

TÉCNICAS DE EXTRACCIÓN CON DISOLVENTES ORGANICOS

OBJETIVOS

- Conocer la técnica de extracción como método de separación y purificación de sustancias integrantes de una mezcla.
- Elegir los disolventes adecuados para un proceso de extracción.
- Realizar diferentes tipos de extracción con disolventes orgánicos.

ANTECEDENTES

- Extracción líquido – líquido. Coeficiente de distribución o de reparto.
- Métodos de extracción: simple y múltiple.
- Disolventes orgánicos empleados para la técnica de extracción. Sus características físicas y químicas.
- Emulsiones. Diversas formas para romper emulsiones.
- Agentes desecantes.
- Extracción sólido – líquido. Extracción continua por el método de Soxhlet, sus características, ventajas y aplicaciones.
- Extracción por reflujo directo, sus características, ventajas y aplicaciones.

INFORMACIÓN

- La extracción es una técnica de separación y purificación para aislar una sustancia de una mezcla sólida o líquida en la que se encuentra, mediante el uso de un disolvente.
- La extracción puede clasificarse dependiendo del estado físico de los materiales: sólido-líquido o líquido-líquido. Por sus características, la extracción puede ser *continua* o *discontinua*.
- En la extracción líquido- líquido, el compuesto se encuentra disuelto en un disolvente A y para extraerlo se usa un disolvente B, inmisible en el primero. Cuando se usa un embudo de separación, las dos fases A y B se agitan entre sí, con lo que el compuesto se distribuye entre las dos fases de acuerdo con sus solubilidades en cada uno de los dos líquidos. Cuando las dos fases se separan en dos capas, se dará un equilibrio tal entre la concentración del soluto en cada capa, a una temperatura dada, que la razón de la concentración del soluto en cada capa viene dado por una constante, llamada *coeficiente de distribución o de partición*, K , que es entonces definido por:

$$K = C_A / C_B$$

donde C_A es la concentración en gramos por litro del compuesto en el disolvente A y C_B es la concentración del mismo en el disolvente B (a una temperatura dada).

- d) Los disolventes orgánicos utilizados en extracción deben tener baja solubilidad en agua, alta capacidad de solvatación hacia la sustancia que se va a extraer y bajo punto de ebullición para facilitar su eliminación posterior.
- e) Cuando el coeficiente de reparto es muy pequeño y se necesita un número grande de extracciones para aislar el compuesto deseado, es preferible emplear un aparato de *extracción continua líquido-líquido*. Para esto existen dos tipos de aparatos: uno para cuando se usa un disolvente más ligero que el agua (por ejem. éter) y otro diferente cuando el disolvente es más pesado que el agua (por ejem. cloroformo o diclorometano).
- f) La extracción sólido-líquido, se emplea cuando la sustancia que se desea extraer está contenida en un material sólido, junto con otros componentes, los cuales deberán ser prácticamente insolubles en el disolvente utilizado. Es muy usada para aislar sustancias naturales de origen vegetal, o bien, de mezclas resinosas obtenidas por síntesis. Para esto, se suele emplear un aparato Soxhlet, que es un aparato de *extracción continua* (Ver la Figura 1 y el experimento correspondiente).
- g) También puede emplearse un método directo, calentando el sólido junto con el disolvente en un matraz y colocando un refrigerante en posición vertical para que se condense el disolvente que está hirviendo y no se pierda. (A esta operación se le llama *calentamiento a reflujo*), hasta que el producto deseado se encuentre disuelto en dicho disolvente (Ver la Figura 2).

DESARROLLO EXPERIMENTAL

MATERIAL POR ALUMNO

Matraz redondo fondo plano 125 ml	1	Agitador de vidrio	1
Refrigerante p/agua c/mangueras	1	Büchner con alargadera	1
T de destilación	1	Kitasato de 250 ml * c/manguera	1
Colector	1	Embudo de vidrio	1
Embudo de separación Quickfit con tapón	1	Tubos de ensayo 16 x 150 mm.	9
Matraz Erlenmeyer de 50 ml *	2	Vidrio de reloj	1
Matraz Erlenmeyer de 125 ml *	2	Espátula	1
Vaso de pp. de 150 ml *	2	Recipiente eléctrico para B.M.	1
Vaso de pp. de 250 ml *	2	Recipiente de peltre	1
Pipeta de 10 ml *	1	Pinza de tres dedos con nuez	2
Probeta de 25 ml *	1	Gradilla	1
* Graduado			
- Opcional: embudo de separación de 250 ml con tapón			1

EXTRACCIÓN CONTINUA EN SOXHLET (Asignarla a un alumno)

Equipo Soxhlet con cámara de extracción y refrigerante para agua, con mangueras	1
Matraz redondo fondo plano de 500 mL, boca 24/40	1
Dedal para Soxhlet o papel filtro	1
Pinza de tres dedos con nuez, grande	2
Parrilla eléctrica con agitación	1
Barra magnética	1
* También puede usarse matraz de bola de 500 mL., canastilla eléctrica y reóstato	

EXTRACCIÓN DIRECTA A REFLUJO (Asignarla a un alumno)

Matraz redondo de 500 mL, boca 24/40	1
Refrigerante para agua, boca 24/40, con mangueras	1
Pinzas de tres dedos con nuez, grande	2
Parrilla eléctrica con agitación	1
Barra magnética	
* También puede usarse matraz de bola de 500 mL., canastilla eléctrica y reóstato	1

MATERIAL ADICIONAL

Rotavapor	1
Lámpara de luz U.V. con gabinete	1

SUSTANCIAS Y REACTIVOS

Cloruro de metileno	Yodo metálico
Éter etílico	
Acetona	Hidroquinona
Agua destilada	
Sulfato de sodio anhidro	
Cloruro de sodio Q.P.	

PROCEDIMIENTO**1. EXTRACCIÓN LÍQUIDO - LÍQUIDO****1 A).- EXTRACCIÓN SIMPLE Y MÚLTIPLE**

Al alumno se le proporcionará una muestra de 30 mL. de solución yodoyodurada a la que se le va a extraer el yodo. Con base a la información de la tabla (Nota 1) seleccione el disolvente adecuado para realizar la extracción del yodo.

Disolvente	Densidad g/mL.	Punto de ebullición	Solubilidad en g/100 mL. H ₂ O
Cloruro de metileno	1.336	39.0°C	2 ^{20°}
Acetona	0.792	56.5°C	∞
Etanol	0.785	78.4°C	∞

¿Cuál de estos disolventes, al mezclarse con agua, formará dos fases inmiscibles?

Una vez seleccionado el disolvente adecuado para extraer, diseñe y realice una extracción simple y una extracción múltiple con el disolvente orgánico.

Para esto, tome un volumen de 30 mL. del disolvente elegido y divídalo en 2 porciones de 15 mL. cada una.

- Extracción simple: utilice todo el disolvente (15 mL.) en una sola operación de extracción.
- Extracción múltiple: divida el disolvente (15 mL.) en varias porciones iguales (5 mL. c/u) para hacer extracciones sucesivas.

Con toda la información anterior, describa ahora la manera de hacer las extracciones.

Extracción simple:

Extracción múltiple:

Utilice el embudo de separación para hacer las extracciones (Nota 2). Utilice 15 mL. de solución yodoyodurada para cada tipo de extracción. Sujete el embudo de separación a un soporte, por medio de las pinzas de tres dedos. Cerciórese de que la llave esté cerrada, agregue la solución yodoyodurada y luego el disolvente para extraer. Coloque el tapón al embudo y agite moderadamente. Disminuya la presión interna del mismo después de cada agitación. Coloque en su posición normal, quite el tapón y deje reposar hasta que haya separación de las fases.

Reciba las fases orgánicas y acuosas de la extracción simple y múltiple por separado en matraces Erlenmeyer de 25 ó 50 mL. Después de realizar los dos tipos de extracción, compare cualitativamente la intensidad de la coloración de las fases orgánica y acuosa obtenidas en cada caso. Recuerde que a mayor intensidad del color, mayor concentración del soluto disuelto y viceversa.

Anote sus resultados indicando cuál de los dos procedimientos permite extraer mayor cantidad de yodo.

Notas:

1. El valor 2^{20} significa que 2 g. de cloruro de metileno son solubles en 100 mL. de agua a una temperatura de 20°C.
2. La manipulación correcta del embudo para las extracciones deberá ser indicada por el profesor. Si el embudo tiene llave de vidrio, revise que la llave esté bien lubricada y que tenga buen ajuste. Si tiene llave de teflón, no es necesario engrasarla.

1 B).- EXTRACCIÓN DE UNA SUSTANCIA PROBLEMA

A cada alumno se le darán 15 mL. de una solución problema, de la que deberá ser extraído el soluto contenido en ella, con 15 mL. de éter dietílico. Antes de proceder, conteste las siguientes preguntas:

- a) ¿Cuál es la densidad del éter? _____
- b) ¿En qué capa quedará la fase etérea? _____
- c) ¿En qué capa quedará la fase acuosa? _____

Efectúe una extracción múltiple, dividiendo los 15 mL. de éter en 2 ó 3 porciones. Junte las fracciones etéreas en un vaso de precipitados de 150 mL., decántelas a otro vaso de precipitados limpio y seco, cuidando que no caigan las gotas de agua que se separan en el primero. Agregue sulfato de sodio anhidro para secar y filtre por algodón en un embudo de filtración rápida, recibiendo en un matraz redondo de fondo plano, para destilar a sequedad en un baño-maría. (Nota 3).

Pese el compuesto recuperado (Nota 4) y escriba sus datos en el cuadro siguiente:

Volumen de la solución problema	Volumen del disolvente	Número de extracciones	Peso de la sustancia recuperada

Notas:

- Es preferible dejar unos 5 mL. de solución en el matraz, vaciar a un vidrio de reloj y terminar de evaporar el éter en la campana.
- No toque la sustancia con las manos, porque es muy corrosiva. En caso de tener contacto con ella, lávese las manos inmediatamente con agua en abundancia.

2. EXTRACCIÓN SÓLIDO-LÍQUIDO**2 A).- EXTRACCIÓN CONTÍNUA EN SOXHLET**

Monte el equipo que se muestra en la figura 1.

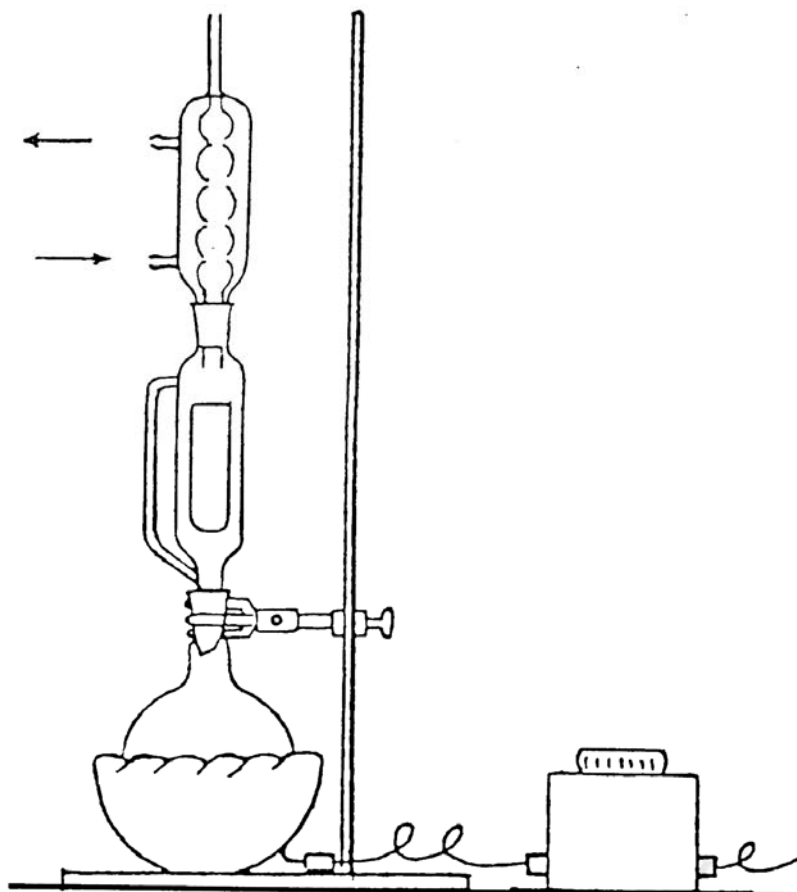


Figura 1. Extracción continua en Soxhlet

En el matraz redondo de 500 mL coloque 300 mL de acetato de etilo y una barra magnética (nota 5). Llene el dedal de celulosa con el material que va a emplear, molido o cortado en pequeños trozos y colóquelo en la cámara de extracción. Caliente cuidadosamente hasta la ebullición del acetato de etilo, cuyos vapores deberán condensarse en el refrigerante para caer sobre el té limón. En el momento en que la cámara de extracción se llena con el disolvente y llega a la parte superior del sifón, el disolvente drena hacia el matraz. Este proceso se repite continuamente de tal manera que cada vez se extrae mayor cantidad del aceite esencial.

El número de descargas del extracto puede variar en función de la cantidad y calidad de la muestra. Haga el seguimiento mediante ccf, cuando no aparezca aceite en el extracto, se dará por terminada la extracción.

Al finalizar, desmonte el equipo y seque el extracto con sulfato de sodio anhidro, decante y destile el disolvente mediante una destilación simple o en el Rotavapor, dejando aproximadamente 5 mL de cola de destilación, que es el extracto más concentrado. Colóquelo en un vial y utilícelo posteriormente para realizar una ccf para comprobar el grado de pureza del extracto obtenido. (Notas 6 y 7).

2 B).- EXTRACCIÓN DIRECTA A REFLUJO

Monte el equipo que se muestra en la figura 2.

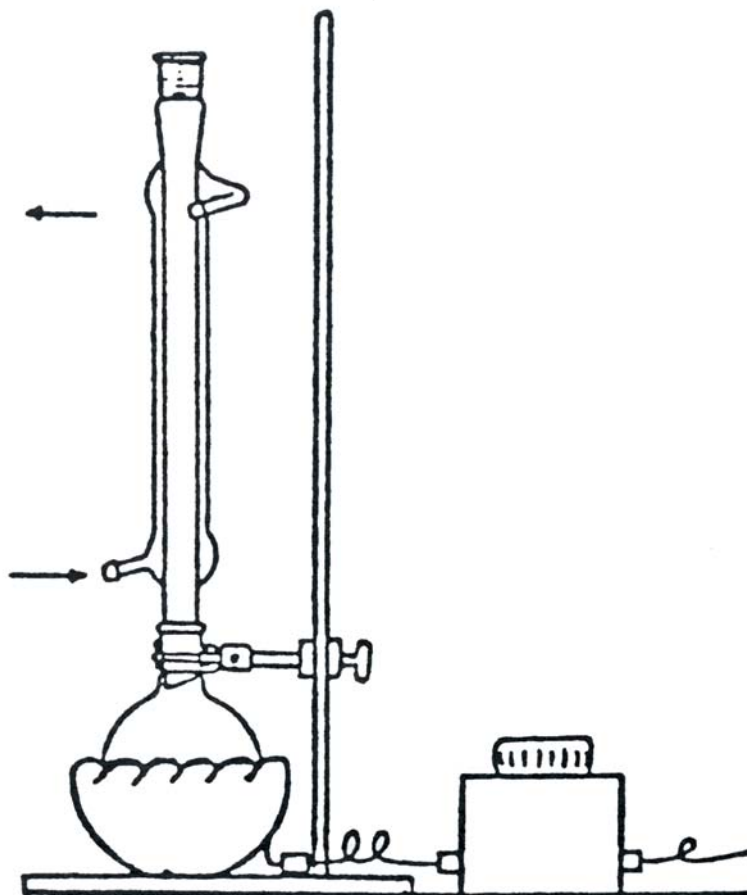


Figura 2. Extracción directa a reflujo

Coloque en el matraz redondo de 500 mL, 300 mL de acetato de etilo y 65 g de té limón cortado en trozos. Caliente a reflujo durante 30 minutos para extraer el aceite esencial. El tiempo de reflujo se cuenta a partir de que cae la primera gota de disolvente condensado. Desmonte el equipo y decante o filtre el extracto obtenido. Séquelo con sulfato de sodio anhidro y decántelo en un matraz limpio y seco.

Destile el disolvente en un equipo de destilación simple o en el Rotavapor. Deje aproximadamente 5 mL de residuo de destilación, obteniéndose así el extracto más concentrado. Colóquelo en un vial y utilícelo posteriormente para realizar una ccf para comprobar el grado de pureza del extracto obtenido. (Notas 6 y 7).

Notas:

5. Para calentar utilice canastilla eléctrica o parrilla con agitación magnética.
6. Eluya con mezcla de hexano-acetato de etilo (1:1). Haga varias aplicaciones, de 6 a 8, dejando secar entre una y otra aplicación. Revele con luz ultravioleta y luego con yodo. Anote sus observaciones. Dibuje e interprete la cromatoplaqueta revelada.
7. Además de comprobar el grado de pureza de los extractos en cada uno de los experimentos, también se pueden comparar entre sí los aceites obtenidos por otros métodos o a partir de otras sustancias, para ver las diferencias en sus Rf. Para ello, aplique las muestras en la misma cromatoplaqueta.

MANEJO DE RESIDUOS

RESIDUOS	CANTIDAD
D1. Residuos de diclorometano yodo- yodurado	
D2. Residuos acuosos yodo-yodurados	
D3. Residuos etéreos fenólicos	
D4. Residuos acuosos fenólicos	
D5. Sulfato de sodio húmedo	

D1 y D3: Recuperar el disolvente por destilación.

D2: Adsorber con carbón activado y desechar neutro.

D5: Secar y empacar para incineración. Si está limpio se puede reutilizar.

CUESTIONARIO

- a) Explique en qué consiste una extracción.
- b) Diga cómo pueden clasificarse las técnicas de extracción.
- c) Explique en qué consisten las extracciones líquido-líquido.
- d) Explique en qué consisten las extracciones sólido-líquido.

- e) Con base en los resultados experimentales, diga cuál es la mejor técnica de extracción: la simple o la múltiple. Fundamente su respuesta.
- f) ¿En que casos debe utilizarse la extracción múltiple?
- g) Diga cuáles fueron sus resultados en el experimento de extracción de una muestra problema.
- h) ¿En qué casos conviene emplear el método de extracción continua?
- i) Describa el proceso de extracción continua en Soxhlet y sus características.
- j) Después de realizar una extracción, se tiene la sustancia problema disuelta en un disolvente. Diga cómo se puede aislar esta sustancia.
- k) Diga cual de los siguientes sistemas de disolventes son factibles para la extracción. Explique además, de acuerdo a su densidad, en que fase quedarían ubicados los disolventes.
- a) *n*-Hexano-agua
 - b) Tolueno-agua
 - c) Ac. acético-agua
 - d) Ac. clorhídrico-agua
- l) ¿Cuál es la toxicidad de las sustancias utilizadas en éste experimento?

BIBLIOGRAFÍA

- a) Bates R.B. y Schaefer J.P. Técnicas de Investigación en Química Orgánica, Prentice-Hall Internacional, Madrid, 1977.
- b) Domínguez X.A. y Domínguez S., X.A., Química Orgánica Experimental. Limusa-Noriega, México, 1990.
- c) Fessenden R.J. and Fessenden J.S. Organic Laboratory Techniques. Brooks/Cole , USA., 1993.
- d) Moore J.A. and Dalrymple D.L. Experimental Methods in Organic Chemistry. W. B. Saunders, (USA), 1976.
- e) Pavia, D. L., Lampman, G. M. and Kriz, G. S., Introduction to Organic Laboratory Techniques. Saunders College, Fort Worth, 1988.
- f) Vogel A.I. Practical Organic Chemistry, 5^a ed.. Longman Scientific & Technical, London, 1989.
- g) Ávila Z. G. *et al.* Química Orgánica, Experimentos con un enfoque ecológico, Dirección General de Publicaciones y Fomento Editorial, UNAM, México, 2001.