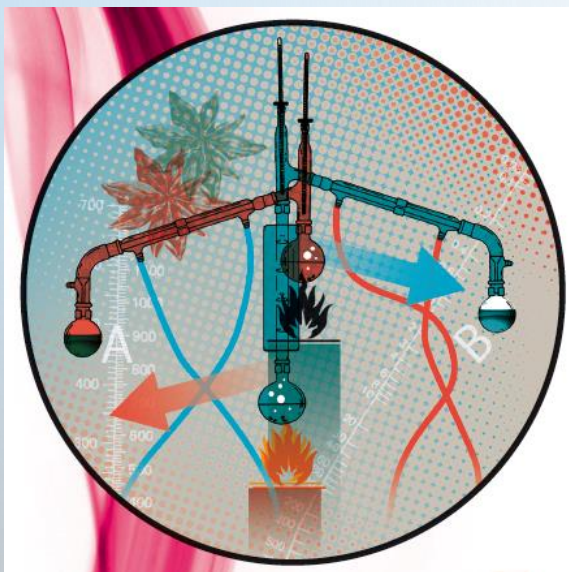


OPERACIONES BÁSICAS DE LABORATORIO



Unidad 12

SEPARACIONES DIFUSIONALES



ÍNDICE

1. **MEZCLAS HOMOGÉNEAS**
2. **DESTILACIÓN**
3. **DESECACIÓN**
4. **OBTENCIÓN DE AGUA PARA LABORATORIO (SE REALIZA TRABAJO Y EXPOSICION)**
5. **ELECTROFORESIS**
6. **EXTRACCIÓN**
7. **CROMATOGRAFÍA**

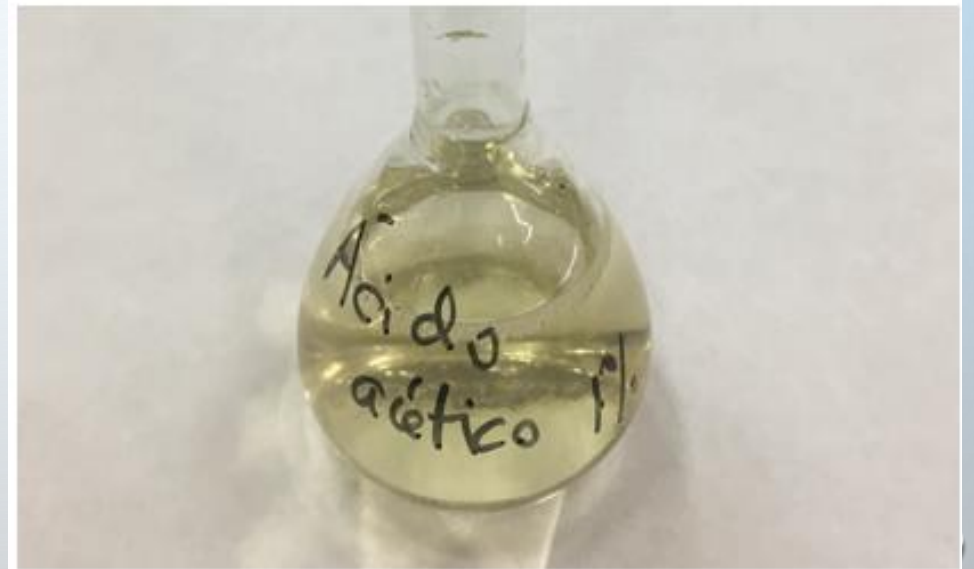
1. MEZCLAS HOMOGÉNEAS

Las mezclas homogéneas son aquellas en las que **no se diferencian sus componentes** y se pueden separar mediante métodos difusionales.

Las mezclas homogéneas tienen una serie de características:

- Presentan un aspecto uniforme en toda la mezcla.
- No es posible diferenciar sus componentes a simple vista.
- No existe sedimentación de partículas sólidas al estar en reposo.

Las técnicas empleadas para separar las mezclas homogéneas son la destilación, desecación, electroforesis, extracción y cromatografía.

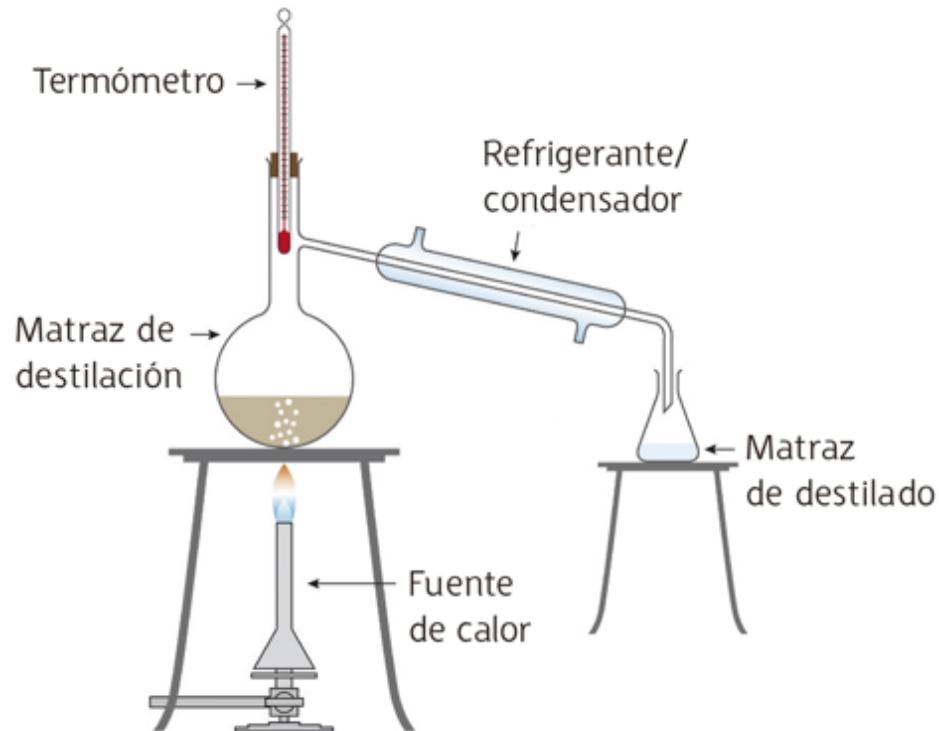


*Muestra de ácido acético.
El vinagre es una mezcla homogénea de
ácido acético y agua. Ambos componentes
no se diferencian a simple vista.*

2. DESTILACIÓN

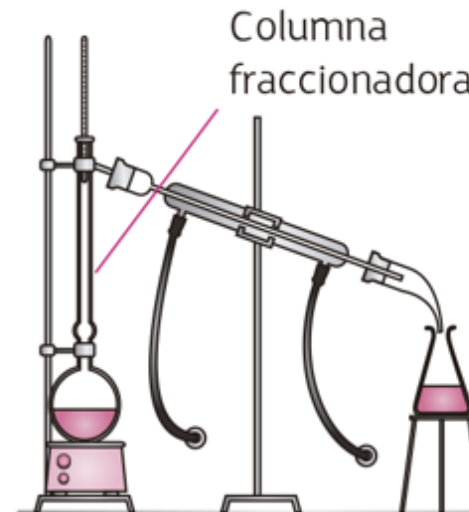
Destilación simple

Se emplea cuando la diferencia entre los puntos de ebullición de los componentes es mayor de $80\text{ }^{\circ}\text{C}$, o cuando las impurezas son sólidos disueltos en el líquido que hay que purificar. Se realiza con un **destilador**.



Destilación fraccionada

Se utiliza cuando la diferencia entre los puntos de ebullición de los líquidos que hay que separar es muy pequeña. Se realiza con una **columna fraccionadora** que contiene distintos «platos».



Destilación al vacío

El sistema de destilación se conecta a una **bomba de vacío** o trompa de agua y permite destilar líquidos a temperaturas más bajas que en la destilación simple y en la fraccionada.



4. DESECACIÓN

La **desección** es la **pérdida de líquido** de una sustancia por **aporte de calor**.

- Se aplica a sólidos
- retienen cantidades variables de líquido, casi siempre agua,
- es un procedimiento muy utilizado en la industria alimenticia y farmacéutica.

El agua presente en las sustancias sólidas puede encontrarse en distintos estados:

- **Agua de constitución.**

forma parte de la molécula del sodio y es muy difícil de eliminar .

Por ej: sulfato de cobre pentahidratado (tiene 5 moléculas de agua)

- **Agua de adsorción.**

se adhiere al sólido cuando este se encuentra en una atmósfera muy húmeda.

Por ej: un envase de una materia prima de uso farmacéutico (sacarosa, lactosa, almidón de trigo...) mal cerrado hidratación, provocando adherencias y su contaminación.

- **Agua libre.**

impregna el sólido que se quiere desecar.

La M% agua que previamente se ha añadido al sólido para disolverlo o realizar determinadas técnicas durante alguna de las fases de elaboración de un medicamento.

4. DESECACIÓN

Objetivos de la desecación

1. Aumentar el tiempo de conservación del producto y disminuir los riesgos de contaminación bacteriana.
2. Facilitar el manejo de la sustancia en el laboratorio.
3. Mejorar sus caracteres organolépticos.
4. Disminuir su volumen y facilitar su almacenamiento.



Medicamento liofilizado. La liofilización que consiste en eliminar el agua de un producto sometiéndolo a su congelación primero y a la sublimación del hielo después.

- La **liofilización** es un proceso que consiste en eliminar el agua de un producto sometiéndolo a la congelación del agua primero y a la sublimación del hielo después.
- La **sublimación** es el paso de una sustancia en estado sólido a estado de vapor directamente sin pasar por el estado líquido.



Los productos liofilizados, como el café soluble, son muy higroscópicos.

4. DESECACIÓN

4.1. FACTORES QUE INFLUYEN EN EL PROCESO DE DESECACIÓN

Tipo de sólido	<ul style="list-style-type: none">• Sólidos húmedos: no modifican la cantidad de agua que contienen aunque estén en atmósferas con gran cantidad de humedad.• Sólidos higroscópicos: presentan gran capacidad para captar el agua de la atmósfera en que se encuentran. El empleo de sólidos higroscópicos es muy frecuente en la industria farmacéutica: sacarosa, almidón, cloruro sódico y productos liofilizados, entre otros.
Superficie del sólido	<p>Cuanto mayor sea la superficie que presenta el sólido, más fácilmente se producirá la desecación. Por ejemplo: la ropa mojada extendida se seca mucho antes que si está arrugada; así, un sólido con gran superficie de exposición pierde antes su humedad que si presenta una superficie de exposición reducida.</p>

4. DESECACIÓN

4.1. FACTORES QUE INFLUYEN EN EL PROCESO DE DESECACIÓN

Grado de humedad de la atmósfera que rodea al sólido	Si la humedad relativa del aire es muy elevada , el proceso de desecación será, sin duda, más difícil . Por ejemplo: el pelo mojado tarda mucho en secarse en la playa.
Calor aportado durante el proceso	Cuanto mayor sea el calor aportado al proceso de desecación, más efectiva será la desecación.
Recambio del aire en contacto con el sólido durante el proceso	Si existe recambio de aire , la desecación será más rápida . Un ejemplo lo tenemos en la ropa mojada, que se seca antes cuando hace aire que cuando no es así.
Presión y temperatura	El aumento de la temperatura y el descenso de la presión permiten aumentar la velocidad de desecación.

4. DESECACIÓN

4.2. SISTEMAS DE DESECACION



Los sistemas de desecación empleados en la industria farmacéutica son diferentes a los sistemas empleados en pequeños laboratorios y oficinas de farmacia.

La elección → depende de **dos** factores:

- *La cantidad de producto a desecar.*
- *La termolabilidad del producto → el deterioro de la sustancia por temperaturas elevadas.*

4. DESECACIÓN

4.2. SISTEMAS DE DESECACION

Tipo de sistema	Características	Imagen
Estufas de desecación	<p>Las estufas de desecación se utilizan a temperaturas comprendidas entre los 105 °C y los 110 °C, aunque pueden alcanzar los 200 °C. Llevan un sistema de reciclado de aire para que este circule en su interior y así se favorezca el secado. La eliminación del aire húmedo se suele hacer por un orificio situado en la parte superior y que nunca debe permanecer tapado por papeles de filtro u otros objetos. Además, es fundamental efectuar la limpieza de la estufa periódicamente para que su funcionamiento sea óptimo.</p> <p>Algunos modelos llevan sistemas de vacío que permiten el secado con temperaturas menos elevadas y, por lo tanto, se pueden utilizar para desecar sustancias sensibles al calor.</p>	 <p><i>Estufa de desecación.</i></p>
Desecadores	<p>Los desecadores son unos recipientes de vidrio que llevan una tapadera con bordes esmerilados, que cierran perfectamente al engrasarse para evitar la entrada de humedad. En su interior se introduce un agente desecante como el silicagel o el cloruro cálcico, que absorbe la humedad ambiental.</p> <p>Se emplean para mantener seca una sustancia previamente desecada y evitar que recupere parcialmente el agua eliminada.</p>	 <p><i>Desecador con tapa de vidrio.</i></p>

5. Electroforesis

La **electroforesis** es una técnica que permite separar las sustancias presentes en una mezcla en función de su **carga eléctrica**.

SI A UNA MEZCLA QUE CONTIENE PARTÍCULAS CARGADAS SE LE APLICA UNA CORRIENTE ELÉCTRICA,

- LOS CATIONES (CON CARGA +) → CÁTODO
- LOS ANIONES (CON CARGA -) → ÁNODO

SE PODRÁN SEPARAR.

La electroforesis se emplea para separar las distintas fracciones que componen las proteínas del suero humano, aunque también se utiliza para estudiar los tipos de hemoglobina y los ácidos nucleicos.

6. EXTRACCIÓN

Método que se utiliza para separar los **principios activos** del resto de sustancias existentes en tejidos animales o vegetales, en la actualidad solo se emplea como método de separación en tejidos vegetales

LA OBTENCIÓN DE SUSTANCIAS ACTIVAS A PARTIR DE LAS PLANTAS SE LLEVABA A CABO DE DIVERSAS FORMAS:

1. • CALENTANDO LA PLANTA MEZCLADA CON AGUA QUE, POSTERIORMENTE, SE FILTRABA; EL LÍQUIDO OBTENIDO ERA LO QUE SE UTILIZABA.
2. • SUMERGIENDO LA PLANTA ENTERA O UNA PARTE DE ELLA EN AGUA O ALCOHOL PARA USARLA DESPUÉS EN LA APLICACIÓN DE FRIEGAS.
3. • INGIRIENDO DETERMINADAS PARTES DE LA PLANTA DIRECTAMENTE, COMO LAS HOJAS, LAS FLORES O LAS RAÍCES.
4. • REALIZANDO CORTES EN LA PLANTA PARA OBTENER SUS JUGOS

6. EXTRACCIÓN

6.1. MÉTODOS DE EXTRACCIÓN

- LAS SUSTANCIAS ACTIVAS PRESENTES EN LAS PLANTAS
- SE DEBEN EXTRAER DE ELLAS PARA QUE LOS EFECTOS MEDICAMENTOSOS SEAN MÁS INTENSOS Y EFICACES.
- LA PARTE DE LA PLANTA QUE CONTIENE LAS SUSTANCIAS ACTIVAS SE LLAMA DROGA.
- LA DROGA



TODA MATERIA PRIMA DE ORIGEN BIOLÓGICO QUE DIRECTA O INDIRECTAMENTE SIRVE PARA LA ELABORACIÓN DE MEDICAMENTOS

- EL PRINCIPIO ACTIVO

ES LA SUSTANCIA RESPONSABLE DE LA ACTIVIDAD FARMACOLÓGICA DE LA DROGA.

6. EXTRACCIÓN

6.1. MÉTODOS DE EXTRACCIÓN

Tipo de método	Descripción	Subtipos más empleados	Figura
Métodos mecánicos	Utilizan la fuerza mecánica para obtener principios activos de las plantas.	<ul style="list-style-type: none"> • Incisión. Se realizan unos cortes en la superficie de la planta y se recoge la sustancia semilíquida que sale por ellos (Fig. 12.15). • Expresión. Obtener los jugos del vegetal mediante un prensado o sometiendo el vegetal a una presión externa de distinta intensidad. Para ello, se usan exprimidores o prensas de distintos tamaños y formas. • Extracción por calor. La aplicación de calor a una droga hace que sus células se dilaten hasta que se produce la rotura del protoplasma, de modo que se vierte al exterior de las células su contenido celular y, con él, el principio activo que contenían. 	 <p>Fig. 12.15. Resina que sale por incisión hecha en la corteza de un pino.</p>  <p>Fig. 12.16. Si realizamos un corte en la hoja del aloe vera obtenemos acíbar, sustancia que antiguamente se empleaba para realizar fórmulas magistrales.</p>

6. EXTRACCIÓN

6.1. MÉTODOS DE EXTRACCIÓN

- **Maceración.** Se pone en contacto la droga con el disolvente a temperatura ambiente y se deja un tiempo comprendido entre 30 minutos y varios días, con el recipiente tapado para evitar la evaporación. Después se filtra y el filtrado es el producto que se empleará. Se utiliza para extraer sustancias termolábiles. A nivel doméstico, se usa para preparar aceites y vinagres aromáticos, echando en ellos ajos, hojas de laurel, granos de pimienta, etc., cuyos aromas y sabores pasan al aceite o al vinagre.
- **Digestión.** La droga se pone en contacto con agua a una temperatura aproximada de 50 °C (siempre inferior a la temperatura de ebullición) durante un tiempo que no debe superar las 24 horas. A continuación, se filtra el conjunto y el líquido filtrado es la parte que se aprovecha.
- **Infusión.** Se añade agua hirviendo a la droga y se deja enfriar hasta que alcance la temperatura ambiente. A continuación se filtra recogiendo el líquido obtenido en el que se encuentran los principios activos de la planta (Fig. 12.17).
- **Percolación.** Consiste en hacer pasar, a través de la droga previamente pulverizada, un disolvente a temperatura ambiente que va extrayendo las sustancias activas. El disolvente pasa a través de la droga gracias a la fuerza de la gravedad y se recoge, ya con los principios activos, en un recipiente.
- **Destilación** (ver página 173, en esta misma unidad).
- **Decocción o cocimiento.** La droga se mantiene en ebullición con el disolvente durante un tiempo comprendido entre 15 y 30 minutos. Luego se filtra y se emplea el líquido obtenido.

7. CROMATOGRAFÍA

engloba un conjunto de técnicas de análisis que se emplean para separar los componentes de una mezcla según su distribución entre una fase fija y otra móvil.

❖ LA FASE MÓVIL O ELUYENTE

CONSISTE EN UN FLUIDO, GAS O LÍQUIDO, QUE ARRASTRA A LA MUESTRA CUYOS COMPONENTES QUEREMOS SEPARAR A TRAVÉS DE UNA FASE FIJA.

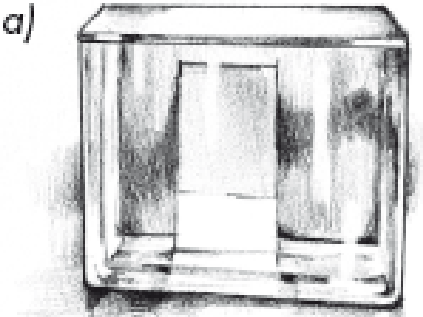
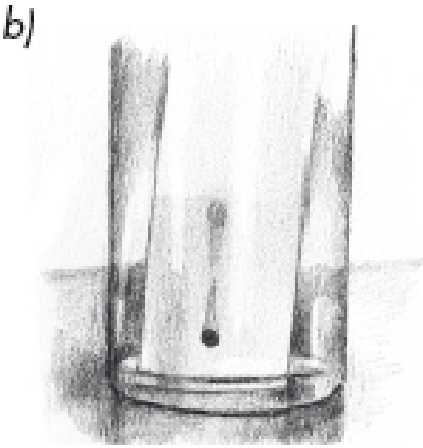
❖ LA FASE FIJA O ESTACIONARIA

ES UNA SUSTANCIA SÓLIDA O LÍQUIDA QUE RETIENE EN DISTINTA PROPORCIÓN CADA COMPONENTE DE LA MUESTRA Y PUEDE IR EMPAQUETADA EN UNA COLUMNA, EXTENDIDA EN UNA PLACA, ETC.

❖ PODER DE RESOLUCIÓN

LA CAPACIDAD DE LA CROMATOGRAFÍA PARA SEPARAR LOS COMPONENTES DE UNA MEZCLA

7. CROMATOGRAFÍA

Tipos	Descripción	Técnica de realización	Imagen
<p>Cromatografía en capa fina</p>	<p>La fase estacionaria está compuesta por una sustancia adherida a un soporte en forma de capa muy fina. El soporte empleado puede ser de vidrio, plástico o metal, y es posible encontrarla en el mercado en varios tamaños.</p> <p>La sustancia sólida adherida al soporte puede ser almidón, silica-gel, alúmina, celulosa o poliamidas, y la fase móvil suele ser una mezcla de disolventes, según las sustancias a separar, que asciende por capilaridad por la placa arrastrando los componentes de la mezcla, que aparecen como manchas, coloreadas o incoloras.</p> <p>Los líquidos más usados para la fase móvil son el acetato de etilo, el etanol, el metanol, el ácido acético y algunos disolventes orgánicos como cloroformo, tolueno, etc.</p> <p>En la realización de una cromatografía en capa fina hay numerosos factores que pueden influir produciendo alteraciones en el resultado, como temperatura, corrientes de aire, estado de las placas o pureza de disolventes.</p>	<ul style="list-style-type: none"> • En la cubeta se coloca la fase móvil de forma que alcance unos 2 cm de altura (Fig. 12.17 a). • La muestra se debe disolver en un disolvente adecuado antes de aplicarla a la placa. • La muestra disuelta se coloca en la placa con un aplicador especial que permita depositar cantidades muy pequeñas. • Se deja secar para evaporar el disolvente y que quede únicamente la muestra. • La placa con la fase fija se coloca en una cubeta de vidrio para que las condiciones externas no afecten al proceso. • Finalmente, se deja que la fase móvil ascienda por capilaridad por la placa hasta que llegue a 10 cm de la aplicación o durante 30 minutos (Fig. 12.17 b). 	<p>a) </p> <p>b) </p> <p>a) Cubeta para cromatografía en capa fina con la fase móvil en el fondo y la fase estacionaria en posición vertical; b) Los componentes de la muestra van ascendiendo por la fase estacionaria.</p>

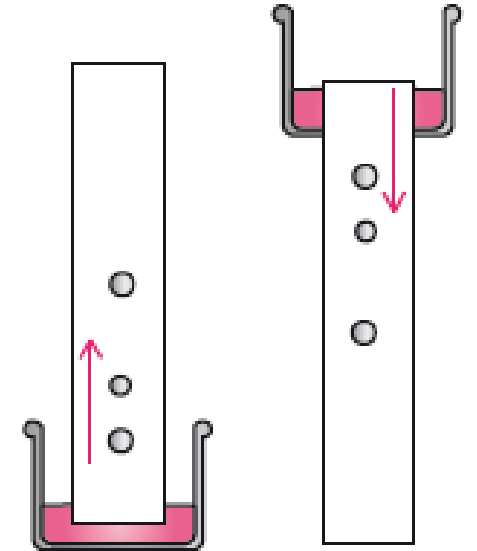
7. CROMATOGRAFÍA

Cromatografía en papel

- **Fase móvil:** suele ser una mezcla de disolventes, dependiendo de las sustancias a separar. La mezcla más empleada es alcohol etílico y agua. Se pone el disolvente en la cubeta de forma que alcance 1 o 2 cm de altura.
- **Fase fija:** se emplea un papel de filtro en forma de rectángulo donde se depositará la muestra. La muestra se pone a 3 o 4 cm del borde, de forma que quede por encima del nivel de la fase móvil de la cubeta, y se introduce en la misma.

La realización de la cromatografía dura pocos minutos, hasta que la mancha llega al borde superior de la tira de papel. La sustancia problema se reparte de distinta forma en los disolventes y así se separan sus componentes.

El procedimiento de realización es básicamente el mismo que en la cromatografía en capa fina, pero el soporte utilizado es papel de filtro.



Ejemplos de colocación de la tira de papel en cromatografía de papel ascendente y descendente.

PAGINAS QUE PUEDES CONSULTAR

- **CROMATOGRAFÍA**
- [HTTPS://WWW.YOUTUBE.COM/WATCH?V=SNDGYGGLJMS](https://www.youtube.com/watch?v=SNDGYGGLJMS)
- [HTTPS://WWW.YOUTUBE.COM/WATCH?V=XZESAQR8TBG](https://www.youtube.com/watch?v=XZESAQR8TBG)
- ELECTROFORESIS
- [HTTPS://WWW.YOUTUBE.COM/WATCH?V=KGZBRFHQU_Y](https://www.youtube.com/watch?v=KGZBRFHQU_Y)
- [HTTPS://WWW.YOUTUBE.COM/WATCH?V=NL1USCC0N38](https://www.youtube.com/watch?v=NL1USCC0N38)
- DESECACION
- [HTTPS://WWW.YOUTUBE.COM/WATCH?V=BN21PGU_ARC](https://www.youtube.com/watch?v=BN21PGU_ARC)