

EXPLICACIÓN DE LA OPERACIÓN DE EXTRACCIÓN

La extracción Soxhlet se fundamenta en las siguientes etapas: 1) colocación del solvente en un balón. 2) ebullición del solvente que se evapora hasta un condensador a reflujo. 3) el condensado cae sobre un recipiente que contiene un cartucho poroso con la muestra en su interior. 4) ascenso del nivel del solvente cubriendo el cartucho hasta un punto en que se produce el reflujo que vuelve el solvente con el material extraído al balón. 5) Se vuelve a producir este proceso la cantidad de veces necesaria para que la muestra quede agotada. Lo extraído se va concentrando en el balón del solvente.

A continuación se tratará de explicar estas etapas de forma pormenorizada, realizando aclaraciones especiales cuando sean necesarias. Se debe auxiliar la lectura con la Figura N° 1 que se halla a la derecha.

Preparación de la muestra. La operación comienza por la preparación de la muestra. Cada sistema de trabajo tiene su manera de preparar la muestra. Con frecuencia debe ser dividida en fragmentos de mayor o menor tamaño. En el caso de la madera se la muele en molino de cuchillas hasta que el 90% del material pase por malla de 40 mesh. Con esta muestra así alistada se carga el cartucho de extracción.

Cartuchos: Este cartucho consiste en un recipiente cilíndrico con base semi esférica para que apoye perfectamente en la base del equipo extractor y sea además más resistente. Los materiales más utilizados son el algodón prensado y la porcelana porosa¹, Figura N° 2. Los primeros son más económicos pero menos durables. Los de porcelana, además, se pueden lavar periódicamente con mezcla sulfocrómica. Los de algodón se van contaminando con el tiempo con los extractivos. En el caso de sustancias que contienen taninos, como la madera y muchos otros vegetales, van quedando marrón rojizo². Es conveniente lavarlos con un solvente de polaridad distinta con el que se mancharon. En el caso de hidrocarburos agua o alcohol. Los cartuchos se llenan hasta la mitad o un poco más y en lo posible no es conveniente comprimir demasiado la muestra para que no se vea impedida la difusión. La cantidad de muestra se lo condiciona el tamaño del cartucho y este el del extractor. Es por eso que existen varios tamaños de soxhlet, y es conveniente antes de comenzar a trabajar definir cual es la medida que se requiere.

Tapón del cartucho: Una vez cargado el material que se puede hacer con la mano en caso de hojas, tallos etc., o bien con un embudo o con una cuchara de cocina si está molido, se debe colocar un tapón por las dudas la muestra tienda a flotar e irse del cartucho. El más utilizado es el hecho con una torunda de algodón envuelta o no en gasa. Dado que las paredes del cartucho suelen ser áspe-

Éter	35
Diclorometano	40
Éter de petróleo	35 - 50
Cloroformo	62
Metanol	65
Etanol -benceno	65
Hexano	69
Etanol tolueno	73
Acetato de etilo	77
Etanol	78
Benceno	80
Ciclohexano	81
Ácido fórmico	101
Dioxano	102
Tolueno	111



¹ Los cartuchos se pueden fabricar de forma casera de varias maneras. Una forma es cosiendo una tela resistente de manera de formar un cartucho, y lo mismo se puede hacer con maya metálica de la fineza conveniente. Habitualmente la de 150 mesh es adecuada.

² Un estudio realizado en el PROCYP indicó que el contenido de extractivos que se van depositando en los cartuchos es despreciable en cuanto a la cuantificación de los mismos, pero influye en la velocidad de difusión del solvente.

ras hay que conseguir que el tapón llegue al fondo por medio de los dedos o de una espátula. Es conveniente asegurarse que no estamos ingresando extractivos con el algodón, por lo que se recomienda realizar el lavado previo de una provisión del mismo, así ya se tiene para futuras necesidades. Aunque los algodones actuales vienen lavados, no está mal asegurarse de eliminar restos de aceites que pueda contener. En el caso del trabajo con madera, se puede lavar con la mezcla de una parte de alcohol y dos de benceno con la que se determinan los llamados 'extractivos'.

Colocación del solvente: La cantidad de solvente debe ser la necesaria para que al ascender al cartucho y antes de que se haga la sifonada, no quede seco el balón inferior porque de esa manera, o se seca la muestra y se quema, o cuando caiga el líquido de la sifonada sobre el vidrio recalentado se puede producir una explosión de los vapores con el consiguiente riesgo de accidente. Si la cantidad a agregar no está estipulada en la norma, se carga el solvente desde arriba, lentamente, para que vaya cubriendo el cartucho y luego produzca el rechupe. Esta es la cantidad mínima. Pero como durante la operación hay pérdida del solvente por evaporación, y además debe quedar una cantidad mínima en el balón para que no se concentre el extracto demasiado, hay que agregar por lo menos una cantidad semejante en exceso.

Solventes a utilizar: Si se sigue una norma o técnica obviamente que el solvente estará indicado. Pero con frecuencia, particularmente en los laboratorios de investigación, se suelen realizar extracciones no normalizadas. Por eso es conveniente saber el rango de estas sustancias que se pueden utilizar en el extractor soxhlet. La experiencia que se posee es que hay una temperatura máxima y mínima de ebullición en la que el equipo funciona adecuadamente. En el extremo inferior se encuentra el diclorometano (cloruro de metilo) que se utiliza para la extracción de grasas y resinas de manera selectiva. Este solvente tiene un punto de ebullición de 40° muy cercano a la temperatura ambiente particularmente en los climas cálidos. Cuando se efectúa una extracción con el agua de refrigeración a 26°C, se pierde más de la mitad del solvente. Con respecto al extremo superior hay que decir que para la cantidad de energía limitada que generan los calentadores eléctricos comunes, a medida que aumenta el punto de ebullición disminuye significativamente el caudal de solvente que se evapora y por ende la velocidad de extracción.

Sin embargo hay que hacer notar que además del punto de ebullición es importante el calor latente de evaporación. Así se puede por ejemplo trabajar con esencia de trementina con cierta facilidad, aunque se evapore a 145°C, y no obstante las extracciones con agua se hacen demasiado lentas casi al punto de que no sean factibles. En la tabla N° 1 se expone una lista, no exhaustiva, de los solventes comunes utilizados en las extracciones con Soxhlet.

Otra característica importante en cuanto al tipo de solventes es que los de carácter no polar suelen tener alguna dificultad en sifonar puesto que no mojan el vidrio. Ello es frecuente con los derivados clorados como el diclorometano y el cloroformo y los hidrocarburos superiores al hexano.



En los casos en los que se utiliza mezcla de solventes, como en la extracción de la madera, es imprescindible trabajar con mezclas azeotrópicas porque de otra manera la extracción sería heterogénea en cuanto a la composición del solvente. En el caso citado se utiliza dos partes de benceno y una de etanol que es prácticamente la del azeótropo, 67,6% y 32,4% respectivamente.

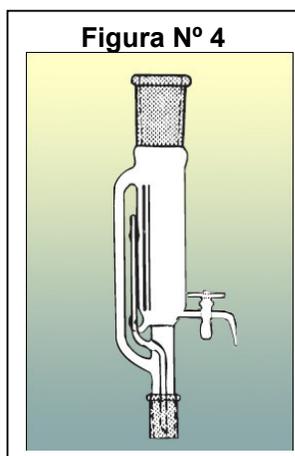
Calentamiento: Es corriente utilizar calentadores eléctricos de esos llamados múltiples, como el que se ve en la Figura N° 3, que además poseen reóstatos para variar el tiempo en el que las resistencias están encendidas. Habitualmente tienen varios puntos. En el primero las resistencias están casi todo el tiempo apagadas y en el último no cortan nunca. La

práctica habitual es que al inicio de la operación se pongan en máximo para llevar el equipo a régimen, esto es el punto indicado como 'MAX' o 'Hi' por la abreviatura de *high* en inglés, para luego ir regulándolo en función de la velocidad de extracción que pida la norma o requiera la operación. Dichas normas suelen pedir un número de sifonadas por hora. Con las calidades de vidrio borosilicato actuales no hace falta colocar un disipador de calor (plancha de amianto) entre el calentador y el balón salvo que se trabaje con mechero de gas.

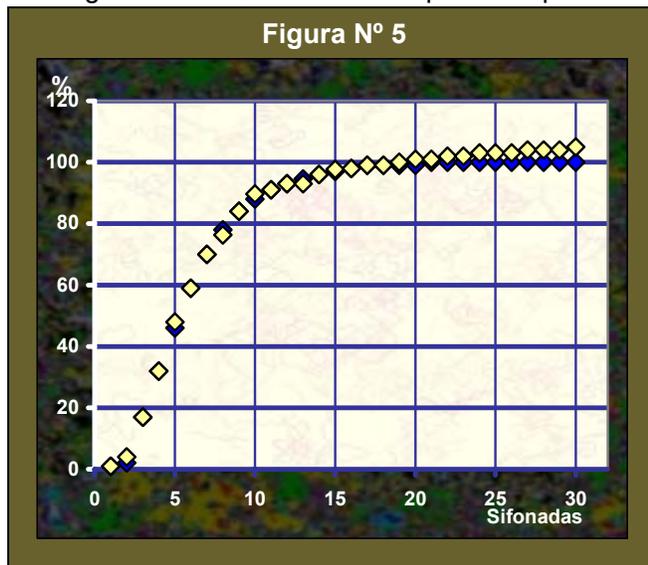
Con alguna frecuencia sucede que al comienzo de la evaporación el solvente se sobrecalienta y posteriormente produce una evaporación explosiva que hace que gran cantidad de vapores lleguen al refrigerante que no da abasto en la condensación. Inclusive puede darse que si el equipo no está bien sujeto en los dos lugares necesarios, es decir en el balón y en el extractor, salte la parte superior y escapen vapores calientes del solvente, circunstancia que puede ser peligrosa. Si lo que se va a utilizar es el residuo sólido se pueden colocar núcleos de evaporación en el balón como trozos de porcelana porosa o piedra pómez. En el caso de tener que cuantificar el extracto se conoce una sola forma segura de evitar el sobrecalentamiento y es introduciendo un trozo de capilar de teflón de manera que toque la pared del balón en dos partes diferentes.

Refrigeración: En la Figura nº 3 se puede observar la importancia de la ubicación de las mangueras puesto que en este caso, al haber seis refrigerantes habrá doce conexiones de agua. Las conexiones se pueden realizar en serie o en paralelo. La conexión en serie es más práctica, usa menos manguera y requiere de una sola canilla y un solo desagüe. Su única limitación es el aumento de la temperatura del agua de refrigeración a medida que el mismo líquido pasa de un refrigerante al otro, y un defecto es que el sistema queda como un todo y si se saca un equipo hay que acomodar las mangueras de nuevo. En el sistema en paralelo o individual cada equipo tiene su entrada y salida de agua independiente, por lo que se requerirán más canillas y más desagües, aunque se puede instalar un sistema de canilla con varias salidas y un colector de efluentes. El flujo de agua debe regularse para utilizar solamente lo necesario, dado que el consumo es muy alto, particularmente en el caso de que se use agua potable de la canilla.

Operación de extracción: (Es conveniente auxiliarse con la figura Nº 1) Una vez que el equipo está armado, abierta el agua el refrigerante, cargado el cartucho con muestra e introducido el solvente, sólo resta encender el calentador y comenzar la operación. Llegada la temperatura a la de ebullición del solvente éste comienza a evaporarse y, luego de que calienten las paredes del equipo, comienza a condensar en el refrigerante y a caer en forma de gotas sobre el cartucho. La primera operación es



totalmente atípica y no debe contabilizarse en el recuento que se hace para regular la velocidad de extracción como suelen pedir las normas. A medida que el condensado va cayendo sobre el cartucho este comienza a escurrir por la parte inferior del mismo llenando el recipiente de extracción hasta que llega al nivel de la bajada del sifón y rechupa, con todo el material disuelto, hacia el balón inferior. El tope del sifón está por encima del cartucho para asegurar que todas las veces el material a extraer quede embebido en el solvente.



Una vez que el sistema está en régimen las sifonadas se producen a intervalos regulares. Los tiempos comunes del sifonado están entre 5 y 20 minutos, según la potencia del calentador, el solvente, la temperatura externa, etc.

La cantidad de sifonadas están estipuladas en la norma que se use, pero hay oportunidades en las que se trabaja en sistemas sobre los que no se posee información. Para eso es interesante saber con alguna aproximación el comportamiento general de la extracción. Con ese fin se puede utilizar un equipo de extracción que tiene adosado un robinete en la parte inferior con el que se pueden extraer muestras sin tener que desarmar el equipo, Figura N° 4. En una curva general de extracción en función del número de sifonadas se puede ver que las primeras son las que más material disuelven y que luego la curva se hace casi asintótica, Figura N° 5. Este mecanismo de extracción es lógico y normal, dado que al comienzo hay mucho material para extraer y dentro de él hay fracciones de fácil separación, pero a medida que avanza el proceso cada vez es más difícil extraer la pequeña fracción remanente, hasta que en las etapas finales no se extrae nada más. Como en todo este tipo de procesos es de importancia capital definir el punto final que dependerá del sistema conformado por el equipo, la muestra y las condiciones de temperatura. En la Figura N° 5 graficado acumulativamente, se pueden observar dos curvas que corresponden a dos posibles sistemas. En el que llamaremos caso 'A', puntos azules, se aprecia que hay una parte de la muestra insoluble y otra que se extrae hasta el agotamiento, pero en el otro de los puntos amarillos, caso 'B', al continuarse con la extracción se comienzan a disolver porciones que de otra manera hubieran pertenecido al cuerpo insoluble de la muestra. Como ejemplo del primer caso se puede citar la extracción con hexano de una carpeta asfáltica compuesta de alquitrán y carga de roca molida. En este caso no hay manera de que éste solvente por sobretatamiento disuelva la roca. En el segundo caso hay muchos productos vegetales incluida la madera, que en experiencias realizadas en el PROCYP se observa que nunca termina la extracción aunque se la deje por mucho tiempo, y se puede observar que el espectro ultravioleta del extracto va cambiando desde el de los taninos hasta el de la lignina, lo que quiere decir que después de un cierto momento hay disolución de la estructura de la madera.

Por eso es conveniente tener controlado este aspecto de la extracción cuando se trabaja con sistemas desconocidos. Hay que tener en cuenta que con muchas repeticiones una pequeña solubilidad o degradación puede concluir en errores considerables.

Culminación de la operación: Una vez que se ha dado por terminada la operación de extracción, es conveniente esperar un cierto tiempo para que el sistema se enfría hasta que sea fácil manipularlo. A continuación no hay que olvidarse de cerrar el agua de refrigeración para no realizar consumo innecesario. Después se desarma el equipo y se extrae el cartucho que está saturado de solvente y se coloca en un sitio aireado o en la campana para que se seque la muestra. La extracción de la muestra del cartucho húmedo puede ocasionar su deterioro. Si es necesario se deberá enjuagar el extractor para que quede listo para la próxima vez. Y con esto se da por terminada la operación de extracción.

Versión de agosto de 2007

