

PRÁTICA 07

EXTRAÇÃO CONTÍNUA E EXTRAÇÃO LÍQUIDO-LÍQUIDO

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 recebe a adição de um segundo solvente 2, imiscível, e a mistura é homogeneizada por agitação, o soluto A 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 definida por 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, respectivamente.

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 solvente que solubilize o soluto muito mais que o solvente original (solvente 1). Na maior parte dos casos quanto maior a temperatura maior a solubilidade do soluto A no solvente 2 (que deve ter maior afinidade pelo soluto do que o solvente 1).

A eficiência da extração está diretamente relacionada com a quantidade de solvente empregado e, principalmente, com o número de vezes (ciclos) em 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) do 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 1. 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.

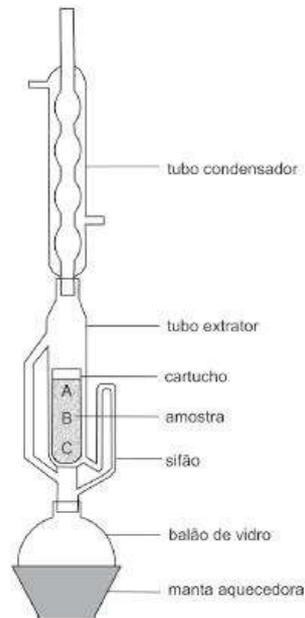


Figura 1. Aparato extrator Soxhlet.

O processo utiliza geralmente um solvente a quente e a amostra é colocada em um cilindro (cartucho) poroso, confeccionado de papel de filtro resistente, que é, por sua vez, colocado no interior do aparelho de Soxhlet. Um balão é então conectado contendo o solvente de extração e um condensador de refluxo. Com o aparato devidamente montado, 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 na parte superior do cartucho, o qual contém a amostra, que é lentamente enchido pelo solvente. Estando o cartucho, com a amostra, completamente cheio, o solvente, já com a substância a ser extraída, é sifonado para o balão onde encontrava-se o solvente, até então puro. O processo se reinicia até que a extração seja completada.

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

A extração é normalmente escolhida quando a separação por destilação é difícil, ou seja, em misturas azeotrópicas ou de volatilidade relativa próxima da unidade. Outra situação onde faz sentido recorrer à extração é no tratamento de misturas aquosas pouco concentradas.

Na extração líquido-líquido o diluente que contém o soluto a extrair é misturado com o solvente do processo, o qual deve ser o mais imiscível possível com o diluente. Como resultado desse processo produzem-se duas fases, uma rica no solvente e outra rica no diluente. O solvente que se seleciona 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 na fase do solvente adicionado. Em seguida deve-se deixar repousar a mistura para separar as duas fases praticamente imiscíveis e, por diferença de densidade, serão produzidos extrato e o resíduo.

Objetivo

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

Materiais

Balão de fundo redondo de com boca esmerilhada, aparelho de Soxhlet, papel de filtro, manta de aquecimento, funil de separação, coluna de destilação fracionada, condensador reto, conexões para destilação simples e fracionada, termômetro, suporte universal e garras.

Reagentes

Amostra contendo material a ser extraído em extrator Soxhlet e solventes apropriados para realizar a extração. Solução contendo um componente não volátil e outro volátil para separação por destilação simples. Mistura de líquidos voláteis a serem separados por destilação fracionada.

Procedimento

Extração em aparelho 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 severa, 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.

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 béquer 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 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 béquer.
- 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.