

Separación de los componentes de una mezcla mediante extracción líquido-líquido

Introducción

La extracción líquido-líquido es una de las operaciones más frecuentes en un laboratorio de Química Orgánica, dado que numerosas reacciones conllevan el empleo de esta técnica en la manipulación de las mismas para el aislamiento de los productos obtenidos.

Los ácidos carboxílicos y los fenoles pueden reaccionar con bases tales como bicarbonato sódico, carbonato sódico o hidróxido sódico, cediendo un protón y formando los correspondientes aniones los cuales son solubles en agua. Por otro lado, las aminas generan iones solubles en agua por protonación, como las sales de amonio.

En esta práctica se procede a la separación de los componentes de una mezcla compuesta por naftaleno, p-cloroanilina y ácido benzoico que estará disuelta en un disolvente orgánico como el cloruro de metileno, basándonos en el carácter ácido o básico de los componentes de dicha mezcla.

Material	Montajes
Embudo de decantación	Equipo de filtración por gravedad
Erlenmeyer	Equipo de filtración por succión
Embudo cónico	Rotavapor
Vaso de Precipitados	
Büchner	
Kitasatos	

Reactivos	Cantidad	Observaciones
Disolución problema		
Ácido clorhídrico al 5% y 6N		
Hidróxido sódico al 5% y al 10%		
Cloruro de metileno		

Procedimiento

En un embudo de decantación de 250 ml, colocar 30 ml de la disolución problema. Añadir 20 ml de disolución de ácido clorhídrico al 5% y agitar vigorosamente. Dejar decantar y separar ambas capas. El proceso se repite de nuevo con nueva cantidad de ácido y finalmente se reúnen los extractos acuosos (Disolución A).

El extracto de cloruro de metileno anterior, se trata, como se ha indicado anteriormente, con dos porciones de 20 mL cada una de disolución de NaOH al 5%, reteniéndose finalmente estos extractos (Disolución B).

Finalmente la capa de cloruro de metileno (con la menor cantidad de agua posible, lo que exige buenas decantaciones en los proceso anteriores) se seca con cloruro cálcico anhidro durante 10 minutos y agitando. La disolución se filtra y se concentra a vacío, apareciendo naftaleno conforme se va concentrando la disolución.

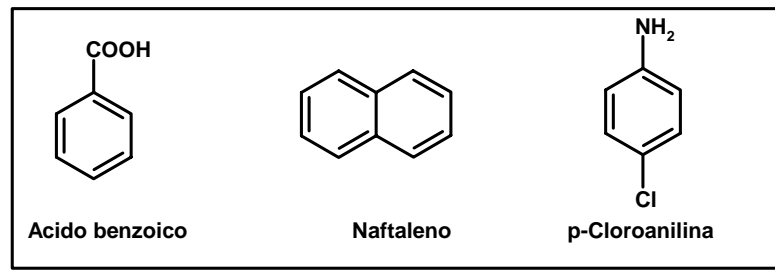
Los extractos acuosos de ácido clorhídrico (Disolución A) se hacen básicos mediante la adición de pequeñas porciones de disolución de hidróxido sódico al 10%, enfriando la mezcla hasta temperatura ambiente si es necesario. Esta disolución básica se extrae con dos porciones de 10 mL cada una de cloruro de metileno, que una vez unidas, se secan sobre cloruro cálcico anhidro, se filtran y se concentran a vacío, obteniéndose, en este caso, el componente básico de la mezcla, la p-cloroanilina.

Los extractos acuosos básicos (Disolución B) se acidifica con por adición de pequeñas porciones de ácido clorhídrico 6N. La mezcla se enfría y el producto cristalino que aparece se filtra en un Büchner a vacío (comprobar sobre el filtrado que la adición de una pequeña cantidad de ácido clorhídrico no produce la aparición de más sustancia cristalina. Si apareciera añadir un poco más de ácido y volver a filtrar sobre el mismo Büchner). Los cristales se lavan con 20 ml de agua fría y se secan dejando pasar una corriente de aire a través del sistema de filtración. Así se obtiene el ácido benzoico, componente ácido de la mezcla inicial.

Tanto el ácido benzoico como la amina se recristalizan de agua. Sobre los productos recristalizados y secos determinense los puntos de fusión correspondientes.

Bibliografía:

Experimental Organic Chemistry 3th Edition. Gilbert & Martin. Harcourt, página 141

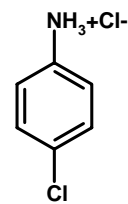
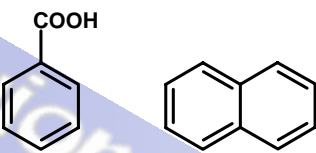


Disolución problema

HCl 5%

CAPA ORGÁNICA

CAPA ACUOSA

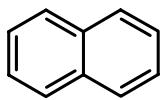


SOLUCIÓN B

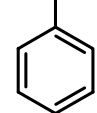
SOLUCIÓN A

NaOH 5%

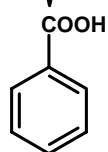
1) NaOH 10%
2) Cl_2CH_2



COO-Na+



H+



Fase orgánica

Capa acuosa desechable

