

APÉNDICE II

DESECACIÓN Y AGENTES DESECANTES

DESECACIÓN

La desecación se emplea para extraer la humedad de los líquidos, soluciones y sustancias sólidas.

El grado de desecación de una sustancia depende de su contenido y de la capacidad de adsorción de humedad que poseen los agentes desecantes.

En el laboratorio, las sustancias, son a menudo, desecadas colocándolas dentro de un desecador que contiene un agente desecante.

Desecación de líquidos y soluciones

Para la desecación de líquidos y soluciones en disolventes orgánicos, antes de proceder al secado se debe considerar la naturaleza química de la sustancia que se desea desecar.

El desecante elegido debe cumplir las siguientes condiciones: ser insoluble, no producir reacciones con el disolvente ni con el soluto, no catalizar reacciones de condensación ni de polimerización y, debe tener un elevado poder desecante.

El líquido o la solución se deja en reposo 24 horas en contacto con el desecante, agitando de vez en cuando. Se considera que el líquido está seco cuando al final queda algo del desecante sólido, luego se filtra o se somete a destilación cuando durante el desecado se han formado productos solubles en el disolvente.

Desecación de sólidos

Los sólidos que se obtienen por recristalización se filtran en una trompa al vacío. El residuo que contiene restos del disolvente, se coloca sobre un plato poroso o una luna de reloj. Luego se le acomoda sobre la placa de porcelana del desecador. Se tapa el desecador, hace el

vacío y se deja 24 horas.

Desecación al vacío

La desecación al vacío se emplea para desecar sustancias que son sensibles al calor y/o que retengan fuertemente el disolvente empleado en la recristalización. Para la desecación al vacío se emplean **desecadores de vidrio** cargados con agentes desecantes.

Para desecar cantidades pequeñas se utilizan las **pistolas de desecación**.

Para la desecación se coloca la muestra en la cámara de secado de la pistola. El bulbo de secado se carga con pentóxido de fósforo y se hace el vacío. En el balón se introduce la cantidad suficiente del solvente y se calienta a reflujo. La muestra se calienta con los vapores del solvente. La temperatura de ebullición del solvente no debe producir la fusión o descomposición de la muestra.

Desecación de gases

Los gases se pasan por una columna de secado que contiene un desecante y un soporte inerte como lana de vidrio.

AGENTES DESECANTES

Como agentes desecantes se emplean los siguientes productos: ácido sulfúrico concentrado, cloruro de calcio anhidro, aluminio y magnesio en virutas, gel de sílice, hidróxido de potasio o de sodio fundidos, óxido de aluminio «alumina», óxido de calcio o de magnesio, pentóxido de fósforo, sodio metálico, sulfato de calcio anhidro calcinado, sulfato de cobre anhidro, sulfato de magnesio anhidro y sulfato de sodio anhidro.

Ácido sulfúrico concentrado

Es un deshidratante enérgico que se emplea para cargar desecadores y para secar gases inertes, ácido clorhídrico concentrado, hidrocarburos alifáticos saturados, cloro.

El ácido sulfúrico 95-98% produce corrosiones cáusticas si se le emplea de modo inadecuado. El desecante Merk de ácido sulfúrico contiene 75% de ácido sulfúrico de 95-98% y 25% de un soporte mineral inerte y un indicador que permite visualizar el grado de fijación del agua (violeta-rojizo-amarillo-incoloro)

Aluminio y magnesio en virutas

Se emplean para desecar alcoholes.

Cloruro de calcio anhidro fundido

El cloruro de calcio anhidro fundido se emplea para cargar desecadores. Deseca rápidamente, aunque no por completo. El cloruro de calcio contiene cal libre. Forma combinaciones con los alcoholes, amoníaco, aminas, algunos ésteres y cetonas.

Se emplea para desecar hidrocarburos alifáticos y aromáticos, éteres y derivados halogenados. No se emplea para alcoholes y aminas que con el desecante forman compuestos de adición.

Hidróxido de potasio o de sodio fundidos

Son desecantes básicos de acción rápida. Se utilizan para desecar aminas y sustancias básicas. Son desecantes no regenerables.

Óxido de aluminio “alúmina”

Se emplea para cargar desecadores. Se activa calentando en una mufla a 400-450°C durante 6-8 horas.

Óxido de calcio o de magnesio

Son desecantes básicos que se utilizan para desecar alcoholes y bases orgánicas e hidrocarburos líquidos. No son adecuados para ácidos y ésteres. Se activan calentando en una mufla a 600-900°C durante 6 horas.

Pentóxido de fósforo

Es el agente desecante mas eficaz de todos. Se emplea para cargar desecadores, pistolas de secado y columnas de desecación. Es de manejo difícil y forma una capa de ácido polifosfórico que atenúa su efecto desecante.

El desecante Merck de pentóxido de fósforo, contiene 75% de pentóxido de fósforo y 25% de un soporte inerte con un indicador que permite apreciar visualmente el grado de adsorción de agua (incoloro-verde-azul). El pentóxido de fósforo se utiliza para desecar hidrocarburos, éteres, derivados halogenados y nitrilos. No debe emplearse para alcoholes, ácidos, aminas, aldehidos y cetonas.

Sílica gel

La sílica gel o gel de sílice $(\text{SiO}_2)_x$ se emplea para cargar desecadores sin indicador o con indicador azul. El desecador con indicador permite seguir a simple vista el grado de adsorción de agua. Se activa calentando a 100-150°C durante 24 horas. El color

del indicador de cloruro de cobalto es azul (muestra desecada) y vira al rosa, con muestra húmeda.

Sodio metálico

Se emplea para desecar éteres, hidrocarburos alifáticos saturados, hidrocarburos aromáticos y aminas terciarias. no debe emplearse para alcoholes, ácidos, ésteres, aldehidos, cetonas, derivados halogenados, pirroles y aminas primarias y secundarias.

Sulfato de calcio anhidro calcinado

Es un desecante neutro, de eficacia parecida al pentóxido de fósforo, es regenerable. Solo toma hasta un 6,6% de su peso en agua. Antes de su uso se debe emplear un desecante preliminar. Se activa calentando a 250°C durante 6 horas.

El sulfato de calcio anhidro se puede obtener a partir de yeso calcinando a 240–250°C durante 3-4 horas.

Sulfato de cobre anhidro

Es un desecante neutro de color blanco, como desecante toma hasta 5 moles de agua para dar el pentahidrato de color azul. Se utiliza para desecar alcoholes y también para detectar agua en líquidos orgánicos.

Se activa calentando a 240°C durante 6 horas.

Sulfato de magnesio anhidro

Es un desecante neutro y muy eficaz. Se emplea para desecar alcoholes ésteres, éteres, cetonas, aldehidos, ácidos grasos, derivados halogenados, nitrilos, etc. Se activa calentando a 250°C durante 6 horas.

Sulfato de sodio anhidro

Es un desecante neutro, lento pero eficaz. Adecuado para desecar compuestos fácilmente descomponibles, como ácidos grasos, aldehidos, cetonas, halogenuros de alquilo. Se activa calentando a 240°C.

SOLVENTES Y DESECANTES

Solventes	p. eb.°C	Desecantes
Acetato de etilo	77	K_2CO_3 , Na_2SO_4 , $MgSO_4$
Acetona	56	$CaCl_2$, K_2CO_3 , $MgSO_4$
Benceno	80	$CaCl_2$, Na, destilación
1-Butanol	118	K_2CO_3 , destilación
2-Butanol	100	K_2CO_3 , destilación
ter-Butanol	82	CaO, congelación
Ciclohexano	81	Na_2SO_4 , $LiAlH_4$, Na
Cloroformo	61	$CaCl_2$, P_2O_5
Dicloro metano (clouro de metileno)	40	$CaCl_2$, Na_2SO_4
1,2-Dioxano	101	$CaCl_2$, Na
Disulfuro de carbono	46	$CaCl_2$, Na_2SO_4 , P_2O_5
Etanol	78	CaO, MgO, Mg
Eter di etílico	35	$CaCl_2$, Na, $LiAlH_4$
Glicerina	290	Destilación
Glicol etilénico	197	Na_2SO_4 , destilación
Glicol propilénico	188	Destilación
n-Hexano	69	P_2O_5 , Na, $LiAlH_4$
Metanol	65	CaO, Mg
Metiletil cetona	80	$CaCl_2$, K_2CO_3
n-Pentano	36	P_2O_5 , Na
Piridina	115	BaO, KOH
1-Propanol	97	CaO, Mg
2-Propanol	82	CaO, Mg
Tetracloruro de carbono	77	$CaCl_2$, P_2O_5 , destilación
Tolueno	111	$CaCl_2$, Na, destilación
Tricloro etileno	87	Na_2SO_4 , K_2CO_3 , destilación
Xilenos	137-140	$CaCl_2$, Na, destilación