

PRUEBAS DE SOLUBILIDAD EN DISOLVENTES ORGÁNICOS Y CRISTALIZACIÓN SIMPLE Y CON CARBÓN ACTIVADO

I. OBJETIVOS.

- Realizar pruebas de solubilidad para encontrar un disolvente ideal para efectuar una cristalización.
- Purificar un compuesto orgánico sólido por el método de cristalización.
- Utilizar un adsorbente para eliminar impurezas coloridas.

II MATERIAL

Agitador de vidrio	1	Büchner con alargadera	1
Matraz Erlenmeyer de 50 ml. *	2	Kitasato de 250 ml. c/manguera	1
Matraz Erlenmeyer de 125 ml. *	2	Espátula	1
Matraz Erlenmeyer de 250 ml. *	1	Mechero con manguera	1
Vaso de precipitados de 150 ml. *	2	Anillo de hierro	1
Vaso de precipitados de 250 ml.	1	Tela de alambre con asbesto	1
Tubos de ensayo 16 x 150 mm.	10	Pinza p/tubo de ensayo	1
Pipeta de 10 ml. *	1	Pinza de tres dedos c/nuez	1
Probeta de 25 ml. *	1	Gradilla	1
Vidrio de reloj	1	Recipiente de peltre	1
Embudo de vidrio	1	Recipiente eléctrico para B.M.	1
* Graduados			

III SUSTANCIAS

Sustancia problema	1 g	Etolol	20 ml
Hexano	20 ml	Metanol	20 ml
Cloruro de metileno	20 ml	Agua destilada	100 ml
Acetato de etilo	20 ml	Carbón activado	0.5 g
Acetona	20 ml	Celita	0.5 g

II. INFORMACIÓN.

- La técnica más empleada para la purificación de compuestos sólidos es la **crystalización**, que consiste en disolver el soluto en la mínima cantidad de un disolvente caliente apropiado, dejar enfriar la solución para que se formen cristales y separarlos por filtración.
- El **disolvente ideal** para recrystalizar una sustancia es aquél en el que el soluto es poco soluble en frío y muy soluble en caliente. El disolvente ideal, no deberá solubilizar ninguna impureza, o deberá solubilizarlas tanto que al enfriar la solución queden disueltas en las aguas madres.
- Decimos que un sólido es soluble en un disolvente cuando al mezclarlos forman una fase homogénea (en una relación de 0.1 g de soluto en máximo 3 ml de disolvente). La solubilidad de un sólido en un disolvente está relacionada con la estructura química de ambos y por lo tanto con sus polaridades. En general podemos decir que *lo semejante disuelve a lo semejante*.
- Algunas veces, se tienen como impurezas pequeñas cantidades de material colorido o resinoso (de cadena larga o polimerizado), o bien, productos de descomposición que imparten color a la sustancia. Para eliminar estas **impurezas coloridas**, se emplea el carbón activado. Éste se encuentra finamente pulverizado, con lo cual presenta una gran superficie de contacto y puede adsorber compuestos orgánicos de mayor polaridad, como son los compuestos coloridos y los polímeros.
- **Los pasos a seguir en una crystalización son:**
 - a) Disolución del compuesto sólido en el disolvente ideal a ebullición.
 - b) Eliminación de las impurezas coloridas (si las hay) por ebullición con carbón activado.
 - c) Eliminación de las impurezas insolubles por filtración en caliente. (En el caso de haber usado carbón activado, se puede usar un ayuda-filtro).
 - d) Inducción de la crystalización (formación de los cristales). Además de dejar enfriar a temperatura ambiente y luego en baño de hielo-agua, también se puede inducir la crystalización tallando las paredes del matraz con una varilla de vidrio, sembrando cristales, etc.
 - e) Separación de los cristales de las aguas madres por filtración al vacío.
 - f) Lavado de los cristales con un poco del disolvente frío.
 - g) Secado de los cristales.
- Para calentar a ebullición los disolventes orgánicos, siempre se empleará un baño-maría o una parrilla de calentamiento, debido a su inflamabilidad. (Sólo en el caso de estar usando agua, podrá emplearse el mechero bünsen, siempre y cuando no haya disolventes orgánicos cerca).
- Para enfriar, es más eficiente un baño de hielo-agua, que uno de hielo solo, ya que así aumenta el contacto del agua fría con el matraz. (Pavia, 2ª. ed., pag. 611).

V. PROCEDIMIENTO.

A.- CRISTALIZACIÓN SIMPLE.

a).- Solubilidad en disolventes orgánicos.-

Coloque en un tubo de ensayo 0.1 g de la muestra problema. Agregue 1 ml del disolvente a probar, agite y observe. Si el sólido no se ha disuelto, agregue otro ml y observe con cuidado (pueden quedar impurezas insolubles). Si no se disuelve, repita el procedimiento, hasta 3 ml máximo.

Si el sólido **no** se ha disuelto, es insoluble en frío; si se ha disuelto, es soluble en frío.

Si la sustancia fué insoluble en frío, caliente la muestra en baño-maría hasta ebullición y con agitación constante, cuidando de mantener inalterado el volumen de la solución. (Si el disolvente es agua, agregue cuerpos de ebullición y caliente en mechero hasta ebullición).

Observe si hay solubilización o no.

Si la sustancia **no** se disolvió, es insoluble en caliente; si lo hizo, es soluble en caliente.

Si la sustancia fué soluble en caliente. enfríela a temperatura ambiente y luego en baño de hielo-agua. Observe si hay formación de cristales.

Anote sus resultados en la siguiente tabla :

Disolventes:	Hexano	Cloruro de metileno	Acetato de etilo	Acetona	Etanol	Metanol	Agua
Solubilidad en frío:							
Solubilidad en caliente:							
Formación de cristales:							

b).- Cristalización simple.-

NOTA.-Antes de comenzar a trabajar, lea completamente el procedimiento

y asegúrese de tener a la mano todo lo necesario.

Pese el resto que le haya sobrado y colóquelo en un matraz Erlenmeyer de tamaño apropiado (siempre se usan matraces Erlenmeyer para cristalizar). Agregue poco a poco el disolvente ideal, previamente calentado (comience con 10 ml). Caliente la mezcla hasta ebullición, agitando constantemente, y continúe agregando disolvente hasta disolución completa. (Utilice cuerpos porosos para controlar la ebullición).

Para eliminar las impurezas insolubles, habrá que filtrar en caliente. Este paso debe hacerse rápidamente, para evitar que el producto cristalice en el embudo.

Para **filtrar en caliente**, doble el papel filtro para filtración rápida (Fig. 1), precaliente un embudo de vidrio y el matraz en el que recibirá el filtrado. Monte el embudo sobre el matraz dejando un hueco entre ambos para que

“respire” (Fig. 2). Humedezca el papel filtro con un poco del disolvente caliente y filtre en caliente. Enjuague el matraz y el papel filtro con un poco (3 a 5 ml) del disolvente caliente.

Deje enfriar el filtrado a temperatura ambiente y luego en baño de hielo-agua para que se formen los cristales. Si esto no ocurre, entonces se induce la cristalización.

Para **inducir** la cristalización:

- Talle con una espátula o una varilla de vidrio las paredes del matraz (en la interfase solución-aire) y luego enfríe el matraz en un baño de hielo-agua.
- Si no cristaliza, posiblemente se deba a que hay un exceso de disolvente; en tal caso, agregue cuerpos de ebullición y concentre la solución, llevándola a ebullición para evaporar parte del disolvente. Vuélvala a enfriar, tallando las paredes con una espátula.
- Algunas veces, es necesario “sembrar” unos cristalitas de la sustancia pura, y repetir el procedimiento de tallar y enfriar.

Una vez formados los cristales, sepárelos de las aguas madres por filtración al vacío. Para esto, fije el matraz Kitasato con unas pinzas para evitar que se vuelque y conéctelo a la llave del vacío mediante su manguera; al embudo Büchner se le coloca dentro un círculo de papel filtro, cuidando que ajuste perfectamente y se conecta al Kitasato mediante un adaptador de hule. Se humedece el papel filtro con un poco del disolvente frío, se abre la llave del vacío suavemente, sólo a que se fije el papel, y se vierte el contenido del matraz de cristalización. (primero se inclina el matraz Erlenmeyer y con la espátula se pasa la mayor parte de los cristales al fondo del mismo y luego se comienza a verter, moviendo el matraz y jalando los cristales con la espátula; hay que hacerlo con cierta rapidez, para que no se queden los cristales en el Erlenmeyer). Para terminar de bajar los cristales, se puede utilizar una pequeña cantidad (máximo 5 ml) del mismo disolvente frío, ayudándose con la espátula, o bien, usar las mismas aguas madres (del matraz Kitasato), si están transparentes.

Para eliminar los restos de aguas madres, los cristales **se lavan**, agregando por encima, repartiéndola sobre toda la superficie, una pequeña cantidad (≈ 5 ml) del mismo disolvente bien frío. (Si ya agregó más disolvente para bajar los cristales, omite este paso).

Para **secar** los cristales, se deja que termine de filtrar la mayor parte del disolvente y se oprime la masa de cristales con la varilla. Una vez que deje de gotear, se cierra la llave del vacío y se retira el embudo Büchner; el filtrado del Kitasato se pasa a un matraz Erlenmeyer y se vuelve a colocar el Büchner, y esta vez se abre toda la llave del vacío, para permitir que los cristales se sequen. (Para saber si ya están secos, se tocan los cristales con el nudillo de los dedos índice o medio). En el caso de que aún se sientan húmedos, una forma rápida de secarlos es cambiar el papel filtro. Para esto, se pasan los cristales con la espátula a un cuadro de papel normal, limpio, y se pone un nuevo círculo de papel filtro en el Büchner, se abre el vacío para fijar el papel filtro y se vuelven a colocar los cristales, esparciéndolos con la espátula, y se dejan secar.

Para obtener una **segunda cosecha** de cristales, cuando las *aguas madres* contienen aún bastante material, el filtrado se concentra por ebullición, eliminando así el disolvente en exceso y volviendo a inducir la cristalización. Esta segunda cosecha generalmente es menos pura que la primera, y no se deben mezclar, sino guardar en una bolsa aparte; sin embargo, sí se tiene en cuenta para calcular el rendimiento.

Finalmente, se calcula el **rendimiento** de la cristalización.

B.- CRISTALIZACION CON CARBON ACTIVADO.

- Se utiliza cuando existen impurezas coloridas o resinosas.

Pese su muestra y colóquela en un matraz Erlenmeyer de tamaño apropiado. Agregue poco a poco el disolvente elegido, previamente calentado (comience con 10 ml). Caliente hasta ebullición, agitando constantemente, y continúe agregando disolvente hasta disolución completa (no olvide usar cuerpos porosos para controlar la ebullición).

Retire el matraz de la fuente de calentamiento y agregue otros 5 ó 10 ml más de disolvente frío, deje enfriar un poco (¡nunca se agrega el carbón con la solución hirviendo o muy caliente!) y agregue una punta de espátula de carbón activado (≈ 0.1 g), adicione cuerpos porosos y vuelva a hervir, teniendo cuidado de agitar constantemente, ya que tiende a saltar demasiado. Deje hervir unos 3 min., teniendo cuidado de mantener constante el volumen de disolvente, y filtre en caliente, por filtración rápida, usando papel filtro de poro cerrado.

Si el filtrado aún muestra coloración, se repite el procedimiento.

Algunas veces, el filtrado queda con restos de carbón como polvo muy fino; en tal caso, se vuelve a calentar y se filtra a través de papel filtro de poro cerrado, o bien, a través de una capa de algún ayuda-filtro (polvo inerte que se coloca como una capa sobre el papel filtro, se humedece con el disolvente empleado, y luego se filtra la solución problema).

Una vez que el filtrado ha quedado incoloro, se enfría y se **induce la cristalización**. Los cristales formados se filtran al vacío, se lavan si es necesario y se dejan secar. Con el producto seco, se calcula el rendimiento.

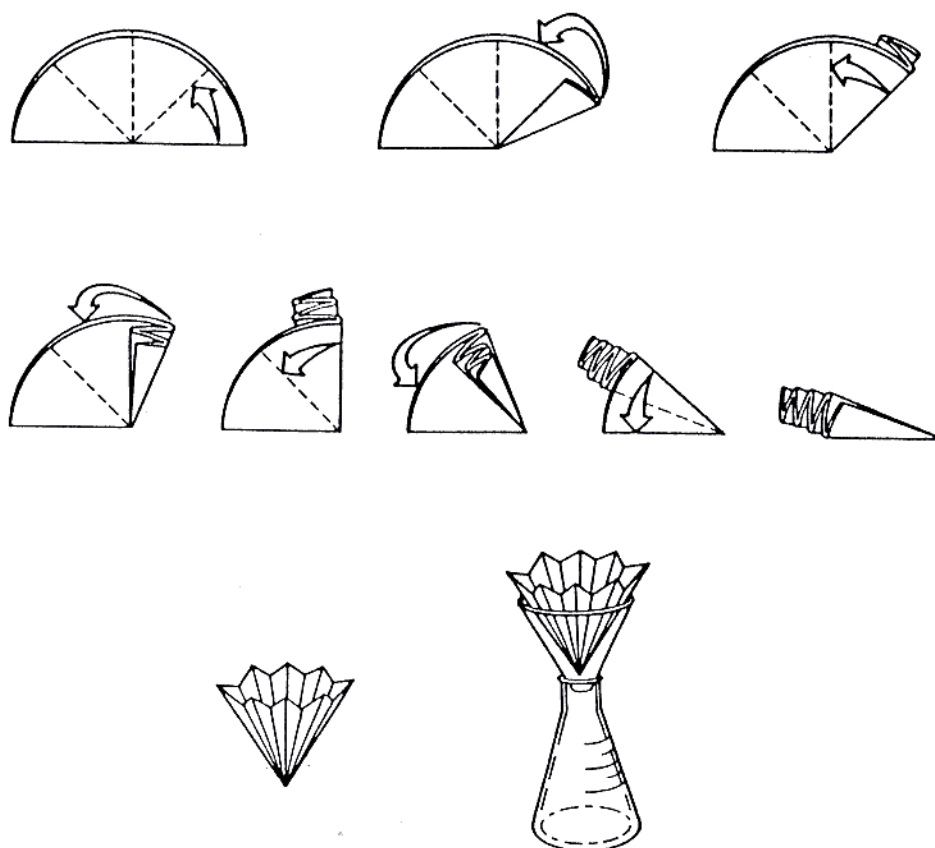


Fig. 1.- Doblado del papel filtro para filtración rápida.

Doble el papel filtro a la mitad y luego sígalo doblando como un acordeón o un abanico. Se abre, se coloca sobre el embudo y se humedece con el mismo disolvente que se está empleando.

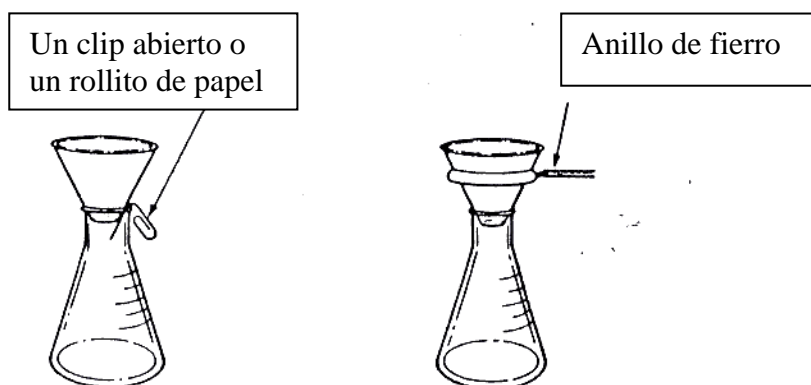


Fig. 2.- Maneras para crear un espacio entre el embudo y el matraz, para evitar que se “ahogue” al estar filtrando.

VI. ANTECEDENTES.

1. Solubilidad.
 - a) Explicación de solubilidad como fenómeno físico.
 - b) Relación entre solubilidad y estructura molecular.
 - c) Polaridad y solubilidad.
 - d) Efecto de las fuerzas intermoleculares en la solubilidad.
 - e) Solvatación e hidratación.
 - f) Disolventes próticos y apróticos.

2. Pruebas de solubilidad.
 - a) En disolventes orgánicos.
 - b) Interpretación de las pruebas de solubilidad relacionadas con la estructura del compuesto.
 - c) Importancia de las pruebas de solubilidad en cristalización.
 - d) Orden de polaridad de los disolventes. (Tabla).
 - e) Propiedades físicas de los disolventes orgánicos.
 - f) Precauciones indispensables para el manejo de los disolventes.

3. Cristalización
 - a) Fundamentos de la cristalización
 - b) Principales tipos de cristalización
 - c) Secuencia para realizar un recristalización simple
 - d) Disolventes más empleados para recristalizar
 - e) Selección del disolvente ideal
 - f) Métodos para inducir una cristalización
 - g) Diferencia entre una cristalización y una precipitación
 - h) Secuencia para realizar una cristalización con carbón activado
 - i) Tipos de adsorbentes y fenómeno de adsorción.
 - j) Soluciones saturadas y sobresaturadas.

4. Técnicas
 - a) Diversos tipos de filtración
 - b) Doblado de papel filtro
 - c) Secado de productos cristalizados
 - d) Evaporación del disolvente

VII. CUESTIONARIO

- 1.- Solubilidad en disolventes orgánicos.
 - a. De acuerdo con las pruebas de solubilidad, ¿cuál es el grado de polaridad de su compuesto?. Fundamente su respuesta.
 - b. ¿Cuándo un disolvente es el ideal para efectuar una recristalización? Explique. En base a su respuesta, ¿cuál disolvente seleccionó para recristalizar su problema?.

 - c. Un sólido que es *soluble* en determinado disolvente frío, ¿puede ser recristalizado en dicho disolvente?, ¿por qué?

- d. Un sólido que es *insoluble* en un disolvente caliente, ¿puede recristalizarse de él?, ¿por qué?

2.- Cristalización.

- a) ¿Qué cualidades debe tener el disolvente que va a usar para llevar a cabo una recristalización?
- b) Al disolver su sólido ¿notó cambios? ¿cuáles?
- c) ¿Para qué se agregan las piedras porosas?
- d) ¿Cómo escoge la fuente de calentamiento que usará en la recristalización?
- e) ¿Por qué se debe filtrar en caliente y el embudo de vidrio, al igual que el matraz donde recibe el filtrado, deben estar previamente calentados?
- f) Anote las diferencias que presenta el producto antes y después de purificarlo.
- g) Explique para qué se agrega el carbón activado.
- h) ¿Por qué debe quitar la fuente de calentamiento antes de agregarlo?
- i) ¿Cómo era su problema antes y después de recristalizarlo con carbón activado?

VIII. BIBLIOGRAFIA

- a) Adams R., Johnson J.R. and Wilcox C.F. Jr. Laboratory Experiments in Organic Chemistry, 7^a ed.. MacMillan, (USA), 1979.
- b) Bates R.B., Schaefer J.P. Técnicas de Investigación en Química Orgánica, Prentice-Hall Internacional, Madrid, 1977.
- c) Brewster R.Q. y Vander Werf C.A. Curso Práctico de Química Orgánica, 3^a. ed.. Alhambra, Madrid, 1979.
- d) Domínguez X.A. y Domínguez X.A. Química Orgánica Experimental. Limusa, México, 1982.
- e) Fessenden R. J. and Fessenden J. S. Techniques and Experiments for Organic Chemistry. Willard Grant, Boston, 1983.
- f) Gatterman L. Laboratory Methods of Organic Chemistry. MacMillan, London, 1993.
- g) Moore J.A. and Dalrymple D.L. Experimental Methods in Organic Chemistry. W. B. Saunders, (USA), 1976.
- h) Pavia D. L., Lampman G. M. and Kriz G.S. Introduction to Organic Laboratory Techniques, a Contemporary Approach, 3rd. ed.. Saunders College, Fort Worth, 1988.

- i) Pasto D.J. y Johnson C.R. Determinación de Estructuras Orgánicas. Reverté, Madrid, 1974.
- j) Shriner R.L., Fuson R.C. y Curtin D.Y. Identificación Sistemática de Compuestos Orgánicos. Limusa, México. 2001.
- k) Vogel A.I. Text Book Practical Organic Chemistry, 3rd. ed.. Longmans, London, 1962.