

DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR Y

OTROS MÉTODOS DE AISLAMIENTO

I. OBJETIVOS

- a) Aislar el aceite esencial de un producto natural utilizando las siguientes técnicas de laboratorio:
- Destilación por arrastre con vapor.
 - Extracción continua en equipo Soxhlet.
 - Extracción directa a reflujo.
- b) Conocer las características de cada una de estas técnicas, así como los factores que intervienen en ellas.
- c) Comparar la eficiencia y selectividad de cada una de ellas en el aislamiento del aceite esencial de que se trate.

II. MATERIAL

Destilación por arrastre con vapor. (Equipo para dos alumnos)

Matraz Erlenmeyer de 125 ml *	2	Frasco "vial"	1
Matraz Erlenmeyer de 250 ml *	2	Frasco para cromatografía	1
Refrigerante para agua c/mangueras	1	Portaobjetos	1
Equipo adecuado para arrastre con vapor	1	Embudo de separación de 250 ml con tapón	1
Colector	1	Espátula	1
Embudo de vidrio	1	Anillo de hierro	1
Probeta de 25 ml *	1	Mechero con manguera	1
Vaso de pp. de 250 ml *	1	Tela de alambre con asbesto	1
Tubo capilar	1	Pinza de tres dedos con nuez	4
		Recipiente de peltre	1
* graduado			

Extracción Continua en Soxhlet. Asignarla a un alumno.

Equipo Soxhlet 24/40, con cámara de extracción y refrigerante para agua	1
Matraz redondo de 500 ml, 24/40	2
Dedal para Soxhlet	1
Refrigerante para agua 24/40, con mangueras	1
Pinzas de 3 dedos con nuez	2
Canasta de calentamiento, con conexión	1
Reóstato con conexión	1

Extracción directa a reflujo. Asignarla a un alumno.

Reóstato con conexión	1
Canasta de calentamiento con conexión	1
Matraz redondo de 500 ml, 24/40	1
Pinzas de 3 dedos con nuez	1
Refrigerante para agua 24/40, con mangueras	1

Material adicional.

Rotavapor	1
Embudo de plástico de 12 cm de diámetro	1
Lámpara de luz U.V.	1

I. SUSTANCIAS

Té limón (zacate-limón), u otro material, proporcionado por el alumno	Silicagel para ccf, con indicador
Acetato de etilo	Sulfato de sodio anhidro
Hexano	Yodo

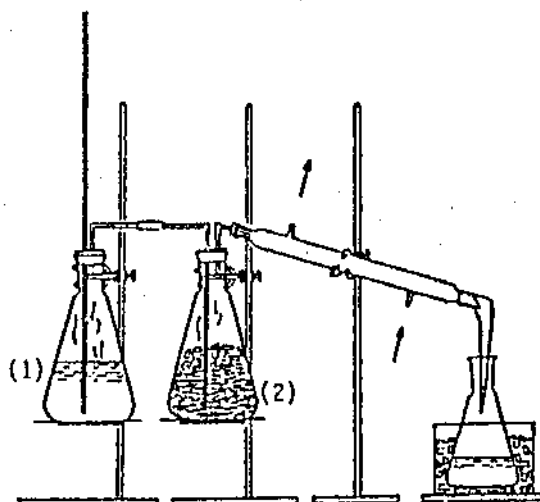
IV. INFORMACION

- a) La destilación por arrastre con vapor es una técnica usada para separar sustancias orgánicas insolubles en agua y ligeramente volátiles, de otras no volátiles que se encuentran en la mezcla, como resinas o sales inorgánicas.
- b) Cuando se tienen mezclas de líquidos que no son miscibles entre sí, se tiene un tipo de destilación que sigue la ley de Dalton sobre las presiones parciales.
- c) Como resultado de este comportamiento, y cuando uno de los componentes es agua, al trabajar a presión atmosférica, se puede separar un componente de mayor punto de ebullición que el del agua a una temperatura menor a 100° (92° en el D.F.)
- d) Debido a lo anterior, con esta técnica se pueden separar sustancias inmiscibles en agua y que se descomponen a su temperatura de ebullición o cerca de ella, por lo que se emplea con frecuencia para separar aceites esenciales naturales que se encuentran en hojas, cáscaras o semillas de algunas plantas (té limón. menta, canela, cáscaras de naranja o limón, anís, pimienta, etc,)
- e) Los aceites esenciales también pueden aislarse de sus fuentes naturales por medio de la extracción con disolventes orgánicos.
- f) Dependiendo de la técnica que se utilice para el aislamiento, será la pureza y rendimiento del aceite esencial.

V. PROCEDIMIENTO

Experimento 1.- Destilación por arrastre con vapor.

Monte el equipo que se muestra en la siguiente figura:



Coloque aproximadamente 150 ml de agua destilada en el matraz No. 1 (generador de vapor) y agregue cuerpos porosos. (Nota 1).

En el matraz No. 2 coloque té limón, cortado en trozos pequeños hasta donde dice "200 ml". Son aproximadamente 40 g. (Nota 2).

Con el mechero, caliente hasta ebullición el matraz No. 1 a fin de generar el vapor que pasará al matraz No. 2, extrayéndose de esta manera el aceite esencial de té limón, que inmediatamente es arrastrado por el vapor de agua en un proceso de codestilación.

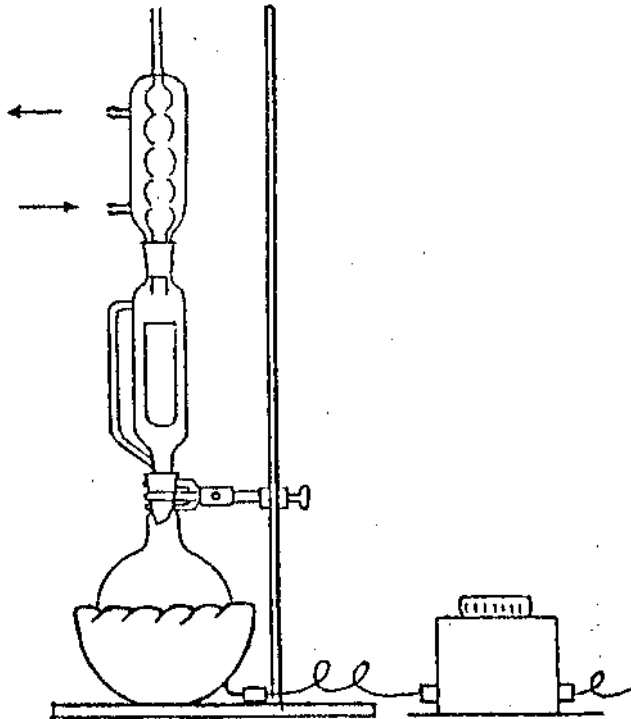
Suspenda el calentamiento cuando el volumen del destilado sea de 100 ml aproximadamente.

De este destilado extraiga totalmente el aceite esencial, colocando en el embudo de separación cantidades adecuadas del destilado y de acetato de etilo.

Las fases acuosas se desechan y los extractos orgánicos se colectan en un matraz Erlenmeyer de 50 ml, agregue entonces la cantidad necesaria de sulfato de sodio anhidro para eliminar el agua remanente. Filtre o decante el extracto seco y colóquelo en un vial. Con esta muestra y los extractos que obtenga en los experimentos siguientes hará una c.c.f. para comparar resultados.

Experimento 2.- Extracción continua en Soxhlet.

Monte el equipo que se muestra en la siguiente figura:



En el matraz redondo de 500 ml coloque 250 ml de acetato de etilo y agregue cuerpos porosos.

Llene el dedal con té limón cortado en pequeños trozos (aprox. 7 g.) y colóquelo en la cámara de extracción.

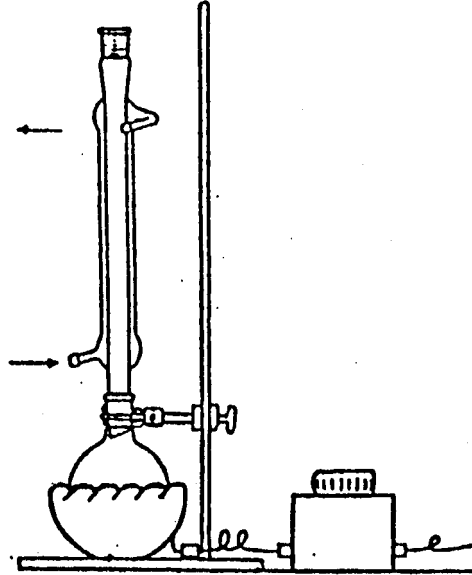
Luego caliente con cuidado hasta ebullición del disolvente, cuyos vapores deberán condensarse en el refrigerante para caer sobre el té limón. En el momento en que la cámara de extracción se llena con el disolvente, éste cae, por diferencia de gravedad, al matraz. Este proceso se repite continuamente, de tal manera que cada vez se extrae mayor cantidad de aceite esencial.

El número de descargas del extracto orgánico puede variarse en función de la cantidad y calidad de la muestra. El profesor le indicará el número apropiado de descargas.

Al terminar, desmonte el equipo y seque el extracto con sulfato de sodio anhidro, filtre o decante. Destile el exceso de acetato de etilo en un equipo de destilación simple o en el Rotavapor, dejando aproximadamente 5 ml de residuo o cola de la destilación, que es un extracto más concentrado. Colóquelo en otro vial y utilícelo para la c.c.f. comparativa.

Experimento 3.-Extracción directa a reflujo.

Monte el equipo que se muestra en la siguiente figura:



En el matraz redondo de 500 ml coloque 40 g de té limón cortado en trozos pequeños y agregue 300 ml de acetato de etilo. Caliente a reflujo durante 30 minutos para extraer el aceite esencial (Nota 3).

Luego desmonte el equipo y decante o filtre el extracto obtenido. Séquelo con sulfato de sodio anhidro y decántelo en un recipiente limpio y seco.

Destile entonces el exceso de disolvente en un equipo de destilación simple o en el Rotavapor.

Deje 5 ml aproximadamente de residuo o cola de la destilación, obteniéndose así un extracto más concentrado. Colóquelo en otro vial.

Finalmente compare, por c.c.f. los extractos obtenidos en los 3 experimentos. Para ello aplique las 3 muestras en la misma cromatoplaqa (Nota 4). Eluya con mezcla de hexano - acetato de etilo (1:1).

También puede comparar entre sí los extractos obtenidos por otros equipos, en que hayan utilizado otros materiales.

Revele con luz ultravioleta y luego con yodo.

Anote sus resultados y observaciones y dibuje la cromatoplaqa.

VI. NOTAS

- 1) Se utiliza agua destilada para evitar que se manchen los matraces.
- 2) Al tapar este matraz, cuide que la conexión de vidrio no se obstruya con los trozos de té limón; pues de ser así no habrá paso de la corriente de vapor.
- 3) El tiempo de reflujo empieza a partir de que cae la primera gota de disolvente condensado.
- 4) De los extractos obtenidos por el método de Soxhlet y por el método de reflujo, haga varias aplicaciones, por ejemplo entre 7 y 10, dejando secar entre una y otra aplicación.

Del extracto obtenido por destilación por arrastre con vapor haga sólo 3 ó 4 aplicaciones.

VII. CONCLUSIONES

- a) Describa cuál es el aspecto que presentan los diferentes extractos obtenidos.
- b) ¿Qué características en una sustancia la hacen susceptible de ser aislada por el método de destilación por arrastre con vapor?
- c) Explique en qué casos conviene emplear el método de extracción continua (Soxhlet).
- d) Describa el proceso de reflujo y sus características.
- e) Con base en los resultados y observaciones de la c.c.f. comparativa, ¿cuál de los tres métodos de trabajo permite aislar con mayor pureza al aceite esencial de té limón?
- f) O bien, si utilizó los extractos de diferentes plantas, anote qué diferencias o similitudes encontró en su c.c.f.

VIII. ANTECEDENTES

- a) Propiedades y características de los aceites esenciales. Su aislamiento y purificación.
- b) Ley de las presiones parciales de Dalton.

- c) Destilación por arrastre con vapor, sus características, ventajas y aplicaciones.
- d) Extracción continua por el método de Soxhlet, sus características, ventajas y aplicaciones.
- e) Extracción por reflujo directo, sus características, ventajas y aplicaciones.

IX. BIBLIOGRAFIA

- a) Moore J.A. and Dalrymple D.L.
Experimental Methods in Organic Chemistry
2nd edition
W.B. Saunders Co.
Philadelphia, 1976.
- b) Brewster R.Q., Vander Werf C.A. y Mc Ewen W.E.
Curso Práctico de Química Orgánica
2^a. Edición.
Alhambra, S.A.
Madrid, 1979.
- c) Roberts R.M., Gilbert J.C., Rodewald L.B. and Wingrove A.S.
Modern Experimental Organic Chemistry
Third Edition
Holt, Rinehart and Winston
N.Y., 1978.
- d) Vogel A.I.
A Textbook of Practical Organic Chemistry
Third Edition
Longmans
London, 1962.