

Método para Separação de Misturas

Extração Contínua Sólido-Líquido

A extração contínua sólido-líquido é um método utilizado na purificação e separação dos componentes de uma mistura. A partir deste método é possível isolar um componente puro a partir de uma mistura, através da separação deste componente dos outros constituintes. Além deste método, vários outros podem ser usados para esta finalidade, baseados nas diferenças de propriedades físico-químicas dos componentes da mistura, por exemplo, sublimação, filtração, decantação, evaporação, vários tipos de destilação para a purificação de compostos líquidos, recristalização.

No processo de extração contínua, transfere-se o material a ser estudado de um sistema sólido (por exemplo, uma planta) para uma fase líquida. A Figura 6.1 mostra um esquema de um equipamento para a extração contínua usando um aparelho de Soxhlet. O solvente é aquecido no balão até entrar em ebulição. O vapor formado sobe pelo tubo lateral até o condensador, onde sofre condensação, gotejando no extrator e cobrindo o cartucho. Quando o nível do solvente atingir o sifão, o solvente é sifonado pelo braço lateral, levando consigo as substâncias solúveis. O processo se repete enquanto o sistema ficar em aquecimento (algumas horas), com o objetivo de enriquecer o solvente no componente que se deseja separar. Após resfriamento, o solvente pode ser evaporado por destilação e reciclado. Vários solventes podem ser usados sucessivamente, aumentando a polaridade, para a extração de uma mesma amostra. Cada fração contendo substâncias de polaridades diferentes poderá ser analisada posteriormente (atividade biológica, purificação por cromatografia, etc).

O processo é usado quando se quer evitar o uso de grandes quantidades de solvente para extrair pequenas quantidades de material. Usando o Soxhlet, uma quantidade mínima de solvente é suficiente para uma extração eficiente. Uma pequena desvantagem é que a temperatura do líquido no extrator é diferente do seu ponto de ebulição. Portanto, a extração com um líquido em temperatura menor é um pouco mais demorada.

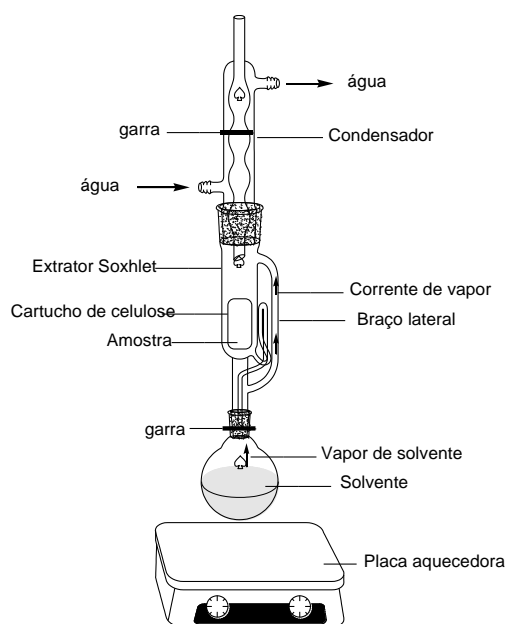


Figura 6.1. Esquema de um sistema para extração utilizando Soxhlet.

PARTE EXPERIMENTAL

Objetivo: Utilizar o aparelho de Soxhlet para a extração de componentes de vegetais.

Materiais e reagentes: Balança, vidro de relógio, balão de fundo redondo de 250 mL, aparelho de Soxhlet, pérolas de vidro, condensador de bolas, placa ou manta aquecedora, garras e mufas, suporte universal, cartucho de papel filtro, acetona ou benzina, proveta de 100 mL, béquer de 250 mL, espinafre ou outro vegetal, frasco e etiqueta.

Procedimento:

- a) Meça o volume de acetona necessário a execução do experimento com o auxílio de uma proveta.
- b) Coloque o solvente dentro do balão, incluindo as pérolas de vidro e coloque o balão contendo o solvente na manta, fixando-o com uma garra.
- c) Determine a massa da maior quantidade de sementes de urucum que o cartucho apropriado do aparelho de Soxlet poderá conter.
- d) Introduza no extrator o cartucho de papel filtro contendo as sementes e adapte-o ao balão.
- e) Em seguida, conecte o condensador de refluxo, prenda-o ao suporte utilizando a mufa e a garra, e ligue a água de resfriamento com fluxo médio. Observe a posição da entrada e saída de água no condensador de bolas.
- f) Ligue o aquecimento e observe. Comece com uma temperatura baixa (1-2) e vá aquecendo gradativamente *se necessário*.
- g) Proceda a extração, deixando que a acetona passe pelo Soxlet por 3 vezes.
- h) Completada as três extrações, deixe resfriar o sistema por alguns minutos.

Questões:

- 1) Por que a extração contínua sólido-líquido é considerada uma extração múltipla?
- 2) Qual o objetivo do condensador de refluxo?
- 3) Qual o objetivo de se colocar pérolas de vidro ou pedaços de porcelana dentro do balão?
- 4) Qual modificação do aparelho poderia ser feita para que a extração fosse realizada com o solvente bem próximo do seu ponto de ebulição?
- 5) Suponha que você deseje realizar uma extração de um determinado componente de um vegetal. Qual tipo de substâncias seria extraído com hexano? E com acetona?

Dados: PE da acetona: 58°C; PE do etanol: 78,4°C; PE do hexano: 68°C..

Referência Bibliográfica

H. G. O. Becker et al., *ORGANIKUM Química Orgânica Experimental*, Fundação Calouste Gulbenkian, 2ª Edição, Lisboa, 1997.

A.I. Vogel Química Orgânica vol. 1, *Análise Orgânica Qualitativa*, Livro Técnico S.A. 1ª Edição, Rio de Janeiro, 1971.