

Bol. inst. quim. univ. nal. autón. Méx. XIV, págs. 90-98 (1962).

## UN EXPERIMENTO CON COLORANTES PARA DEMOSTRAR LA DISTRIBUCION A CONTRACORRIENTE\*

*B. Arreguín, J. Padilla y J. Herrán*

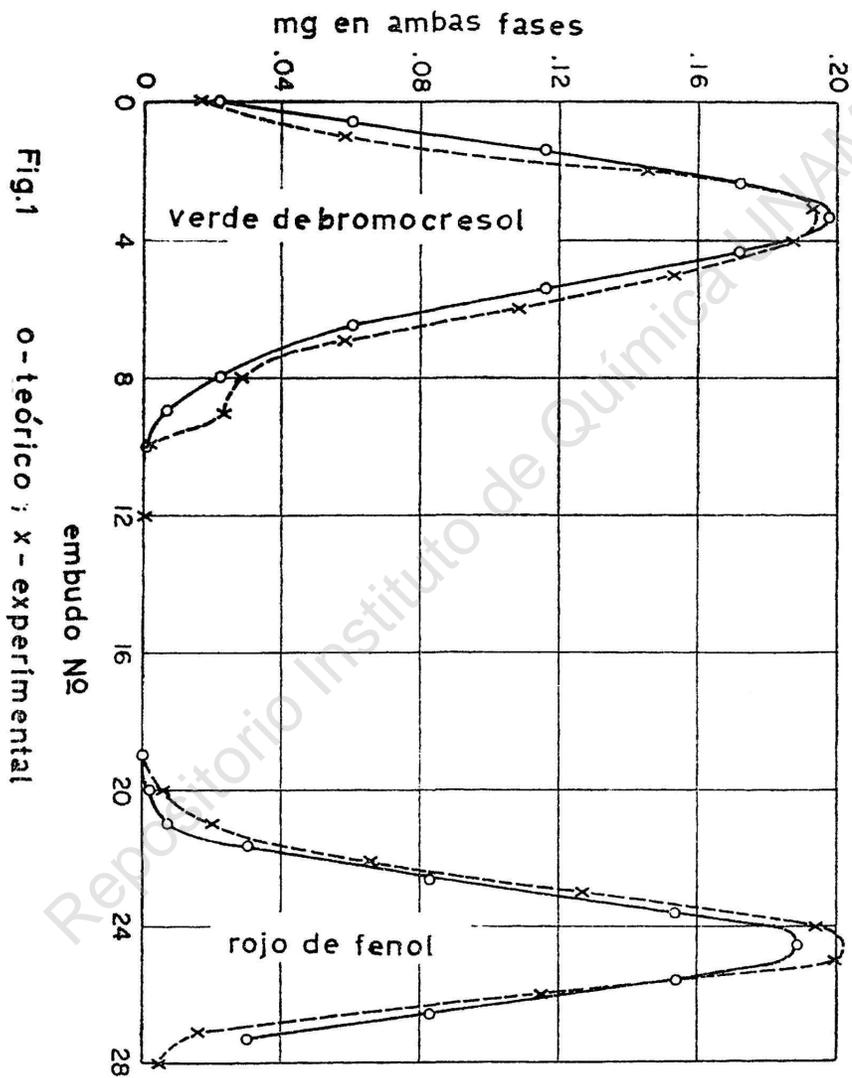
Contribución N° 131 del Instituto de Química.

Un ejemplo experimental de la distribución a contracorriente de Craig (1, 2) se puede lograr en 6 embudos de separación, utilizando como disolventes n-butanol y solución acuosa 0.1 N de carbonato de sodio y como mezcla de sustancias por separarse, el rojo de fenol y el verde de bromocresol.

Cuando la cantidad adecuada de cada colorante (0.4 mg y 0.5 mg de rojo de fenol y verde de bromocresol, respectivamente), se pasan sucesivamente a través de los embudos de separación que contienen 20 ml de cada disolvente, previamente equilibrados entre sí, se obtiene una buena separación; al final del experimento, los embudos representan diferentes etapas de la distribución a contracorriente. Este experimento visual muestra que, mientras el colorante rojo se ha desplazado preferentemente hacia la fase inferior de los últimos embudos, el verde de bromocresol se queda en las fases superiores de los primeros.

Un experimento más elaborado, usando las mismas sustancias y disolventes, y 29 embudos de separación, puede ser cuantitativo si se emplea un espectrofotómetro, midiendo las intensidades a la longitud de onda de cada máximo (tabla I). Al hacer los cálculos teóricos hay que tomar en cuenta que la fase más baja es la que se desplaza y que en lugar del coeficiente de distribución  $k$ , debe usarse el recíproco,  $1/k$ .

\* Traducido del Journal of Chemical Education 39, 539 (1962), con permiso de los editores.



T A B L A I

Distribución a contracorriente con 29 embudos

Embudo	Verde de bromocresol presente (mg)	Rojo de fenol presente (mg)	Verde de bromocresol presente (mg)	Rojo de fenol presente (mg)	Cantidad total (mg)
0	.017	---	---	---	.017
1	.058	---	---	---	.058
2	.114	---	.022	---	.136
3	.163	---	.030	---	.193
4	.160	---	.026	---	.186
5	.132	---	.020	---	.152
6	.093	---	.015	---	.108
7	.058	---	---	---	.058
8	.028	---	---	---	.028
9	.024	---	---	---	.024
10	---	---	---	---	---
11	---	---	---	---	---
12	---	---	---	---	---
13	---	---	---	---	---
14	---	---	---	---	---
15	---	---	---	---	---
16	---	---	---	---	---
17	---	---	---	---	---
18	---	---	---	---	---
19	---	---	---	---	---
20	---	---	---	.006	.006
21	---	---	---	.020	.020
22	---	---	---	.056	.056
23	---	.012	---	.115	.127
24	---	.015	---	.180	.195
25	---	.016	---	.183	.199
26	---	.006	---	.110	.116
27	---	---	---	.016	.016
28	---	---	---	.005	.005

La posición del máximo en la curva de distribución de cada colorante puede calcularse con la fórmula

$$N = \frac{\frac{nr}{k}}{\frac{r}{k} + 1}$$

N es el embudo en que se encuentra la máxima cantidad de colorante,  $1/k$  es la recíproca del coeficiente de partición, n es el número total de desplazamientos y r es la relación de las dos fases.

La cantidad teórica presente en cada embudo puede obtenerse con la fórmula

$$\log y = \frac{\frac{1}{k} + 1}{\left(\frac{2n}{k}\right)^{1/2}} - \frac{x^2 \left(\frac{1}{k} + 1\right)^2}{2.303 \times \frac{2n}{k}}$$

En la que y es la cantidad de sustancia en un embudo dado, n, el número de transferencias y x la distancia en unidades o etapas desde el embudo donde se calculó que estaba la cantidad máxima N hasta el embudo en cuestión. Esta ecuación se reduce a:

$$\log y = -0.6855 - 0.05802 x^2 \text{ para el verde de bromocresol.}$$

$$\log y_1 = -0.5941 - 0.0884 x^2 \text{ para el rojo de fenol.}$$

Trazando los valores experimentales mostrados en la tabla I y los valores teóricos, se obtiene la Fig. 1 en la cual puede verse que las curvas obtenidas son muy similares.

### PARTE EXPERIMENTAL\*

Experimento objetivo con seis embudos de separación.

En un embudo de separación se agitaron 500 ml de n-butanol y 500 ml de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0.1 N, para saturar un disolvente con el otro, y después se separó cada fase para utilizarse posteriormente, en la contracorriente.

En un soporte se colocaron 6 embudos de separación de 125 ml, numerados del 0 al 5.

En 50 ml del n-butanol se disolvieron 4.06 mg de verde de bromocresol y el equivalente a 0.5 mg se añadió al embudo 0, llevan-

\* No incluida en el trabajo publicado en *J. Chem. Ed.* 39, 539 (1962).

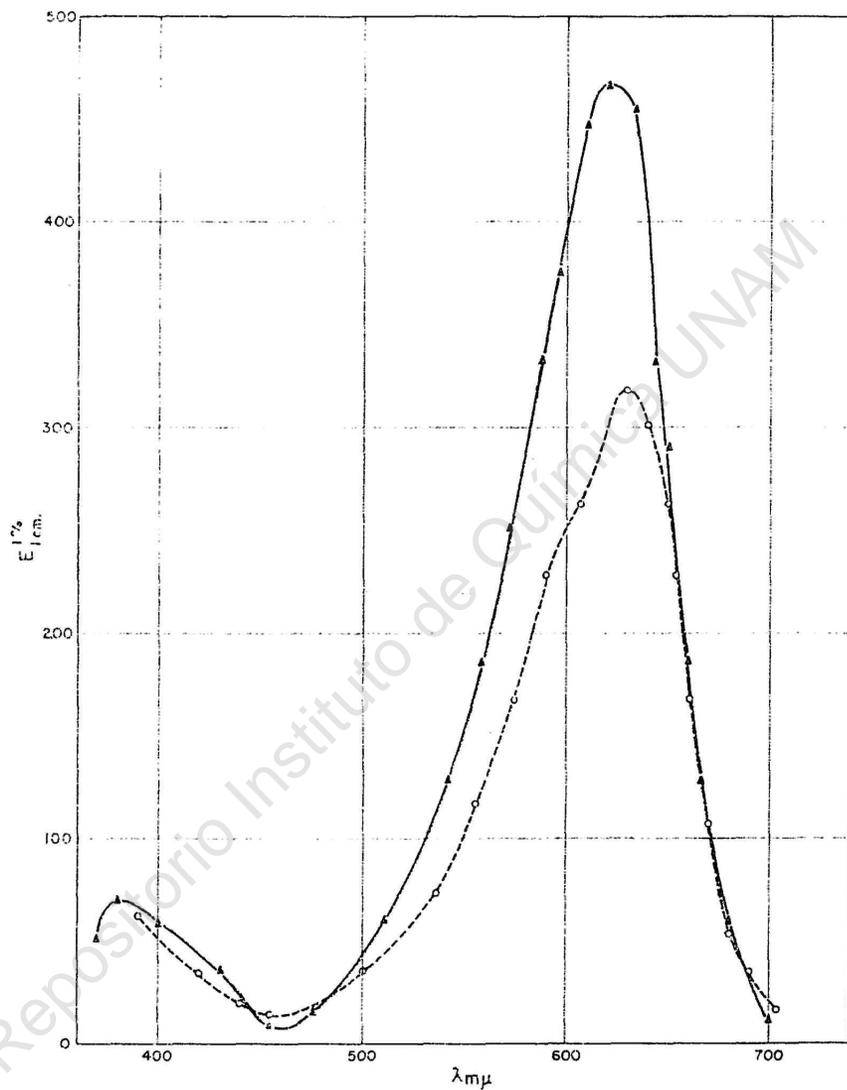


Fig.2 Verde de bromocresol

○ - en n-butanol ; ▲ - en carbonato de sodio 0.1 N

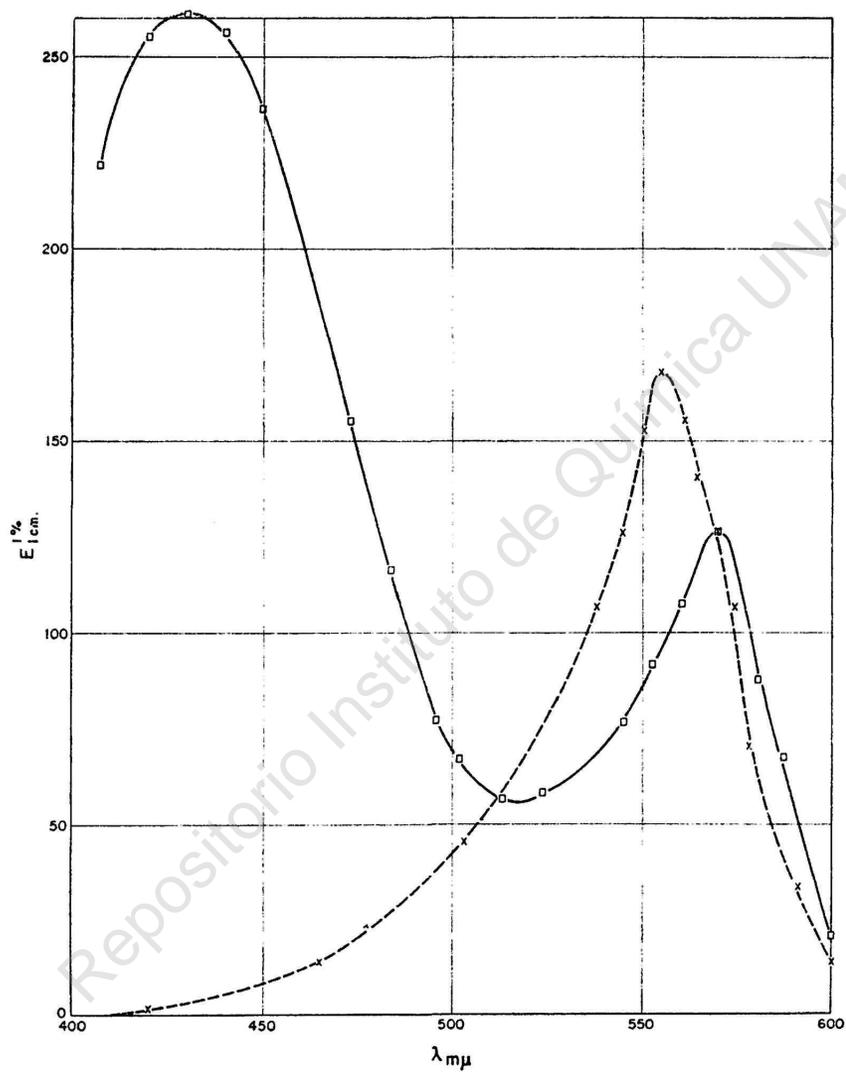


Fig. 3 Rojo de fenol

- en n-butanol ; x - en carbonato de sodio 0.1 N

do el volumen hasta 20 ml con n-butanol. Por otro lado, se disolvieron en 100 ml de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 3.04 mg de rojo de fenol, y el equivalente a 0.4 mg se colocó en el embudo 0, completando el volumen de esta fase hasta 20 ml con solución de carbonato. El embudo se agitó durante 20 segundos y se dejó reposar. La fase inferior se transfirió al embudo número 1, que contenía 20 ml de N-butanol, mientras que al embudo 0 se le agregaron 20 ml de solución de carbonato. Los dos embudos se agitaron durante 20 segundos y se dejaron reposar. La fase inferior del embudo 1 se transfirió al embudo 2, que contenía 20 ml de n-butanol; la fase inferior del embudo 0 se transfirió al embudo 1 y se agregaron 20 ml de solución de carbonato al embudo 0.

El procedimiento se repitió hasta que la fase inferior del embudo 0 llegó al embudo 5. Se puede ver entonces que el colorante rojo ha emigrado a las fases inferiores de los últimos embudos, mientras que el colorante verde ha permanecido en las fases superiores de los primeros.

Experimento con 29 embudos.

En primer lugar se determinaron los espectros en el visible de los dos colorantes, en cada una de las soluciones, para fijar la posición de los máximos de absorción y su intensidad (figuras 2 y 3).

Constante de distribución.

Se disolvieron en 100 ml de solución de carbonato 3.3 mg de rojo de fenol, y de la solución se tomaron 25 ml y se sacudieron con 25 ml de n-butanol. Se determinó la concentración en cada fase por medio del espectrofotómetro. Se encontró que el coeficiente de partición

$$k = \frac{\text{concentración epifase}}{\text{concentración hipofase}} = 0.1076$$

Ya que en las operaciones se va a utilizar  $\frac{1}{k}$ , se utiliza el recíproco, o sea 9.294.

En igual forma se determinó la constante del verde de bromocresol y dio  $k = 5.3287$ ;  $\frac{1}{k} = 0.1889$

## T A B L A II

Distribución teórica de los colorantes.

A.—Verde de bromocresol.

Cantidad original, .90 mg

Embudo		log y	Proporción	mg
N	4	$\bar{1.3145}$	.2063	.1980
1	3 y 5	$\bar{1.2565}$	.1805	.1732
2	2 y 6	$\bar{1.0824}$	.1209	.1161
3	1 y 7	$\bar{2.7923}$	.0620	.0595
4	0 y 8	$\bar{2.3862}$	.0243	.0233
5	9	$\bar{3.8640}$	.0073	.0070
6	10	$\bar{3.2257}$	.0019	.0018
7	11	$\bar{4.4715}$	.0003	.0003
8	12	$\bar{5.6012}$	.00004	.00004
		Suma		<u>.9604</u>

B.—Rojo de fenol

Cantidad original, .66 mg

N	24	$\bar{1.4059}$	.2546	.1884
1	23 y 25	$\bar{1.3175}$	.2077	.1540
2	22 y 26	$\bar{1.0523}$	.1128	.0834
3	21 y 27	$\bar{2.6103}$	.0408	.0302
4	20 y 28	$\bar{3.9915}$	.0098	.0072
5	19	$\bar{3.1959}$	.0016	.0012
6	18	$\bar{4.2235}$	.0002	.0001
7	17	$\bar{5.0743}$	.00001	—
		Suma		<u>.7407</u>

## Distribución a contracorriente.

Se disolvieron 3.5 mg de rojo de fenol en la solución de carbonato, en un matraz aforado de 100 ml y 4.5 mg de verde de bromocresol en 100 ml de n-butanol. De cada una de las soluciones se pipetaron 20 ml al embudo 0 y se siguió el procedimiento descrito anteriormente, hasta llegar al embudo 28, sacudiendo cada embudo 25 segundos.

La concentración de cada fase de cada embudo se midió en el espectrofotómetro y los resultados se dan en la Tabla 1.

Sustituyendo los valores encontrados en la primera ecuación, se puede calcular el embudo en el que se encuentra la máxima cantidad.

Para el rojo de fenol

$$N = \frac{28 \times 9.294}{9.294 + 1} = 25.98$$

y para el verde de bromocresol

$$N = \frac{28 \times .1889}{.1889 + 1} = 4.45$$

Estos datos teóricos concuerdan con los encontrados (tabla I). La cantidad de colorante presente en cada embudo de separación, se puede obtener utilizando los valores de  $\log_2$  y para el rojo de fenol y  $\log_2 y_1$  para el verde de bromocresol, sustituyendo  $x$  por el número del embudo respecto al que tiene la máxima cantidad. Los valores teóricos se encuentran en la tabla II y la comparación entre éstos y los valores experimentales, se encuentran en la figura 1.

La razón por la que se obtienen cantidades mayores que las empleadas se debe a que las transferencias no son cuantitativas.

## BIBLIOGRAFIA

1. L. C. Craig y O. W. Post, *Ind. Eng. Chem. Anal. Ed.*, **16**, 413 (1944).
2. A. Wiessberger, *Techniques in Organic Chemistry*, Vol. 3, 171 (1950). Interscience Publishers, Inc.