

PRÁCTICAS DE TÉCNICAS DE SEPARACIÓN

Cando sabemos cales compoñentes integran unha mestura, a correspondente separación basearase no coñecemento da natureza do enlace dos compoñentes e, xa que logo, das súas propiedades físicas (solubilidade, densidade, punto de fusión e ebulición, temperatura de sublimación etc.). Diferenciaremos o tipo de operacións básicas a realizar en función da natureza das mesturas. Así estudaremos:

- *Separación dunha mestura con substancias sólidas*
- *Separación dunha mestura con substancias líquidas*
- *Separación dunha mestura con substancias sólidas en líquidos*

Técnicas de separación de muestras

As mesturas están formadas por dous ou máis compoñentes

Estes pódense separar por métodos físicos

Técnicas de separación

Mezclas heteroxéneas (aspecto non uniforme)

Mesturas homoxéneas Ou disolucións (aspecto uniforme)

FILTRACIÓN

Útil para separar suspensións

Exemplo

Area + auga

DECANTACIÓN

Consiste en deixar repousar a mestura para que o compoñente máis denso valla ao fondo

Útil para separar mesturas

Sólido + líquido
Area + auga

Líquido + líquido
aceite + auga

BARUTADO

Útil para separar dúas substancias sólidas formadas por partículas de diferentes tamaños ao pasalas por barutos ou cribas.

IMANTACIÓN

Separación de dúas substancias sólidas ao ser atraídas por un imán

Exemplo

Area + limaduras de ferro

DESTILACIÓN

Separación dos compoñentes dunha disolución aproveitando que posúen diferentes puntos de ebulición

Exemplo

Destilación do alcohol dun viño

CRISTALIZACIÓN

Separación dunha disolución formada por un sólido + un líquido, ocasionada pola volatilidade do líquido

Exemplo

Obtención de sales salinas

CROMATOGRAFÍA

Cromatografía en papel. Separación dos compoñentes da tinta

SEPARACIÓN DOS COMPOÑENTES DO LEITE

OBXECTIVO

Familiarizarse coas técnicas de separación de substancias.

Separar os diferentes compoñentes do leite.

INTRODUCCIÓN

O leite é un produto vital moi complexo: trátase dunha mestura multicompoñente. Usalo como exemplo para separar os seus compoñentes pode ser un bo exercicio para poñer en práctica moitas das operacións básicas de separación.

O leite é unha mestura coloidal formada principalmente por sales e azucres, que están disolvidos na auga, e polas graxas (tona ou manteiga) que están dispersas coloidalmente grazas á caseína (proteína) que actúa como coloide protector. Nas sucesivas etapas desta práctica imos separar a graxa, a albumina, a caseína, a auga, a lactosa (azucres) e os sales minerais.

MATERIAL

- Centrífuga
- Vidro de reloxo
- 1 funil de líquidos
- 2 vasos de precipitados
- Probeta
- Placa calefactora
- Funil Büchner
- Matraz kitasato
- Vareta de vidro
- 1 soporte con aro e pinza
- Tubos de centrífuga

REACTIVOS

- Leite natural (sen homoxeneizar)
- Carbonato cálcico
- Ácido clorhídrico ou vinagre ou zume de limón
- Etanol

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A separación realizarémola por partes, baseándonos no coñecemento que temos de como está constituído o leite e cal é a natureza química de cada un dos compoñentes.

PARTE 1: SEPARACIÓN DA GRAXA

Se se deixa en repouso leite natural, a graxa ou tona do leite sepárase formando unha capa superficial xa que é insoluble en auga. No leite envasado non se produce esta separación porque foi "homoxeneizado". A graxa ímola separar por centrifugación.

Tómanse 15 mL de leite, engádense a un tubo de centrífuga (previamente pesado) e centrifúganse durante uns 20 minutos. Ao rematar, a graxa queda apegada ás paredes do tubo e o líquido sepárase por decantación. Pesamos de novo o tubo coa graxa e por diferenza sabemos o peso desta.

Unha alternativa é extraela con éter (p.e. 10 mL de leite por 15 mL de éter) nun funil de decantación, tendo precaución de evitar a formación de emulsións.

PARTE 2: SEPARACIÓN DA ALBUMINA

A disolución acuosa resultante da separación da graxa serve para separar a albumina, que tamén se pode obter con facilidade dun leite desnatado. Este último é o paso que faremos aquí: tomamos 50 mL de leite desnatado, fervémolo nun vaso de precipitado e logo deixalo arrefriar en repouso. Cando o leite está frío fórmase sobre a disolución unha película superficial de albumina, que se retira cunha vareta de vidro.

PARTE 3: SEPARACIÓN DA CASEÍNA

Quéntase nun vaso de precipitados o líquido residual da experiencia anterior (ou 100 mL de leite desnatado) ata 40-50 °C e engádense tres ou catro pingas de vinagre, zume de limón ou ácido clorhídrico diluído, axitando toda a disolución ata que aparezan grumos brancos que se separan do líquido: é a caseína que precipita. Déixase arrefriar en repouso e sepárase o sólido (caseína) do líquido (soro) mediante filtración por gravidade.

Deste líquido pode acabar de separarse o resto de albumina fervéndoo suavemente durante dez minutos. Para neutralizar o ácido usado para separar a caseína (vinagre etc.), é conveniente engadirlle, antes de quentalo, unha punta de espátula de carbonato cálcico pulverizado, cuxo exceso se eliminará por filtración por gravidade xunto coa albumina.

PARTE 4: SEPARACIÓN DA AUGA DO LEITE

O soro, líquido filtrado da parte 3 deste experimento, é unha disolución acuosa que contén azucre (lactosa fundamentalmente) e sales minerais. Para comprobar que o soro é unha disolución acuosa podemos destilar esta disolución e comprobar como o líquido que se obtén é auga destilada.

PARTE 5: SEPARACIÓN DA LACTOSA

A lactosa que está contida no soro resultante da separación da parte 3 pódese illar fervendo o soro nun vaso de precipitado ata que o seu volume se reduza á décima parte e deixando arrefriar en repouso. Durante este proceso de ebulición pode separarse máis albumina, que se elimina da mestura coa axuda dunha vareta ou espátula. Fórmase deste xeito un precipitado de lactosa que se separa por filtración ao baleiro.

PARTE 6: SEPARACIÓN DOS SALES MINERAIS DO LEITE

Cando do soro se separa toda a lactosa queda unha disolución acuosa de sales que contén o leite. Normalmente é necesaria unha decantación previa para separar os restos de lactosa e mesmo de albumina que aínda persisten no soro resultante da parte 3. Logo que teñamos a disolución acuosa cos sales minerais, estes poden separarse por cristalización cun volume igual de alcohol. Os sales son pouco solubles en alcohol, o cal forza a súa precipitación.

CUESTIÓNS

1. Que técnicas podes usar para separar a graxa?
2. Que leite terá máis albumina, un natural ou un desnatado?
3. Que compoñentes integran o soro?
4. Que propiedade coloidal se pon de manifesto cando obtemos a caseína?

BIBLIOGRAFÍA:

- D. Pearson, *Técnicas de laboratorio para análisis de alimentos*, Ed. Acribia, 1986

DESTILACIÓN DUN VIÑO: DETERMINACIÓN DO SEU GRAO ALCOHÓLICO

OBXECTIVO

Estudar a destilación simple como operación de separación habitual no laboratorio. Determinar o contido en alcohol dunha bebida alcohólica.

Relacionar os conceptos de densidade e composición.

Aprender a buscar e manexar táboas de correlación.

INTRODUCCIÓN

O viño é unha disolución acuosa de alcohol acompañado de certas substancias chamadas fixas (ácidos orgánicos, acetais, sales, colorantes etc.) que lle dan o seu buqué característico.

Unha das características dun viño é o seu grao alcohólico, que mide a porcentaxe de alcohol que este ten. A densidade dun viño está relacionada co seu grao alcohólico.

O alcohol que contén un viño pode separarse por destilación debido a que o alcohol ferve por debaixo dos 100 °C (p.e. = 81 °C). O alcohol e a auga teñen puntos de ebulición moi próximos, por iso, ao destilar; fórmase un azeótropo que podemos tomar coma unha disolución alcohólica case pura.

Podemos supoñer que todas as substancias que contén o viño son "fixas", e quedan na fracción non destilada, así cando se destilou un 50 % do viño, o alcohol (compoñente máis volátil que forma o azeótropo) pasou totalmente ó destilado. Entón, engádesse auga pura, ata un volume igual ó do viño destilado, co que a concentración alcohólica, en volume, desta mestura hidroalcohólica, será igual á do viño.

O grao alcohólico das mesturas hidroalcohólicas depende exclusivamente da súa concentración que se determina medindo a densidade.

Na práctica, empréganse areómetros, graduados con esta finalidade (alcohómetros) que, por lectura directa, darnos o grao alcohólico; o usual é o de Gay-Lussac, que mide mL de etanol en 100 mL de mestura alcohólica (porcentaxe V:V) ou graos alcohólicos.

CORRECCIÓN DA TEMPERATURA

Se a determinación se fai a temperatura diferente de 20°C, calcularemos o grao alcohólico atendendo á táboa adxunta.

CORRECCIÓNS DO GRAO ALCOHÓLICO EN FUNCIÓN DA TEMPERATURA

Temperatura media T °C		Grao alcohólico aparente medido a T °C						
		GAV (% V/V) a 20 °C						
		8	9	10	11	12	13	14
15	SUMAR	0,73	0,77	0,83	0,89	0,95	1,02	1,09
16		0,60	0,63	0,67	0,72	0,77	0,82	0,88
17		0,46	0,48	0,51	0,55	0,59	0,62	0,67
18		0,31	0,33	0,35	0,37	0,40	0,42	0,45
19		0,16	0,17	0,18	0,19	0,20	0,21	0,23
21	RESTAR	0,17	0,18	0,19	0,19	0,20	0,22	0,23
22		0,34	0,36	0,37	0,39	0,41	0,44	0,47
23		0,51	0,54	0,57	0,60	0,63	0,66	0,70
24		0,70	0,73	0,77	0,81	0,85	0,89	0,94
25		0,89	0,93	0,97	1,02	1,07	1,13	1,19

Esta táboa está baseada nos valores da táboa alcohólica internacional.

MATERIAL

- Prato poroso
- Alcohómetro
- Funil de líquidos
- Probeta 100 mL
- Matraz de fondo redondo de 250 mL
- Manta calefactora ou placa
- Vareta de vidro
- Soporte de cortiza

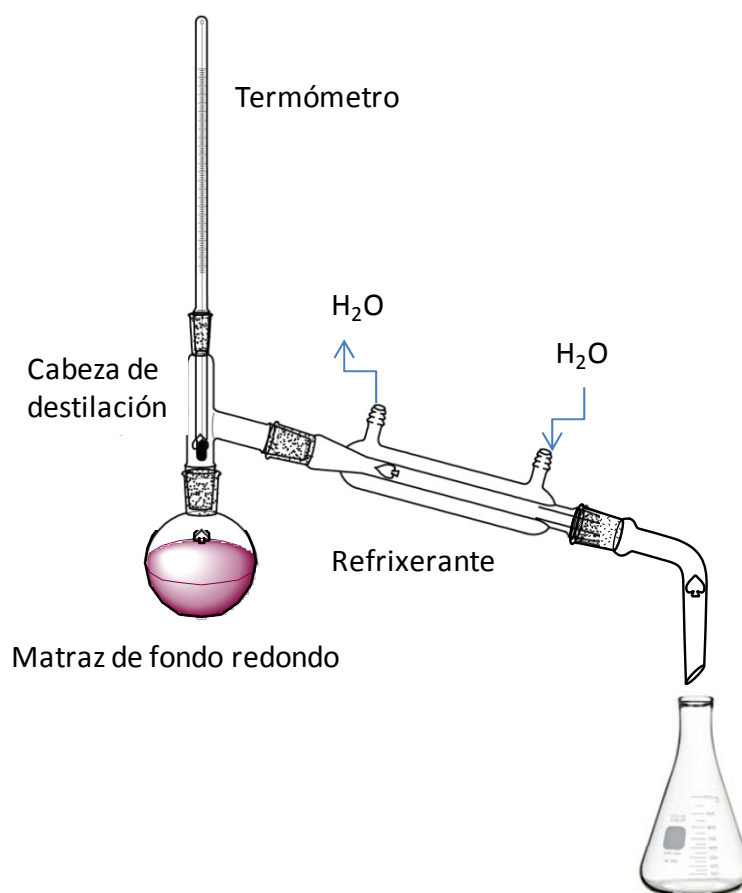
REACTIVOS

- Viño

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Mídense 100 mL de viño cunha probeta graduada, que se pasa ó matraz de destilación, duns 250 mL; lávase a probeta varias veces cunha pouca de auga, que tamén se verte no matraz; engádesse prato poroso no viño e colócase o matraz sobre unha manta calefactora que leva ademais unhas pinzas, para suxeitar o colo do matraz. Faíse a montaxe de destilación como a representada na figura adxunta; colócase un matraz erlenmeyer para recoller o destilado.

Comeza a calefacción do matraz, evitando unha ebulición brusca; continúaase, ata recoller no erlenmeyer uns 70 mL de destilado, e dilúese o destilado con auga ata os 100 mL que se mediron do viño.



A continuación faise a lectura da densidade, co densímetro, ou directamente, do "grao alcohólico", cun alcohómetro.

CUESTIÓNS

1. Que se debe facer para que a auga ferva a 80 °C?
2. Que é unha mestura azeotrópica?
3. Cal é o grao alcohólico do viño?
4. Por que é preciso engadirlle auga destilada ao condensado da probeta antes de medir o grao alcohólico?

BIBLIOGRAFÍA:

- J. Martínez Urreaga e outros, *Experimentación en Química General*, Ed. Thomson, 2006.

DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR

OBXECTIVO

Aprender a separar substancias líquidas que se descompoñerían ao quentalas ata a súa temperatura de ebulición.

Traballar a técnica de destilación como método de purificación habitual nun laboratorio.

INTRODUCCIÓN

A destilación por arrastre con vapor é unha técnica que permite separar substancias de elevado punto de ebulición, pero que non se poden quentar a altas temperaturas porque se descompoñen. O aparello necesario para este proceso é o dunha destilación, modificado como se indica na figura. Aproveítase o feito de non ser solubles na auga as substancias para poderen ser arrastradas polo vapor e, logo, separalas.

Os aceites esenciais conteñen propiedades bactericidas, funxicidas, acaricidas ou insecticidas. Úsanse por tanto na preparación de insecticidas e acaricidas ecolóxicos; como substitutos doutros produtos químicos máis agresivos co medio ambiente. Úsanse tamén para fabricar perfumes; en aromaterapia; conservantes de alimentos, especialmente carnes.

MATERIAL

- Prato poroso
- 2 Refrixerantes
- Adaptador con esmerilado
- Termómetro
- Colector
- Gomas para refrixerante
- Funil de adición
- 3 matraces erlenmeyer de 100 mL
- Peza Claisen
- Matraz de fondo redondo de 250 mL de dúas bocas
- Manta calefactora ou placa
- Vareta de vidro

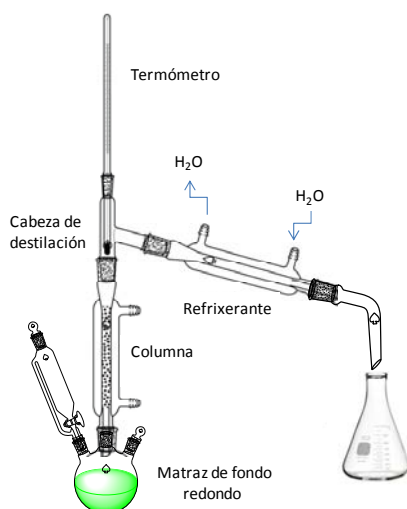
REACTIVOS:

- Planta aromática, codia de cítricos ou sementes

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

No balón de fondo redondo de tres bocas introdúcese algunha planta aromática (p.e. menta, lavanda, eucalipto etc.) ou codia de limón ben triturada e cóbrese con auga, de forma que o conxunto acade aproximadamente a metade do matraz. Faise unha montaxe coma a

representada na figura, e quéntase co fin de que o vapor que se xera no interior inicie o proceso de arrastre. A destilación debe transcorrer tan axiña como sexa posible.



Montaxe da destilación por arrastre con vapor

cantidades de esencias.

A medida que diminúe o volume de auga por destilación, engádeselle máis mediante un funil de adición (que se manterá pechado excepto cando se faga a adición) a fin de manter o nivel de auga constante no balón de fondo redondo. Os vapores condensados no refrixerante recóllense en recipientes distintos cada certo volume destilado (p.e. 10 mL) e déixanse en repouso. Ao cabo dun tempo, nalgunha das fraccións de destilado aparecen pequenas cantidades de aceites esenciais que sobrenadan e teñen un arrecendo característico da planta empregada, pero máis intenso. Por decantación, extracción con cloruro de metileno, éter, acetato de etilo ou filtración poden agruparse estas pequenas

CUESTIÓN

1. Poderíase empregar esta técnica para separar fungicidas en cítricos, por exemplo, sabendo que estas substancias son pouco volátiles e insolubles en auga?
2. Poderíase separar o alcohol do viño por esta técnica?

BIBLIOGRAFÍA:

- H. D. Durst, G. W. Gokel, "Química Orgánica Experimental", Ed. Reverté, 1985
- M^a A. Martínez Grau, A. G. Csáky "Técnicas experimentales en síntesis orgánica", Ed. Síntesis, D. L., 1998

PROCEDIMENTOS DE SEPARACIÓN DE SUBSTANCIAS POR CROMATOGRAFÍA SOBRE CAPA FINA E EN COLUMNA

OBXECTIVO

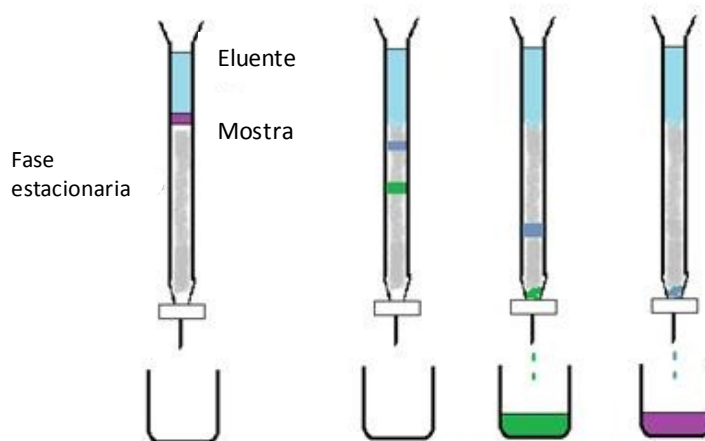
Separar substancias mediante a técnica de cromatografía sobre capa fina e columna, baseándonos na diferente afinidade fronte a unha fase fixa (adsorbente) e unha fase móbil (eluente).

Manexar os conceptos de retención selectiva e polaridade.

INTRODUCCIÓN

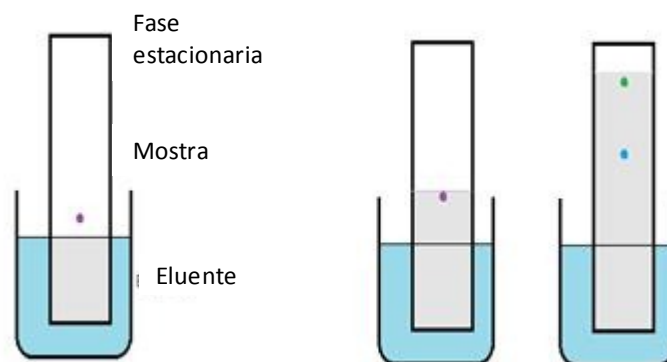
Existen distintos tipos de cromatografías segundo o tipo de mostra, as condicións nas que se leve a cabo, o tipo de método usado ou a natureza do detector empregado, pero todas elas teñen o mesmo principio en común: a separación das distintas especies grazas ao principio de retención selectiva.

Na técnica cromatográfica unha fase móbil atravesa unha fase estacionaria normalmente sólida, a cal vai retendo en distinta medida cada especie química. Case a maioría dos cromatógrafos baséanse na cromatografía en columna, na que a fase móbil é arrastrada por un líquido chamado eluente por gravidade ou por unha presión aplicada na columna.



Cromatografía en columna

A cromatografía de capa fina baséase na ascensión do eluente, e con el a fase móbil, producida por capilaridade.



Cromatografía en capa fina

MATERIAL

- 2 vasos de precipitados de 50 mL
- Vidro de reloxo
- Portaobxectos
- Columna cromatográfica
- Funil
- Vareta de vidro
- Pipeta Pasteur
- Bomba de aire

REACTIVOS

- Placa cromatográfica (cromatofolios)
- Alumina
- Etanol
- Laranxa de metilo
- Azul de metileno
- Algodón
- Sosa 0,1M
- Area

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

CROMATOGRAFÍA SOBRE CAPA FINA

Preparación das placas:

Dispoñemos de placas cromatográficas de xel de sílice sobre placa de aluminio de 20x20 cm. Cortamos unha tira de aproximadamente 5x2 cm.

Con axuda dun tubo capilar aberto polos dous extremos colócanse dúas pingas da(s) substancia(s) disolvida(s) a 0,5 cm do bordo da placa, sen alterar a súa superficie. Déixase evaporar o disolvente e a placa queda lista para o seu uso. A continuación nun vaso de precipitados perfectamente seco engádense uns mililitros de etanol e a placa introdúcese nel (tendo a precaución de que o eluente non chegue á altura da substancia), déixase correr o etanol ata que acade 1 cm do bordo superior da placa. Neste momento sácase e sinálase cun lapis ata onde chegou o disolvente, calculándose o R_f (cociente entre a distancia percorrida pola mancha e a distancia percorrida polo disolvente) dos compostos por separado.

Esta técnica pode aplicarse á separación de compoñentes coloreados dalgún vexetal, ou colorantes alimentarios. Tómanse, por exemplo, tres follas de espinaca, tritúranse nun morteiro con alcohol e ferve a mestura a lume manso ata que esta toma cor verde intensa. Deseguido decántase o líquido e emprégase para a separación de carotenos, xantofilas e clorofilas seguindo a técnica que acabamos de ver. Nesta práctica imos separar colorantes orgánicos tales como laranxa de metilo e azul de metileno. Usamos 1 mL de mostra e 3 mL de etanol. O laranxa de metilo ten un R_f maior.

Aplicacións: separación e identificación de aflatoxina B1, en pensos tipo cereais, cacahuete, liñaza etc.

CROMATOGRAFÍA SOBRE COLUMNA

Prepárase unha columna cromatográfica e despois de lavalas cunha pequena cantidade de etanol introdúceselle un algodón na parte inferior. A continuación prepárase unha suspensión de 10 g de alumina e 20 mL de etanol e introdúcese na columna con axuda dun funil; lávanse as paredes da columna cun pouco de etanol, e cando a alumina se deposite e non quede etanol sobrenadante introdúcese a mestura de substancias disolvidas nunha mínima cantidade de etanol (3 mL). A continuación engádese unha pequena cantidade de area (0,5 cm) encima do leito de alumina e elúese con etanol; unha vez separado o primeiro compoñente da mestura elúese a columna coa auga e sepárase o segundo compoñente. Sepárase primeiro o azul de metileno. Pódese engadir sosa 0,1 M para facilitar a saída do segundo compoñente. Úsase bomba de aire para secar o etanol.

CUESTIÓNS

1. Cal é a fase estacionaria na cromatografía de capa fina?
2. Como se podería identificar nunha substancia coñecida o seu R_f ?
3. Que tipo de substancia ou substancias se identificaron nesta práctica?
4. Por que o laranxa de metilo ten un R_f maior?

BIBLIOGRAFÍA:

- G. Jiménez e A. Llitjós, *Educación química*, 2006, Vol. 17