

OBJETIVO

Extracción del aceite esencial del clavo mediante destilación por arrastre de vapor y posterior aislamiento del eugenol mediante diversas extracciones.

FUNDAMENTO TEORICO

El término aceite esencial engloba a sustancias muy diversas, que se obtienen de recursos naturales como plantas de aspecto aceitoso. En este caso, el aceite esencial del clavo es una mezcla sencilla en comparación con otras, siendo el eugenol su componente principal. Estas sustancias suelen ser inmiscibles con el agua.

El eugenol se emplea en perfumería y también como analgésico dental.

Para una mayor comprensión del fundamento teórico y en virtud de la claridad de esta práctica, lo estructuraremos en varias partes, explicándose las restantes en el procedimiento operatorio.

1. *Destilación por arrastre de vapor*

Esta técnica de destilación es usada para destilar compuestos de punto de ebullición altos que se descomponen en o cerca de sus puntos de ebullición. Estos compuestos pueden destilarse con vapor de agua a una temperatura lo suficientemente baja para evitar su descomposición, este hecho constituye una ventaja sobre otros métodos de destilación. Dado que la corriente de vapor de agua es un proceso eficaz y barato (sólo se requiere agua y calor), se usa con frecuencia para aislar y purificar aceites naturales a partir de sus fuentes biológicas.

Cuando se destilan con vapor pequeñas cantidades de material, resulta eficaz suspender la materia prima de los aceites en agua en matraz de destilación, tal y como hemos hecho nosotros. Cuando se calienta esta mezcla, el vapor que se genera en el interior inicia el proceso de arrastre.

La consecuencia de esta técnica para la química orgánica práctica es que un componente de punto de ebullición elevado, con una presión de vapor relativamente pequeña, puede obtenerse por destilación con un líquido inmiscible. Así, como los aceites esenciales tienen un punto de ebullición alto pueden aislarse y purificarse combinándolos en un proceso de destilación con algún líquido inmiscible de punto de ebullición inferior. En nuestro caso, el aceite que queremos destilar tiene un punto de ebullición cercano a 253.5 °C. En realidad, 253.5 °C es la temperatura de ebullición del eugenol, pero ya que este va acompañado de otras sustancias minoritarias formando parte del aceite esencial, el punto de ebullición de esta mezcla, diferirá de esta temperatura. El líquido inmiscible que hemos usado ha sido el agua, que como todos sabemos alcanza la ebullición a los 100 °C a presión atmosférica. El agua tiene varias características que favorecen su elección: se dispone de ella, es barata y de peso molecular bajo. Debido a su bajo peso molecular pueden destilarse gran número de moles de agua sin que representen un gran volumen. Gracias a este procedimiento se comienza a destilar a una temperatura de 98 °C, ya que la temperatura de ebullición de una mezcla de dos líquidos inmiscibles es inferior a la temperatura de ebullición de cualquiera de ellos por separado. Como podemos observar esta temperatura es cercana a la temperatura del disolvente, ya que el vapor que se genera al comenzar el arrastre es más rico en el componente más volátil, es decir, en agua.

Cuando en contacto con la atmósfera coexisten dos disoluciones, ambas contribuyen a la presión de vapor parcial sobre la superficie de los dos líquidos. Al aumentar la temperatura, la presión de vapor sobre la superficie del líquido aumentará. Debemos recordar que en cualquier proceso de ebullición, lo que cuenta es que la presión de vapor de la disolución alcance la presión atmosférica que se ejerce sobre ella, y sólo en este punto se inicia la ebullición y por consiguiente la destilación. La condensación de la fase vapor dará una

mezcla de dos fases con componentes acuoso y orgánico (aceite esencial).

Al ser los dos líquidos inmiscibles, sus moléculas no interaccionan entre sí y se vaporizan y condensan de forma independiente. En el equilibrio, cada componente se comporta como una sustancia pura. En consecuencia, la presión parcial de equilibrio será igual a la presión de vapor de cada componente.

$$P_{aceite} = P_{aceite}^o$$
$$P_{agua} = P_{agua}^o$$

En la mezcla aceite esencial-agua, cada uno ejerce su propia presión de vapor característica independientemente del otro. Por tanto la presión de vapor total es:

El punto de ebullición de la mezcla será aquella temperatura a la que se alcance la presión de vapor de 760 mm de Hg (presión atmosférica).

Ahora bien, por la ley de Dalton, la relación de las presiones de vapor de dos líquidos es directamente proporcional a las concentraciones molares de ambas sustancias en la fase gaseosa:

Donde P es la presión de vapor de cada componente puro en cuestión y n representa el número de moles de cada sustancia en la fase gaseosa.

La relación de pesos en el vapor no sólo dependerá de la relación de moles, sino también de sus pesos moleculares. Es decir,

Siendo W el peso referido a cada sustancia y M la masa molar en cuestión.

Expresando en palabras esta última ecuación se puede decir que la destilación de una mezcla de dos líquidos no miscibles, las cantidades relativas en peso de los dos líquidos que se recogen en el colector son directamente proporcionales a:

- las presiones de vapor de los líquidos a la temperatura de destilación correspondiente
- a sus pesos moleculares

Estos hechos constituyen la base de la purificación y separación de las sustancias por arrastre de vapor.

2. Extracción

La extracción es la técnica más empleada para separar un producto orgánico de una mezcla de reacción o para aislarlo de sus fuentes naturales. Puede definirse como la separación de un componente de una mezcla por medio de un disolvente.

En la práctica es muy utilizada para separar compuestos orgánicos de las soluciones o suspensiones acuosas en las que se encuentran. El procedimiento consiste en agitarlas con un disolvente orgánico, diclorometano en nuestro caso, inmiscible con el agua y dejar separar ambas capas. Los distintos solutos presentes se distribuyen entre las fases orgánica y acuosa, de acuerdo con las solubilidades relativas.

Ciertos compuestos orgánicos, como los alcoholes, aldehídos, cetonas, ácidos, ésteres, aminas, etc., capaces de asociarse con el agua a través de puentes de hidrógeno, son parcialmente solubles en este disolvente y en los orgánicos; en estos casos pueden ser necesarias varias extracciones.

3. Disolución saturada de cloruro sódico

Un material orgánico es menos soluble en una disolución acuosa concentrada de sal, el agua entra en la capa salina para ayudar a la solvatación de los iones que contiene. Por ejemplo, si se agita diclorometano con agua, una pequeña cantidad de diclorometano entra en la fase acuosa y una pequeña cantidad de fase acuosa entra en la orgánica. Por otra parte, si lavamos la fase orgánica con una disolución saturada de cloruro sódico (salmuera), la demanda de solvatación de la sal retiene casi toda el agua de la fase acuosa. Análogamente, cualquier porción de diclorometano que hubiera entrado en la fase acuosa será rechazada por ella y buscará la fase orgánica.

Al extraer la fase acuosa con varias porciones de disolvente orgánico, la fase orgánica contendrá casi siempre pequeñas porciones de agua. Si la fase orgánica se agita con una disolución saturada de NaCl, se eliminará virtualmente toda el agua, que pasará a la fase acuosa y la disolución orgánica contendrá mucha menos agua.

4. *Desecante*

En las reacciones orgánicas, con más frecuencia el agua se considera como un reactivo o un contaminante. Después de la reacción y posterior extracción, casi todas las disoluciones orgánicas contienen pequeñas cantidades de agua.

El sulfato sódico anhidro es el más común de los deshidratantes generales. Es económico y de gran capacidad porque forma un heptahidrato (según otras fuentes puede formar un decahidrato).

Desecante + Agua
Hidrato



Otra condición que reúne este desecante es que éste es relativamente inerte, y en general, no reacciona con los materiales orgánicos.

Las desventajas del sulfato sódico consisten en que actúa lentamente y por encima de 30°C el heptahidrato se rompe, reduciéndose la capacidad del secado. En nuestro caso fue seleccionado, ya que todo el proceso posterior a la destilación se realizó a temperatura ambiente.

5. *Rotavapor*

Se trata de un dispositivo conectado a una bomba de vacío en el cual evaporamos un disolvente a presión reducida.

Si hacemos vacío, reducimos la temperatura de ebullición del disolvente que impregna un soluto no volátil. De este modo aceleramos la evaporación y evitamos trabajar con temperaturas elevadas.

PROCEDIMIENTO OPERATORIO

D F D

B O1 E2 O3

A

E1 O2 E3

C G

H

K J I

O6 O5 O4 D

L E6 E5 E4

D

M

La práctica comienza con la destilación por arrastre de vapor del clavo y el agua. Una vez que observamos que no pasa ninguna gota de aceite por la columna de refrigeración, paramos el proceso. En este momento nos encontramos en la corriente **B** del diagrama. Tras la destilación, hemos obtenido una disolución acuosa que contiene el aceite esencial del clavo. Como hemos expuesto anteriormente, el componente principal de este aceite es el eugenol.

Al realizar la primera extracción con diclorometano, pretendemos pasar el eugenol a una fase orgánica. Seguidamente lo volveremos a pasar a una fase acuosa en forma de sal potásica.

El eugenol como alcohol que es, tiene cierto carácter ácido, por lo que la presencia de una base fuerte, como pueda ser en nuestro caso una disolución de KOH al

5% (**F**), puede arrancar el hidrógeno del grupo funcional hidroxilo en forma de protón. De forma que:

Volvemos a hacer un lavado con diclorometano para arrastrar en la fase orgánica todos aquellos productos que acompañaban al eugenol, formando parte del aceite esencial. Esto ocurre porque las otras sustancias que no han pasado a sales potásicas y por tanto no son solubles en el agua.

Tomamos la fase acuosa y la acidulamos con HCl al 10% (**G**). De este modo recuperamos el eugenol, ya que el HCl es un ácido más fuerte que el eugenol.

Una vez recuperado el eugenol, lo pasamos nuevamente a una fase orgánica por medio de una extracción en diclorometano. Lavamos con agua y con una disolución saturada de cloruro sódico, con esta última tratamos de retirar agua de la fase orgánica. (véase pto. 3 del fundamento teórico). Añadimos el desecante (**K**) y realizamos un filtrado por gravedad para asegurarnos que no pasa sulfato sódico a la disolución. Por último evaporamos en el rotavapor el diclorometano, obteniéndose el eugenol prácticamente puro.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Véase página 20 del manual de prácticas de Química Orgánica, en cualquier caso se ha recogido extensamente en el procedimiento operatorio ya que se ha intentado explicar el por qué de toda acción llevada a cabo en la práctica.

RESULTADOS Y OBSERVACIONES

Después de evaporar en el rotavapor, se pesó el matraz de fondo redondo que contenía el producto aceitoso. Luego, una vez limpio y seco el matraz volvió a pesarse. De este modo, es decir, por diferencia hallamos el peso del eugenol, obteniéndose los siguientes resultados:

0.3621 g. de eugenol.

Si consideramos que el clavo contiene aproximadamente un 3% de eugenol, podemos decir que en los 17 g. de clavo de partida había 0.51 g. de eugenol y por tanto, obtenemos un rendimiento del **71%**.

BIBLIOGRAFÍA

- Curso práctico de Química Orgánica

Autores: R.Q. Brewster

C.A. VanderWerf

W.E. McEwen

Editorial Alhambra

- Experimentos de Química Orgánica

Autor: Louis F. Fieser

Editorial Reverté, S.A.

- Química Orgánica experimental

Autores: H.D. Durst

G.W. Gokel

Editorial Reverté, S.A.

- Fisicoquímica

Autor: Ira N. Levine

Editorial Mc Graw Hill

- Vilarrasa

E

V

A

P

O

R

..

MEZCLAD

E

X

T

E

X

T

E

X

T

MEZCLAD

E

X

T

E

X

T

E

X

T

D

E

S

T

I

L

A: Mezcla de clavo y agua

B: Mezcla de agua y aceite esencial (eugenol)

C: Residuo

D: Diclorometano

E: Fase acuosa

F: Disolución de KOH al 5%

G: Disolución clorhídrica al 10%

H: Disolución ácida

I: Agua destilada

J: Disolución saturada de NaCl

K: Sulfato Sódico anhidro

L: Mezcla diclorometano–eugenol

M: Eugenol

$$P_{Total}^o = P_{Aceite}^o + P_{Agua}^o$$

$$\frac{P_{Aceite}^o}{P_{Agua}^o} = \frac{n_{Aceite}}{n_{Agua} \quad Vapor}$$

$$\frac{W_{Aceite}}{W_{Agua}} = \frac{(M \quad n)_{Aceite}}{(M \quad n)_{Agua}} = \frac{(M \quad P)_{Aceite}}{(M \quad P)_{Agua}}$$



•