

Práctica 5

DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO GRASO DE LECHE EN POLVO: EXTRACCIÓN SOXHLET

1. Objetivo

Determinación del contenido graso de una muestra de leche en polvo mediante extracción sólido-líquido (EXTRACCIÓN SOXHLET). Se calculará, al no completarse la extracción de forma total, el rendimiento de la extracción.

2. Fundamento

En esta práctica, se asume que el extracto obtenido por extracción soxhlet corresponde al contenido graso de la muestra. Se determina su masa, una vez libre de disolvente, por pesada (método gravimétrico). Muchas veces, la extracción soxhlet se usa como primer paso de una purificación o separación.

La extracción de muestras sólidas con disolventes, generalmente conocida como extracción sólido-líquido o lixiviación, es un método muy utilizado en la separación de analitos de muestras sólidas.

Los métodos tradicionales de extracción sólido-líquido pueden dividirse en dos grandes grupos.

1. Métodos que necesitan un aporte de calor, Soxhlet. Soxtec[®] System HT y extracción Soxhlet asistida por microondas.
2. Métodos que no requieren un aporte de calor: agitación con ultrasonidos y agitación simple.

La extracción Soxhlet ha sido (y en muchos casos, continua siendo) el método estándar de extracción de muestras sólidas más utilizado desde su diseño en el siglo pasado, y actualmente, es el principal método de referencia con el que se comparan otros métodos de extracción. Además de muchos métodos de la EPA (U.S. Environmental Protection Agency) y de la FDA (Food and Drugs Administration) utilizan esta técnica clásica como método oficial para la extracción continua de sólidos.

En este procedimiento la muestra sólida finamente pulverizada se coloca en un cartucho de material poroso que se sitúa en la cámara del extractor soxhlet (ver figura). Se calienta el disolvente extractante, situado en el matraz , se condensan sus vapores que caen, gota a gota, sobre el cartucho que contiene la muestra, extrayendo los analitos solubles. Cuando el nivel del disolvente condensado en la cámara alcanza la parte superior del sifón lateral, el disolvente, con los analitos disueltos, asciende por el sifón y retorna al matraz de ebullición. Este proceso se repite hasta que se completa la extracción de los analitos de la muestra y se concentran en el disolvente.

La extracción con Soxhlet presenta las siguientes ventajas:

- La muestra está en contacto repetidas veces con porciones frescas de disolvente.
- La extracción se realiza con el disolvente caliente, así se favorece la solubilidad de los analitos.
- No es necesaria la filtración después de la extracción.
- La metodología empleada es muy simple .
- Es un método que no depende de la matriz.
- Se obtienen excelentes recuperaciones, existiendo gran variedad de métodos oficiales cuya etapa de preparación de muestra se basa en la extracción con Soxhlet.

Por otra parte, las desventajas mas significativas de este método de extracción son:

- El tiempo requerido para la extracción normalmente está entre 6-24 horas.
- La cantidad de disolvente orgánico (50-300 ml)
- La descomposición térmica de los analitos termolábiles, ya que la temperatura del disolvente orgánico está próxima a su punto de ebullición.
- No es posible la agitación del sistema, la cual podría acelerar el proceso de extracción.
- Es necesaria una etapa final de evaporación del disolvente para la concentración de los analitos.
- Esta técnica no es fácilmente automatizable.

La extracción Soxhlet es la técnica de separación sólido-líquido comúnmente usada para la determinación del contenido graso en muestras de diferente naturaleza. De igual modo, puede ser usada como técnica preparativa de muestra como paso previo al análisis mediante otra técnica instrumental, por ejemplo, la extracción de ácidos grasos en muestras de tocino para su posterior determinación mediante cromatografía de gases.

Aunque su campo de aplicación es fundamentalmente el agroalimentario es también de utilidad en el área medioambiental, así es el método de análisis recomendado para la determinación del aceite y la grasa total recuperable en aguas de vertidos industriales permitiendo la determinación de hidrocarburos relativamente no volátiles, aceites vegetales, grasas animales, ceras, jabones y compuestos relacionados.

Como ya hemos comentado, el contenido de materia grasa es uno de los parámetros analíticos de interés en los productos destinados a la alimentación, tanto humana como animal, y, en consecuencia, su determinación es muy habitual. El procedimiento para llevar a cabo su extracción se basa en la extracción sólido-líquido en continuo, empleando un disolvente, con posterior evaporación de éste y pesada final del residuo.

El resultado representa el contenido de sustancias extraíbles, que mayoritariamente son grasas, aunque también hay otras sustancias como las vitaminas liposolubles y pigmentos en el caso de su determinación en alimentos.

El procedimiento puede aplicarse a distintos tipos de alimentos sólidos. Tiene una importancia esencial que la muestra sea anhidra (que esté seca), porque el éter dietílico se disuelve parcialmente en agua, que a su vez extraerá azúcares entre otros compuestos, lo que puede ser fuente de error. (En nuestro caso la determinación se hará en muestra de leche en polvo y por tanto con un bajo contenido acuoso).

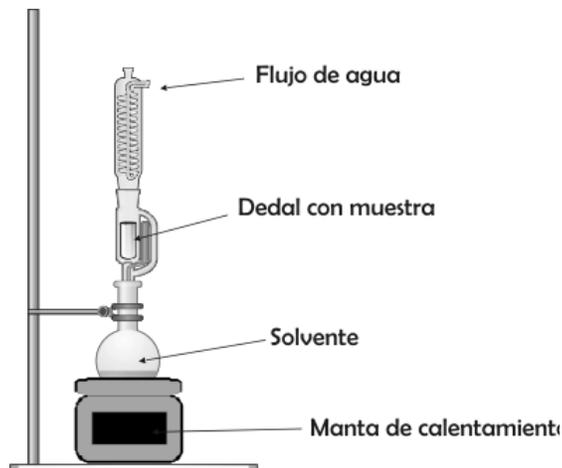


Fig. 2.1 *Dispositivo de extracción soxhlet*

3. Aparatos y material

Material común:

2 Desecadores

Material para cada equipo de extracción (normalmente 2 puestos de 2 personas)

1 manta calefactora

1 pieza Soxhlet

1 matraz redondo de 500 ml

1 refrigerante a reflujo dotado de sus

2 gomas para conexión a red de agua y desagüe.

1 probeta de 250 ml

1 trozo de porcelana

pie de bureta, 2 nueces y 2 pinzas

1 soporte de corcho

1 tijeras

1 embudo

1 clip (para sujetar el matraz redondo)

1 cronómetro

1 soporte de altura regulable

papel de filtro para preparar cartucho (dedal de extracción) o, opcionalmente, cartucho extracción

4. Reactivos y productos

- ♣ Éter dietílico
- ♣ Sulfato sódico anhídrido.
- ♣ Muestra de leche en polvo a analizar
- ♣ Un poco de algodón

5. Procedimiento experimental

ATENCIÓN: El éter es un disolvente muy volátil y muy inflamable. Además, tiene efectos narcóticos, por lo que se debe manejar obligatoriamente debajo de la campana con el motor del extractor en marcha. El montaje completo se ubicará en la campana. El Soxhlet es una pieza delicada por lo que se manipulará con especial cuidado, sin hacer fuerza en los tubos finos de vidrio.

En primer lugar, una vez que se haya llevado a cabo el reconocimiento del material, se pesan unos **5g de muestra homogeneizada** con una precisión de ± 1 mg

(anotamos la cantidad exacta pesada en la balanza), en un cartucho de extracción que fabricaremos en el laboratorio con papel de filtro cortando un cuadrado de aproximadamente unos 10 cm de lado. Tras haber sido cerrado, plegándolo hasta formar el pequeño cartucho, se coloca en la pieza media del dispositivo de extracción Soxhlet o compartimento de muestra (ver figura).

El matraz redondo que se encuentra en el desecador a principio de la práctica se provee del trozo de porcelana y se pesa exactamente sobre su soporte de corcho (llevaremos a cabo al menos tres pesadas). Se pesará SIEMPRE con el mismo soporte de corcho a lo largo de toda la práctica para no introducir un error adicional debido a la variación de masa entre los distintos soportes de corcho. Se monta la parte inferior del dispositivo (con el pie de bureta, la manta calefactora, el matraz y el soxhlet, pero sin el reflujo). Es conveniente que la manta calefactora repose sobre un soporte estable pero removible para que al finalizar el enfriamiento sea más rápido. Se llena por la parte de arriba del soxhlet con una cantidad suficiente de disolvente (éter) que en este caso serán unos 200 ml (es necesaria una cantidad tal que llene el asa de la parte intermedia para que durante el proceso de extracción sifone y recircule, más las pérdidas eventuales) y se acopla al dispositivo. Observar como sifona el éter.

Se procede entonces a completar el montaje del dispositivo de extracción en la campana extractora siguiendo las indicaciones dadas por el profesor responsable y teniendo presente la figura 2.1. La parte superior del reflujo se tapona con desecante (sulfato sódico anhidrido) envuelto en algodón para evitar la entrada y condensación de vapor de agua.

Tras el montaje se pone en marcha la manta calefactora (en la posición I) y se regula el caudal de agua del reflujo. El éter, una vez que alcanza su temperatura de ebullición, se evapora y llega al refrigerante condensándose y cayendo en el compartimento del cartucho de muestra.

ATENCIÓN: Un reflujo no se deja nunca sólo en el laboratorio, debido a la peligrosidad de los disolventes. También pueden ocurrir, por ejemplo, subidas de presión del agua de la red y que se suelten los tubos. Por lo tanto tendrá que haber siempre una persona a cargo del reflujo (se puede encargar de los dos reflujos a la vez).

Durante la extracción, que en caso de que se complete totalmente dura unas 4-6 horas, se observará como se vacíe regularmente el espacio de extracción (compartimento de muestra), es decir, la pieza media del dispositivo, a través del conducto ascendente (asa) con lo que el disolvente va recirculando completándose lo

que llamamos ciclos de extracción. En nuestro caso, daremos por finalizada la extracción una vez que se han completado 4 ciclos (transcurrirá aproximadamente 1.5 h).

Al finalizar el cuarto ciclo, se quita el calentamiento, por ejemplo retirando la manta calefactora. Cuando el éter deja de hervir, se quita el Soxhlet con cuidado y se extrae el cartucho. Se vuelve a colocar el dispositivo para calentar el matraz redondo y, cuando esté el Soxhlet bastante lleno pero antes de que sifone, se procede de forma análoga a anteriormente para recolectar el éter de la parte intermedia en un recipiente debidamente etiquetado. Se considera de pureza suficiente para servir para extracciones ulteriores. Repetir este proceso una segunda vez hasta que la cantidad de éter en el matraz redondo sea muy poca. Dejar entonces el matraz redondo destapado unos 10 min en la campana en la manta calefactora puesta a potencia mínima y dejarlo enfriar sobre su soporte. Realizar una primera pesada del matraz con su soporte y trozo de porcelana y anotar su valor. Se considerará que corresponde al tiempo 0 Volver a colocar el matraz redondo en la manta calefactora otros 10 min y dejarlo enfriar. Repetir la pesada y anotar el valor junto al tiempo total pasado en el calefactor desde el "tiempo 0". Esta operación se repite hasta que la masa pesada deje de disminuir o, en su defecto, se hayan realizado cuatro pesadas.

Después de lavar los matraces redondos, se dejan escurrir arriba del fregadero.

6. Cálculos:

El porcentaje en grasa G (%) se calcula según la siguiente expresión:

$$G(\%) = \frac{m_2 - m_1}{M} \cdot 100$$

En donde:

m_1 : masa en g del matraz de fondo redondo vacío (con trozo de porcelana y soporte).

m_2 : masa en g del matraz de fondo redondo con grasa (con trozo de porcelana y soporte) tras el secado.

M : peso de la muestra en g.

En nuestro caso y debido a que el tiempo para que se complete la extracción total es excesivo, calcularemos el **rendimiento de la extracción** teniendo en cuenta el valor

nominal del contenido graso por 100 g de muestra que aparece en el etiquetado de la muestra (será indicado por el profesor). El dato obtenido será presentado junto al tiempo durante el cual hemos llevado a cabo la extracción y el número de ciclos (nº de veces que ha sifonado el éter desde el compartimento de muestra al matraz)

7. Cuestiones:

- 1) Calcular el rendimiento de la extracción.
- 2) Reflexionar sobre la elección del disolvente (éter). ¿Cuáles son las ventajas y cuáles los inconvenientes del éter? ¿Es el éter un disolvente polar o apolar? ¿Cuál es la temperatura de ebulición del éter?
- 3) ¿Cómo cambia la solubilidad con la temperatura? ¿Crees que la extracción es más eficiente cuando procede por ciclos o cuando se mantiene un nivel continuo de disolvente?
- 4) Dibujar esquemáticamente un Soxhlet de forma que quede claro su funcionamiento. ¿Cómo es posible que se vacíe enteramente?
- 5) Conoce otros métodos de extracción directa?
- 6) Señalar ventajas e inconvenientes de la extracción Soxhlet a la vista de lo experimentado a lo largo de la práctica. Comparar este método con el caso de una extracción directa.
- 7) ¿Qué diferencia fundamental hay entre esta práctica y todas las demás prácticas de “Técnicas Avanzadas en Química”?

8. Bibliografía

- Matissek y colaboradores, **Análisis de los Alimentos. Fundamentos, Métodos y Aplicaciones**, Ed. Acribia.
- R. Cela, R.A. Lorenzo, M. del Carmen Casais, **Técnicas de Separación en Química Analítica**, Ed. Síntesis, Madrid.
- D.L. Pavia, G.M. Lampman, G.S. Kriz, **Química Orgánica Experimental**, Ed. Universitaria de Barcelona Eunibar, 1978.