

## PRÁCTICA 8

### MÉTODOS DE SEPARACIÓN II: DESTILACIÓN Y CROMATOGRAFÍA

#### PARTE A: DESTILACIÓN (DESTILACIÓN DEL VINO)

##### OBJETIVOS

- Estudiar la técnica de la destilación para separar el alcohol de un vino comercial.
- Determinar el grado alcohólico del mismo mediante un alcoholómetro.

##### FUNDAMENTO TEÓRICO

La destilación constituye el método más frecuente e importante para la purificación de líquidos. Se utiliza para la separación de un líquido de sus impurezas no volátiles y, cuando es posible, para la separación de dos o más líquidos (figura 1). En el caso más sencillo de destilación, el líquido se calienta hasta su punto de ebullición, produciéndose su paso a la fase de vapor. Dicho vapor se condensa en contacto con un refrigerante formando el destilado, que se recoge en un recipiente distinto. La **destilación sencilla** puede utilizarse para separar una mezcla de dos sustancias en la que sólo una de ellas es volátil. El componente volátil se recogerá por condensación del vapor, mientras que el compuesto no volátil quedará en el matraz de destilación.

Si ambos componentes de una mezcla son volátiles la destilación sencilla no logrará su separación completa. Para conseguir esta separación habría que someter a nuevas destilaciones tanto el residuo como el destilado obtenido. Las llamadas columnas de destilación efectúan este proceso de modo continuo. En una columna de destilación el vapor se condensa y se vuelve a destilar muchas veces antes de abandonar la columna. Normalmente se recogen pequeñas fracciones de producto destilado, y el proceso se conoce como **destilación fraccionada**.

La técnica de destilación puede adaptarse a líquidos con puntos de ebullición muy elevados o que son inestables a la temperatura de su punto de ebullición. Esta modificación es la llamada **destilación a vacío**.



Figura 1

##### Líquidos puros

Cuando un líquido puro cualquiera se introduce en un recipiente cerrado y vacío, parte del mismo se evapora hasta que el vapor alcanza una determinada presión, que depende solamente de la temperatura. Esta presión, que es la ejercida por el vapor en equilibrio con el líquido, es la **presión de vapor** del líquido a esa temperatura. Cuando la temperatura aumenta, la presión de vapor también aumenta regularmente. En un sistema abierto, llega un momento en que la presión se iguala con la presión exterior (760 mmHg a nivel del mar); entonces, el líquido comienza a hervir. La temperatura a la que la presión de

vapor es de 760 mmHg recibe el nombre de **punto de ebullición normal** del líquido en cuestión, y es una constante característica para cada líquido.

### Mezclas de líquidos

Las mezclas de líquidos pueden ser de varios tipos, según la solubilidad entre los mismos. Los **líquidos inmiscibles** no se mezclan en absoluto, y simplemente se separan en dos capas distintas cuando se ponen en contacto. Ejemplos de líquidos inmiscibles son el mercurio y el agua, la parafina y el agua o el benceno y el agua. Los líquidos que, como el agua y el éter, tienen una solubilidad mutua limitada se conocen como **parcialmente miscibles**. Dos líquidos son **completamente miscibles** si forman una disolución homogénea cuando se mezclan en cualquier proporción. Ejemplos son el agua y el alcohol etílico, o el benceno y el éter.

Cuando se calienta una disolución o mezcla de dos o más líquidos, el punto de ebullición normal es entonces la temperatura a la cual la presión de vapor total es igual a la presión de 760 mmHg. La presión de vapor total ( $P_T$ ) de una mezcla es igual a la suma de las presiones de vapor parciales ( $P_i$ ) de cada componente. En las **disoluciones ideales** se cumple la **ley de Raoult**, que se expresa en los siguientes términos: “La presión parcial ( $P_i$ ) de un componente de una disolución a una temperatura dada es igual a la presión de vapor de la sustancia pura ( $P_i^0$ ) multiplicada por su fracción molar ( $x_i$ ) en la disolución”.

$$P_i = P_i^0 x_i$$

Para una mezcla de dos líquidos puros A y B la presión total será:

$$P_T = P_A + P_B = P_A^0 x_A + P_B^0 x_B$$

De la ley de Raoult se pueden deducir las siguientes conclusiones:

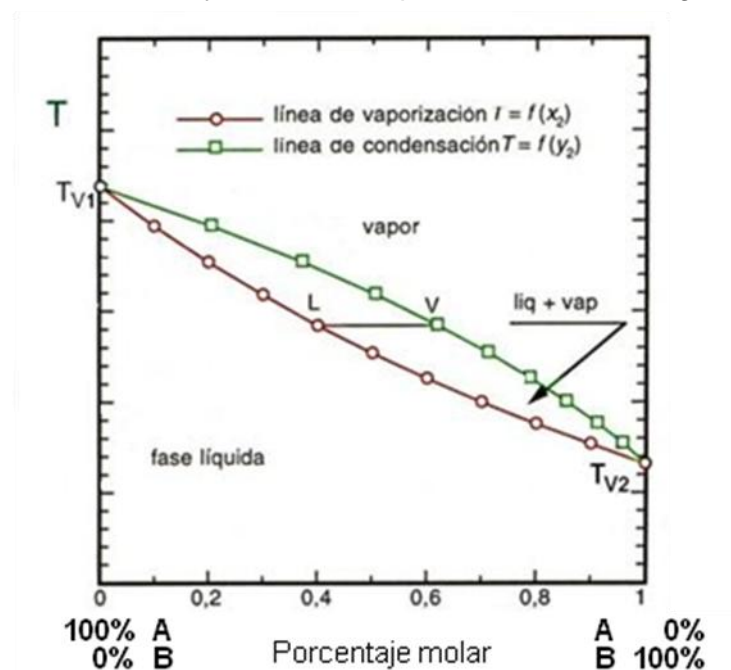


Figura 2. Curvas de punto de ebullición-composición para una mezcla de dos componentes A y B

1. El punto de ebullición de una mezcla ideal depende de los puntos de ebullición de sus componentes y de sus proporciones relativas.
2. En una mezcla ideal de dos líquidos, el punto de ebullición de una mezcla cualquiera de composición determinada está comprendido entre los puntos de ebullición de los componentes puros.
3. El vapor producido será siempre más rico en el componente de punto de ebullición más bajo que el líquido con el que está en equilibrio.

Siempre que se tenga una mezcla de dos o más compuestos, que se diferencien suficientemente en sus puntos de ebullición, se podrá separar en sus componentes por destilación, ya que, si no sucede así, destilarán juntos los de punto de ebullición más próximos. El comportamiento de las disoluciones que siguen la ley de Raoult se puede reflejar en un diagrama temperatura de ebullición-composición, a presión constante (figura 2).

### ***Destilación sencilla***

Se utiliza el aparato representado en la figura 6, montado sobre dos soportes. Consta de un matraz de destilación, una cabeza de destilación provista de un termómetro, un refrigerante, una alargadera y un matraz colector. Para calentar el matraz se suele emplear una manta eléctrica como la representada en la figura 3a o bien una placa de agitación (figura 3b) –calefacción con un baño de aceite mineral, silicona o arena. El matraz de destilación va unido a un refrigerante recto por el que circula agua en contra corriente. Finalmente, el extremo inferior del refrigerante se une a una alargadera que conduce el destilado al matraz colector. El líquido que se quiere destilar se introduce en el matraz de destilación, que no debe llenarse nunca más de la mitad su capacidad, y se calienta. Cuando se alcanza la temperatura de ebullición del líquido, comienza la producción apreciable de vapor, condensándose parte del mismo en el termómetro y en las paredes del matraz. La mayor parte del vapor pasa a través de la tubuladura lateral de la cabeza de destilación al refrigerante, donde se condensa debido a la corriente de agua fría que asciende por la camisa de éste. El destilado, vapor condensado, cae al matraz colector a través del refrigerante.

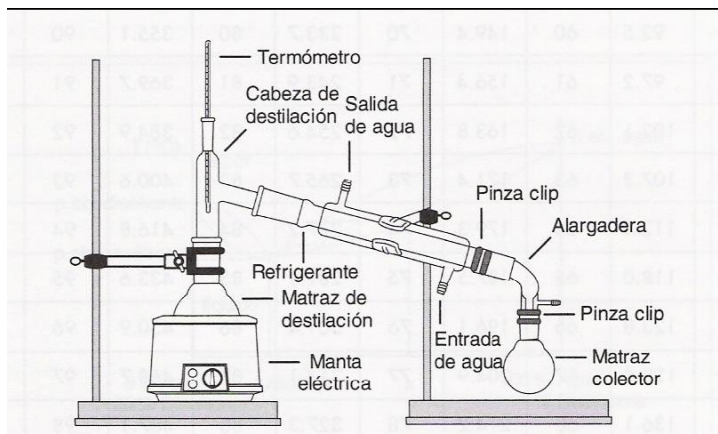


Figura 3a



Figura 3b

Figura 3. Montaje de destilación sencilla

Durante la destilación, el extremo superior del bulbo termométrico debe quedar justamente a la altura de la horizontal que pasa por la parte inferior de la tubuladura lateral de la cabeza de destilación, de tal forma que el bulbo sea bañado por el vapor que asciende. La destilación debe hacerse con lentitud pero sin interrupciones, manteniendo para ello la calefacción adecuada. Casi todos los líquidos tienden a sobrecalentarse, alcanzando una temperatura superior al punto de ebullición; se encuentran entonces en un estado metaestable que se interrumpe periódicamente al formarse súbitamente una gran

burbuja en el seno del líquido. Se observa entonces que éste hierve a saltos. Para evitar esto, **antes de iniciar la destilación** se añaden al líquido uno o dos trocitos de un material poroso, como la piedra pómez, cuyos pequeños poros constituyen un lugar adecuado para la formación de núcleos de burbujas, hirviendo así el líquido suavemente. A veces, al alcanzarse la temperatura de ebullición los poros se llenan de líquido y se pierde su efectividad. Para la adición de un nuevo trocito, el líquido debe enfriarse por debajo de su punto de ebullición, ya que la adición de un trocito de material poroso a un líquido sobrecalentado provoca una ebullición repentina que puede ser violenta, con peligro de incendio y quemaduras.

La existencia de una capa de sólido en el fondo del matraz de destilación puede ser causa de violentos saltos, especialmente si se usa una calefacción local fuerte. La calefacción de un matraz que lleva cierta cantidad de sólido depositado en el fondo se debe realizar siempre mediante un baño líquido. También es aconsejable la utilización de baños, placas o mantas eléctricas de calefacción cuando se calientan líquidos inflamables.

Mediante la destilación sencilla que acaba de describirse pueden separarse mezclas de dos componentes que tengan una diferencia de puntos de ebullición de, al menos, 60-80 °C. Mezclas de sustancias cuyos puntos de ebullición difieran en 30-60 °C se pueden separar por destilaciones sencillas repetidas, recogiendo las fracciones enriquecidas en uno de los componentes, las cuáles se vuelven a destilar. Sin embargo, éste no es el método más eficaz para separar estas mezclas, recurriéndose en tales casos a la *destilación fraccionada*.

### ***Destilación del vino***

Un vino es una mezcla muy compleja; contiene agua, etanol, azúcares, ácidos orgánicos, pigmentos (que le dan color) y otros constituyentes (figura 4).

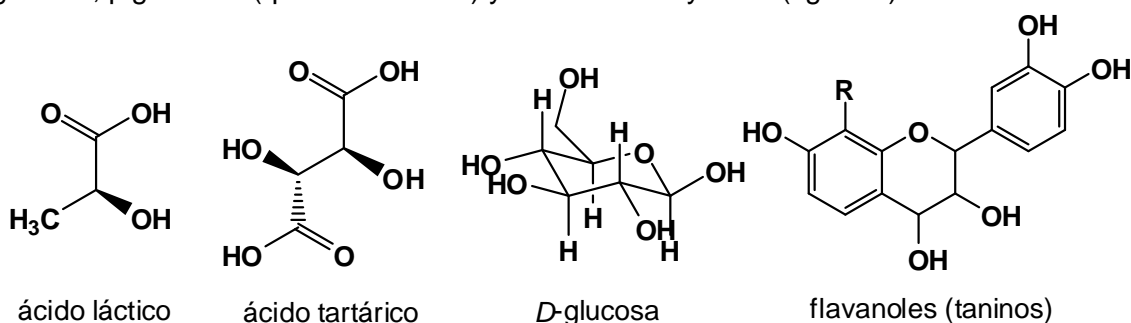


Figura 4

Los componentes volátiles que se encuentran en cantidad considerable son precisamente el agua y el etanol, cuyos puntos de ebullición son, respectivamente, 100,0 °C y 78,3 °C. A 78,2 °C va a destilar una fracción de agua-etanol cuya composición es 96% de masa de etanol (97% en volumen) (figura 5).

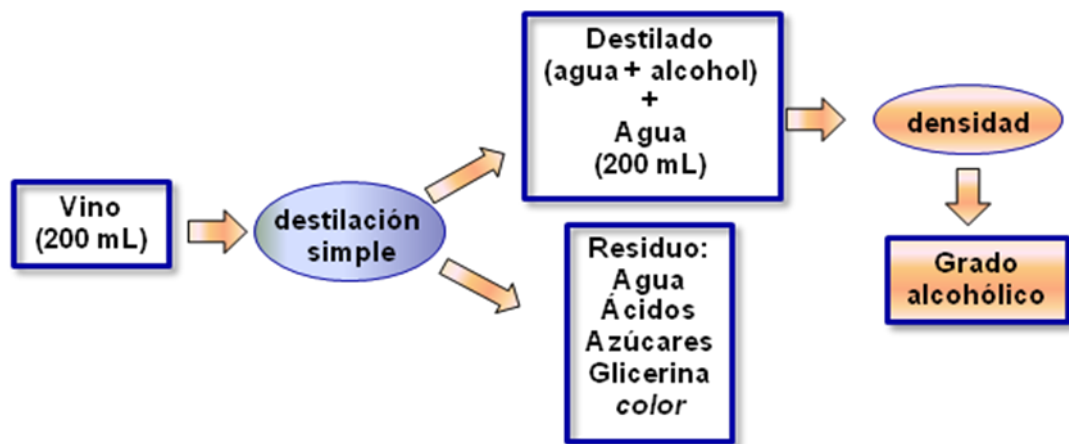


Figura 5

En el vino, el contenido en etanol se expresa en porcentaje de volumen y suele ser mayor del 10%. En la destilación de vino no se puede obtener ninguna fracción que contenga alcohol al 100%, debido a que el “componente” más volátil es la mezcla etanol-agua indicada anteriormente. El diagrama  $T_{eb}$ -composición representado en la figura 6 corresponde a una mezcla etanol-agua. En esta práctica no se van a obtener fracciones; lo que se hará es destilar todo el etanol contenido en la muestra, con la intención de determinar el contenido de etanol de ese vino. Al realizar una destilación sencilla del vino, las primeras fracciones de destilado son muy ricas en etanol. Progresivamente se obtienen fracciones cada vez más pobres en etanol a la vez que la temperatura de ebullición va elevándose. Llega un momento en que prácticamente no queda etanol y destila agua a su temperatura de ebullición. Los componentes no volátiles se quedarán concentrados en el matraz.

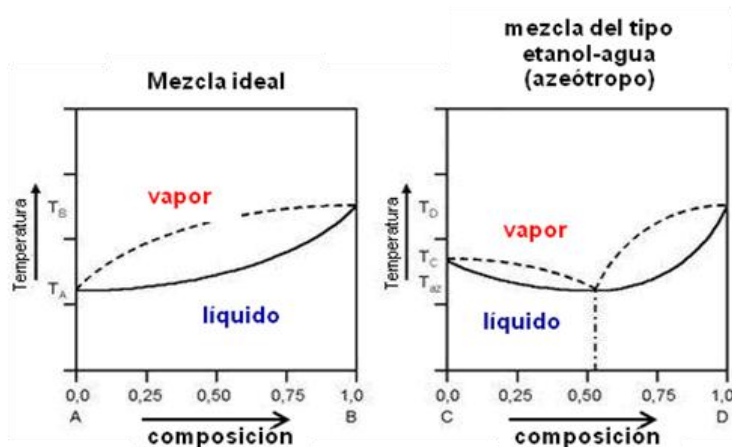


Figura 6

En realidad lo que se determinará directamente es el contenido de etanol en una mezcla de etanol y agua que simula al vino que ha sido destilado. Para ello, se destilará hasta obtener todo el etanol del vino y se le añadirá agua destilada hasta completar el volumen de la muestra de vino que se ha empleado. Entonces se sumergirá un **alcohómetro** (figura 7) en la disolución etanol-agua y en su escala se leerá directamente el grado alcohólico aproximado. Se define como **grado alcohólico del vino** el

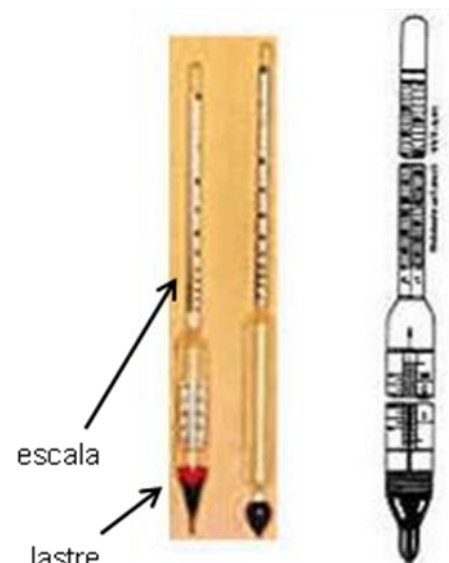


Figura 7. Alcohómetro

% en volumen de etanol que contiene dicho vino a 20 °C. Este método de medida está basado en que la densidad de la mezcla depende de su composición y un alcoholómetro no es más que un densímetro cuya escala tiene “traducidos” los valores de densidad a valores de porcentaje de etanol.

## MATERIAL Y REACTIVOS

### Material

Matraz reacción (B29) de 500 mL	Probeta 250 mL y de 50mL
Cabeza destilación B29	Clips (B14)
Adaptador M/B29-H/B14	Soporte, pinza, aro metálico, nueces (× 3)
Termómetro esmerilado	Manta calefactora
Alargadera (colector)	Refrigerante
Gomas de agua	Plato poroso
Alcoholómetro ( <i>material común</i> )	

### Reactivos

Vino comercial

## PRECAUCIONES DE SEGURIDAD

- Poner en el matraz unas pocas piedras de ebullición (plato poroso) que servirán para crear burbujas de aire en el seno del líquido a destilar y así se producirá una ebullición sin sobresaltos; esto es, no habrá sobrecalentamiento del líquido (temperatura del líquido por encima de su punto de ebullición).
- El termómetro debe situarse de tal manera que el bulbo quede ligeramente por debajo de la salida hacia el refrigerante; así los vapores que abandonan la cabeza de destilación, envuelven al bulbo del termómetro y se puede medir bien su temperatura.
- Por la camisa del refrigerante debe circular agua del grifo, que ha de entrar por la tubuladura inferior y salir por la superior (así el agua fría y el condensado circularán en *contracorriente*); *hay, pues, que conectar el refrigerante al grifo y al sumidero, mediante sendos tubos de goma*. Tras efectuar ambas conexiones, abra el grifo suavemente; bastará con un pequeño caudal de agua.
- No usar el aparato antes de obtener el visto bueno del profesor.
- Al finalizar la destilación, desenchufar la fuente de calor y retirar el primer lugar el termómetro del montaje.

## PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Medir 200 mL de vino con la probeta e introducir en el matraz junto con unos trocitos de plato poroso. Montar el sistema de destilación sencilla (figura 3). Como recipiente colector colocar una probeta de 200 mL.

Anotar la temperatura a la cual se empieza a recoger las primeras gotas de destilado. Completar la tabla 2 a medida que progresa la destilación. Continuarla hasta que la temperatura se mantenga constante. Una vez recogidos aproximadamente 50 mL de destilado, comprobar que la temperatura es la de ebullición del agua según la presión barométrica del laboratorio (tabla 1), con lo que prácticamente todo el alcohol se encuentra en el destilado, e interrumpir la destilación. Rellenar la probeta en la que se ha recogido el destilado con agua destilada hasta completar 200 mL, reconstituyendo así el volumen original del vino (ver Figura 5). Homogeneizar bien la muestra y dejar enfriar a temperatura ambiente.

Tabla 1. Temperatura de ebullición del agua a diferentes valores de presión atmosférica

T (°C)	P (mmHg)	T(°C)	P(mmHg)
85	433,6	94	610,9
86	450,9	95	633,9
87	468,7	96	657,6
88	487,1	97	682,1
89	506,1	98	707,3
90	525,8	99	733,2
91	546,1	100	760,0
92	567,0	101	787,6
93	588,6		

Una vez que se dispone de los 200 mL de destilado medidos en una probeta, se va a emplear un sencillo instrumento que recibe distintos nombres: densímetro, aerómetro o flotador de masa. El diseño y empleo de estos instrumentos pone en práctica el conocido principio de Arquímedes de modo que, para que un aerómetro flote sobre la superficie de un líquido, su peso debe ser igual al empuje, es decir

$$m_{\text{aerómetro}} = \rho_{\text{líquido}} V_{\text{desalojado}}$$

Conocida la masa del aerómetro y el volumen de la parte sumergida podemos conocer la densidad del líquido. Habitualmente, el aerómetro dispone de un vástago o cilindro estrecho graduado que nos proporciona la densidad del líquido mediante la lectura directa del nivel alcanzado por su superficie. En nuestro caso se utiliza un **alcohómetro** en el cual el vástago está graduado directamente en grado alcohólicos. Se introduce *suavemente* en la probeta y se lee en la escala el grado alcohólico cuando el sistema se haya estabilizado.

## RESULTADOS Y CUESTIONES

1. Indicar si se estabiliza la temperatura en algún momento del proceso de destilación. ¿Por qué? Completar la siguiente tabla con los resultados obtenidos:

Tabla 2

V (mL)	Temperatura de destilación (°C)
1 <sup>as</sup> gotas	
10	
20	
30	
50	

2. Indicar el grado alcohólico del vino estudiado y compararlo con el que figura en el envase comercial.

3. ¿Por qué no se debe llenar un matraz de destilación mucho más de la mitad de su capacidad?

4. ¿Por qué no se evapora de repente todo el líquido del matraz de destilación cuando se alcanza el punto de ebullición? ¿Por qué la composición de las fases líquida y vapor en una mezcla de componentes volátiles es diferente?

5. ¿Por qué no se puede determinar el grado alcohólico del vino midiendo directamente su densidad?

## BIBLIOGRAFÍA

- Gómez, M.; Matesanz, A. I.; Sánchez, A.; Souza, P. *Laboratorio de Química* 2ª ed. Experimento 16. Ediciones de la Universidad Autónoma de Madrid, 2005.
- Robinson, C. S.; Gilliland, E. R. *Elements of Fractional Distillation*, 4ª ed. Series in Chemical Engineering, Ed. McGraw-Hill, 1950.
- Swietoslawski, W.; Anderson, J. R. "Determination of Boiling and Condensation Temperatures" en *Technique of Organic Chemistry*, Vol. I, Part I, Weissberger, A. Ed. Interscience, 1960.
- Martínez Grau, M. A.; Csáky, A. G. *Técnicas experimentales en síntesis orgánica*, Cap. 8, Ed. Síntesis, 1998.
- [www.unioviado.es/.../PRACT\\_14\\_Destilacion\\_y\\_Grado\\_Alcoholico.pdf](http://www.unioviado.es/.../PRACT_14_Destilacion_y_Grado_Alcoholico.pdf)



## PARTE B: CROMATOGRAFÍA EN CAPA FINA

### OBJETIVOS

- Conocer la técnica de cromatografía en capa fina, sus características y los factores que en ella intervienen.
- Calcular el valor de  $R_f$  de una sustancia y correlacionar dicho valor con la selección adecuada del eluyente. Deducir la relación que existe entre la polaridad de la sustancia que se analizan y la de los eluyentes utilizados.
- Aplicar la técnica de cromatografía en capa fina como criterio de pureza.

### FUNDAMENTO TEÓRICO

La cromatografía es una técnica que permite la separación de los componentes de una mezcla debido a la distribución de los mismos entre dos fases, una de las cuales es estacionaria y la otra es una fase móvil. La **fase estacionaria**, que puede ser un sólido o un líquido anclado a un soporte sólido, ejerce un efecto de *retención* sobre los componentes de la mezcla. Por su parte, la **fase móvil**, que puede ser un líquido o un gas, provoca un *desplazamiento* de los componentes de la mezcla. La influencia de estos dos efectos contrapuestos es la que va a condicionar la eficacia de la separación de los componentes. El desplazamiento de los componentes de una mezcla a lo largo de la fase estacionaria, impulsados por la fase móvil, se denomina **elución**.

Las técnicas cromatográficas más habituales pueden dividirse en dos grandes grupos, en función del tipo de interacción:

- **cromatografía de adsorción**: la separación es debida a las diferencias existentes en la capacidad de adsorción y desorción por parte un sólido de las sustancias a separar, que se encuentran disueltas en la fase móvil (líquida o gaseosa). El proceso de *adsorción* se debe a interacciones intermoleculares de tipo dipolo-dipolo o enlaces de hidrógeno entre el soluto y el adsorbente. La **cromatografía en capa fina** es una cromatografía de adsorción.
- **cromatografía de reparto**: la separación es debida a la distinta solubilidad de las sustancias a separar entre la fase móvil y la fase estacionaria, de forma que se establece un reparto. En este caso, la fase estacionaria es un líquido, generalmente retenido en un soporte sólido, y la fase móvil es un líquido o un gas. Una de las técnicas de cromatografía de reparto es la **cromatografía en papel**.

#### **Cromatografía analítica en capa fina**

Esta técnica se emplea para conocer el número de componentes de una mezcla y su identificación, por comparación con patrones conocidos. Emplea una fase estacionaria sólida (*adsorbente*) de carácter polar, y una fase móvil líquida (*eluyente*). La limitación de esta técnica radica en la dificultad de separación de mezclas de compuestos que presentan una polaridad muy similar.

La **fase estacionaria** (adsorbente) está constituida por un sólido polar poroso finamente granulado, depositado en una capa de espesor uniforme sobre una placa de vidrio, aluminio o plástico. Los dos adsorbentes más ampliamente utilizados son *gel de sílice* ( $\text{SiO}_2$ ) y *alúmina* ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), ambos de carácter polar, que adsorberán las sustancias a analizar

por interacciones intermoleculares de tipo dipolo-dipolo o enlaces de hidrógeno con las mismas (Figura 8).

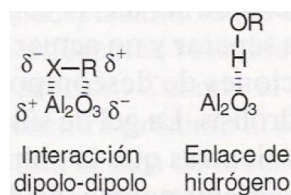


Figura 8

La **fase móvil** (eluyente) está constituida por un disolvente (o mezcla de dos miscibles, generalmente de distinta polaridad), en el que los componentes de la mezcla deben ser al menos parcialmente solubles. Al aumentar la polaridad de la fase móvil, se incrementa la velocidad de elución de un compuesto. En el siguiente recuadro se recogen los disolventes más comúnmente empleados en cromatografía sólido-líquido en orden creciente de su capacidad como eluyentes.

Hexano ~ éter de petróleo < tetracloruro de carbono < cloroformo < cloruro de metileno < tetrahidrofurano < acetato de etilo < acetona < isopropanol < metanol < agua

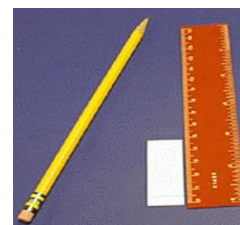
Durante el proceso de elución, las moléculas de soluto, que inicialmente se adsorben a los centros activos de la fase estacionaria, van siendo desplazadas por las moléculas polares presentes en la fase móvil. La eficacia de la separación depende, además de la naturaleza del adsorbente y del eluyente, de la polaridad del compuesto, determinada por el número y la naturaleza de los grupos funcionales presentes. Los solutos más polares quedarán más retenidos, puesto que se adsorben con más fuerza a los centros activos de la fase estacionaria, mientras que los no polares eluirán con mayor facilidad (Figura 9).

Polaridad	Orden de elución	Tipo de compuesto
Menor	Menor retención	Alcanos Alquenos Dienos Eteres Derivados halogenados Aromáticos Aldehídos y cetonas Esteres Aminas Alcoholes y tioles Fenoles Acidos carboxílicos Acidos sulfónicos
Mayor	Mayor retención	

Figura 9

Para realizar una cromatografía en capa fina se procede de la siguiente manera:

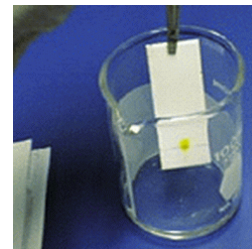
1. Preparar o cortar, en su caso, una placa de tamaño adecuado.



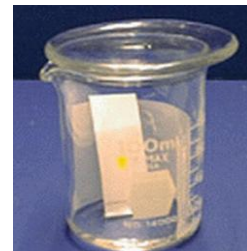
2. Disolver una pequeña cantidad de la muestra y, mediante un capilar de vidrio, pinchar en la parte inferior de la placa a cierta distancia del borde.



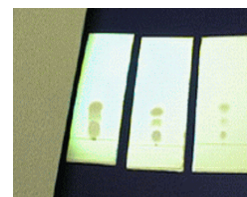
- Introducir la placa en un recipiente con el disolvente adecuado. Dicho recipiente debe presentar una atmósfera saturada en el vapor del disolvente por lo que se pone trozo de papel de filtro en la parte posterior y disponer de un sistema de cierre.



- Cerrar el recipiente y dejar que el líquido ascienda por capilaridad.



- Revelar la placa para poner de manifiesto donde se encuentran los puntos.



#### **Revelado de las placas:**

La mayor parte de las placas de cromatografía llevan un indicador fluorescente que permite la visualización de los compuestos activos a la luz ultravioleta (254 nm). El indicador absorbe la luz UV y emite luz visible. La presencia de un compuesto activo en el UV evita que el indicador absorba la luz en la zona en la que se encuentra el producto, y el resultado es la visualización de una mancha en la placa que indica la presencia de un compuesto.

En el caso de compuestos que no absorben luz UV, la visualización (o revelado) del cromatograma requiere utilizar un agente revelador que tiene que reaccionar con los productos adsorbidos proporcionando compuestos coloreados.



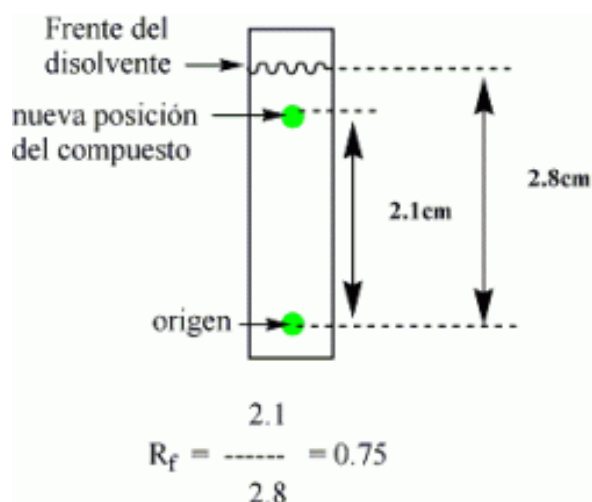
Revelado con luz UV

- Determinar las posiciones relativas de los puntos mediante el cálculo del  $R_f$ .

La relación entre la distancia recorrida por un compuesto dado y la recorrida por el disolvente, desde el origen del cromatograma, se conoce como  $R_f$  (abreviatura de *rate factor*) y tiene un valor constante para cada compuesto en unas condiciones cromatográficas determinadas (adsorbente, disolvente, tamaño de la cubeta, temperatura, etc). Para calcular el  $R_f$ , se aplica la siguiente fórmula:

$$R_f = \frac{\text{distancia recorrida por el compuesto}}{\text{distancia recorrida por el disolvente}}$$

Cuanto más polar es un compuesto, más retenido queda en el adsorbente y menor será su  $R_f$ . Por el contrario, los compuestos poco polares se desplazan a mayor distancia del origen. La polaridad del disolvente también influye en el valor del  $R_f$ . Así, para un mismo compuesto, un incremento en la polaridad del disolvente aumentará su desplazamiento en la placa y, por tanto, su  $R_f$ .



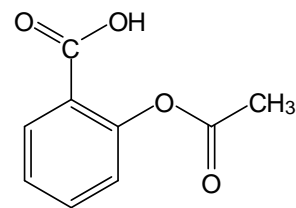
## MATERIAL Y REACTIVOS

### Material

Placas de cromatografía	Erlenmeyers 10 mL (× 4)
Cubeta de cromatografía	Viales (× 2)
Probeta 10 mL	Capilares de vidrio
Cuentagotas	Lámpara de ultravioleta ( <i>material común</i> )

### Reactivos

Aspirina comercial  
Hexano (20 mL)  
Acetato de etilo (20 mL)  
Diclorometano (20 mL)



ácido acetilsalicílico (aspirina)

## PRECAUCIONES DE SEGURIDAD

- Los disolventes empleados se eliminarán como disolventes orgánicos. Las placas de cromatografía usadas se depositarán en el recipiente de residuos sólidos contaminados.
- Evitar incidencia directa de la luz UV en los ojos.

## PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En la superficie de la placa cromatográfica de gel de sílice (a 1 cm aproximadamente de su borde inferior) señalar con un lápiz (no utilizar tinta) un punto donde se vaya a aplicar la muestra proporcionada (~10 mg) de ácido acetilsalicílico (aspirina) comercial, que previamente se habrá diluido en 2 mL de diclorometano en un vial. Marcar con suavidad, sin levantar el adsorbente.

Utilizando un capilar de vidrio, depositar una alícuota de la disolución en el punto previamente señalado del adsorbente. Para ello, apoyar ligeramente el capilar con la disolución sobre el adsorbente, dejar evaporar el disolvente y repetir la operación 2-3 veces con la precaución de aplicar la muestra siempre en el mismo sitio. El diámetro de la mancha depositada en el origen debe ser lo más pequeño posible (2-3 mm). Una vez utilizado, el capilar se puede limpiar introduciéndolo varias veces en un vial con acetona y secándolo sobre papel adsorbente.

Cortar un trozo de papel de filtro e introducirlo en la cubeta de cromatografía. Añadir el eluyente, cuyo nivel debe quedar por debajo del punto en el que se ha depositado la muestra, de manera que no toque la mancha del compuesto.

Introducir la placa en posición vertical en la cubeta, que durante la elución debe permanecer tapada, para evitar la evaporación del disolvente, y sin moverse. Apoyar la placa contra la pared de la cubeta, de manera que quede vertical o ligeramente inclinada.

Cuando el frente del disolvente llegue a poca distancia del borde superior de la placa, abrir la cubeta, sacar la placa con unas pinzas metálicas y señalar con un lápiz la distancia recorrida por el disolvente antes de que éste se evapore. Dejar evaporar el disolvente.

Visualizar la placa en una lámpara UV. Marcar con un lápiz el contorno de la mancha observada. Determinar el valor de  $R_f$  y anotar el eluyente que se ha utilizado. La operación se realizará empleando uno de los siguiente eluyentes:

- a) acetato de etilo-hexano (1:1)
- b) acetato de etilo-hexano (3:1)
- c) diclorometano-hexano (3:1)

NOTA: Cada uno de los tres estudiantes ubicados en cada lado de la mesa de laboratorio empleará el eluyente previamente asignado por el profesor de entre las tres mezclas anteriores.

## RESULTADOS Y CUESTIONES

1. Completar la siguiente tabla con los resultados obtenidos por cada grupo de tres estudiantes:

Eluyente	R <sub>f</sub>
Acetato de etilo-hexano (1:1)	
Acetato de etilo-hexano (3:1)	
Diclorometano-hexano (3:1)	

2. ¿Qué significa que una sustancia tenga
  - a.  $R_f < 0.5$
  - b.  $R_f = 0.5$
  - c.  $R_f > 0.5$
 con respecto a su polaridad en relación con el disolvente empleado?
3. ¿Por qué la cromatografía en capa fina no es un criterio definitivo de identificación de una sustancia?
4. ¿Cuál será el resultado de los siguientes errores en cromatografía en capa fina?
  - a. Aplicación de una disolución muy concentrada.
  - b. Empleo de un eluyente de elevada polaridad.
  - c. Empleo de gran cantidad de eluyente en la cubeta cromatográfica

## BIBLIOGRAFÍA

- Martínez Grau, M. A.; Csáky, A. G. *Técnicas experimentales en síntesis orgánica*, Cap. 10, Ed. Síntesis, 1998.
- Palleros, D. R, *Experimental Organic Chemistry*, Unit 8, Ed. Wiley, 1999.
- Schoffstall, A. M.; Gaddis, B. A.; Druelinger, M. L. *Microscale and Miniscale Organic Chemistry Laboratory Experiments*, Chap. 1, technique K, Ed. McGraw-Hill, 2000.