

CROMATOGRAFÍA DE CATIONES

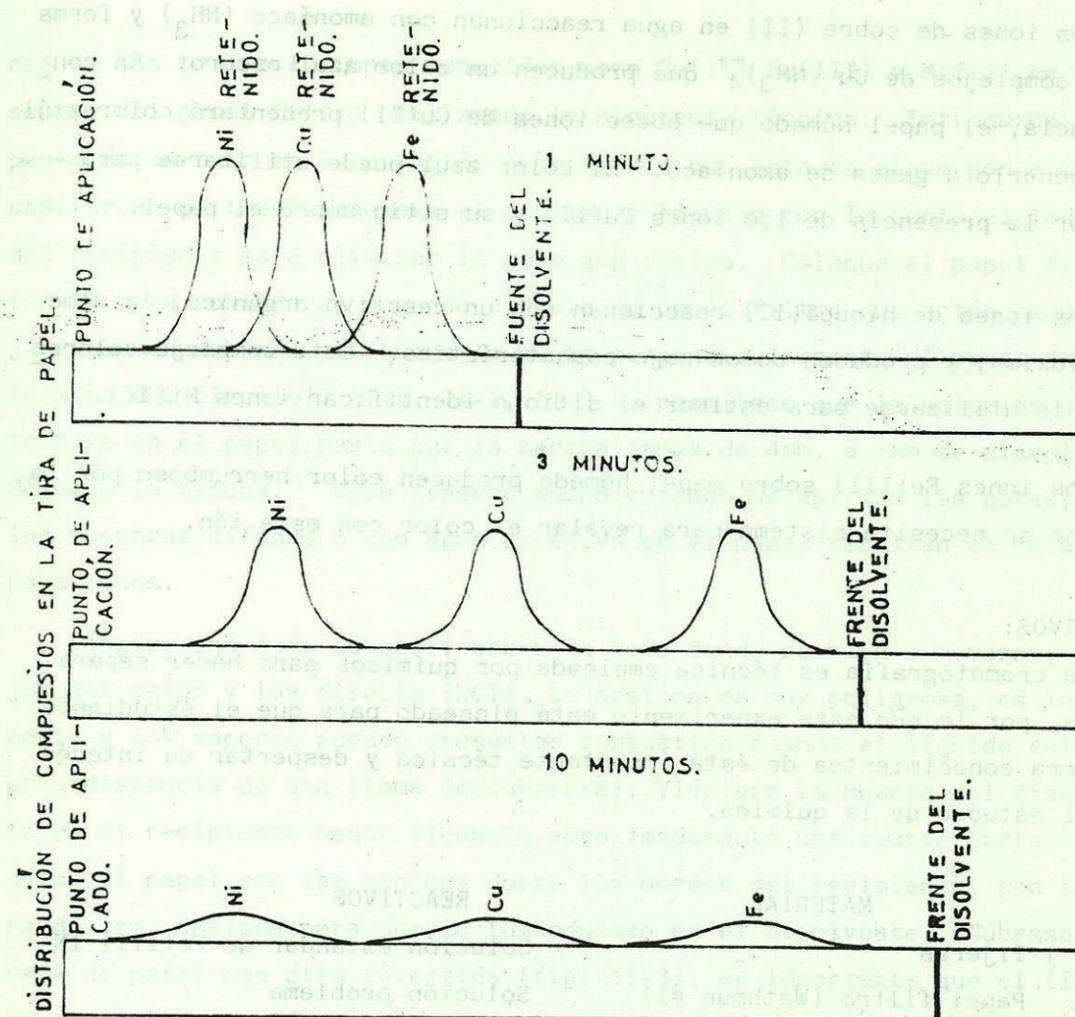
INTRODUCCION:

La cromatografía es un método de separación de uno o varios componentes de una solución, el distribuirlos entre dos fases no miscibles, una de las cuales se mueve excediendo de la segunda. Si los componentes de la mezcla son atraídos a ambas fases, y si difieren en la atracción en cuanto a la fase estática al tiempo que tienen aproximadamente la misma atracción en cuanto a la fase en movimiento, los componentes de la mezcla se desplazarán con distinta rapidez siguiendo el movimiento de la fase móvil. De esta manera, se separan los componentes. La fase en movimiento puede ser gas o líquido, y la fase estática sólida, incluso líquido absorbido sobre el material sólido para tornarlo estático. En consecuencia, la mezcla y las soluciones líquidas pueden separarse con las técnicas de líquido en líquido y líquido en sólido.

En 1906, Twsett separó los pigmentos que dan color a las hojas permitiendo que una mezcla de disolvente transportara descendiendo por una columna empacada con un material insoluble de la índole de alúmina, sílice, almidón o carbón. De éstos experimentos nació el nombre de Cromatografía que significa "Dibujos de Colores", sin embargo, este nombre ha dejado de ser descriptivo y la técnica en la actualidad se aplica también a componentes incoloros. Cualquiera de las propiedades físicas o químicas de los componentes separados pueden utilizarse para estimar el grado de separación.

FUNDAMENTO:

En éste experimento, la fase móvil es una mezcla de disolventes que consiste en acetona, agua y ácido clorhídrico. La fase sólida, es papel-filtro de buena calidad que posee poro pequeño. El líquido se desplaza por el papel a causa de la acción capilar que depende de atracción importante entre el líquido y la celulosa de que está elaborada en el papel. Dado que los iones de cobre, hierro y níquel se desplazan con distinta rapidez a lo largo del papel, es patente que no son atraídos por el papel húmedo en el mismo grado.



Las interacciones entre los componentes de una mezcla característica con dos fases no miscibles en una separación cromatográfica pueden ser físicas o químicas, o de ambas clases.

Desde el punto de vista cualitativo, el químico puede identificar los componentes en una mezcla al comparar el cromatograma con cromatogramas hechos con mezcla de componentes que se sospechan presente en el problema. En cuanto al aspecto cuantitativo, la cantidad de cada componente que se presenta es indicada por la intensidad de la propiedad que se descubre. En éste experimento, se harán identificaciones cualitativas y algunas consideraciones semicuantitativas fundadas en estimación visual de la intensidad del color.

Los iones de cobre (II) en agua reaccionan con amoníaco (NH_3) y forma iones complejos de $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{++}$ que producen un color azul oscuro. En consecuencia, el papel húmedo que posee iones de $\text{Cu}(\text{II})$ presentará color azul al exponerlo a gases de amoníaco. El color azul puede utilizarse para -- indicar la presencia de los iones $\text{Cu}(\text{II})$ y su sitio sobre el papel.

Los iones de níquel(II) reaccionan con un reactivo orgánico, la dimetilglioxima, y producen color rojo característico, Este complejo coloreado suele utilizarse para estimar el sitio e identificar iones $\text{Ni}(\text{II})$.

Los iones $\text{Fe}(\text{III})$ sobre papel húmedo producen color herrumboso por lo cual no se necesita sistema para revelar el color con este ión.

OBJETIVOS:

La cromatografía es técnica empleada por químicos para hacer separaciones, por lo que este experimento está planeado para que el estudiante adquiera conocimientos de ésta importante técnica y despertar su interés por el estudio de la química.

MATERIAL

REACTIVOS

1 Tijeras	Solución estandar de $\text{Fe}(\text{III})$ 1M
Papel filtro (Wathman #1)	Solución problema
4 Cajas petri	Amoníaco
1 Regla métrica de 15cm.	HCl concentrado
9 Tubos ensayo de 18x150	Mezcla eluente (disolvente)
Capilares	Acetona agua (HCl concentrado 90:10:1)
	Solución estandar de $\text{Cu}(\text{II})$ 1M
	Solución estandar de $\text{Ni}(\text{ii})$ 1M
	Acetona
	Dimetilglioxima

PARTE EXPERIMENTAL:

Obtención de cromatografía.- Córtese una tira de 1cm. de ancho en un círculo de papel filtro de 12.5cm. aplíquense 3 gotas pequeñas de la mez

cla de las tres soluciones conocidas como $\text{Cu}(\text{II})$ $\text{Fe}(\text{III})$ y $\text{Ni}(\text{II})$ en el centro del papel filtro utilizando la siguiente técnica: Introduzca la punta de un tubo en la solución permitiendo que ésta se eleve por acción capilar en el tubo° sáquese el capilar y tóquese con la punta el lado -- del recipiente para eliminar la gota que cuelga. Coloque el papel filtro con la tira cortada un segundo círculo de papel filtro que actúa como cojincillo absorbente y tóquese la punta perpendicularmente al punto deseado. (centro del círculo), (fig. 11-1, 11-2,), permítase que la solución se distribuya en el papel hasta que la mancha tenga de 4mm. a 8mm de diámetro. Séquese la mancha. Debe tenerse mucho cuidado de aplicar las gotas, pues las muestras difusas o con agua excesiva en el papel resultan en malas separaciones.

Póngase una caja de petri sobre la mesa donde no vaya a moverse, y lejos del calor y luz directa (NOTA: La acetona es muy peligrosa, es inflamable y los vapores pueden presentar combustión cuando el líquido está a poca distancia de una llama descubierta). Viértase la mezcla del disolvente en el recipiente hasta llenarlo aproximadamente una cuarta parte; colóquese el papel con las manchas doble los bordes del recipiente, con la tira de 1cm. doblada para que se introduzcan en el disolvente, Cúbrase la caja de petri con otra invertida (fig. II-3), es importante que el líquido se desplace uniformemente por el papel; en consecuencia el espacio gaseoso debe estar cerrado y saturado con el vapor del líquido, lo cual evitará pérdidas desiguales por evaporación. No se toque el conjunto hasta que al frente del disolvente se ha desplazado al borde del recipiente -- (unos 15 a 30 minutos).

La evolución del cromatograma puede vigilarse al observar el frente de disolvente que se desplaza por el papel. Terminando el experimento tírese el disolvente.

Quítese el papel, y con un lápiz márquese el límite extremo del frente del disolvente. Hagase lo anterior con rapidez, pues el disolvente se evapora pronto.

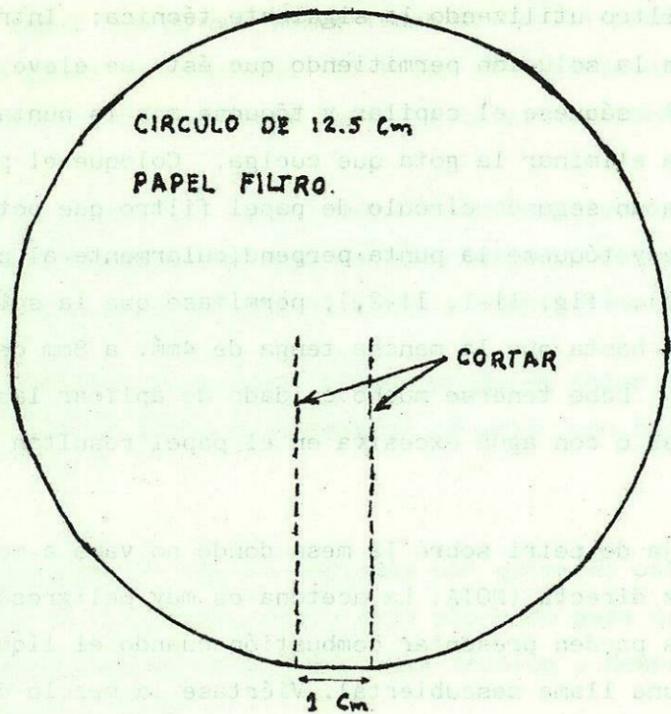


Fig. 11-1

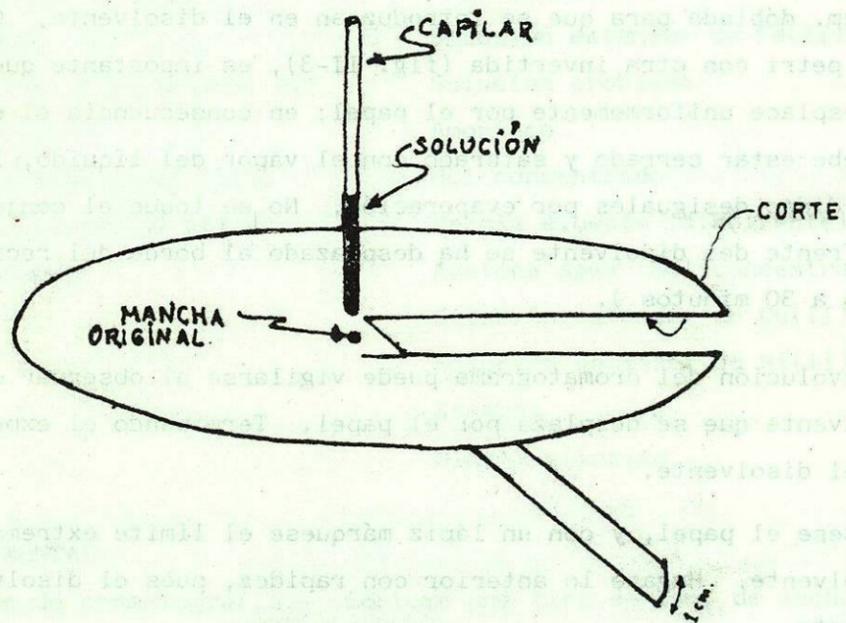


Fig. 11-2

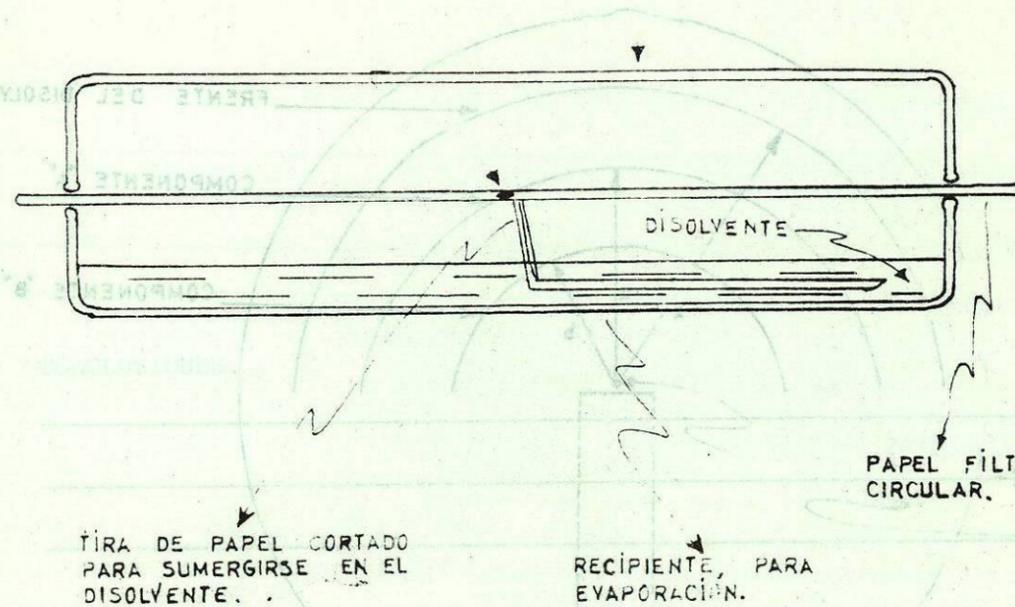
No se necesita procedimiento adicional para observar el cromatograma del Fe(III). para obtener un color que identifique al Cu(II), viértase unos ml. de NH_3 en la tapa vacía de una caja petri y apóyese el papel sobre ella, cuidando de mantener la tira cortada fuera de la solución.

Para identificar al Ni(II) se sumerge una tira de papel filtro en una solución al 1% de dimetilglioxima y utilizando como pincel, pasese sobre el papel filtro del cromatograma.

Obtención del R_f (cocientes de frentes).

MANCHA ORIGINAL DE LA MEZCLA.

CUBIERTA DE VIDRIO.



11.3

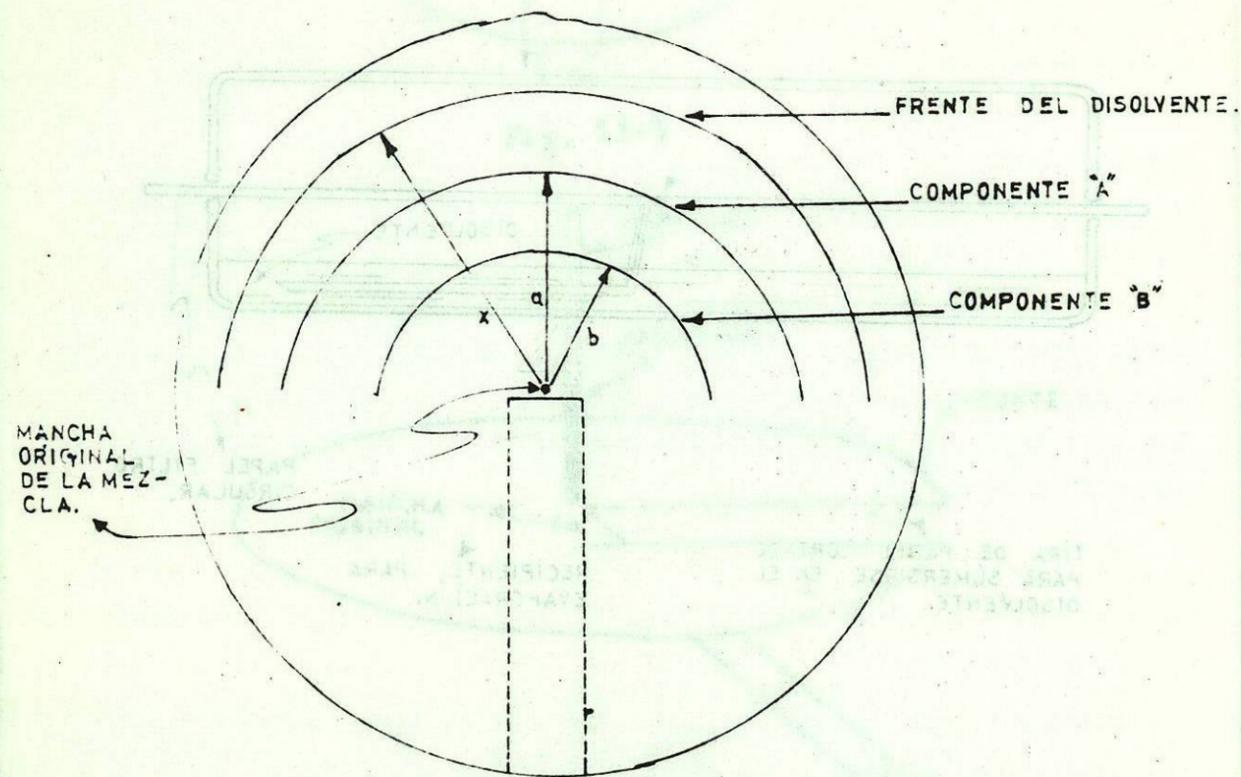
Los valores del Rf ayudan a identificar con más exactitud las especies químicas (cationes) debido a que cada cation tiene un valor diferente de Rf (cociente de frentes) se define por la siguiente ecuación:

$$Rf = \frac{\text{Distancia del centro de la mancha al frente del soluto retenido}}{\text{Distancia del centro de la mancha al frente del disolvente.}}$$

En algunos experimentos, las manchas tienden a ser difusas en los límites exteriores y se utilizan las distancias a los centros de las bandas. (fig. 11.4)

$$Rf = (A) = a/x$$

$$Rf = (B) = b/x$$



11.4

RESULTADOS:

1.- ¿ Qué iones hay en el problema que se les proporcionó ?
 Mídase la distancia al centro de la mancha al frente del soluto retenido y la distancia del centro de la mancha del frente del disolvente, y calcule los valores Rf para cada uno de los iones (Cu(II) Ni(II) y Fe(III) .

(NOTA:- Los dos cromatogramas -standar y problema- se entregaran adjunto a las hojas del reporte).

2.- Escribanse los cálculos efectuados para sacar los valores Rf.

CONCLUSIONES.

PREGUNTAS:

1.- ¿ Cómo podría hacer determinaciones semicuantitativas, utilizando las técnicas de éste experimento ? Explique.

2.- Escriba la reacción efectuada entre el níquel y la dimetilglioxima.

3.- Escriba la reacción que ocurre entre el Cu(II) y el amoníaco.

4.- Explique cómo se lleva a cabo la cromatografía de intercambio iónico.

5.- Si en lugar de utilizar acetona-agua-ácido, se empleara algún otro disolvente, habría cambio en los R_f (cociente de frentes) calculados? Explique su respuesta.

BIBLIOGRAFIA

PREPARACION DE SOLUCIONES

INTRODUCCION:

La química de las soluciones interviene en nuestra vida diaria. En casi todos los procesos del cuerpo humano, intervienen soluciones, La mayoría de los procesos químicos, biológicos y microbiológicos utilizamos soluciones. Es pues importante la comprensión de los diferentes términos de concentración de soluciones tales como: miliequivalentes, soluciones normales, soluciones molares, partes por millón, soluciones preparadas al por ciento, etc.

OBJETIVO:

Al finalizar esta práctica, el alumno comprenderá el significado de los diferentes términos de concentración y conocerá el uso de ellos en problemas prácticos relacionados con su campo profesional.

FUNDAMENTO:

El término "concentración", expresa la cantidad de soluto (lo que se disuelve) en una cantidad dada de disolvente (líquido donde se disuelve)

CONCENTRACIONES QUIMICAS: Entre los diferentes tipos de concentraciones químicas destacan:

Molaridad

Normalidad

Molalidad

MOLARIDAD.- Es la unidad de concentración que expresa numero de moles de soluto en un litro de solución.

Para comprender el concepto anterior es necesario entender el significado del termino mol. Para ésto es necesario saber que los átomos de diferentes elementos tienen pesos diferentes y que a estos se les llaman: "Pesos Atómicos" y se han asignado sus valores en relación al peso del hidrógeno que es de 1, por convención.

Así pues, encontramos que los valores de los pesos atómicos de algunos elementos son: