

EXTRACCIÓN CON DISOLVENTES ACTIVOS.

OBJETIVOS

- a) Conocer la técnica de extracción como método de separación y purificación de sustancias integrantes de una mezcla.
- b) Elegir los disolventes adecuados para un proceso de extracción.
- c) Realizar diferentes tipos de extracción: con disolvente orgánico y disolvente activo, aplicándolos a problemas específicos.

ANTECEDENTES

- a) Coeficiente de reparto o de distribución.
- b) Métodos de extracción: con disolventes orgánicos y con disolventes activos.
- c) Disolventes orgánicos y activos empleados para la técnica de extracción. Sus características físicas y químicas.
- a) Diseño de diagramas de separación de mezclas: ácido, base, neutro.
- b) Reacciones ácido-base ocurridas al extraer compuestos con disolventes activos.
- c) Emulsiones. Diversas formas para romper emulsiones.
- d) Agentes desecantes.
- e) Leer toda la Práctica completa y contestar las preguntas previas.

INFORMACIÓN

- a) La extracción es la transferencia de un soluto de un disolvente a otro. Cuando se utiliza un disolvente orgánico el soluto se extrae por un proceso de distribución.
- b) El coeficiente de reparto o distribución de un soluto, ante su líquido de disolución y su disolvente orgánico es constante y depende de la naturaleza de dicho soluto, así como de la naturaleza de ambos disolventes y de la temperatura.
- c) Los disolventes orgánicos utilizados en extracción deben tener baja solubilidad en agua, alta capacidad de solvatación hacia la sustancia que se va a extraer y bajo punto de ebullición para facilitar su eliminación posterior.
- d) La extracción con disolventes activos (selectiva) se emplea para separar mezclas de compuestos orgánicos en función de la acidez, de la basicidad o de la neutralidad de éstos.
- e) La extracción con disolvente activo se basa en una reacción ácido-base entre el producto a separar y el disolvente activo adecuado.
- f) Los compuestos iónicos son más solubles en agua que los compuestos covalentes, y éstos, son más solubles en disolventes orgánicos.

DESARROLLO EXPERIMENTAL**MATERIAL POR ALUMNO**

Matraz redondo fondo plano 125 ml	1	Agitador de vidrio	1
Refrigerante p/agua c/mangueras	1	Büchner con alargadera	1
T de destilación	1	Kitasato de 250 ml * c/manguera	1
Colector	1	Embudo de vidrio	1
Embudo de separación Quickfit con tapón	1	Tubos de ensayo 16 x 150 mm.	9
Matraz Erlenmeyer de 50 ml *	2	Vidrio de reloj	1
Matraz Erlenmeyer de 125 ml *	2	Espátula	1
Vaso de pp. de 150 ml *	2	Recipiente eléctrico para B.M.	1
Vaso de pp. de 250 ml *	2	Recipiente de peltre	1
Pipeta de 10 ml *	1	Pinza de tres dedos con nuez	2
Probeta de 25 ml *	1	Gradilla	1
* Graduado			

SUSTANCIAS Y REACTIVOS

Éter etílico	Sol. de hidróxido de sodio al 10%
Acetona	Sol. de hidróxido de sodio al 40%
Naftaleno	Sol. de ácido clorhídrico al 10%
p-Toluidina	Sol. de ácido clorhídrico al 50%
Ácido Benzoico	
Sulfato de sodio anhidro	
Cloruro de sodio Q.P.	

PROCEDIMIENTO**EXTRACCIÓN CON DISOLVENTES ACTIVOS**

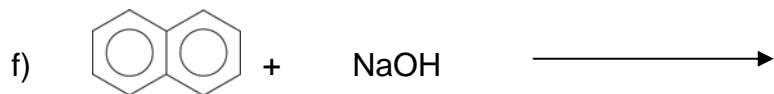
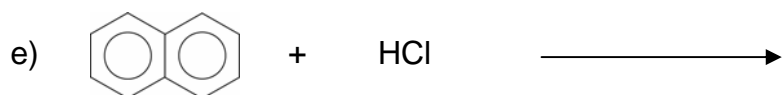
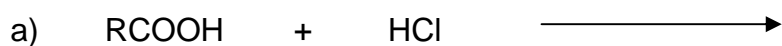
(También recibe el nombre de Extracción selectiva ó Extracción ácido-base-neutro).

Para realizar las pruebas de solubilidad con disolventes activos se le proporcionarán tres compuestos orgánicos diferentes: uno ácido, uno básico y uno neutro.

La relación sólido-disolvente en las pruebas de solubilidad es de 0.1 g. de sólido por 3 mL. de disolvente, las pruebas se realizan en tubos de ensayo con los disolventes activos (NaOH 10% y HCl 10%), y con el disolvente orgánico (éter dietílico). Estas pruebas se realizan a temperatura ambiente. Anote los resultados en el siguiente cuadro:

	Compuesto	Disolvente orgánico (éter)	Sol. acuosa NaOH 10%	Sol. acuosa HCl 10%
Ácido:				
Base:				
Neutro:				

Con base a los resultados obtenidos, complete las siguientes reacciones:



Conteste también las siguientes preguntas:

- De los compuestos que fueron solubles en HCl 10%
 - ¿Cómo los volvería a insolubilizar?
 - ¿Qué haría para recuperarlos ya como sólidos?
- De los compuestos que fueron solubles en NaOH 10%
 - ¿Cómo los volvería a insolubilizar?
 - ¿Qué haría para recuperarlos ya como sólidos?
- Si se tuviese un sistema de dos fases inmiscibles, una orgánica y una acuosa con pH ácido, deduzca qué productos de las reacciones anteriores serán más solubles en la fase acuosa.
- Para el mismo sistema de fases, donde la fase acuosa tenga pH básico, diga qué productos de las reacciones anteriores serán solubles en la fase acuosa.
- Con los datos anteriores y las relaciones de las fases involucradas, diseñe un diagrama de separación de compuestos: ácido, básico y neutro, empleando como guía el siguiente esquema (Figura 1).

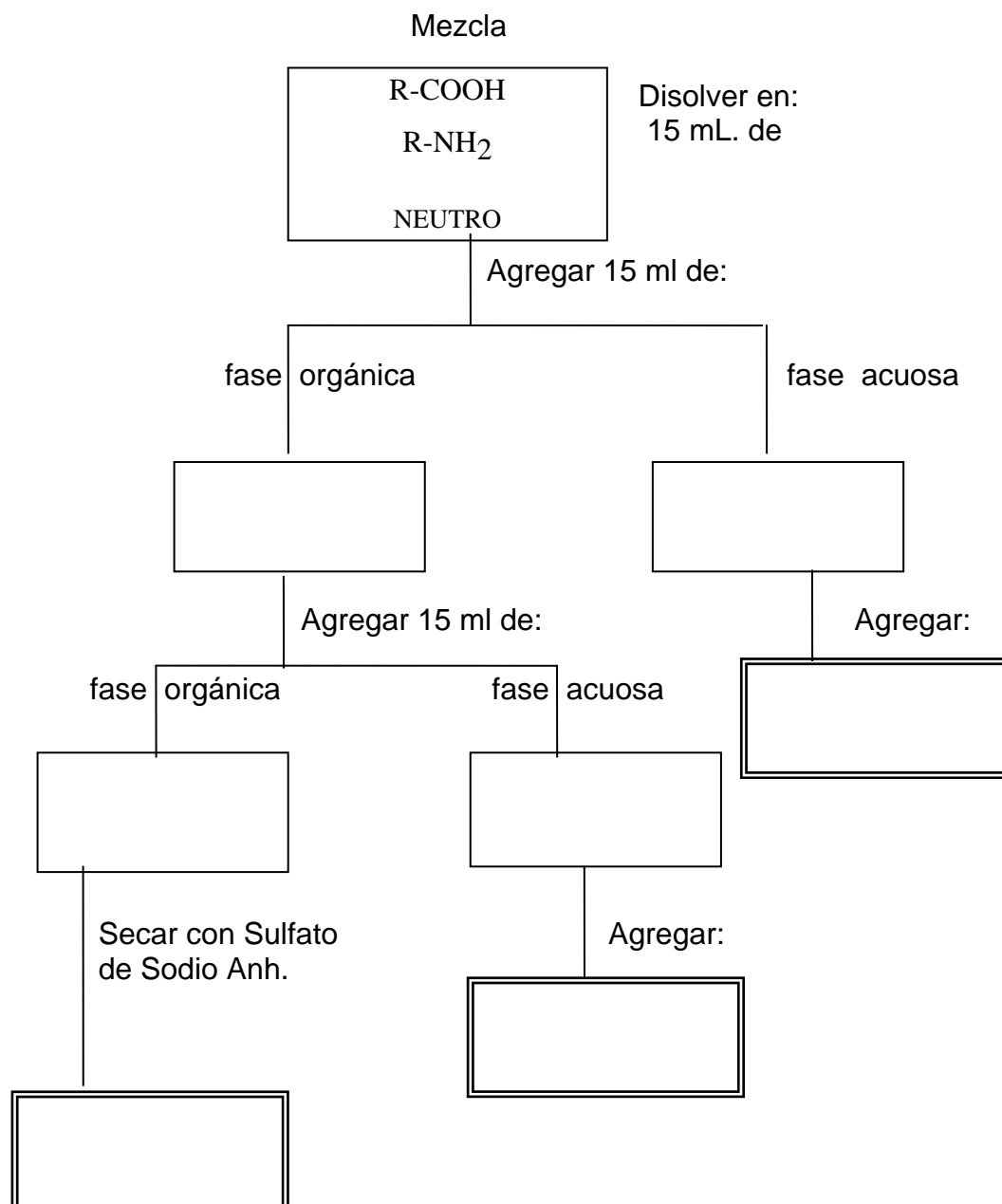


Figura 1.- Diagrama de separación ácido, base, neutro.

Una vez que diseñe el diagrama de separación ácido, base, neutro, solicite **0.6 g.** de mezcla problema y sepárela conforme al diagrama que diseñó. Después de realizada la separación de la mezcla, con sus datos experimentales llene el siguiente cuadro:

Compuesto	Peso	%
Ácido		
Base		
Neutro		

MANEJO DE RESIDUOS

RESIDUOS	CANTIDAD
D1. Residuos ácidos	
D2. Residuos básicos	
D3. Residuos etéreos	
D4. Sulfato de sodio húmedo	

D3: Recuperar el disolvente por destilación.

D1 y D2: Deben neutralizarse y desecharse al drenaje.

D4: Secar y empacar para incineración. Si está limpio se puede reutilizar.

CUESTIONARIO

- a) ¿Qué es un disolvente activo? cite cinco ejemplos.
- b) ¿En que casos debe utilizarse la extracción selectiva?
- c) ¿Por qué el compuesto neutro debe obtenerse por destilación del disolvente en el que se encuentra y no por cristalización en dicho disolvente?
- d) ¿Por qué no deben eliminarse directamente por el drenaje, sustancias de desecho como yoduro de potasio, yodo, naftaleno, p-toluidina, cloroformo, ácido clorhídrico e hidróxido de sodio?. ¿Cuál es la forma correcta de hacerlo?
- e) Diga cuales de los siguientes sistemas de disolventes son factibles para la extracción. Explique, de acuerdo a su densidad, en que fase quedarían ubicados los disolventes.
 - (a) *n*-Hexano-agua
 - (b) Cloroformo-agua
 - (c) Ac. acético-agua
 - (d) Ac. clorhídrico-agua
- f) Diseñe un diagrama de separación para una mezcla de *m*-nitroanilina, β -naftol y *p*-diclorobenceno.
- g) De acuerdo con un criterio de calidad, especificidad y costo ¿qué tipo de hidróxido de sodio recomendaría para un proceso de extracción de la fase orgánica?
 - a) Sosa en escamas.
 - b) Sosa al 50% (sol. acuosa)
 - c) Hidróxido de sodio grado R.A.
 - d) Sosa cáustica grado Rayón

BIBLIOGRAFÍA

- a) Ávila Z. G. *et al.* Química Orgánica, Experimentos con un enfoque ecológico. Dirección General de Publicaciones y Fomento Editorial, UNAM, México, 2001.
- b) Bates R.B. y Schaefer J.P. Técnicas de Investigación en Química Orgánica, Prentice-Hall Internacional, Madrid, 1977.
- c) Fessenden R.J. and Fessenden J.S. Organic Laboratory Techniques. Brooks/Cole , USA., 1993.
- d) Moore J.A. and Dalrymple D.L. Experimental Methods in Organic Chemistry. W. B. Saunders, (USA), 1976.
- e) Pavia, D. L., Lampman, G. M. and Kriz, G. S., Introduction to Organic Laboratory Techniques. Saunders College, Fort Worth, 1988.
- f) Vogel A.I. Practical Organic Chemistry, 5^a ed.. Longman Scientific & Technical, London, 1989.