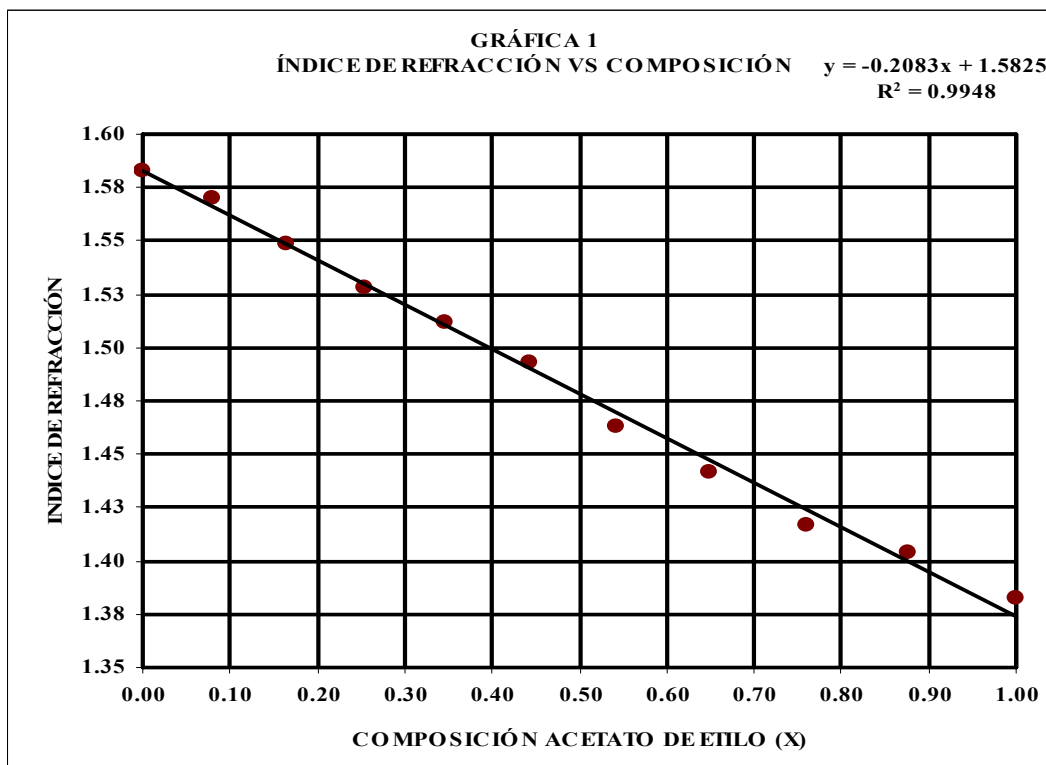
En las columnas 1, 2 y 3 de la Tabla 2, se presentan las composiciones (v/v) de las 11 mezclas preparadas para realizar la curva de calibración, en las siguientes columnas, la composición se expresa en mmoles y en fracción mol, respectivamente, posteriormente se dan los valores experimentales obtenidos de la determinación del índice de refracción correspondiente.

La última columna presenta los valores corregidos de acuerdo a la ecuación de regresión lineal.

TABLA 2.								
DATOS DE COMPOSICIÓN E ÍNDICE DE REFRACCIÓN								
MUESTRA	VOLUMEN		CANTIDAD SUSTANCIA		FRACCIÓN MOL		ÍNDICE DE REFRACCIÓN	
	ACETATO DE ETILO	ANILINA	ACETATO DE ETILO	ANILINA	ACETATO DE ETILO	ANILINA	EXPERIMENTAL	AJUSTADO
	(mL)	(mL)	(mmol)	(mmol)	χ	χ		
1	1.0	0.0	10.1646	0.0000	1.0000	0.0000	1.3823	1.3742
2	0.9	0.1	9.1481	1.2825	0.8770	0.1230	1.4035	1.3998
3	0.8	0.2	8.1317	2.5650	0.7602	0.2398	1.4165	1.4241
4	0.7	0.3	7.1152	3.8475	0.6490	0.3510	1.4416	1.4473
5	0.6	0.4	6.0988	5.1300	0.5431	0.4569	1.4627	1.4693
6	0.5	0.5	5.0823	6.4125	0.4421	0.5579	1.4928	1.4904
7	0.4	0.6	4.0658	7.6950	0.3457	0.6543	1.5120	1.5105
8	0.3	0.7	3.0494	8.9774	0.2535	0.7465	1.5279	1.5297
9	0.2	0.8	2.0329	10.2599	0.1654	0.8346	1.5490	1.5480
10	0.1	0.9	1.0165	11.5424	0.0809	0.9191	1.5700	1.5656
11	0.0	1.0	0.0000	12.8249	0.0000	1.0000	1.5830	1.5825

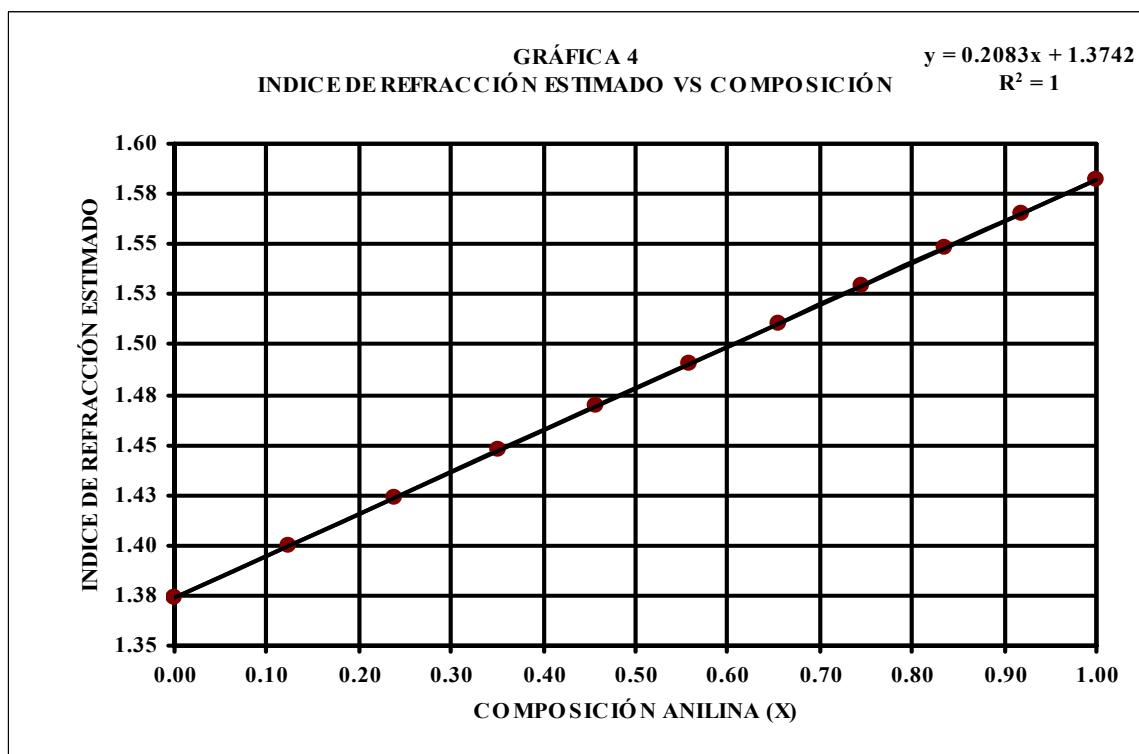
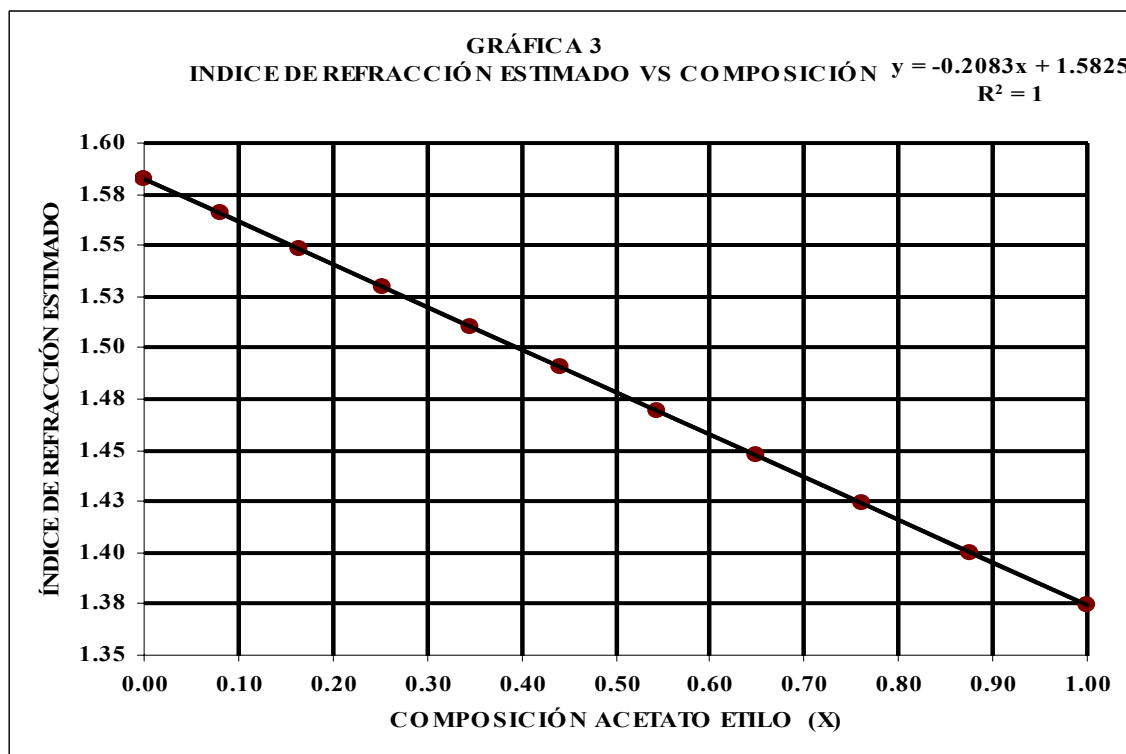
GRÁFICAS EXPERIMENTALES

A continuación se presentan las gráficas de índice de refracción, con los datos experimentales, contra composición (fracción mol). La Gráfica 1, corresponde al acetato de etilo y la Gráfica 2, a la anilina.



GRÁFICAS AJUSTADAS POR REGRESIÓN LINEAL

Al realizar el ajuste por regresión lineal de las Gráficas 1 y 2, se obtienen las Gráficas 3 y 4 respectivamente, al final de cada una se presentan los valores de los parámetros de la ecuación de la recta correspondiente.



DESTILACIÓN DE LA MEZCLA

La destilación de la mezcla se llevó a cabo por duplicado, los resultados obtenidos, respecto al número de fracciones, temperatura, índice de refracción determinado experimentalmente y la composición calculada de acuerdo a la curva de calibración de cada compuesto, se presentan en las Tablas 3 y 4, respectivamente

TABLA 3.					
EJEMPLO DE LA PRIMERA DESTILACIÓN					
COMPONENTES: ACETATO DE ETILO/ANILINA					
TUBO	TEMPERATURA °C	INDICE REFRACCION EXPERIMENTAL	COMPOSICIÓN ESTIMADA		
			ACETATO ETILO	ANILINA	TOTAL
			X mol	X mol	
1	58	1.3752	0.9952	0.0048	1.0000
2	60	1.3752	0.9952	0.0048	1.0000
3	60	1.3752	0.9952	0.0048	1.0000
4	60	1.3752	0.9952	0.0048	1.0000
5	60	1.3828	0.9587	0.0413	1.0000
6	60	1.3828	0.9587	0.0413	1.0000
7	56	1.3828	0.9587	0.0413	1.0000
8	130	1.5580	0.1176	0.8824	1.0000
9	130	1.5770	0.0264	0.9736	1.0000
10	130	1.5800	0.0120	0.9880	1.0000
11	136	1.5800	0.0120	0.9880	1.0000
12	140	1.5810	0.0072	0.9928	1.0000
13	144	1.5830	0.0000	1.0000	1.0000
14	144	1.5830	0.0000	1.0000	1.0000
15	146	1.5830	0.0000	1.0000	1.0000

TABLA 4.					
EJEMPLO DE LA SEGUNDA DESTILACIÓN					
COMPONENTES: ACETATO DE ETILO/ANILINA					
TUBO	TEMPERATURA °C	INDICE REFRACCION EXPERIMENTAL	COMPOSICIÓN		
			ACETATO DE ETILO	ANILINA	TOTAL
			X mol	X mol	
1	58	1.3742	1.0000	0.0000	1.0000
2	60	1.3752	0.9952	0.0048	1.0000
3	60	1.3752	0.9952	0.0048	1.0000
4	60	1.3756	0.9933	0.0067	1.0000
5	60	1.3762	0.9904	0.0096	1.0000
6	60	1.3772	0.9856	0.0144	1.0000
7	56	1.3782	0.9808	0.0192	1.0000
8	130	1.3843	0.9515	0.0485	1.0000
9	130	1.5570	0.1224	0.8776	1.0000
10	130	1.5820	0.0024	0.9976	1.0000
11	136	1.5830	0.0000	1.0000	1.0000
12	140	1.5830	0.0000	1.0000	1.0000
13	144	1.5830	0.0000	1.0000	1.0000

DISCUSIÓN

En la Tabla 2 se describe cómo se llevo a cabo la elaboración de la curva de calibración. La columna 1 presenta el número de mezclas que se prepararon, en la 2 y 3 la composición (v/v) que se fue variando llevándolo a un volumen de 1 mL, la 4 y 5 los mmol presentes, la 6 y 7 es la concentración expresada en fracción mol, ésta se calculó utilizando los datos de las de las columnas anteriores y de la Tabla 1 que contiene las propiedades de los compuestos; por último tenemos la columna 8 es el índice de refracción experimental obtenido de cada una de las mezclas y la 9 representa el índice de refracción ajustado, por regresión lineal, con estos datos se elaboraron las curvas de calibración es decir se graficó índice de refracción experimental contra composición (fracción mol) Graficas 1 y 2, posteriormente se grafico el índice de refracción ajustado contra composición (fracción mol) Gráficas 3 y 4.

Las gráficas experimentales obtenidas de índice de refracción contra composición, de las mezclas realizadas para la curva de calibración, presentan un comportamiento que se ajusta a una línea recta, como puede observarse en la Gráfica 1 que se obtuvo un coeficiente de correlación de 0.995 y la Gráfica 2 su coeficiente de correlación es de 0.995. Se hace la regresión lineal, Gráficas 3, 4 y con la ecuación de las líneas rectas se calculan los índices de refracción corregidos.

La destilación simple para la separación de la mezcla acetato de etilo y anilina, se hace por duplicado, eliminando la cabeza y la cola de la destilación, se obtienen los resultados presentados en las Tablas 3 y 4 donde la columna 1 representa el número de fracciones que se fueron tomando de aproximadamente 1 mL cada una, en la 2 se observa la temperatura a la cual se fue recolectando cada fracción, la 3 corresponde al índice de refracción experimental obtenido de las fracciones.

Y la columna 4 y 5 es la composición estimada (fracción mol) de cada componente calculado de acuerdo a las curvas de calibración experimentales respectivamente, donde se observa que si hay una separación de los componentes, así como la variación de la composición de la mezcla en las diferentes fracciones, y la 6 es la sumatoria de la fracción mol para cada componente.

En la Tabla 3 se observa que de la fracción 1 a la 4 se obtiene el componente más volátil (acetato de etilo) en forma prácticamente pura, en las fracciones 5 a la 7 su pureza baja pero todavía está enriquecido en este componente en la fracción 8 se tiene la mezcla de ambos compuestos, en tanto que de la fracción 9 en adelante, se tiene al segundo componente (anilina) en su forma prácticamente pura. Esto permite unir las fracciones correspondientes a los compuestos puros y eliminar a las que no lo son.

En la segunda destilación se observa un comportamiento muy similar, donde existe un punto intermedio de coexistencia de la mezcla.

CONCLUSIONES

Es posible realizar la separación de una mezcla binaria por destilación simple utilizando una técnica a escala semimicro, siempre y cuando la diferencia en puntos de ebullición de los componentes sea mayor de 80 °C.

Así como darle seguimiento por índice de refracción, obteniendo resultados satisfactorios.

Los alumnos podrán aplicar esta técnica a la separación de su muestra problema dentro de las actividades de la asignatura de Química Experimental Aplicada I, con la orientación del asesor, manejando poca cantidad de muestra y con un mínimo de generación de residuos.

BIBLIOGRAFIA

1. San Andrés Tejera, L., Alfonso Rodríguez, M. M. Rodríguez Morales, M. S. (2004). "Laboratorio de Química Orgánica Técnicas Básicas". Arte, comunicación visual, México.
2. Ávila Z., Gustavo J. (2001). "Química Orgánica Experimentos con un enfoque Ecológico", UNAM, México.
3. Dupont Durst H. (1985). "Química Orgánica Experimental", Reverté S.A. Barcelona.
4. Mohan Jag. (2003). "Organic Analytical Chemistry. Theory and Practice" Alpha Science International Ltd. Pangbourne, England.

DESTILACIÓN FRACCIONADA DE COMPUESTOS ORGÁNICOS
SEPARACIÓN DE LA MEZCLA ACETATO DE ETILO – CLOROBENCENO
DÁNDO SEGUIMIENTO POR ÍNDICE DE REFRACCIÓN

OBJETIVO

Separar una mezcla líquida binaria por destilación fraccionada, dándole seguimiento a través de la medición del índice de refracción.

INTRODUCCIÓN

En la destilación fraccionada el proceso se realiza en multietapas, es decir, por medio de una columna de destilación en la cual, se llevan a cabo continuamente numerosas evaporaciones y condensaciones.

Como norma general, cualquier mezcla de dos componentes cuyos puntos de ebullición difieren de 30 a 80 °C, pueden separarse por destilación fraccionada.

Al ir avanzando la destilación, se va depositando en la columna la composición del vapor que es más concentrada en el componente más volátil y la concentración del líquido que se condensa es más rica en el componente menos volátil.

Este tipo de destilación es más eficiente que una destilación simple ya que en ésta se involucran más etapas de separación, y por lo tanto se obtiene una mejor separación de los componentes de la mezcla.

Una columna de fraccionamiento proporciona una gran superficie para que los vapores ascendentes y el condensado descendente intercambien calor, lo cual hace posible que tengan lugar muchas evaporaciones y condensaciones parciales a todo lo largo de la columna.

Es importante mencionar que el relleno de la columna con un material inerte mejorará también la separación. En un sentido práctico, todo aquello que aumente la superficie de la columna aumentará la condensación y la eficacia global de la columna.

En esta experiencia se propone utilizar una micro columna vigreux. Una columna de destilación permite alargar el camino entre el matraz de destilación y el refrigerante que conduce al colector. A través de la prolongación que ofrece la columna ocurre el proceso de vaporización y condensación (el equivalente a varias pequeñas destilaciones).

Cada ciclo de vaporización-condensación es equivalente a una destilación simple. Cuantos más de estos ciclos sucedan, más se enriquecerá el vapor en el componente más volátil, mientras el condensado lo hará en el menos volátil, lo que conduce a una separación más eficaz. Cuanto más eficiente sea la columna en efectuar este ciclo de condensación-vaporización, más eficaz será la destilación.

EJEMPLO:

**SEPARACIÓN DE UNA MEZCLA DE ACETATO DE ETILO Y
CLOROBENCENO**

MATERIAL Y EQUIPO

- Equipo básico de química a escala semimicro.
- Termómetro de 0 a 200 °C.
- Soporte universal.
- Pinzas.
- Columna de separación.
- Baño de glicerol.
- Parrilla de calentamiento.
- 2 mangueras de látex.
- Piedras de ebullición.
- Refractómetro (ATAGO IT, TIPO ABBE).

REACTIVOS

- Acetato de etilo reactivo analítico
- Clorobenceno reactivo analítico

METODOLOGÍA

Elaboración de la curva estándar

Preparar una serie de mezclas de los componentes a separar, variando la composición (en fracción mol) y medir para cada una de ellas su índice de refracción, elaborar la Tabla 1, y graficar los datos. Ver ejemplo.



Armar un equipo de destilación fraccionada, utilizando las piezas a micro escala, Figs. 1 y 2.

Fig.1. Componentes del equipo para la destilación fraccionada

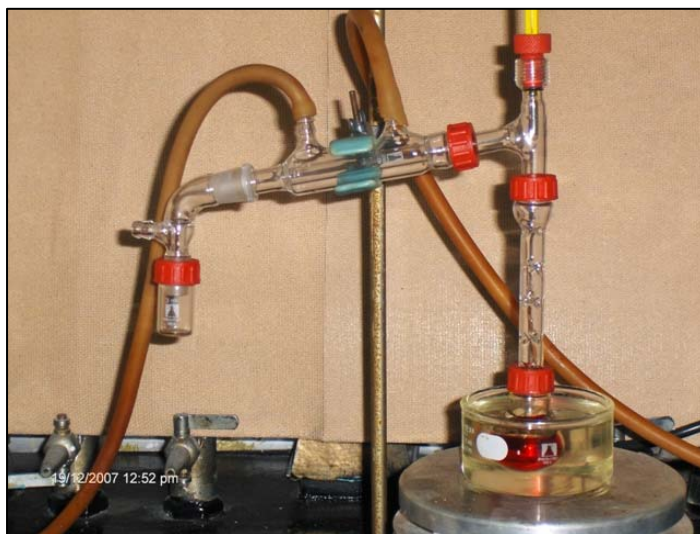


Fig.2. Equipo para la destilación fraccionada a micro escala.

Colocar aproximadamente 10 mL de la mezcla a separar en el matraz bola y añadir piedras de ebullición, calentar en un baño de glicerol sobre una parrilla.

Se inicia la destilación colectando fracciones de aproximadamente un mililitro, ir midiendo el índice de refracción.

Con estos datos elaborar la Tabla 2 y determinar a partir de la curva de calibración la composición de cada fracción de destilado.

RESULTADOS

Con los resultados anteriores:

- ❖ Determinar si hay separación de los componentes de la mezcla.
- ❖ Establecer qué fracciones contienen los compuestos puros para colectarlas.
- ❖ Eliminar las fracciones que todavía contienen mezcla, colocando los residuos en los frascos correspondientes, correctamente etiquetados.

En la Tabla 1 se presentan las propiedades de los componentes de la mezcla.

TABLA 1.		
PROPIEDADES DE LOS COMPUESTOS		
	ACETATO DE ETILO	CLOROBENCENO
MASA MOLAR: (g/mol)	88.100	112.560
DENSIDAD: (g/mL)	0.902	1.107
PUNTO DE EBULLICIÓN: °C	77.000	132.000
ENSAYO: g/g	99.500	99.500
INDICE DE REFRACCIÓN	1.3719	1.5248

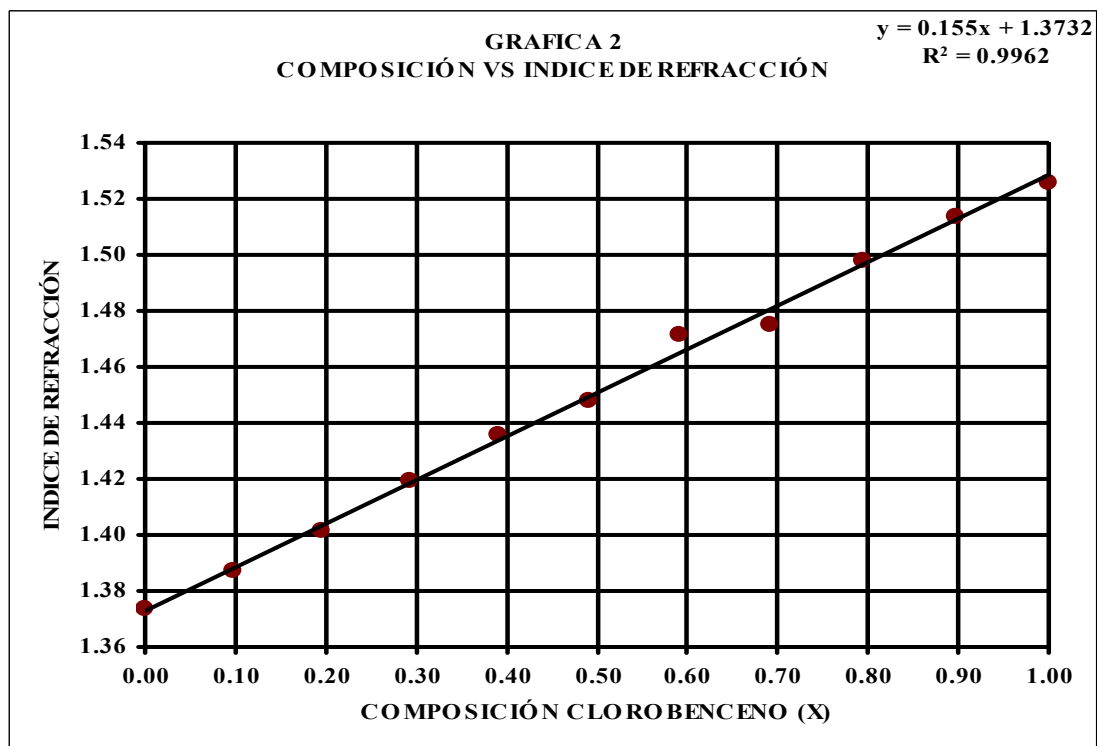
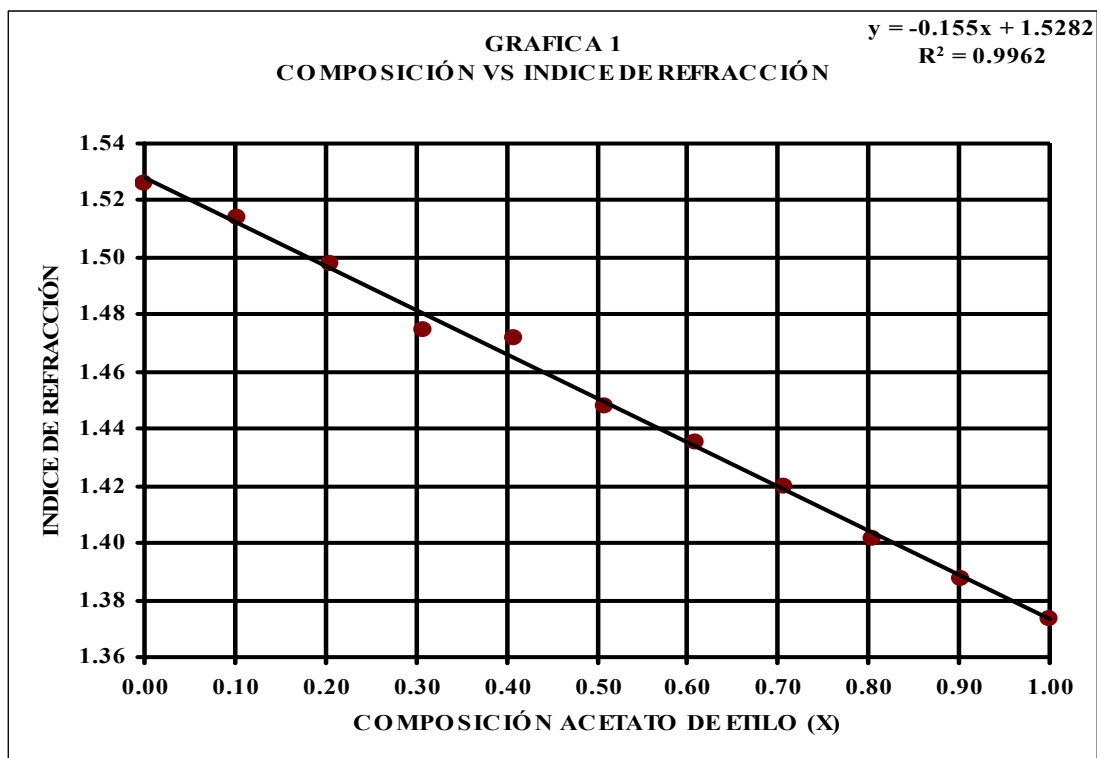
En las columnas 1, 2 y 3 de la Tabla 2, se presentan las composiciones (v/v) de las 11 mezclas preparadas para realizar la curva de calibración, en las siguientes columnas, la composición se expresa en mmoles y en fracción mol, respectivamente, posteriormente se dan los valores experimentales obtenidos de la determinación del índice de refracción correspondiente.

La última columna presenta los valores corregidos de acuerdo a la ecuación de regresión lineal.

TABLA 2.								
DATOS DE COMPOSICIÓN E ÍNDICE DE REFRACCIÓN								
(DESTILACIÓN FRACCIONADA)								
MUESTRA	VOLUMEN		CANTIDAD SUSTANCIA		FRACCIÓN MOL		ÍNDICE DE REFRACCIÓN	
	ACETATO DE ETILO	CLORO BENCENO	ACETATO DE ETILO	CLORO BENCENO	ACETATO DE ETILO	CLORO BENCENO	EXPERIMENTAL	AJUSTADO
	(mL)	(mL)	(mmol)	(mmol)	χ	χ		
1	1.0	0.0	0.0102	0.0000	1.0000	0.0000	1.3733	1.3733
2	0.9	0.1	0.0092	0.0010	0.9036	0.0964	1.3873	1.3883
3	0.8	0.2	0.0081	0.0020	0.8064	0.1936	1.4014	1.4033
4	0.7	0.3	0.0071	0.0029	0.7084	0.2916	1.4195	1.4185
5	0.6	0.4	0.0061	0.0039	0.6096	0.3904	1.4356	1.4338
6	0.5	0.5	0.0051	0.0049	0.5101	0.4899	1.4476	1.4493
7	0.4	0.6	0.0041	0.0059	0.4097	0.5903	1.4717	1.4648
8	0.3	0.7	0.0031	0.0068	0.3085	0.6915	1.4747	1.4805
9	0.2	0.8	0.0020	0.0078	0.2065	0.7935	1.4978	1.4963
10	0.1	0.9	0.0010	0.0088	0.1037	0.8963	1.5139	1.5123
11	0.0	1.0	0.0000	0.0098	0.0000	1.0000	1.5259	1.5283

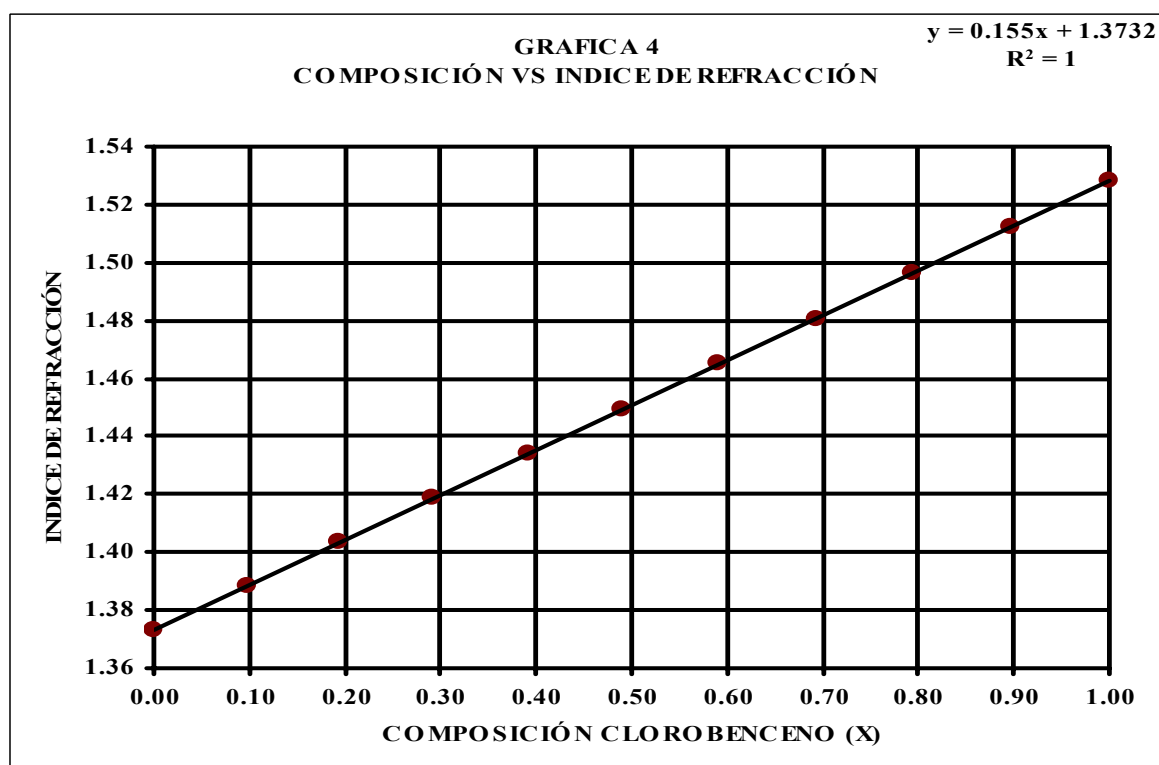
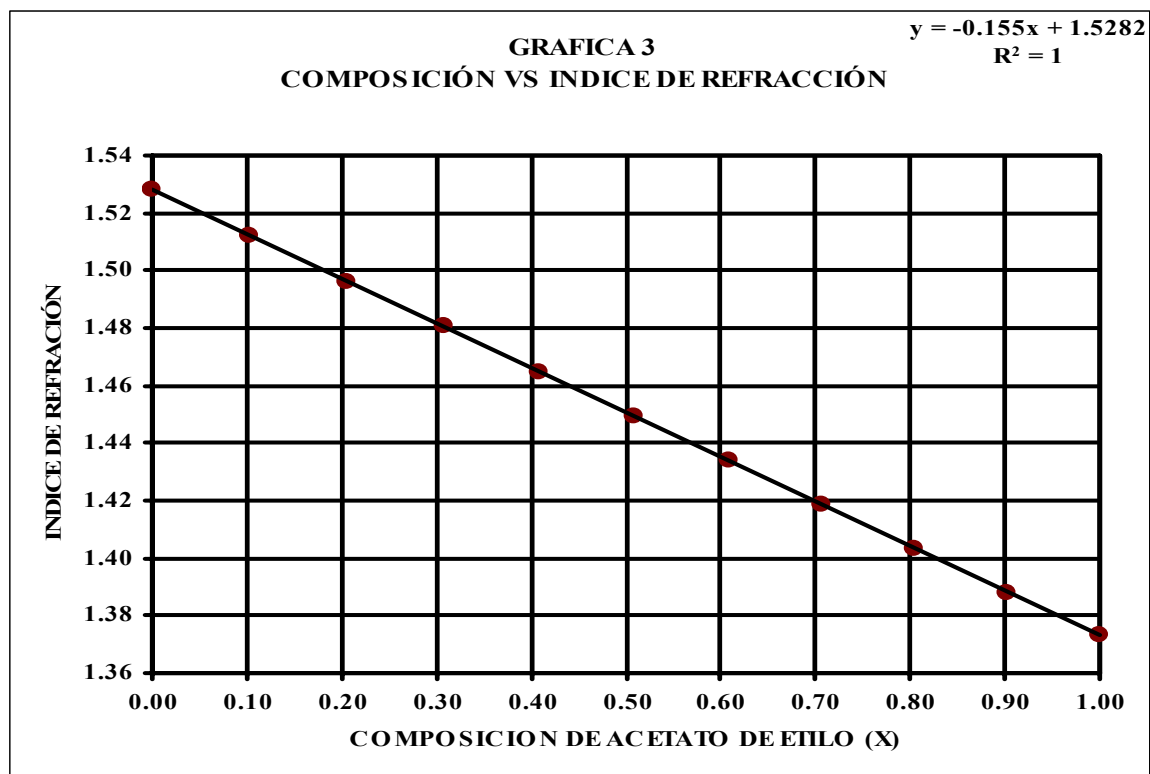
GRÁFICAS EXPERIMENTALES

A continuación se presentan las gráficas de la curva de calibración de índice de refracción, la Gráfica 1 está en función de la fracción mol del acetato de etilo y la Gráfica 2, en función de la fracción mol del clorobenceno.



GRÁFICAS AJUSTADAS POR REGRESIÓN LINEAL

Al realizar el ajuste por regresión lineal de las Gráficas 1 y 2, se obtienen las Gráficas 3 y 4 respectivamente, al final de cada una se presentan los valores de los parámetros de la ecuación de la recta correspondiente.



DESTILACIÓN DE LA MEZCLA

Los resultados obtenidos de la destilación fraccionada se presentan en la Tabla 3. La primera columna representa el número de fracciones, la segunda la temperatura de destilación, posteriormente el índice de refracción determinado experimentalmente y las siguientes columnas son las composiciones de cada componente, calculadas de acuerdo a las curvas de calibración.

TABLA 3.					
EJEMPLO PARA LA DESTILACIÓN FRACCIONADA					
COMPONENTES: ACETATO DE ETILO/CLOROBENCENO					
TUBO	TEMPERATURA °C	INDICE REFRACCION EXPERIMENTAL	COMPOSICIÓN ESTIMADA		
			ACETATO DE ETILO	CLORO BENCENO	TOTAL
			X mol	X mol	
1	42	1.3770	0.9762	0.0238	1.0000
2	42	1.3770	0.9762	0.0238	1.0000
3	42	1.3770	0.9762	0.0238	1.0000
4	42	1.3770	0.9762	0.0238	1.0000
5	42	1.3770	0.9762	0.0238	1.0000
6	44	1.3780	0.9697	0.0303	1.0000
7	50	1.3790	0.9633	0.0367	1.0000
8	52	1.3830	0.9375	0.0625	1.0000
9	40	1.3830	0.9375	0.0625	1.0000
10	30	1.4150	0.7311	0.2689	1.0000
11	84	1.5120	0.1054	0.8946	1.0000
12	94	1.5260	0.0151	0.9849	1.0000
13	98	1.5280	0.0022	0.9978	1.0000
14	118	1.5280	0.0022	0.9978	1.0000
15	118	1.5280	0.0022	0.9978	1.0000

DISCUSIÓN

En la Tabla 2 se describe cómo se llevo a cabo la elaboración de la curva de calibración. La columna 1 presenta el número de mezclas que se prepararon, en la 2 y 3 la composición (v/v) que se fue variando llevándolo a un volumen de 1 mL, la 4 y 5 los mmol presentes, la 6 y 7 es la concentración expresada en fracción mol, ésta se calculó utilizando los datos de las columnas anteriores y de la Tabla 1 que contiene las propiedades de los compuestos; por último tenemos la columna 8 es el índice de refracción experimental obtenido de cada una de las mezclas y la 9 representa el índice de refracción ajustado, por regresión lineal, con estos datos se elaboraron las curvas de calibración es decir se graficó índice de refracción experimental contra composición (fracción mol) Gráficas 1 y 2, posteriormente se graficó el índice de refracción ajustado contra composición (fracción mol) Gráficas 3 y 4.

Las gráficas experimentales obtenidas de índice de refracción contra composición, de las mezclas realizadas para la curva de calibración, presentan un comportamiento que se ajusta a una línea recta, como puede observarse en la Gráfica 1 que se obtuvo un coeficiente de correlación de 0.996 y la Gráfica 2 su coeficiente de correlación es de 0.996. Se hace la regresión lineal, Gráficas 3 y 4 y con la ecuación de las líneas rectas se calculan los índices de refracción corregidos.

La destilación fraccionada para la separación de la mezcla acetato de etilo y clorobenceno, eliminando la cabeza y la cola de la destilación, se obtienen los siguientes resultados presentados en la Tabla 3 donde la columna 1 representa el número de fracciones que se fueron tomando de aproximadamente 1 mL cada una, en la 2 se observa la temperatura a la cual se fue colectando cada fracción, la 3 corresponde al índice de refracción experimental obtenido de las fracciones.

Y la columna 4 y 5 es la composición estimada (fracción mol) de cada componente calculado de acuerdo a las curvas de calibración experimentales respectivamente, donde se observa que si hay una separación de los componentes, así como la variación de la composición de la mezcla en las diferentes fracciones, y la 6 es la sumatoria de la fracción mol para cada componente.

En la Tabla 3 se observa que de la fracción 1 a la 5 se obtiene el componente más volátil (acetato de etilo) en forma prácticamente pura, en las fracciones 6 a la 9 su pureza baja pero todavía está enriquecido en este componente en la fracción 10 y 11 existe la mezcla de ambos compuestos, en tanto que de la fracción 12 en adelante, se tiene al segundo componente (clorobenceno) en su forma prácticamente pura. Esto permite unir las fracciones correspondientes a los compuestos puros y eliminar a las que no lo son.

La destilación fraccionada a nivel micro escala, utilizando una columna vigreux de 10 centímetros, como se puede observar en la Tabla 3, logra separar los componentes de la mezcla, el primero, es el acetato de etilo ya que es el líquido de punto de ebullición más bajo, con una pureza de 97.62 %. La pureza fue más alta para el segundo componente, el clorobenceno de 99.78 %. La separación de los componentes, se considera adecuadas y por lo tanto el método se puede utilizar para este fin.

CONCLUSIONES

Es posible realizar la destilación fraccionada a nivel micro escala, para la separación de una mezcla binaria con un intervalo de temperatura de ebullición de 30 a 80 °C, en esta mezcla específicamente la diferencia de temperaturas fue 55 °C, la separación como se mencionó anteriormente fue satisfactoria.

El seguimiento de la destilación por índice de refracción permite conocer la composición de las fracciones para identificar aquellas que contienen los componentes puros.

La ventaja de esta técnica es que cuando sea utilizada por los alumnos, se va requerir una cantidad pequeña de reactivos y la generación de residuos es menor que en la destilación fraccionada tradicional.

BIBLIOGRAFIA

1. Brewster R. Q. (1982). "Curso de Química Orgánica Experimental", 3^a. Alambra, España.
2. San Andrés Tejera, L., Alfonso Rodríguez, M. M. Rodríguez Morales, M. S. (2004). "Laboratorio de Química Orgánica Técnicas Básicas". Arte, comunicación visual, México.
3. Dupont Durst H. (1985). "Química Orgánica Experimental", Reverté S.A. Barcelona.

CROMATOGRAFÍA EN COLUMNA Y ESPECTROMETRÍA UV-VISIBLE

PURIFICACIÓN Y CUANTIFICACIÓN DE β -CAROTENO EN UNA MUESTRA COMERCIAL

OBJETIVO

Separar y Purificar β -caroteno presente en capsulas comerciales por medio de una cromatografía en columna, así como también su identificación y cuantificación mediante la espectrofotometria UV-Visible.

INTRODUCCIÓN

La cromatografía en columna se emplea para la separación de mezclas o purificación de sustancias a escala preparativa. Como fase estacionaria se usa, generalmente, sílica gel o alúmina dentro de una columna de vidrio. La elección del disolvente es importante para una buena separación, dicho disolvente pasa a través de la columna por efecto de la gravedad o bien por aplicación de presión.

La columna se prepara mezclando el soporte con disolvente y se rellena poniendo en el fondo de ésta un poco de algodón o lana de vidrio, para que el gel de sílice o la alúmina queden retenidos en la columna y el disolvente se enrasa arriba del nivel del soporte.

El tamaño de la columna dependerá de la cantidad de adsorbente requerido para efectuar una separación en particular. La cantidad de adsorbente requerido, depende aproximadamente de la cantidad de muestra a separar. De acuerdo a la literatura es común usar de 30 a 100 veces el peso de la muestra a separar, de adsorbente.

A continuación se introduce la muestra por la parte superior de la columna y se eluye con el disolvente elegido, recogién dose por lo general en viales. Existen diferentes clases de interacciones intermoleculares que originan que los compuestos orgánicos se

unan a la superficie del adsorbente con mayor o menor fuerza dependiendo de la naturaleza polar o no polar de los compuestos.

El disolvente debe fluir por el adsorbente de un modo constante, uniforme y con lentitud suficiente para que pueda alcanzarse un equilibrio. Existen varias técnicas en uso para asegurar un flujo constante de disolvente durante el proceso de elución.

El modo más común de hacerlo consiste en tener un frasco de disolvente en reserva y reponerlo con él las pérdidas a medida que va descendiendo la capa líquida. Es muy importante señalar que se debe cuidar que no se seque la columna, por que cualquier grieta o canal en la columna del adsorbente afectará adversamente el poder global de separación de la misma.

Los compuestos no polares interaccionan débilmente con el adsorbente mediante fuerzas de Vander Waals, mientras que las interacciones más fuertes se manifiestan en compuestos polares que van desde fuerzas del tipo dipolo-dipolo hasta interacciones más directas como: puentes de hidrogeno y formación de sales. La velocidad de elución de los diferentes compuestos a separar depende del grado de polaridad de cada uno de ellos.

Cabe destacar que en este experimento se usan micro columnas (Pipetas Pasteur), con el fin de minimizar los desechos.

EJEMPLO:

PURIFICACIÓN Y CUANTIFICACIÓN DE β -CAROTENO EN UNA MUESTRA COMERCIAL

MATERIAL Y EQUIPO

- Pipetas Pasteur.
- Soporte universal.

-
- Pinzas dobles para bureta.
 - 4 Vasos de precipitados de 50 mL.
 - 2 Matraces aforados de 25 mL.
 - 1 Matraz aforado de 50 mL.
 - 6 Matraces aforados de 10 mL.
 - 1 Matraz aforado de 100 mL.
 - Pipetas volumétricas de 1, 2, 3, 4, 5 mL.
 - Pro pipeta.
 - Balanza analítica.
 - Espectrofotómetro UV-Vis Cintra 20 (GBC)

REACTIVOS

- β -caroteno estándar.
- Cloroformo reactivo analítico.
- Sílica gel.
- Muestra capsulas comerciales (que contienen β -caroteno)

METODOLOGÍA

Preparación de la curva de calibración de β -caroteno.

- Realizar los cálculos necesarios para la obtención de la curva de calibración.
- Preparar 25 mL de una solución de β -caroteno patrón en cloroformo de concentración de 5000 ppm (**Solución A**).
- A partir de la solución A preparar 50 mL de β -caroteno estándar de concentración de 100 ppm, aforar con cloroformo (**Solución B**).

-
- Con la solución B preparar 25 mL de β -caroteno estándar de concentración de 28 ppm, aforar con cloroformo (**Solución C**).
 - De la solución C estándar preparar los sistemas para la curva de calibración, con concentraciones de 3, 6, 9, 12, 15 ppm, aforando con cloroformo.
 - De cualquier sistema obtener el espectro de absorción de β -caroteno utilizando como blanco cloroformo. Se detallará mas adelante.

Preparación de la muestra

- Obtener el contenido de una cápsula que contenga β -caroteno.
 - Diluirla en la mínima cantidad posible con cloroformo y filtrar para quitar el material insoluble.
 - Empacar la micro columna (Pipeta Pasteur) con 2 gramos aproximadamente de sílica gel, colocarla en posición vertical con ayuda de un soporte universal.
 - Agregar a la columna cloroformo y dejarla drenar, no permitir que se seque la columna.
 - Ir agregando la muestra poco a poco a la columna ya que se terminó la muestra colorida limpiar la columna con cloroformo, recolectar y aforar en un matraz de 100 mL con cloroformo.
 - Tomar una alícuota de 2 mL y se afora con cloroformo a 10 mL
 - Obtener el espectro de absorción de β -caroteno y leer la absorbancia de la muestra.
 - Cuantificar el contenido de β -caroteno y compararlo con respecto al marbete de las cápsulas.
-

Medición

Realizar la medición con apoyo del Manual de espectroscopia Ultravioleta-Visible (Instrumentación y Manejo del Equipo)

1. Ajustar el espectrofotómetro UV-Vis a cero de absorbancia, utilizando como blanco cloroformo en un intervalo de longitud de onda de 400-600nm.
2. Trazar el espectro de absorción de la solución estándar para obtener la longitud de onda de máxima absorción.
3. Leer la absorbancia de los sistemas para curva de calibración y de la muestra problema a la longitud de onda determinada en el punto anterior.

RESULTADOS

- Presentar los cálculos necesarios para la obtención de la curva de calibración.

❖ Cálculos para la preparación de soluciones.

☞ Para la solución patrón

$$130.4\text{mg} \begin{matrix} \text{B-caroteno} \\ \left(\frac{97 \text{ mg R.A}}{100 \text{ mg R.P}} \right) \end{matrix} = 126.49\text{mg} / 0.025\text{L} = \mathbf{5059.52\text{ppm}}_{\text{conc real de B-caroteno}} \quad \mathbf{(\text{Sol A})}$$

$$\left(\frac{\begin{matrix} \text{B-caroteno} \\ 5059.52\text{ppm} \times 1\text{ml} \end{matrix}}{50 \text{ ml}} \right) = \mathbf{101.19 \text{ ppm}}_{\text{concentración real de B-caroteno}} \quad \mathbf{(\text{Sol B})}$$

$$\left(\frac{\text{B-caroteno } 101.19\text{ppm} \times 7\text{ml}}{25\text{ml}} \right) = 28.33 \text{ ppm concentración real de B-caroteno}$$

(Sol C estándar)

☞ **Cálculos para la curva de calibración**

Sistema 1

$$\left(\frac{\text{B-caroteno } 28.33\text{ppm} \times 1\text{ml}}{10\text{ml}} \right) = 2.833 \text{ ppm concentración real de B-caroteno}$$

Sistema 2

$$\left(\frac{\text{B-caroteno } 28.33\text{ppm} \times 2\text{ml}}{10\text{ml}} \right) = 5.6667 \text{ ppm concentración real de B-caroteno}$$

Sistema 3

$$\left(\frac{\text{B-caroteno } 28.33\text{ppm} \times 3\text{ml}}{10\text{ml}} \right) = 8.500 \text{ ppm concentración real de B-caroteno}$$

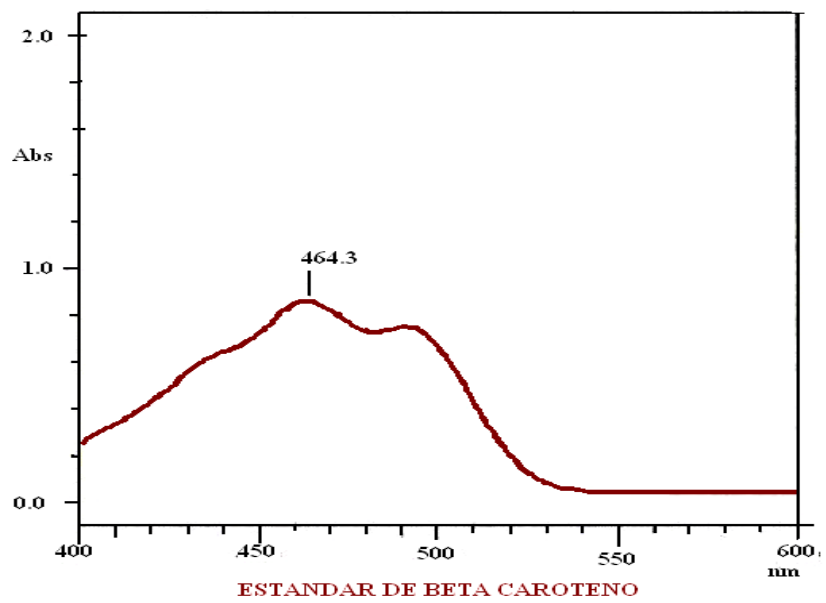
Sistema 4

$$\left(\frac{\text{B-caroteno } 28.33\text{ppm} \times 4\text{ml}}{10\text{ml}} \right) = 11.3333 \text{ ppm concentración real de B-caroteno}$$

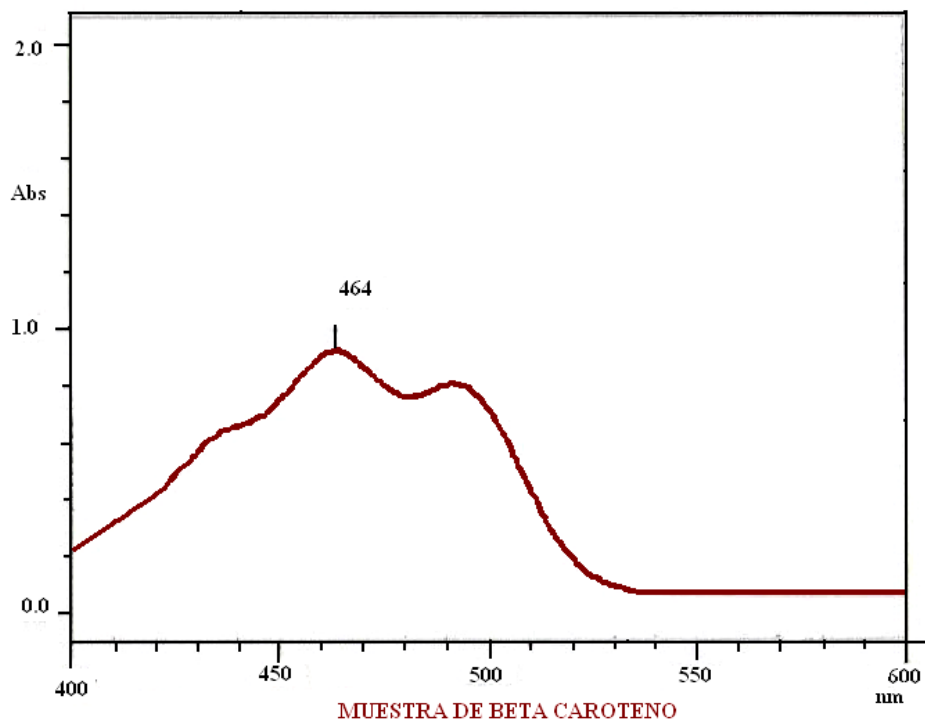
Sistema 5

$$\left(\frac{\text{B-caroteno } 28.33\text{ppm} \times 5\text{ml}}{10\text{ml}} \right) = 14.1667 \text{ ppm concentración real de B-caroteno}$$

-
- Presentar el espectro de absorción obtenido de la solución estándar de β -caroteno.



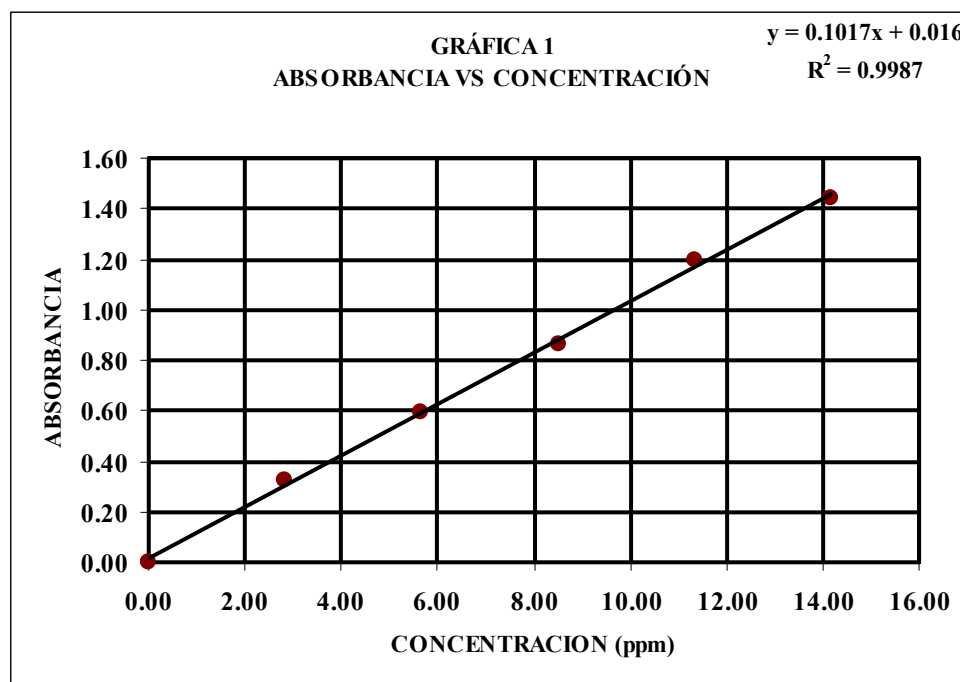
- Presentar el espectro de absorción obtenido de la muestra.



- Anotar en la Tabla 1 las lecturas de las absorbancias obtenidas de cada sistema.

TABLA 1 DATOS EXPERIMENTALES PARA LA CURVA DE CALIBRACION		
SISTEMA	CONCENTRACION β -caroteno (ppm)	ABSORBANCIA
0	0.000	0.0000
1	2.833	0.322
2	5.666	0.598
3	8.500	0.863
4	11.333	1.196
5	14.166	1.440

- Presentar la curva de calibración (gráfico de absorbancia vs concentración de β -caroteno), la ecuación de la recta y verificar el coeficiente de correlación (r^2).



- Anotar en la Tabla 2 los resultados obtenidos de absorbancia y concentración obtenidos de las muestras analizadas.

TABLA 2 DATOS EXPERIMENTALES PARA LAS MUESTRAS		
MUESTRA	CONCENTRACION β-caroteno (ppm)	ABSORBANCIA
1	5.949	0.621
2	5.890	0.615
3	6.775	0.705

- Realizar los cálculos correspondientes para determinar el contenido de β-caroteno en mg y su porcentaje en las muestras analizadas.

La curva de calibración esta representada por la ecuación de la recta que es $y = mx + b$. Así que $y = 0.1017x + 0.016$ a continuación se despeja x y sustituimos los valores conocidos.

$$x = [y - b] / m$$

➤ MUESTRA 1

$$x = \left[\frac{0.621 - 0.016}{0.1017} \right] = \mathbf{5.949 \text{ ppm}} \text{ de B-caroteno en el sistema}$$

$$\left(\frac{\text{B-caroteno}}{5.949 \text{ ppm} \times 10 \text{ ml}_{\text{Aforo}}} \right) = \mathbf{29.74 \text{ ppm de } \beta\text{-caroteno}}$$

$$\left(\frac{29.74 \text{ ppm}}{2 \text{ ml}_{\text{Alícuota}}} \right)$$

$$\left(\frac{\text{B-caroteno}}{29.74 \text{ mg} \times 0.100\text{L}_{\text{Aforo}}} \right) = \mathbf{2.974 \text{ mg de } \beta\text{-caroteno}}$$

$$\left(\frac{2.974 \text{ mg}}{\text{L}} \right)$$

De acuerdo al marbete:

1 cápsula contiene 10mg de β -caroteno al 30 %

Sí: 10 mg de β -caroteno \rightarrow 100 %

x mg de β -caroteno puro \rightarrow 30 %

Por lo tanto:

1 cápsula contiene 3 mg de β -caroteno.

3mg β -caroteno _{Marbete} \rightarrow 100 %

2.974 mg β -caroteno _{Experimental} \rightarrow X = 99.13 % de β -caroteno

➤ MUESTRA 2

$$x = \left(\frac{0.615 - 0.016}{0.1017} \right) = 5.890 \text{ ppm de B-caroteno en el sistema}$$

$$\left(\frac{\text{B-caroteno}}{5.890 \text{ ppm} \times 10 \text{ ml}_{\text{Aforo}}} \right) \frac{2 \text{ ml}_{\text{Alícuota}}}{1} = 29.45 \text{ ppm de } \beta\text{-caroteno}$$

$$\left(\frac{\text{B-caroteno}}{29.45 \text{ mg} \times 0.100\text{L}_{\text{Aforo}}} \right) \frac{1}{\text{L}} = 2.945 \text{ mg de } \beta\text{-caroteno}$$

Por lo tanto

3mg β -caroteno _{Marbete} \rightarrow 100 %

2.945 mg β -caroteno _{Experimental} \rightarrow X = 98.16 % de β -caroteno

➤ MUESTRA 3

$$x = \left(\frac{0.705 - 0.016}{0.1017} \right) = 6.775 \text{ ppm de } \beta\text{-caroteno en el sistema}$$

$$\left(\frac{\text{B-caroteno } 6.775 \text{ ppm} \times 10 \text{ ml}_{\text{Aforo}}}{2 \text{ ml}_{\text{Alícuota}}} \right) = 33.87 \text{ ppm de } \beta\text{-caroteno}$$

$$\left(\frac{\text{B-caroteno } 33.87 \text{ mg} \times 0.100\text{L}_{\text{Aforo}}}{\text{L}} \right) = 3.387 \text{ mg de } \beta\text{-caroteno}$$

Por lo tanto

$$\begin{aligned} 3 \text{ mg } \beta\text{-caroteno}_{\text{Marbete}} &\rightarrow 100\% \\ 3.387 \text{ mg } \beta\text{-caroteno}_{\text{Experimental}} &\rightarrow X = 112.9\% \text{ de } \beta\text{-caroteno} \end{aligned}$$

- Anotar en la Tabla 3 el contenido de β -caroteno determinada en las muestras analizadas, comparando con marbete.

TABLA 3			
DATOS MARBETE Y EXPERIMENTALES PARA LAS MUESTRAS			
MUESTRA	CONCENTRACION		%
	β -Caroteno		β -Caroteno
	mg		
	MARBETE	EXPERIMENTAL	EXPERIMENTAL
1	3	2.974	99.13
2		2.945	98.16
3		3.387	112.9
Promedio		3.102	103.39

DISCUSIÓN

Al comparar el espectro del estándar se observa que el espectro obtenido de la muestra corresponde al β -caroteno.

Cabe mencionar que la separación del β -caroteno se lleva a cabo satisfactoriamente solo en muestras donde la matriz no contenga extractos naturales.

En la Tabla 1 se describen los datos experimentales de la curva de calibración para β -caroteno la columna 1 presenta los sistemas preparados, la 2 la concentración real calculadas (ppm) y por último se tiene la absorbancia experimental obtenida para cada sistema.

A partir de los datos de la Tabla 1 se elabora la Gráfica 1 experimental que representa la curva de calibración (gráfico de absorbancia contra la concentración (ppm) β -caroteno) se ajusta a una línea recta y se obtiene un coeficiente de correlación de 0.998.

En la Tabla 2 se describe los datos experimentales para las muestras analizadas. La columna 1 representa el número de repeticiones, la 2 es la concentración (ppm) β -caroteno y en la 3 es la absorbancia obtenida de las muestras.

Al realizar los cálculos correspondientes para determinar el contenido de β -caroteno en mg y su porcentaje se obtuvo que en la muestra 1 tiene 2.974 mg β -caroteno y un 99.13 % con respecto al marbete; en la muestra 2 se obtuvo 2.945 mg β -caroteno y un 98.16 % por último en la muestra 3 se obtuvo 3.387 mg β -caroteno y 112.9 % estos resultados son satisfactorios para la purificación y separación por cromatografía en columna, e identificación y cuantificación por espectrofotometría UV-Visible la variación en los resultados se debió al error experimental.

Por último en la Tabla 3 se observan los datos obtenidos correspondientes al marbete y experimentales.

Notas:

- Como sabemos el β -caroteno es un compuesto que se descompone por la luz se recomienda que al realizar las soluciones se cubran con papel aluminio el material y esto se debe realizar el mismo día ya que con el tiempo cambia su concentración.
- Existe un método para la determinación de β -Caroteno, en la Farmacopea de los Estados Unidos de América-Formulario Nacional (USP_NF) este método es complejo; y la finalidad de esta práctica es contar con un método didáctico para los estudiantes.
- De acuerdo a la USP_NF el contenido de β -Caroteno es no menos de 90 % y no mas de 125 % de β -Caroteno.

CONCLUSIÓN

Es posible realizar la separación y purificación de β -caroteno por cromatografía en columna en escala semimicro, manejando poca cantidad de muestra y con un mínimo de generación de residuos.

De acuerdo a los espectros de β -caroteno tanto del estándar como de la muestra se observa un comportamiento similar así que se identifico satisfactoriamente el β -caroteno.

Por otra parte en la cuantificación los resultados son satisfactorios para datos experimentales por lo que se considera que esta técnica se puede utilizar para este fin.

BIBLIOGRAFIA

1. Ávila Z., Gustavo J. (2001). "Química Orgánica Experimentos con un enfoque Ecológico", UNAM, México.
2. San Andrés Tejera, L., Alfonso Rodríguez, M. M. Rodríguez Morales, M. S. (2004). "Laboratorio de Química Orgánica Técnicas Básicas". Arte, comunicación visual, México
3. Domínguez, X. A. (1984). "Experimentos de Química Orgánica", Limusa. México.
4. Ramos Gallego M^a del Mar (2006). "Laboratorio de Química Orgánica", Universitaria Ramos Areces, Madrid.
5. David Abbott, R. S. Andrews (1973). "Introducción a la cromatografía", Alambra, Madrid.

CROMATOGRAFÍA EN CAPA FINA

SEPARACIÓN DE LOS COMPONENTES DE UN TINTA COMERCIAL DE UN BOLÍGRAFO

OBJETIVO

Realizar la cromatografía en capa fina como un método de separación de los componentes de una tinta comercial (bolígrafo) a escala semimicro.

INTRODUCCIÓN

La cromatografía es un método que nos permite la separación, identificación y determinación de los componentes químicos en mezclas. La cromatografía tiene en común el uso de una fase estacionaria y una fase móvil. Los componentes de una mezcla son transportados a través de la fase estacionaria por el flujo de una fase móvil y las separaciones se basan en las diferencias de velocidad de migración entre los distintos componentes de la mezcla.

La técnica de cromatografía en capa fina es una de las más comunes empleadas en un laboratorio de química orgánica. Con esta técnica podemos realizar lo siguiente:

- Separación del componente de una mezcla.
- Identificación de muestras utilizando muestras estándar.

La cromatografía en capa fina usa como fase estacionaria un sólido como sílica gel o alúmina conteniendo algún material que hace que se mantenga la fase estacionaria sobre un soporte (placas de vidrio, aluminio e incluso materiales de plástico). Las placas pueden prepararse en el laboratorio o adquirirse en el mercado.

Para realizar una cromatografía en capa fina se procede de la siguiente manera:

1. Preparar o cortar, en su caso una placa de tamaño adecuado.
-

-
2. Disolver una pequeña cantidad de la muestra y colocar mediante un capilar de vidrio en la parte inferior de la placa a cierta distancia del borde.
 3. Introducir la placa en un recipiente con el disolvente adecuado. Dicho recipiente debe presentar una atmósfera saturada en el vapor del disolvente por lo que se pone un trozo de papel filtro en la parte posterior y disponer de un sistema de cierre.
 4. Cerrar el recipiente y dejar que el líquido ascienda por capilaridad. Revelar la placa para poner de manifiesto donde se encuentra los puntos.
 5. Determinar las posiciones relativas de los puntos mediante el cálculo de los R_f .

La relación de la distancia que recorre la sustancia en la placa y la distancia que recorre el eluyente a partir del punto de aplicación se le conoce como “Frente de Referencia” R_f , y se expresa como una fracción decimal:

$$R_f = \frac{\text{Distancia que recorre la sustancia}}{\text{Distancia que recorre el eluyente}}$$

EJEMPLO:

SEPARACIÓN DE LOS COMPONENTES DE UN TINTA COMERCIAL DE UN BOLÍGRAFO

MATERIAL Y EQUIPO

- Un bolígrafo.
- Placas para cromatografía de aluminio precubiertas con sílica gel (ALUGRAM)
- Cámara cromatográfica
- Tubos de ensaye
- Tubos capilares

REACTIVOS

- Hidróxido de amonio reactivo analítico
- Etanol reactivo analítico
- Butanol reactivo analítico
- Acetona

METODOLOGIA

Preparar y cortar, en su caso una placa de aluminio, de aproximadamente 2 x 7cm.

Disolver la muestra en un tubo de ensaye con aproximadamente 1ml de acetona, con una gota del bolígrafo.

Preparar la fase móvil y dejarla saturar en la cámara (butanol-etanol-amoniaco) (3:1:1)

Colocar la muestra en la placa con una capilar.

Correr la muestra en una micro cámara como se muestra en la Fig 1.

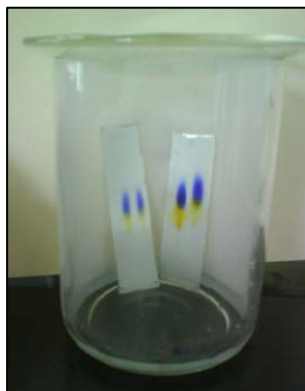


Fig. 1 micro cámara

En las Figuras 2 y 3 se presentan las muestras diluidas.



Fig. 2 Revelado de la placa



Fig. 3 Revelado de la placa

Por último se determina el R_f de cada una de las muestras.

RESULTADOS

TABLA 1 EJEMPLO PRIMERA CROMATOGRAFIA				
Tinta Diluida	Componentes	Distancia del componente (a)	Distancia del disolvente (b)	$R_f = a / b$
NEGRA	Violeta	4.3cm	8cm	0. 5375
	Amarillo	2.8cm		0.35
	Amarillo Ocre	2.1cm		0. 2625

TABLA 2 SEGUNDA CROMATOGRAFIA				
Tinta Diluida	Componentes	Distancia del componente (a)	Distancia del disolvente (b)	$R_f = a / b$
NEGRA	Violeta	4cm	8cm	0. 5000
	Amarillo	2.8cm		0.3500
	Amarillo Ocre	2.1cm		0. 2625

DISCUSIÓN

Comparando los resultados de las Tablas 1 y 2 son casi similares esto quiere decir que es factible la separación de los componentes de las tintas por cromatografía en placa fina en escala semi micro ya que se dan resultados satisfactorios.

En el bolígrafo negro se encontraron tres pigmentos los cuales se aprecian en las cromato placas, cabe mencionar que el color amarillo ocre está presente en poca cantidad y se observa con un color tenue, los dos siguientes colores son el amarillo y violeta.

CONCLUSIONES

Se cumplió con el objetivo de lograr la separación de los componentes de las tintas por este método, podemos decir que la separación en micro placas es factible además de que se hace con el menor tiempo manejando poca cantidad de muestra y reactivos con un mínimo de generación de residuos.

BIBLIOGRAFIA

1. Ávila Z., Gustavo J. (2001). "Química Orgánica Experimentos con un enfoque Ecológico", UNAM. México.
2. Ramos Gallego M^a del Mar (2006). "Laboratorio de Química Orgánica", Univesitaria Ramos Areces, Madrid.
3. David Abbott, R. S. Andrews (1973) "Introducción a la cromatografía", Alambra, Madrid.

SUBLIMACION

PURIFICACIÓN DE LA MEZCLA NAFTALENO – ÁCIDO SUCCÍNICO

OBJETIVO

Realizar la separación de los componentes de la mezcla naftaleno-ácido succínico por sublimación como un método de separación y purificación para algunos compuestos orgánicos sólidos.

INTRODUCCION

La sublimación es uno de los métodos más convenientes para la purificación de pequeñas cantidades de ciertos sólidos orgánicos. Este fenómeno consiste en el paso del estado sólido a vapor y en la condensación de este vapor para obtener el sólido puro.

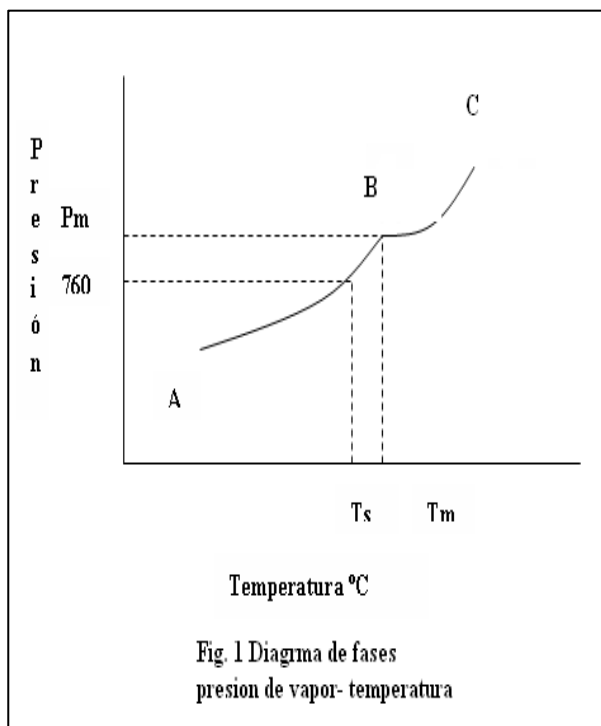
La sublimación continúa siendo importante para la purificación de materiales sólidos. Cuando la presión de vapor de un sólido que se calienta alcanza la presión externa al sistema, antes de que la temperatura alcance el punto de fusión del sólido, la sustancia experimenta una fase de transición directa de sólido a vapor.

Un sólido que puede purificarse por sublimación, puede liberarse con relativa facilidad de impurezas iónicas o no volátiles. La sublimación es usualmente muy fácil para aquellos materiales que no poseen fuerzas intermoleculares fuertes. Una ventaja importante de la sublimación como técnica de purificación es que sólo es necesario la aplicación de calor. La principal desventaja de la técnica es que no es un proceso muy selectivo.

Ciertos sólidos cuando se calientan pasan directamente a la fase de vapor y el vapor, pasa directamente a la fase sólida. El vapor puede ser re-solidificado, el ciclo vaporización-solidificación puede usarse como un método de purificación. La cual sólo puede tener el éxito si las impurezas tienen significativamente más baja la presión

de vapor que el material sublimándose. Muchos compuestos orgánicos subliman fácilmente bajo presión reducida.

En Fig.1 la curva AB representa la presión de vapor del sólido y BC representa la presión de vapor del mismo compuesto en el estado líquido como una función de la temperatura. Si el sólido tiene una presión de vapor de 760 mmHg a una temperatura T_s debajo de su T_m temperatura de fusión consecuentemente cuando este sólido se calienta a presión atmosférica pasa directamente a la fase de vapor.



Existen dos tipos de sublimación:

- La sublimación simple (a presión atmosférica)

La sublimación puede llevarse a cabo a la presión atmosférica, sólo con unas sustancias orgánicas como hexacloroetano, alcanfor, antraceno, naftaleno, ácido benzoico cuya presión de vapor alcanza 760 mmHg debajo de su punto fusión.

Colocar una cantidad pequeña de la mezcla a sublimar en el dedo frío del equipo básico de química en escala semimicro y colocarla en posición horizontal en el baño maría donde los vapores que subliman se condensan en la parte fría del dedo y posteriormente se recolectan los cristales adheridos al dedo frío con una espátula limpia colocándolos en un papel filtro.

En el siguiente tipo de sublimación solo se menciona su funcionamiento:

- Las sublimaciones a vacío

La sublimación a presión reducida se conoce como sublimación al vacío. Es un método conveniente para purificar compuestos orgánicos sensibles al calor, cuando la presión dentro del vaso que contiene la sustancia impura se reduce utilizando una bomba de agua o aceite antes de que la sublimación empiece.

La Figura 2 muestra el aparato de sublimación de vacío. Por ejemplo el ácido oxálico tiende a descomponer a ácido fórmico y a dióxido de carbono a 760 mmHg, se sublima rápidamente a 10 mmHg de presión.

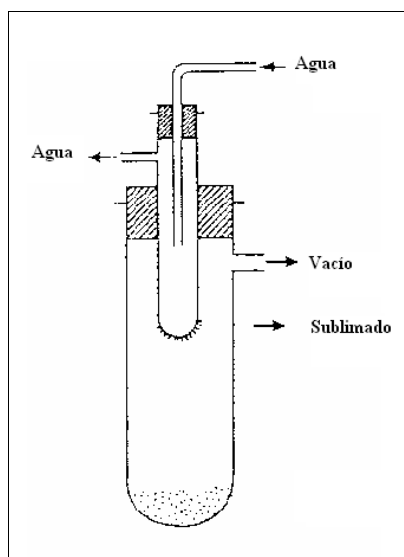


Fig. 2 Aparato de sublimación a presión

EJEMPLO:

SEPARACIÓN DE LA MEZCLA NAFTALENO – ÁCIDO SUCCÍNICO

MATERIAL Y EQUIPO

- Dedo frío del equipo básico de química a escala semimicro.
- Pinzas para tubo de ensayo.
- Parrilla de calentamiento.
- Baño de glicerol.

REACTIVOS

- Naftaleno reactivo analítico
- Acido succínico reactivo analítico.

METODOLOGÍA

En el dedo frío colocar una pequeña cantidad de la mezcla conteniendo el compuesto a sublimar. Como se muestra en las Figura 1.



Fig. 1 Muestra a sublimar

Colocarlo en forma horizontal sosteniéndolo con unas pinzas para tubo de ensayo y calentar el sistema en baño de glicerol.

Terminada la sublimación desprender el producto sublimado del dedo frío (Figuras 3 y 4) con una espátula en un papel filtro.



Fig. 3 Sublimado

Fig. 4 Sublimado



Determinar el punto de fusión del compuesto sublimado.

RESULTADOS

Punto de fusión de naftaleno 82°C

DISCUSIÓN

Con base al punto de fusión experimental del naftaleno de 82 °C comparándolo con el teórico de 80°C quiere decir que si es factible la técnica de sublimación en escala micro para la separación de mezclas siempre y cuando uno se pueda sublimar, además se tienen que hacer varias repeticiones para obtener casi el 100% del compuesto sublimado.

CONCLUSIONES

Se considera que se cumplió con el objetivo de separar uno de los componentes de la mezcla a escala micro.

BIBLIOGRAFIA

1. San Andrés Tejera, L., Alfonso Rodríguez, M. M. Rodríguez Morales, M. S. (2004). "Laboratorio de Química Orgánica Técnicas Básicas". Arte, comunicación visual, México.
2. Dupont Durst H. (1985). "Química Orgánica Experimental", Reverté S.A. Barcelona.
3. Mohan Jag. (2003). "Organic Analytical Chemistry. Theory and Practice" Alpha Science International Ltd. Pangbourne, England.

CONCLUSIONES

Se realizó un manual de prácticas de laboratorio a nivel semi y micro escala para la separación de componentes orgánicos como apoyo al trabajo de la asignatura de Química Experimental Aplicada de las carreras Química Industrial y Química.

Las técnicas implementadas para las técnicas fueron: destilación simple, destilación fraccionada, cromatografía en columna, cromatografía en placa fina y sublimación.

En el caso de las tres primeras prácticas se logro una integración de técnicas las cuales a través del análisis y discusión de los resultados proporcionan una experiencia de aprendizaje integradora en el trabajo a nivel semi y micro escala.

Las últimas dos prácticas se presentan como ejemplos sencillos que pudieran complementarse en un procedimiento mas completo.