

PRACTICA X

EXTRACCION SIMPLE Y MULTIPLE Y DEL PRINCIPIO ACTIVO DEL CLORASEPTIC

I. OBJETIVOS

- a) Conocer la técnica de extracción como método de separación y purificación de las sustancias integrantes en una mezcla.
- b) Elegir los disolventes adecuados para un proceso de extracción
- c) Realizar diferentes tipos de extracción: simple y multiple; aplicándolos a problemas específicos.
- d) El alumno efectuará la separación de un principio activo a partir de un antiséptico de uso común.

II MATERIAL

| | | | |
|------------------------------|---|----------------------|---|
| Embudo de separación c/tapón | 1 | Agitador de vidrio | 1 |
| Probetas de 25 ml | 1 | Matraz pera de 50 ml | 1 |
| T de destilación | 1 | Espátula | 1 |
| Matraz Erlenmeyer 125 ml | 1 | Embudo de vidrio | 1 |
| Pinzas de 3 dedos c/nuez | 2 | Pipeta de 5 ml | 2 |
| Recipiente eléctrico B. M. | 1 | Tubos de ensayo | 3 |
| Vaso de pp 250 ml | 1 | Colector | 1 |
| Refrigerante p/agua c/m | 1 | Vaso de pp de 150 ml | 1 |

III SUSTANCIAS

| | |
|----------------------------|---------------------------|
| Solución yodoyodurada | Cloraseptic |
| Cloroformo | Cloruro férrico (sol. 1%) |
| Eter etílico | Agua de bromo (sol. 10%) |
| Acetona | Acetato de etilo |
| Sílica gel p/cromatografía | Sulfato de sodio anh. |
| Etanol | |

IV INFORMACION

- a) 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.
- b) El coeficiente de reparto o distribución de un soluto, ante su líquido de disolución y su líquido extraente es constante y

depende de la naturaleza de dicho soluto, así como de la naturaleza de ambos disolventes y de la temperatura de trabajo.

- c) Los compuestos iónicos son más solubles en agua que los compuestos covalentes y éstos, son más solubles en disolventes orgánicos que aquellos.

V PROCEDIMIENTO

1) Extracción Simple y Múltiple:

a) Extracción Simple

Colocar 10 ml de la solución yodoyodurada en un embudo de separación y realice una extracción con 15 ml de éter, observe

b) Extracción Múltiple

Colocar 10 ml de la solución yodoyodurada en un embudo de separación y realice tres extracciones de 5 ml de éter cada una, colecte cada extracto de 5 ml por separado y compárelos entre sí,

Con base en la información de la tabla siguiente elija el disolvente adecuado para extraer el yodo.

| Disolventes | Densidad g/ml | Punto Ebullición (°C) | Solubilidad en g/100ml H ₂ O |
|----------------|---------------|-----------------------|---|
| Eter dietílico | 0.7135 | 34.60 | 7.5 ²⁰ (nota 1) |
| Cloroformo | 1.498 | 61.20 | 1.0 ¹⁵ |
| Acetona | 0.792 | 56.50 | |
| Diclorometano | 1.3255 | 40.00 | 2.0 ²⁰ |

¿Cuáles de estos disolventes al mezclarse formarán dos fases inmiscibles?

Sujete el embudo de separación a un soporte, por medio de las pinzas de tres dedos. Cerciórese de que la llave esté cerrada, agregue la solución yodoyodurada y luego el disolvente extraente. Coloque el tapón al embudo y agite moderadamente. Disminuya la presión interna del mismo después de cada agitación. Coloque el embudo en su posición normal, quite el tapón y deje reposar hasta que haya separación de las fases.

Reciba las fases orgánicas y acuosas por separado en matraces Erlenmeyer de 25 ml. Después de realizar los dos tipos de extracción, compare la intensidad de la coloración de las fases orgánica y acuosa obtenidas en cada caso. Recuerde que a mayor intensidad del color, mayor concentración del soluto disuelto y viceversa.

Anote sus resultados indicando cuál de los dos procedimientos permite extraer mayor cantidad de yodo.

2) Extracción y Caracterización del Principio Activo de un Medicamento de Uso común:

Extracción del fenol. Coloque 15 ml de solución de cloraseptic (producto comercial), en un embudo de separación y efectúe cuatro extracciones con éter (de 5 ml c/u, nota 3). Junte las cuatro porciones etéreas en un vaso de pp de 50 ml y séquelas con sulfato de sodio anhidro. Decante la mezcla etérea a un matraz pera de 50 ml y agregue cuerpos porosos. Destile a baño María el éter hasta que quede un residuo aproximadamente de 5 ml. Vierta el residuo a un vaso de pp de 50 ml y termine de evaporar el éter a baño María. Disuelva el sólido obtenido en 3 ml de etanol y efectúe las siguientes pruebas de caracterización del fenol obtenido.

- a) Haga una placa cromatográfica comparativa del producto extraído y del fenol reactivo. Eluya con hexano-AcOEt (2:1) y revele con yodo. Determine rf.
- b) Tome 1 ml de la solución etanólica del producto extraído y agregue 1 ml de solución acuosa al 1% de cloruro férrico y observe.
- c) Al resto de la solución extraída, pásela a un Erlenmeyer de 125 ml y agréguele gota a gota y con agitación agua de bromo (observe la decoloración de la solución de bromo).

NOTAS:

- 1) El valor 7.5^{20} significa que 7.5g de éter son solubles en 100 ml de agua a una temperatura de 20°C.
- 2) La manipulación correcta del embudo para las extracciones deberá ser indicada por el profesor. Revise que la llave esté bien lubricada.
- 3) El alumno deberá recordar las precauciones necesarias para trabajar con disolventes inflamables.
El fenol es una sustancia corrosiva, por tanto, se deberá tener cuidado de no tocarla con las manos y en caso de que se tuviera contacto con ella, deberá lavarse inmediatamente con agua en abundancia.

VI ANTECEDENTES

- a) Fenómeno de reparto o de distribución. Coeficiente de reparto o de distribución.
- b) Métodos de extracción: simple y multiple.

- c) Disolventes orgánicos y activos empleados para extracción. Sus características físicas y químicas.

VII CUESTIONARIO

- 1.- Con base en los resultados experimentales, ¿cuál es la mejor técnica de extracción: la simple o la múltiple?
- 2.- ¿En qué caso debe utilizarse la extracción selectiva?
- 3.- ¿En qué caso debe utilizarse la extracción múltiple?

VIII BIBLIOGRAFIA

- a) Moore J. A. and Dalrymple D. L.
Experimental Methods in Organic Chemistry
Second Edition
W. B. Saunders Co.
Philadelphia, 1976
- b) Pavia D. L., Lampman G. M. and Kriz G. S.
Introduction to Organic Laboratory Techniques
W. B. Saunders Co.
Philadelphia, 1976
- c) Brewster R.Q., Vander Werf C.A. and Mc. Ewen W. E.
Curso Práctico de Química Orgánica
Editorial Alhambra, S.A.
Madrid, 1970.

