

PRACTICA N ° 4

EXTRACCIÓN Y RECRISTALIZACIÓN DE UN FÁRMACO

OBJETIVOS:

1. El alumno realizará la extracción del AAS, el cual es el principio activo de diversas especialidades farmacéuticas.
2. El alumno realizará una purificación una purificación del AAS mediante recristalización de dicho compuesto.

FUNDAMENTO TEÓRICO:

Las sustancias químicas puras se caracterizan por poseer ciertas constantes físicas, como por ejemplo el punto de ebullición, de fusión, densidad, etc; lo cual nos permite evaluar la pureza. La recristalización es uno de los mejores métodos físicos para purificar compuestos sólidos a temperatura ambiente.

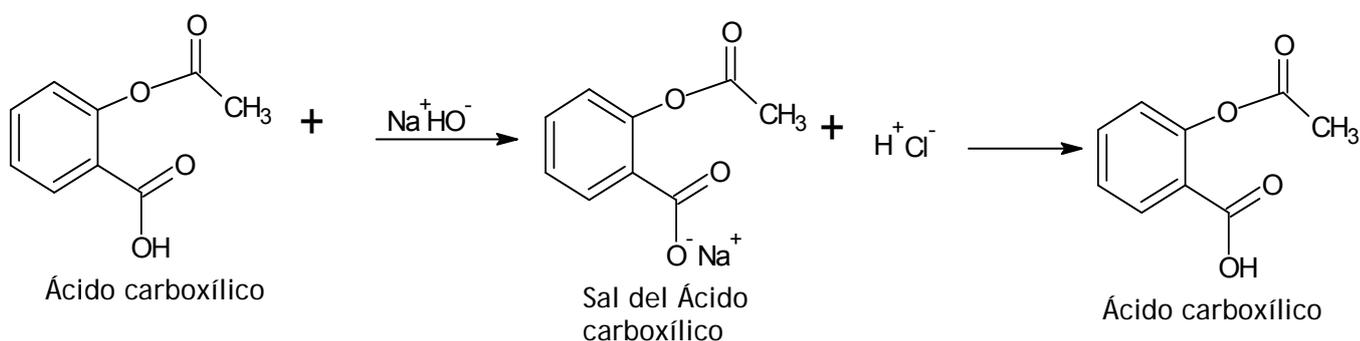
Un compuesto sólido puede recristalizarse a partir de su solución saturada y caliente, en un solvente en el que a temperatura ambiente es poco o medianamente soluble. La técnica se basa en el hecho de que el exceso de soluto forma núcleos cristalinos que crecen al enfriarse la disolución, dejando la mayor parte de las impurezas en el disolvente. Como regla genera, una sustancia es más soluble en aquellos disolventes cuya estructura se le parezca más. Para que un disolvente se considere adecuado para la recristalización debe cumplir ciertos requisitos:

1. El compuesto por cristalizar sea poco soluble en él a bajas temperaturas pero muy soluble a temperatura elevada.
2. El disolvente no debe reaccionar con el soluto.
3. Que sea lo suficientemente volátil de tal forma que sea fácil de eliminarlo de los cristales filtrados.

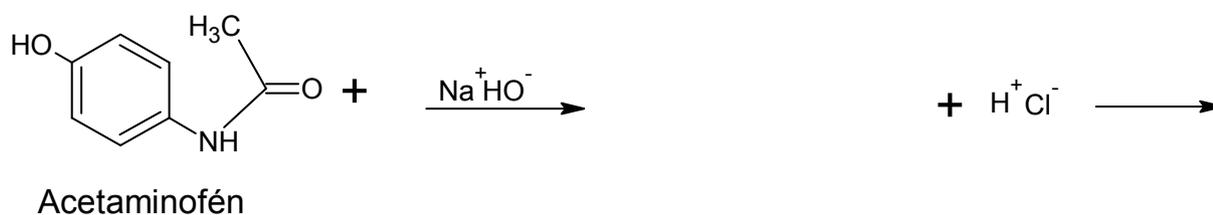
4. Las impurezas sean mucho más solubles en frío que el soluto, para que no lo contaminen.

Si necesitamos encontrar los solventes adecuados para una recrystalización, podemos hacerlo recordando las prácticas sobre cristalización y solubilidad de compuestos orgánicos.

Reacción de la práctica:



¿Qué sucedería si aplicamos el mismo procedimiento para el PARACETAMOL?



MATERIAL Y MÉTODO

Material

Matraz Erlenmeyer de 50 mL	02
Vaso de precipitado 50 mL	02
Vaso de precipitación de 100 mL	02
Embudo de separación	01

Probeta de 25 mL	01
Pipeta de 5 mL	02
Pipeta de 10 mL	02
Embudo (simple, Buchner o Kitazato)	01
Mortero con pilón	01
Cristalizador	01
Agitador	01
Baño maría	01
Soporte universal con pinzas	01
Espátula	01
Agitador magnético	01
Propipeta, pipeteador	02
Cocina eléctrica	01
Estufa	01
Balanza analítica	01
Papel pH	
Papel filtro	

Reactivos

Cloroformo

Diclorometano

Hexano

DietilEter

Acetato de etilo

Etanol

Metanol

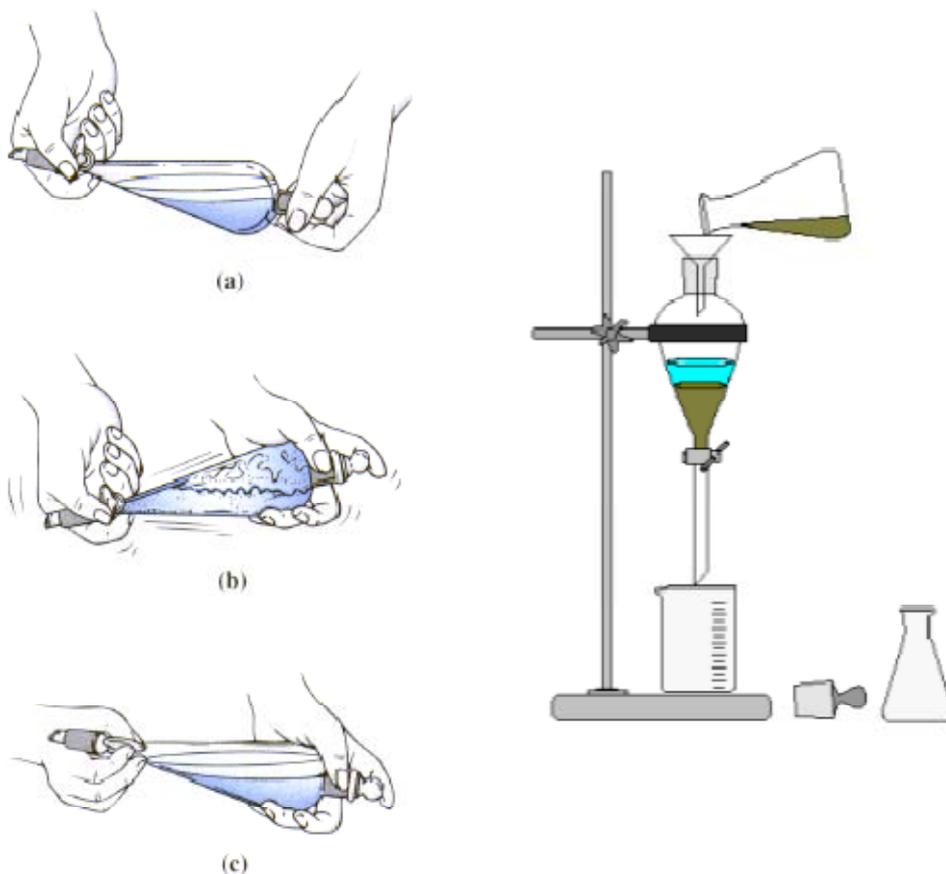
Hidróxido de sodio

Ácido clorhídrico

Hielo

MÉTODO

- a) Se pesan 2 tabletas de ASPIRINA (Ácido acetilsalicílico).
- b) Se trituran las tabletas en el mortero, hasta que se transformen en un fino polvo, luego se trasvasan a un matraz erlenmeyer de 50 ml y se adicionan 25 mL de diclorometano o cloroformo y se agita hasta disolver lo más posible el sólido.
- c) Se separa y se filtra por gravedad en un papel filtro previamente pesado, el sólido insoluble y se deja secar, para posteriormente evaluar el análisis porcentual de la composición de la tableta.
- d) El líquido filtrado se colecta en un vaso de precipitación de 50mL y se transfiere a un embudo de decantación; el vaso de precipitación antes utilizado se lava con 5 mL de diclorometano para no perder muestra y está se vierte también al embudo de decantación.
- e) Posteriormente se adicionan 10 mL de una solución de NaOH al 01 M, se tapa el embudo y se agita varias veces, liberando la presión antes formada en cada agitación. El embudo se deja reposar sobre un anillo o pinza con el soporte universal, para permitir que las fases se separen.



f) La fase acuosa se colecta en un vaso de precipitado de 100 mL y el proceso de extracción se repite dos veces. La fase orgánica de diclorometano se guarda en un matraz erlenmeyer de 100 mL. Antes de proceder a este paso se debe de determinar que fase está en la parte superior y en la inferior.

g) Se adiciona a la fase acuosa una solución de 6 M de HCl mililitro por mililitro hasta llegar aproximadamente a 10 mL hasta llegar a un pH menor de 2, en esta parte se debe de agitar constantemente. La mezcla se enfría en un baño de hielo, hasta que no aparezca más precipitado. Los cristales se filtran y se secan lo más posible en un embudo y en un papel previamente pesado.

h) Para evaluar la composición porcentual de la tableta se procede a llevar a sequedad la fase orgánica en el baño maría para evaluar el peso residual de la misma lo cual constituye los excipientes solubles en diclorometano.

- i) Con el AAS obtenido se procede a realizar pruebas de solubilidad en frío y caliente, hasta encontrar el disolvente o la mezcla adecuada.
- j) Una vez encontrado el solvente se procede a purificar por medio de recristalización el AAS obtenido.

DISCUSIÓN.

- a) ¿Por qué una sustancia se vuelve más soluble en un disolvente al aumentar la temperatura?
- b) Haga una lista de los disolventes que encuentra en el laboratorio, ordenándolos desde el más polar hasta el menos polar.
- c) En la presente práctica de laboratorio, ¿para qué se agrega la solución de NaOH?
- d) ¿Qué función cumple la adición de HCl a la fase acuosa?
- e) ¿Es posible predecir, basándose solo en la estructura de una sustancia, el tipo de disolvente que puede servir para disolverla y recristalizarla? ¿se cumple esto con el AAS?