

PRUEBAS DE SOLUBILIDAD EN DISOLVENTES ORGÁNICOS Y CRISTALIZACIÓN CON PAR DE DISOLVENTES.

I. OBJETIVOS.

- Realizar pruebas de solubilidad para encontrar el par de disolventes adecuados para efectuar una cristalización, cuando no se puede encontrar *un* disolvente ideal.
- Purificar un compuesto orgánico sólido por el método de cristalización con par de disolventes.
- Utilizar un adsorbente para eliminar impurezas coloridas, si es necesario.

II. MATERIAL

Agitador de vidrio	1	Büchner con alargadera	1
Erlenmeyer de 50 ml. *	2	Kitasato de 250 ml. c/manguera	1
Erlenmeyer de 125 ml. *	2	Espátula	1
Erlenmeyer de 250 ml. *	1	Mechero con manguera	1
Vaso de pp. de 150 ml. *	2	Anillo de hierro	1
Vaso de pp. 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 de B.M. eléctrico	1
* graduados			

III. SUSTANCIAS

Sustancia problema (proporcionada por el prof.)	1 g	Acetona	20 ml
		Etanol	20 ml
Hexano	20 ml	Metanol	20 ml
Cloruro de metileno	20 ml	Agua	50 ml
Acetato de etilo	20 ml	Carbón activado	0.5 g

IV. INFORMACIÓN.

- Aún cuando el disolvente ideal para una cristalización es aquel en el que la sustancia es poco soluble en frío y muy soluble en caliente, y al enfriar

cristaliza. no siempre es posible encontrar ese “*disolvente ideal*”, ya que algunas sustancias son muy solubles en unos disolventes y muy insolubles en otros.

- En estos casos, se debe escoger un **par de disolventes** para hacer la cristalización.
- Las características de este par de disolventes es que en uno de ellos, la sustancia debe ser muy soluble y en el otro, debe ser totalmente insoluble (en frío y en caliente).
- Además, estos disolventes deben ser miscibles entre sí.

V. PROCEDIMIENTO.

a. Solubilidad en disolventes orgánicos. (Par de disolventes).-

Coloque en un tubo de ensaye 0.1 g de la muestra problema y agregue 1 ml del disolvente a probar, agite y observe. Si el sólido no se ha disuelto, repita la operación hasta un máximo de 3 ml.

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 el tubo de ensaye en baño-maría hasta ebullición y con agitación constante, cuidando de mantener inalterado el volumen. (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 tabla siguiente:

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

Una vez que ha encontrado su par de disolventes, es decir, que en uno la sustancia es muy soluble y en el otro es insoluble (en frío y en caliente), compruebe que los dos sean miscibles entre sí.

b) Cristalización con par de disolventes.-

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

Una vez disuelto, **filtre en caliente** para eliminar las impurezas insolubles (filtración por gravedad).

[Si se tienen impurezas coloridas, antes de filtrar en caliente se agrega el carbón activado (no olvide retirar el matraz de la fuente de calentamiento y dejarlo enfriar un poco, antes de agregar el carbón), se deja hervir unos 3 min, con agitación constante, y luego se filtra en caliente].

El filtrado se concentra un poco y se le comienza a agregar, gota a gota, el disolvente en el cual la muestra es **insoluble**, hasta producir turbidez. Entonces se agregan unas cuantas gotas del primer disolvente (caliente) para eliminar esa turbidez.

La solución saturada resultante, se deja enfriar a temperatura ambiente y luego en baño de hielo-agua, **induciendo la cristalización**.

Una vez formados los cristales, se separan de las aguas madres por **filtración al vacío** y se dejan **secar**.

Para obtener una **segunda cosecha**, las *aguas madres* se pueden concentrar un poco, teniendo cuidado de que el disolvente que se elimine sea aquel en el que el producto sea más soluble (para saber qué disolvente se está evaporando en un momento dado, se pone un dedo sobre la boca del matraz para que se impregne del disolvente hirviente y se huele).

Finalmente, con los cristales ya secos, se puede pesar, calcular el rendimiento y determinar el punto de fusión.

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 técnicas de cristalización.
 - c) Secuencia para realizar una cristalización por par de disolventes.
 - d) Cualidades del par de disolventes para llevar a cabo una cristalización.
 - e) Pares de disolventes más comunes.
 - f) Efecto de la velocidad de formación de los cristales en su tamaño y pureza.

VII. CONCLUSIONES

- a) ¿Cuáles fueron los dos disolventes usados para efectuar la cristalización?
- b) ¿Qué cualidades presentan cada uno de esos disolventes ?
- c) ¿Por qué es necesario quitar la turbidez de la solución?
- d) ¿Por qué es importante mantener el volumen de la solución durante el calentamiento?
- e) ¿Cuáles diferencias encuentra entre la sustancia purificada y sin purificar?

VIII. BIBLIOGRAFIA

- a) Adams R., Jonson J.R. and Wilcox C.F. Jr. Laboratory Experiments in Organic Chemistry, 7ª ed.. MacMillan, (USA), 1979.
- b) Bates R.B. y 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, 3ª. 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. McMillan, 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.
a. 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.

