

EXPERIMENTO 7

TÉCNICAS DE EXTRAÇÃO

1.1. Fundamentação teórica

A extração é um processo de separação de compostos que consiste em transferir uma substância da fase na qual essa se encontra (dissolvida ou em suspensão) para outra fase líquida. Quando um soluto "A", contido no solvente 1, é agitado com um segundo solvente 2, imiscível com o primeiro, o soluto se distribui entre as duas fases líquidas. Após a separação das fases, estabelece-se uma situação de equilíbrio em que a relação das concentrações do soluto nas duas fases é uma constante K, chamada de coeficiente de partição, dada por:

$$K = \frac{C_1}{C_2}$$

onde C_1 e C_2 são as concentrações do soluto "A" nos solventes 1 e 2.

O coeficiente de partição depende da natureza dos solventes usados e da temperatura. O soluto passa para o segundo solvente em uma quantidade determinada porque segue sendo solúvel no primeiro e porque pode saturar o segundo. Assim sendo, escolhe-se como solvente extrator um que solubilize o soluto muito mais que o solvente original. Na maior parte dos casos quanto maior a temperatura do solvente maior a solubilidade.

A eficiência da extração está diretamente relacionada com a quantidade de solvente empregado e principalmente com o número de vezes (ciclos) que a extração é repetida. Assim, ainda que o volume final de solvente extrator a ser empregado seja o mesmo (por exemplo, 50 mL) obtém-se maior quantidade de soluto extraído realizando 2 ou 3 extrações com volumes menores (por exemplo, duas extrações com 15 mL e uma com 20 mL) que uma única com o volume total do solvente.

Extração contínua: É comumente utilizada nos casos onde a solubilidade do soluto é baixa, ou quando é necessário maximizar a extração do soluto. Para tanto, um aparelho muito utilizado para este fim é o Extrator de Soxhlet, representado na Figura 7.1.

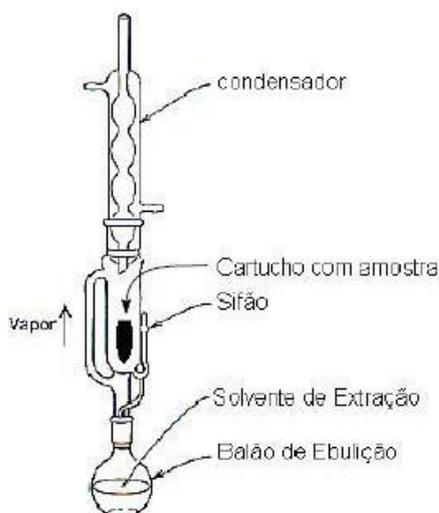


Figura 7.1 - Extrator Soxhlet

O extrator Soxhlet é utilizado para a extração de óleos não voláteis presentes em amostras sólidas e a eficiência do método depende: das propriedades e natureza do material a ser extraído, polaridade do solvente, ligação dos materiais de interesse com outros componentes, circulação do solvente através da amostra, tamanho das partículas, umidade da amostra, velocidade de refluxo e quantidade relativa de solvente.

O processo utiliza geralmente um solvente quente, a amostra é colocada em um cilindro poroso, confeccionado de papel de filtro resistente, que é colocado no interior do aparelho de Soxhlet. Um balão é conectado contendo o solvente de extração e um condensador de refluxo. Após a montagem devida, o balão contendo o solvente para extração é aquecido. O vapor do solvente sobe pela conexão e ao entrar em contato com o condensador se liquefaz caindo no cilindro, o qual contém a amostra, que é lentamente preenchido pelo solvente. Estando o cilindro, contendo a amostra, completamente preenchido pelo solvente, já com a substância a ser extraída, é sifonado para o balão onde se encontrava o solvente, quando puro, e o processo se reinicia até que a extração seja completada.

Extração líquido-líquido: Nessa técnica, a separação está relacionada com a distribuição diferenciada do soluto nas duas fases imiscíveis em contato. A amostra líquida contendo o soluto de interesse é misturada com o solvente da extração, assim o soluto vai se distribuir de forma desigual entre o solvente de extração e o diluente inicial, passando preferencialmente para o solvente de extração. O solvente e o diluente devem ser os mais imiscíveis possível.

Na extração líquido-líquido o diluente que contém o soluto a extrair é misturado com o solvente de extração, que deve ser o mais imiscível possível com o diluente. Assim, são produzidas duas fases, solvente de extração e diluente. O solvente selecionado para o processo de extração deve ter grande afinidade com o soluto, de tal modo que, no processo de mistura, a transferência de massa ocorra no sentido que o soluto fique preferencialmente

retido no solvente de extração. Em seguida, deve-se deixar a mistura em repouso para separar as duas fases praticamente imiscíveis e, por diferença de densidade, serão produzidos extrato (solvente de extração contendo o soluto) e o resíduo (diluente).

1.2. Objetivo

Demonstrar o funcionamento de um extrator de Soxhlet, separar compostos orgânicos através de extração sólido-líquido e extração líquido-líquido.

1.3. Materiais

Balão de fundo redondo de com boca esmerilhada, aparelho de Soxhlet, papel de filtro, manta de aquecimento, balão de separação, suporte universal e garras.

1.4. Reagentes

Amostra contendo material a ser extraído e solventes apropriados para realizar a extração.

1.5. Procedimento

1.5.1. Extração de Soxhlet

- a) Pese a amostra em um béquer.
- b) Com o auxílio do papel de filtro, faça um cartucho com diâmetro inferior ao do copo do extrator e altura inferior à do sifão. É importante que o cartucho tenha a parte inferior totalmente fechada.
- c) Coloque a amostra no cartucho.
- d) Feche a parte superior do cartucho (para fechar o cartucho na sua parte superior pode-se usar uma pequena quantidade de algodão, a fim de evitar a perda de material por dispersão através do papel).
- e) Introduza o cartucho no extrator Soxhlet e faça a montagem do equipamento.
- f) Em uma proveta, meça o volume necessário de solvente.
- g) Coloque 5 pérolas de vidro no balão de fundo redondo, a fim de evitar a ebulição branda, e transfira para ele o solvente contido na proveta.
- h) Coloque o balão novamente no sistema e verifique se todas as partes estão bem encaixadas.
- i) Ligue o aquecedor, deixando o sistema interagir.

- j) Após o número de refluxos necessários desligue o sistema e deixe esfriar.
- k) Transfira o material extraído para um recipiente adequado.

1.5.2. Extração líquido-líquido

- a) Meça 10 mL da solução aquosa, contendo o soluto de interesse, com o auxílio de uma proveta e transfira para o funil de decantação. **Antes, tenha certeza que a torneira esteja fechada.**
- b) Meça 10 mL de solvente orgânico com o auxílio de uma proveta e transfira para o funil de decantação. Observe que as fases orgânica e aquosa não se misturam.
- c) Feche o funil de decantação com rolha apropriada.
- d) Com uma das mãos segure a rolha para ter certeza que não soltará e com a outra mão segure a torneira.
- e) Em seguida, inverta o balão de ponta-cabeça fazendo um ângulo de 45° e agite vigorosamente com movimentos circulares.
- f) Incline a parte inferior do funil para cima e abra lentamente a torneira, para deixar sair os gases que possam ser formados. **Tome o máximo de cuidado para não dirigir a saída dos vapores para si ou para seus colegas.**
- g) Prenda o funil de decantação com uma garra de argola com um bequer ou erlenmeyer afixado logo abaixo da saída do funil.
- h) Espere que as duas fases se separarem (a fase aquosa deverá ser a camada inferior e a orgânica será a superior).
- i) Abra a tampa da parte superior e separe as duas fases abrindo a torneira.
- j) Transfira a fase orgânica pela tampa do funil de decantação para um bequer.
- k) Recoloque a fase aquosa dentro do funil de decantação e adicione mais 10 mL de solvente.
- l) Separe novamente as fases. Faça esse processo ao todo 3 vezes.
- m) Faça os testes necessários para avaliar a eficiência do processo.

DESTILAÇÃO POR ARRASTE A VAPOR

É um método de isolamento e purificação de substâncias orgânicas voláteis e imiscíveis em água. Esta operação envolve codestilação da substância a purificar com a água e tem como principal vantagem o fato da mistura entrar em ebulição a uma temperatura

inferior ao ponto de ebulição da água, uma vez que o vapor, imiscível a uma dada temperatura, é constituído dos produtos da mistura e a pressão total deste vapor é a soma das pressões parciais segundo a Lei de Dalton:

$$P = p_1 + p_2 + p_3 \dots p_n$$

Quando a pressão P se iguala à pressão externa, a mistura entra em ebulição e o vapor condensado será a mistura dos produtos de pressão $p_1, p_2, p_3, \dots p_n$. A destilação por arraste a vapor (ou corrente de vapor) é bastante utilizada na purificação de substâncias que se decompõem a temperaturas elevadas, bem como na separação de uma mistura reagente que contém outros compostos não voláteis. É também utilizada para a extração de certos óleos voláteis de plantas, e na manufatura de perfumes e cosméticos, a partir de flores e plantas em geral. Para que uma substância possa ser arrastada por vapor d'água, é necessário que ela seja insolúvel ou pouco solúvel em água, não sofra decomposição em água quente e possua considerável pressão de vapor (maior do que 5mmHg a 100°C). A Figura 7.2 apresenta uma montagem de destilação por arraste a vapor.

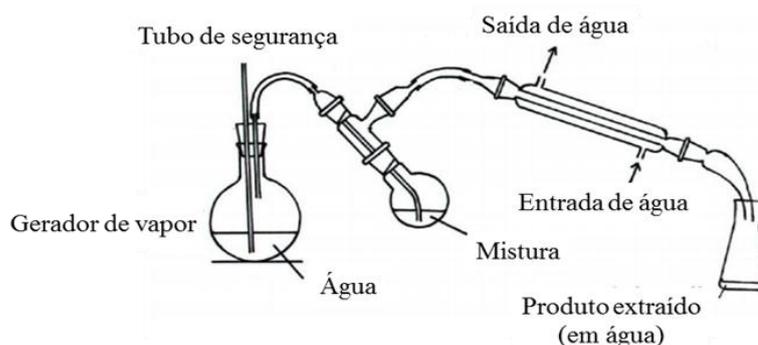


Figura 7.2 - Montagem para destilação por arraste a vapor

Procedimento

- Adicione ao balão gerador de vapor um volume de água correspondente à metade de sua capacidade.
- No outro balão, coloque o material de interesse. Para maior eficiência, utilize o material o mais particulado possível.
- Aqueça o sistema e colete frações até que a solução saia inteiramente límpida, ou quando o termômetro acusar 100°C (p.e. água).
- Quando terminar a destilação é necessário retirar a rolha do balão gerador de vapor antes de interromper o aquecimento, para evitar refluxo do material do balão que contém a amostra para o balão gerador de vapor.