

Extracción líquido-líquido

La extracción líquido-líquido es una técnica instrumental utilizada con diversos fines. Suele ser una operación muy habitual en los primeros pasos de un tratamiento de reacción que permite eliminar excesos de reactivos utilizados, así como de algunas impurezas formadas en la reacción. También es una técnica muy utilizada para llevar a cabo la extracción de compuestos orgánicos que se encuentran en fuentes naturales. Por ejemplo, una extracción líquido-líquido muy utilizada ha sido la extracción de la cafeína del café para obtener café descafeinado.

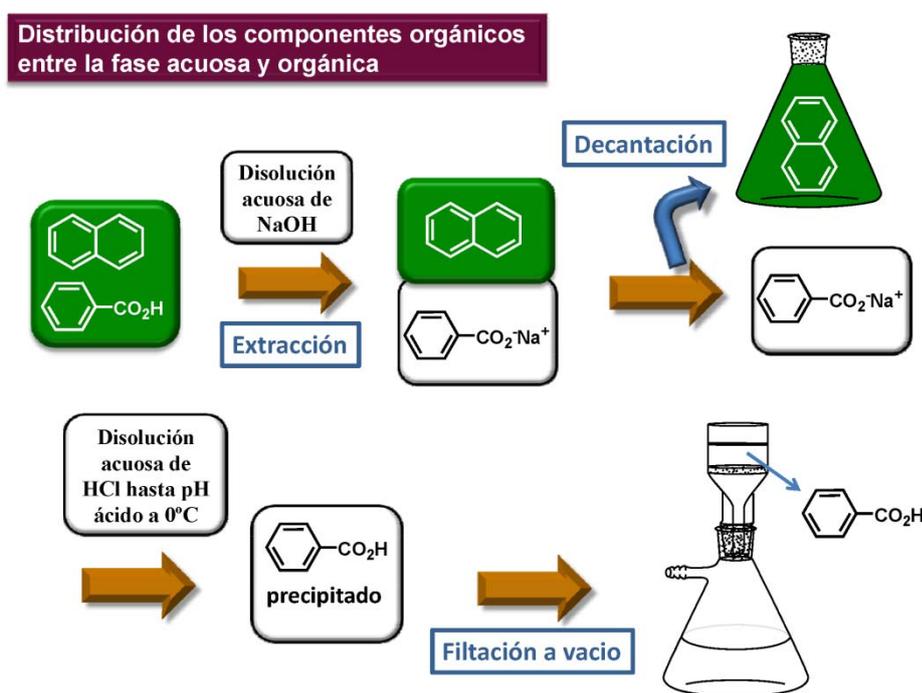
En los laboratorios orgánicos este tipo de técnica se suele llevar a cabo mediante la utilización de una fase acuosa (agua, disolución acuosa saturada de cloruro de sodio, disoluciones acuosas ácidas, disoluciones acuosas básicas, disoluciones acuosas de bisulfito de sodio, etc....) y una fase orgánica, de modo que generalmente el compuesto deseado suele extraerse a la fase orgánica dejando muchas de las impurezas (reactivos inorgánicos u orgánicos polares, impurezas polares, etc...) en la fase acuosa. Generalmente, el compuesto orgánico deseado no suele obtenerse puro, salvo casos excepcionales, pero es un primer paso de purificación que permite eliminar muchas de las impurezas que contiene un crudo de reacción. Muchas de las primeras operaciones que se realizan en los tratamientos de reacción se denominan lavados, debido a que sirven para eliminar reactivos inorgánicos, subproductos polares, etc...

La técnica se basa en un reparto del compuesto deseado y de las impurezas entre el medio orgánico y el medio acuoso. Se define el coeficiente de reparto (K) como la solubilidad del compuesto en el medio orgánico dividido por su solubilidad en el medio acuoso. Para que el proceso de extracción sea efectivo es importante que el coeficiente de reparto tenga un valor elevado, de modo que se asegura una mayor extracción del compuesto deseado en el medio orgánico. Además, generalmente, no se realiza una única extracción con todo el volumen de disolvente orgánico, sino que se realizan 2 ó 3 extracciones con la parte proporcional del disolvente orgánico, ya que así se optimiza la extracción del compuesto deseado. Es fácilmente demostrable que el proceso de extracción se mejora haciendo tres extracciones con 30 mL de disolvente orgánico que una única extracción con 90 mL.

Aunque es obvio, no está de más comentar que un requisito imprescindible para el disolvente orgánico es que sea inmiscible con el agua; el otro es, por supuesto, que nos

proporcione una constante de reparto lo mayor posible para optimizar la extracción del compuesto deseado al medio orgánico.

En el correspondiente vídeo se muestra un proceso de extracción líquido-líquido en un caso práctico muy habitual que permite la separación de compuestos orgánicos aprovechando sus diferentes propiedades ácido-básicas. Concretamente, se separa una mezcla de dos componentes, naftaleno y ácido benzoico. En la siguiente figura se muestra la estrategia a seguir para separar estos dos componentes.



Como puede observarse en la figura, una disolución en éter etílico de los dos componentes se trata con una disolución acuosa de hidróxido de sodio de modo que el ácido benzoico reacciona, generándose benzoato de sodio que pasa a la fase acuosa. Se separan las dos fases por decantación, de modo que obtenemos por separado una fase orgánica que contiene el naftaleno y una fase acuosa que contiene el ácido benzoico en forma de benzoato de sodio. Ahora, la fase acuosa se acidifica con una disolución acuosa de ácido clorhídrico hasta pH ácido, de forma que el benzoato de sodio reacciona transformándose en ácido benzoico. Se enfría en un baño de hielo para que se produzca la precipitación del ácido benzoico y se filtra a vacío.

A continuación, se describe el modo operativo para realizar este procedimiento que implica una extracción líquido-líquido y una filtración a vacío. El material necesario

para realizar la extracción líquido-líquido consta de un embudo de decantación, un embudo cónico, dos erlenmeyers, un tapón de vidrio o de teflón, un matraz, una pipeta Pasteur, una tetina y para la filtración a vacío el material comentado en el tema correspondiente.

Paso 1: Se sujeta el embudo de decantación con ayuda de un aro a un pie metálico y se coloca debajo del embudo un erlenmeyer. Se comprueba que el embudo de decantación está cerrado y se vierte con ayuda de un embudo cónico una disolución de naftaleno y ácido benzoico en éter etílico (50 mL). Posteriormente se adiciona una disolución acuosa de hidróxido de sodio al 10% (25 mL).

Paso 2: Se tapa el embudo de decantación, se saca del aro y se coloca en posición horizontal. Ahora se mezclan las dos fases con movimientos circulares del embudo de decantación, es necesario eliminar la sobrepresión de vez en cuando inclinando el embudo de decantación unos 45° y abriendo la llave. Una vez concluida esta operación se sujeta el embudo en el aro y se deja decantar las fases.

Paso 3: Una vez que se han separado completamente las dos fases se quita el tapón y se abre la llave del embudo hasta que la interfase llegue al vástago del embudo.

Paso 4: Se adiciona con ayuda del embudo cónico el resto de la disolución acuosa de hidróxido de sodio al 10% (25 mL) y se repiten los pasos dos y tres.

Paso 5: La fase orgánica se decanta a otro erlenmeyer con precaución por la boca del embudo. A continuación, se adiciona sulfato de magnesio anhidro para secar la fase orgánica y se realiza una filtración por gravedad recogiendo el filtrado en un matraz de 100 mL. Finalmente, se evapora el disolvente a presión reducida en un rotavapor (ver el tema correspondiente) lo que nos proporciona el naftaleno como un sólido blanco.

Paso 6: En el otro erlenmeyer tenemos la fase acuosa, y disuelto en ella el ácido benzoico en forma de benzoato de sodio. Para recuperar el ácido benzoico debemos cambiar el pH de básico a ácido. Para ello, colocamos un núcleo magnético en el erlenmeyer y se coloca éste sujeto con una pinza en un baño de hielo encima de una placa agitadora. Se acciona la agitación y se adiciona lentamente una disolución de ácido clorhídrico 12N con ayuda de una pipeta Pasteur hasta que el pH sea ácido. Como el ácido benzoico es poco soluble en agua, irá precipitando conforme adicionamos medio ácido, así que durante este proceso observaremos la aparición de una turbidez

blanquecina debida al ácido benzoico. Se deja a 0°C durante 10 minutos y se recupera el ácido benzoico mediante una filtración a vacío.

Paso 7: Filtración a vacío (ver la descripción en el correspondiente tema).