

CONCLUSIONES.-PREGUNTAS.-

1.- ¿ Qué factores afectan la separación de los compuestos de una muestra ?.

2.- ¿ Cómo seleccionaría el eluente para separar una mezcla determinada?.

3.- ¿ Cómo cuantificaría las muestras obtenidas?

4.- ¿ Cómo determinaría muestras no coloreadas?

BIBLIOGRAFIA.-

CROMATOGRAFIA EN COLUMNA

INTRODUCCION.- Este tipo de cromatografía se caracteriza porque la fase estacionaria se coloca en una columna vertical; generalmente es un material inerte finalmente dividido y húmedo. La muestra es separada cuando es llevada hacia abajo de la columna por el eluente, o sea la fase móvil. El coeficiente de distribución, con respecto a las dos fases es diferente para cada componente de la muestra, por lo tanto, cada uno viaja independientemente a través de la columna, separándose en tiempos relativamente cortos. Si la mezcla contiene sustancias coloreadas, los compuestos aparecen en el empacado de la columna, como bandas de diferentes colores. La adición continua del eluente, finalmente fluye cada uno de los componentes, quedando como soluciones coloreadas, la recuperación de los compuestos puros solo es posible, por simple evaporación del solvente. Este tipo de cromatografía se cataloga dentro de la CROMATOGRAFIA DE PARTICION.

Quando la columna se empaca con el material de soporte humedecido con el mismo eluente, se incluye en el tipo de cromatografía de adsorción. La velocidad de separación en éste caso depende del grado de adsorción que tengan los compuestos con el soporte. En ambos casos, las propiedades de solubilidad de adsorción están en función de la estructura molecular de los diferentes compuestos por separado.

OBJETIVO.- Separar dos pigmentos o colorantes de una mezcla de Sudan III y azul de metileno.

MATERIAL:

1 Soporte	2 Pinzas para soporte
1 Embudo de separación	3 Vasos de precipitado de 150ml.
1 Agitador	1 Espátula

PROCEDIMIENTO.-

- 1.- Prepare una mezcla de 20gr. de sílica gel para columna con 50ml. de Etanol.
- 2.- Agite perfectamente.
- 3.- Vacíe a la columna.
- 4.- Golpée ligeramente las paredes del tubo, para una mejor distribución del soporte (sílica).
- 5.- Coloque un disco de papel filtro en la parte superior de la sílica en la columna.
- 6.- Sobre el papel filtro coloque 5 gotas de la mezcla de colorantes.
- 7.- Coloque el embudo con el eluyente (1 propanol-acetona-H₂O-4:1:1) en la parte superior de la columna.

NOTA: NO deje secar la sílica de la columna.

RESULTADOS.-

Dibuje el cromatograma obtenido.

OBSERVACIONES:-CONCLUSIONES.-PREGUNTAS.-

- 1.- ¿ Cuántas variantes hay de la cromatografía en columna?
- 2.- ¿ Para qué tipo de muestras es adecuado éste método ?.
- 3.- ¿ Cómo cuantifica las muestras por éste método?

BIBLIOGRAFIA.-

APENDICE B.

PREPARACION DE REACTIVOS USADOS EN LAS PRACTICAS:

Reactivo de Schiff.- Disuelva 0.2gr. de clorhidrato de p-rosalina (fushina) en 100 ml. de agua. Añádale 2gr. de bisulfito de sodio- y luego 2ml. de ácido clorhídrico concentrado. Afore la mezcla a 200ml. usando agua destilada.

Reactivo de Fehling.- Solución A.- Disuelva 34.64 gr. de sulfato de cobre pentahidratado en agua y aforado a 500ml.

Solución B.- Disuelva 60 gr. de hidróxido de sodio y 173 gr. de -- tartrato de sodio y potasio en agua y aforado a 500ml.

Reactivo de Tollens.- (Este reactivo no debe conservarse más de 10 horas después de preparado, ya que forma compuestos explosivos). Disuelva 3 gr. de nitrato de plata en 30ml. de agua destilada, por separado disuelva 1.5 gr. de hidróxido de sodio en 30ml. de agua. Mezcle estas dos soluciones y se formará un precipitado al cual se le agrega hidróxido de amonio diluido (1:1), hasta que se disuelva el precipitado.

Reactivo de Lucas.- Disuelva 136 gr. de cloruro de zinc anhidro en 105 gr. de ácido clorhídrico concentrado.

Hidróxido de sodio al 10%.- Disuelva 10 gr. de hidróxido de sodio en agua fría y afore a 100ml.

TABLA No. 1

AGENTES DESHIDRATANTES.

COMPUESTOS	EFICIENCIA	VELOCIDAD	CAPACIDAD
MgSO ₄	Buena	Rápida	Moderada
a) Na ₂ SO ₄	Pobre	Lenta	Muy alta
b) K ₂ CO ₃	Mediana	Rápida	Moderada
c) CaCl ₂	Mediana	Lenta	Alta
CaSO ₄	Muy buena	Rápida	Limitada
a)	Inservible arriba de 32°C		
b)	Reacciona con compuestos ácidos		
c)	Reacciona con alcoholes, aminas y derivados de ácidos.		

TABLA No. 2

SOLUBILIDAD DE ALGUNOS GRUPOS ORGANICOS.

	AGUA	ETER	H ₂ SO ₄	NaOH 8%	HCl 5%
Alcoholes	+ con menos de 6 C.	+	+	-	-
Alcanos	-	+	-	-	-
Haluros de Alquilo	-	+	-	-	-
Alquenos	-	+	+	-	-
Arenos y Haluros de Arilo	-	+	+	-	-
Acidos	+ con menos de 5 carbonos	+	+	+	-
Aminas	+ con menos de 6 carbonos	+	-	-	+
Amidas	-	+	+	-	-
Cetonas	+ con menos de 5 carbonos	+	+	-	-
Aldehídos	+ con menos de 5 carbonos	+	+	-	-
Fenoles	+ Un poco	+	+	+	-
Anhídridos Reacciona		+	+	+	-
Esteres	-	+	+	-(frío)	-

TABLA No. 3

PUNTOS DE EBULLICION DE COMPUESTOS ORGANICOS COMUNES.

	P. Eb. °C
Metanol	66
Etanol	78
2 Propanol	83
A. Terbutílico	83
Alcohol alílico	97
Propanol	97
2 Butanol	99
A. teramilico	102
A. Isobutílico	108
1 Butanol	116
2 Pentanol	119
Alcohol Isoamílico	130
A. N. Amílico	138
Hexanol	156
Ciclohexanol	160
Heptanol	176
Octanol	192
Etilenglicol	197
Alcohol bencílico	205
Glicerol	290
Formaldehído	-21
Acetaldehído	21
Isobutroaldehído	64
Benzaldehído	179
Pentano	36
Ciclopentano	49
Hexano	69
Ciclohexano	80
Heptano	98
Octano	126
Benceno	80
Tolueno	111
Ac. Formico	101
Ac. Acético	108

PUNTOS DE EBULLICION DE LOS COMPUESTOS ORGANICOS COMUNES

	P. EB. °C
Ac. Propionico	140
Acetona	56
Fenol	182

TABLA No. 4

PUNTOS DE FUSION DE ALGUNOS COMPUESTOS ORGANICOS

	P. fusión
Ac. Succinico	188
Naftaleno	80
Ac. Ftalico	230
Ac. Benzoico	122

TABLA No. 5

LOS DISOLVENTES MAS USADOS PARA CRISTALIZACION.

Disolvente	P. Eb.	P. de Conge- lación °C	Densidad	Polaridad.
** Eter etílico	35	-116	0.71	Intermedio
Cloruro de metileno (diclorometano)	41	- 97	1.34	"
** bisulfuro de carbono	46	-111	1.22	No polar
** acetona	56	- 95	0.79	Polar
cloroformo	61	- 64	1.48	Intermedio
metanol	65	- 98	0.79	Polar
** Hexano	68	- 95	0.66	No polar
** Eter isopropílico	68-69	- 60	0.72	Intermedio
** Eter de petróleo	30-60	0	0.63	No polar
acetato de etilo	77	-184	0.90	Intermedio
tetracloruro de carbono	77	- 23	1.59	No polar

LOS DISOLVENTES MAS USADOS PARA CRISTALIZACION

Disolvente	P. Eb.	P. Congela_ ción °C	Densidad	Polaridad
Etanol	78	-117	0.81	Polar
** benceno	80	5.5	0.88	No polar
** ciclohexano	81	6.5	0.72	No polar
acetonitrilo	82	- 44	0.71	Polar
Agua	100	0	1.0	Polar
** dioxano	101	12	1.03	Polar
** tolueno	111	- 95	0.87	No polar
ácido acético	118	16	1.05	Polar
dimetilsulfóxido	189	18.5	1.10	Polar

* Con excepción del agua, todos los disolventes son tóxicos, algunos son potencialmente cancerígenos, son inflamables, por lo que deben usarse con precaución y buena ventilación.

** Muy inflamable .



UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON
CAPILLA ALFONSINA
BIBLIOTECA UNIVERSITARIA

