

Separações de misturas

Hana Sousa - [Projeto Olímpicos](#)

1. Introdução

Às vezes é necessário ir contra a entropia e sua tendência de desorganização. E, é por isso que desde a alquimia até a química moderna vários métodos de separações de misturas foram inventados e implementados no laboratório.

Neste capítulo veremos alguns dos principais métodos de separação de misturas.

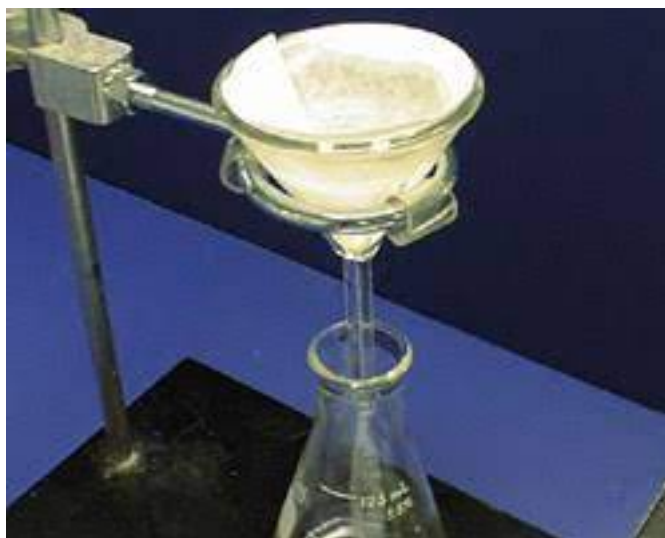
Aviso! Para desbravar esse documento com máximo proveito, aconselha-se um conhecimento prévio dos conceitos: misturas, soluções, fases, etc e pitadas de hidrostática. Boa aventura!

2. Separação de misturas heterogêneas

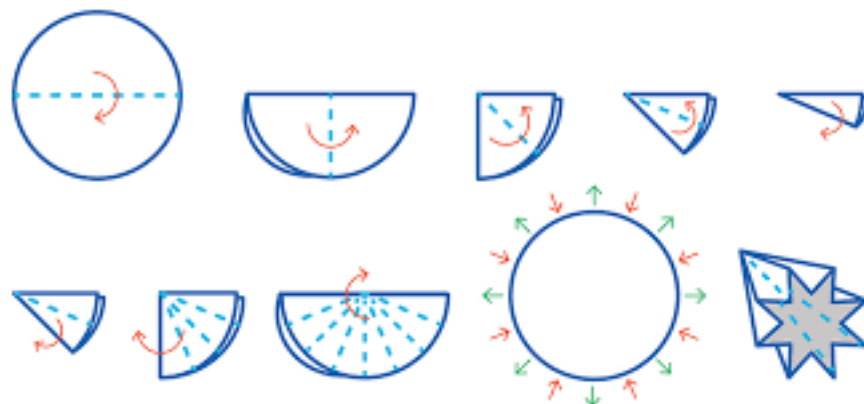
2.1 Filtração Comum

Este método consiste na utilização de um filtro, ou seja, de uma tela que retenha as partículas, para separar um sólido que esteja disperso em um líquido ou um gás. No laboratório, utiliza-se os seguintes utensílios:

1. Funil: para ser suporte do filtro.
2. Erlenmeyer ou béquer: para conter o filtrado, ou seja, o líquido que passou pelo filtro.
3. Suportes adequados: garra, suporte universal, etc.



O filtro deve ser modificado para adequar-se ao funil. Essa modificação pode ser feita de duas maneiras, uma mais rápida ou outra mais elaborada:



Após montar o aparato de filtração, basta passar a mistura pelo filtro. No cotidiano, a filtração é muito comum na preparação do cafézinho, no tratamento da água, e as indústrias utilizam filtros especiais para impedir o escape de poluentes para a atmosfera.



2.2 Filtração à vácuo

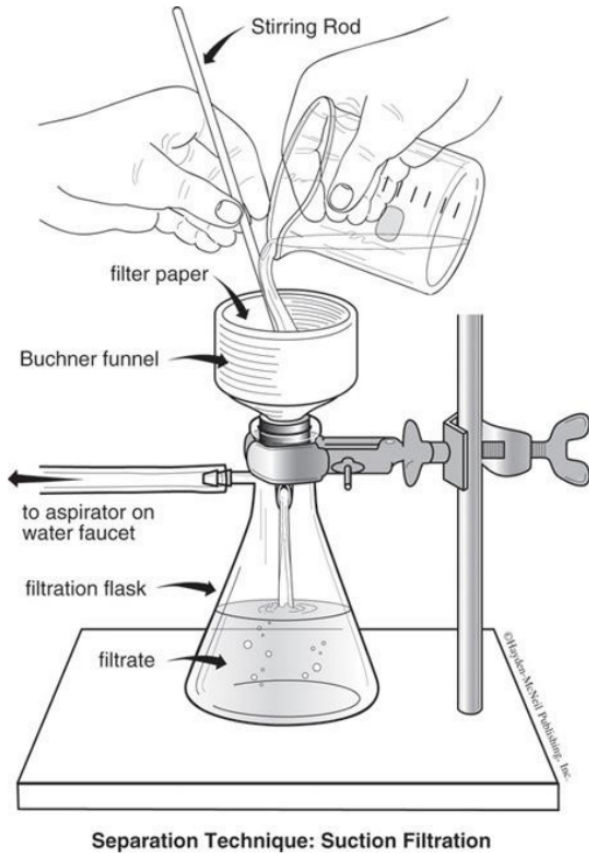
A filtração com pressão reduzida é análoga a filtração comum no laboratório, porém, utiliza-se de uma bomba de vácuo para agilizar o processo e torná-lo mais eficiente. Para esse tipo de filtração, é necessário:

1. Bomba de vácuo
2. Kitassato: O irmão do erlenmeyer permite uma conexão entre o frasco e a bomba de vácuo, assim, a pressão dentro da vidraria é reduzida e o filtrado “desce” mais rapidamente.
3. Funil de Büchner: é um funil de porcelana com uma parte cilíndrica, a qual tem um fundo repleto de furos, pelo quais o filtrado passa. Nessa parte cilíndrica é posto o filtro.
4. Uma borracha ou outro utensílio para vedar o kitassato: como o funil não fecha hermeticamente o kitassato é preciso algo para manter o recipiente com a pressão reduzida.



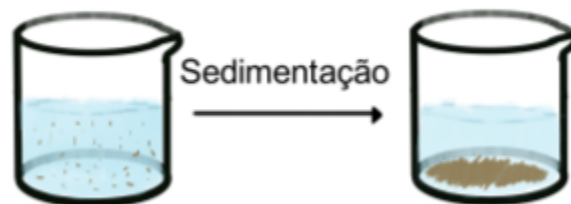
5. O filtro deve se adequar ao funil, de forma que não toque nas paredes da vidraria e cubra todo os furos.

Com tudo montado, basta passar a mistura pelo filtro, tomando cuidado para que o nível do líquido filtrado não atinja a saída para a bomba de vácuo, porque isso pode comprometer o equipamento.



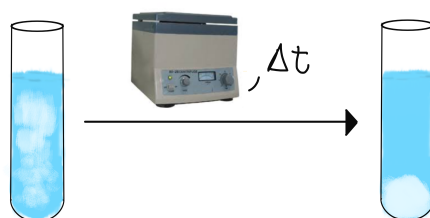
2.3 Sedimentação e centrifugação

Uma mistura heterogênea líquido+sólido ou líquido+líquido pode ser separada por ação da gravidade: as partículas mais densas são sedimentadas, ou seja, se acumulam no fundo do recipiente, formando fases distintas.



Esse processo pode ser agilizado por meio da centrifugação. A centrífuga é uma máquina que utiliza de rotações rápidas para agilizar a sedimentação. Basta inserir os tubos de ensaio nela.





A centrifugação é utilizada na separação do sangue: glóbulos vermelhos e brancos, plasma e plaquetas, para uma melhor análise laboratorial.

Na marcha analítica, a centrífuga é muito utilizada para agilizar o processo de sedimentação, essencial para verificar a precipitação em uma escala semimicro. Isso porque, quando estamos analisando quais cátions estão na amostra, geralmente pouco reagente é utilizado para evitar o desperdício e assim, às vezes, os precipitados são tão pequenos que não são vistos imediatamente, já que estão suspensos na solução.

2.4 Decantação e sifonação

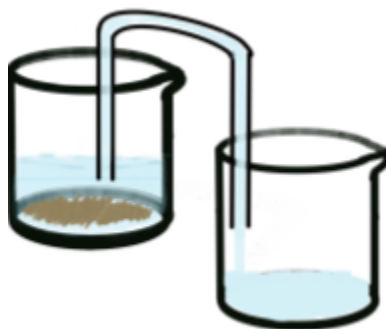
Uma mistura com duas ou mais fases divididas de forma consistente, ou seja, visível, pode ser separada em dois recipientes diferentes por decantação, ou por sifonação.

A **decantação** corresponde a entornar cuidadosamente uma das fases do recipiente contendo a mistura em outro, como mostrado a seguir:



A **sifonação** consiste em utilizar a hidrostática ao nosso favor: um tubo flexível, ou uma mangueira, tem uma extremidade colocada no recipiente contendo a mistura e a outra, em um recipiente vazio em altura menor para conter a fase que será retirada:





2.5 Catação

A catação compreende simplesmente a separação manual da mistura. Assim como é feito em casa na preparação de grãos, como o feijão.

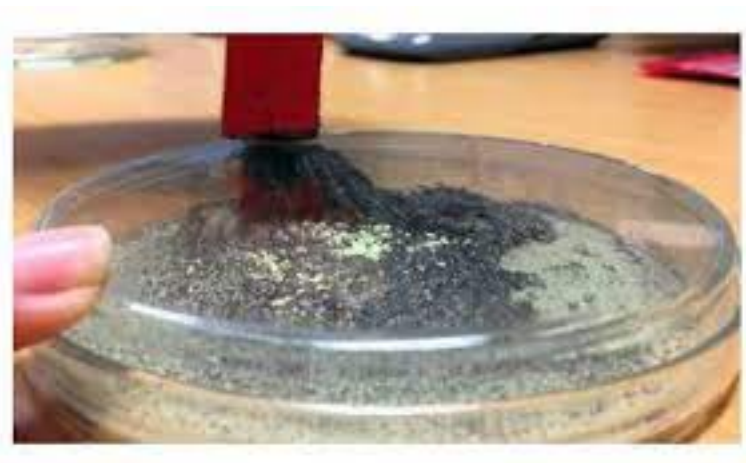
A catação foi o método utilizado por Louis Pasteur para separar cristais de enantiômeros: estes tinham estrutura espelhada, sendo assim, era possível separar um do outro por catação.



2.6 Separação magnética

A separação magnética serve para misturas com um componente sensível a campos magnéticos, ou seja, paramagnéticos ou ferromagnéticos, como o ferro, níquel e cobalto. Assim, o componente sensível é atraído por um ímã permanente e os outros componentes são deixados.

Um exemplo seria ferro pulverizado em areia: basta aproximar o ímã da mistura. O ferro será atraído pelo ímã e a areia permanecerá em repouso - *bem, depende do referencial.*



2.7 Levigação

A levigação é a famosa separação dos garimpos, já que utiliza da diferença de densidade das partículas em suspensão numa mistura líquido+sólido.

Um líquido é adicionado a mistura, sendo rotacionado em um recipiente parecido com um prato. Esse líquido arrastá partículas menos densas, como a areia, porém permitirá que partículas mais densas, como o ouro, se acumulem no fundo do recipiente.



2.8 Peneiração ou tamisação

A peneiração é como uma filtração, porém, a mistura contém apenas sólidos. Os menores aglomerados de sólido passam pela peneira e os maiores ficam retidos.

Nesse processo, alguns aglomerados diminuem de tamanho também e assim, conseguem passar pela peneira.

Um exemplo do cotidiano é o preparo de tapiocas, em que uma boa goma tem partículas pequenas.



2.9 Ventilação

A ventilação consiste em lançar a mistura sólido+sólido verticalmente e deixar que o vento arraste os componentes de menor densidade.

É utilizada na separação dos grãos de café de folhas e galhos.





2.10 Sublimação

Na separação por sublimação, um componente deve ser sublimável para ser o único a se tornar vapor e depois ao entrar em contato com uma superfície de menor temperatura solidifique. Um caso muito conhecido é o do iodo impuro.



2.11 Cristalização

Em uma solução líquido+sólido, é possível manipular suas características a fim de favorecer a precipitação: evaporação do líquido, variações na temperatura, etc. Assim, é possível separar o precipitado formado e a solução que o contém.



Um exemplo no cotidiano seria a extração de sal marinho:





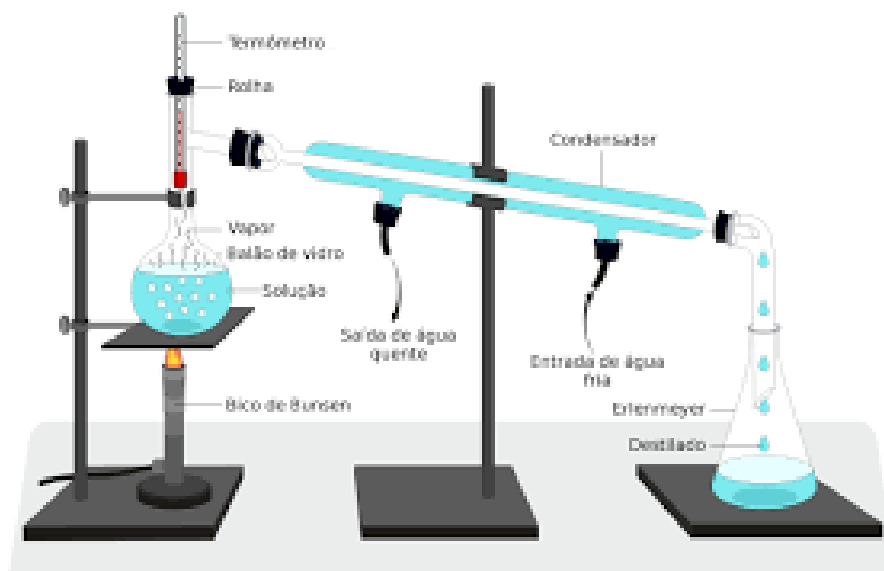
3. Separação de misturas homogêneas

Se a mistura for homogênea, ou seja, uma solução, o que fazer? “Como proceder?”. Bom, agora chegou o momento de falarmos de técnicas clássicas e **muito** importantes, como a ilustre *destilação*.

3.1 Destilação simples

A destilação separa componentes líquidos de componentes sólidos em uma solução. Os utensílios necessários em uma destilação são:

1. Balão de fundo redondo ou de fundo chato¹: conterá a solução a ser separada e será aquecido;
2. Manta aquecedora ou outra fonte de calor: para que o líquido da solução seja vaporizado;
3. Termômetro: Para verificar a temperatura na qual a mistura está exposta;
4. Condensador: para transformar o vapor novamente em líquido;
5. Erlenmeyer, béquer ou outra vidraria que possa conter o líquido separado pós-destilação;
6. Os suportes necessários: como garra, cliques para conectar o condensador, suportes universais.



¹Não pode ser balão volumétrico! Submeter uma vidraria de precisão a variação de temperatura descalibra sua graduação devido a dilatação do vidro.



Com toda a aparelhagem construída, basta colocar a mistura no balão de vidro e ligar a fonte de calor.

A solução vai ser evaporada e apenas o líquido será evaporado, este por sua vez é condensado ao passar pelo condensador e por último “escorrega” até o recipiente coletor, o qual pode ser um bēquer ou um erlenmeyer. Assim, o sólido permanece no balão exposto ao calor e o líquido puro será coletado.

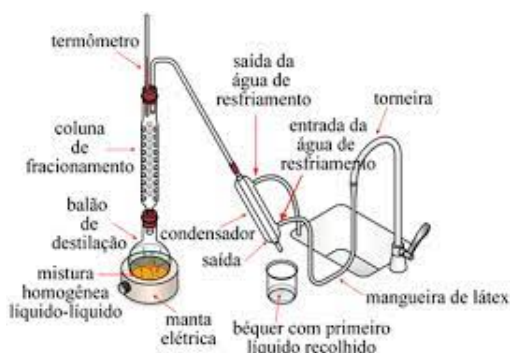


Obs.: A entrada e saída de água no condensador ordem específica! A água fria entra por debaixo e a água “quente” sai por cima no condensador. Isso garante, *pela hidrostática*, que sempre haverá água no condensador.

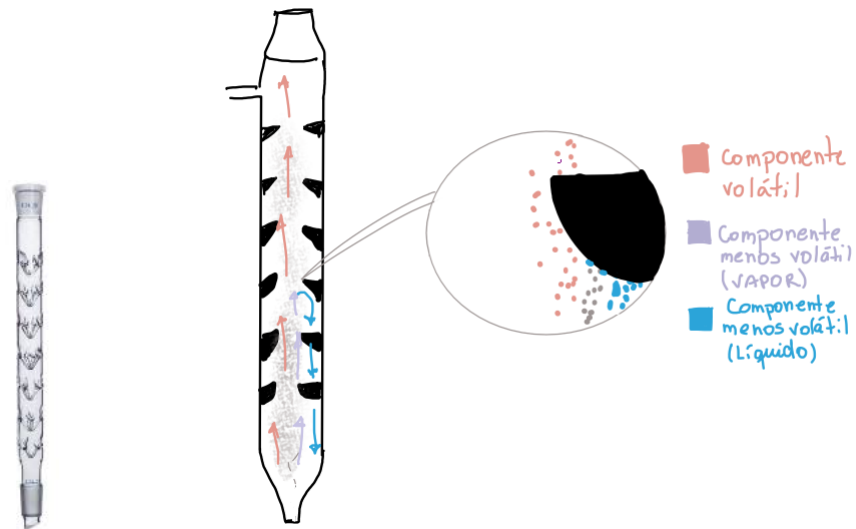
3.2 Destilação fracionada

A destilação fracionada é análoga a destilação comum, porém, é indicada para separar soluções líquido-líquido, nas quais os pontos de ebulição são muito próximos.

Na destilação fracionada, além dos instrumentos utilizados anteriormente na destilação comum, utiliza-se uma coluna de Vigreux ou uma coluna repleta de bolinhas de vidro.

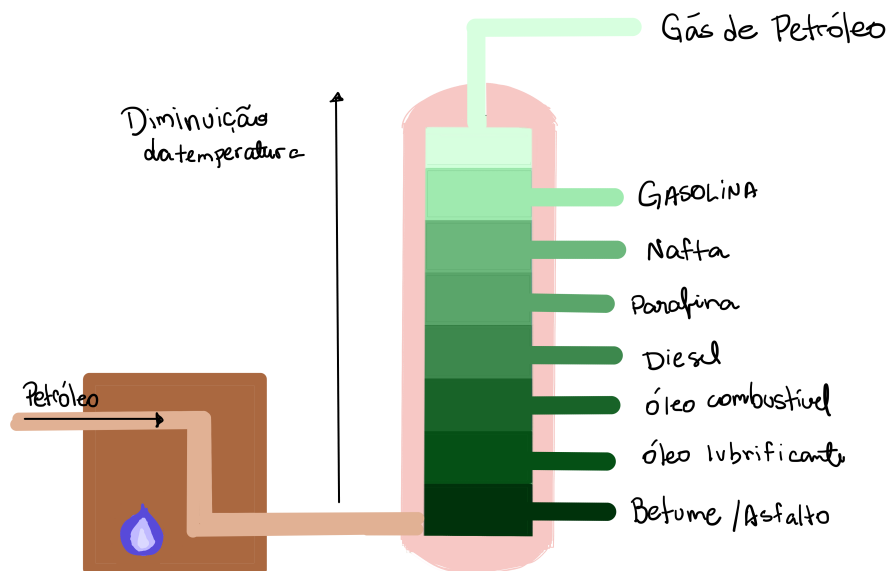


Estas colunas especiais contêm obstáculos para os vapores formados. Assim, como esses obstáculos estão a uma temperatura menor do que o vapor de solução, o componente de maior ponto de ebulição condensa na coluna e retorna para a mistura e o componente de menor ponto de ebulição continua como vapor até entrar no condensador.



Obs.: Torres de destilação de petróleo. O petróleo é constituído por uma mistura líquida de hidrocarbonetos, os quais podem ser pesados ou leves, e conseqüentemente, podem ter alto ou baixo ponto de ebulição.

Isso torna o petróleo elegível para ser separado por destilação fracionada, e é isso que ocorre nas refinarias: O petróleo passa por um aquecimento e em seguida por uma torre de fracionamento a qual separará vários de seus derivados, como o asfalto, o gás natural e a gasolina.





3.3 Rotoevaporador

“O rotoevaporador nada mais é do que uma máquina de destilação (comum) *Gourmet*”. É um equipamento que contém um balão redondo submetido a banho de água (ou outro líquido) e em rotação constante, além disso, pode ser acoplado a uma bomba de vácuo para diminuir a pressão ambiente e diminuir a temperatura de ebulição da mistura. E não devemos esquecer de seu condensador em espiral e seu balão coletor.

Todas essas características do rotoevaporador tem o objetivo de deixar a destilação um processo mais “brando”. Alguns materiais são destruídos ou sofrem desgaste se expostos a uma temperatura mais alta, assim, é necessário realizar a destilação com a temperatura amena.



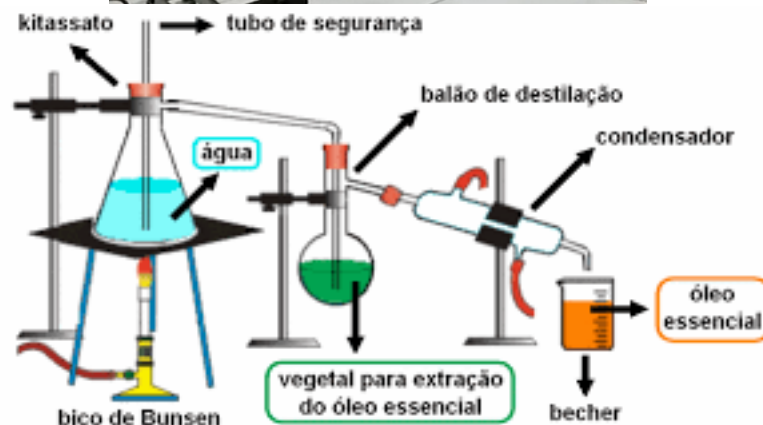
3.4 Destilação por arraste de vapor

A destilação por arraste de vapor é a separação de misturas para formação de óleos essenciais, os quais são substâncias voláteis e imiscíveis em água. Assim, em uma destilação por arraste de vapor são necessários os seguintes utensílios:

1. Manta aquecedora;



- Dois balões de fundo redondo: um para a água que será evaporada e outro para a mistura contendo a substância volátil.
- O condensador;
- Um funil de decantação ou um trap de destilação: antes de chegar ao recipiente coletor, a água e o líquido imiscível em água será acumulado em uma vidraria que permitirá a sedimentação das duas fases e ao final, torne-se possível separar a água do líquido imiscível.
- E o frasco coletor.



Note que esse método é melhor do que apenas uma destilação comum para extração de óleos essenciais, pois, demanda menos água na condensação e também é um processo mais brando: a evaporação do componente volátil ocorre com o encontro deste com o vapor de água.

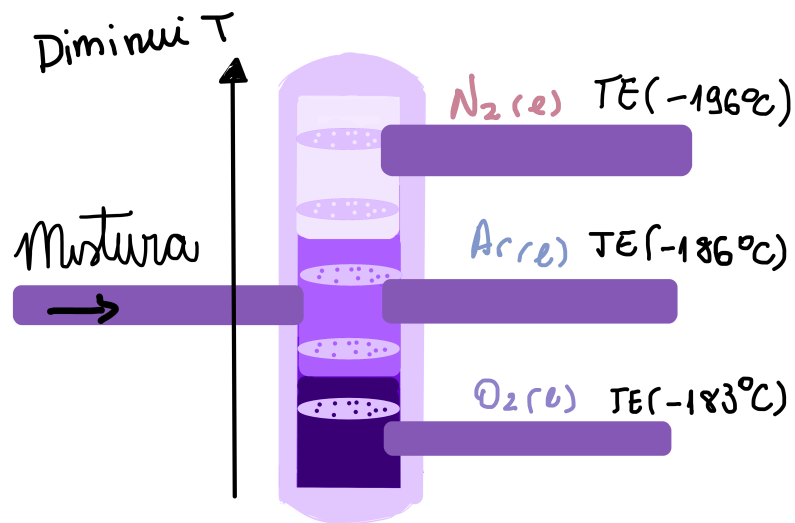
3.5 Liquefação fracionada

A liquefação fracionada é um método de separação para misturas gasosas². Diferentes gases são submetidos a liquefação e passam por uma coluna de fracionamento, em que a temperatura diminui com o aumento da altura da coluna.

Assim, componentes com maiores pontos de ebulição permanecem líquidos até com temperaturas maiores, e aqueles com ponto de ebulição menor, vaporizam até que chegam a seu ponto de liquefação novamente, assim, são coletados em seus respectivos “pratos”. Esse processo é utilizado na separação dos gases da atmosfera, com os principais constituintes sendo oxigênio e nitrogênio.

²Lembre-se: toda mistura gasosa é uma solução!



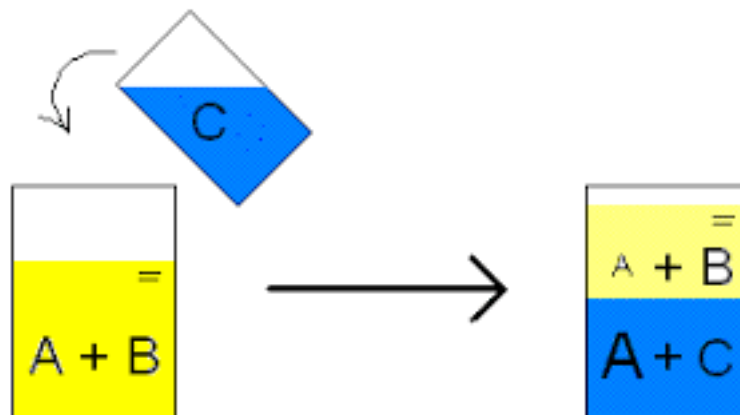


4. Separação de misturas homogêneas ou heterogêneas

4.1 Extração com solventes/Dissolução fracionada

Uma mistura pode ter componentes apolares e polares, de forma que podemos utilizar a polaridade dos componentes e conseqüentemente a solubilidade para solubilizar apenas um componente em um determinado solvente.

Um exemplo genérico



Há alguns tipos de extração com solventes:

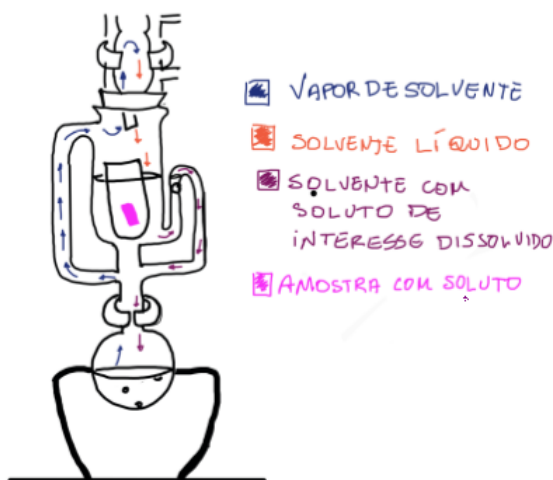
1. Extração contínua: A extração é feita várias vezes se deixarmos a aparelhagem ativa.

(a) Com extrator de Soxhlet

Processo:



- i. O extrator de Soxhlet deve ser montado com as vidrarias e equipamentos necessários;
- ii. A amostra deve ser pesada e alocada em um recipiente poroso, ou papel-filtro, e então, colocada do extrator de Soxhlet;
- iii. Ligar o aquecimento e a entrada de água.



Como ocorre?

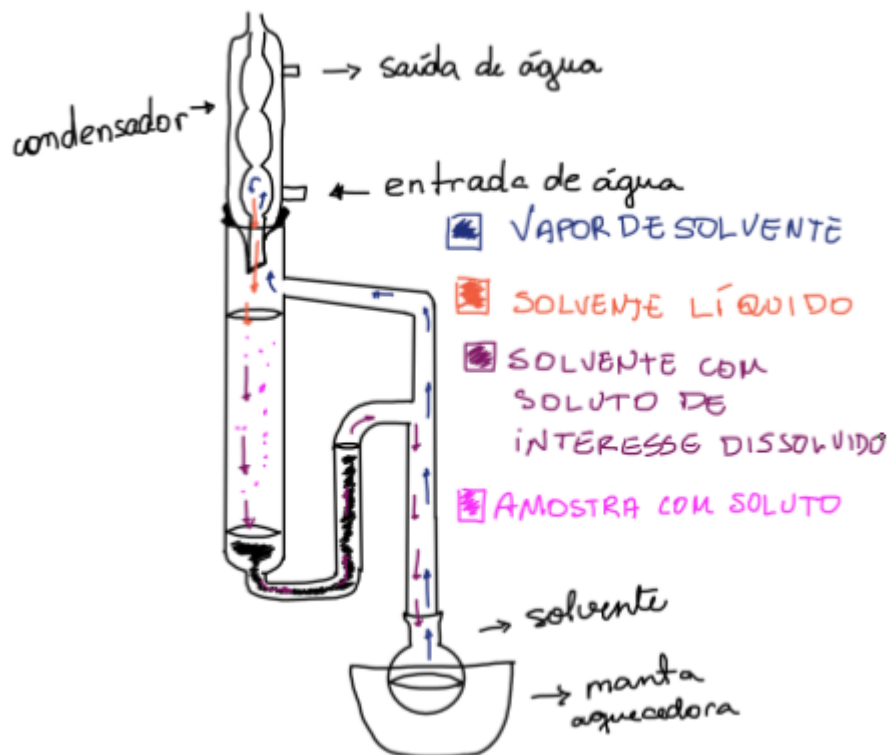
O solvente é volatilizado no balão, condensado no condensador de refluxo, e então, posto em contato com a amostra sólida e dissolvendo o analito na solução. *Novamente*, pela hidrostática, a altura dos líquidos é a mesma no sifão e na região em que se encontra o sólido (vasos conectados). Ao atingir a altura máxima, o líquido é escoado para o balão novamente, e agora contendo o soluto de interesse.

(b) Extrator líquido-líquido

- i. Solventes mais densos que a água;
Como ocorre?

O solvente é evaporado no balão e condensado no condensador de forma que passa pela solução arrastando o soluto enquanto desce pela coluna, afinal, o solvente utilizado é mais denso que a água. Há sifonação quando o solvente chega na altura da curva do tubo conectado ao balão volumétrico.



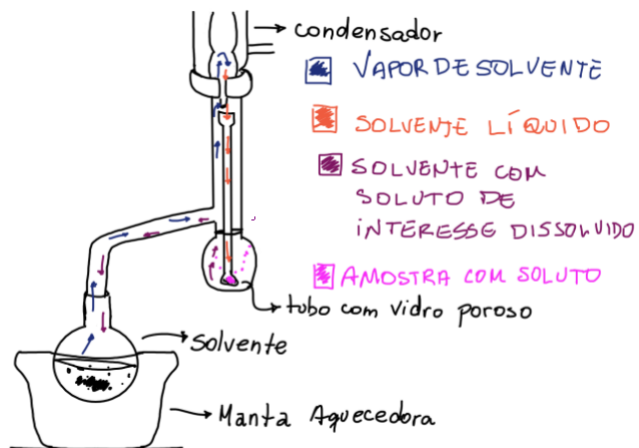


ii. Solventes menos densos que a água

Como ocorre?

O solvente é evaporado no balão e condensado no condensador, de forma que entre em um tubo com vidro poroso, isso para que o solvente tenha contato suficiente com a solução contendo o analito. Como o solvente é menos denso que a água, ao “subir”, arrasta o soluto até que chegue ao nível do tubo conectado ao balão de fundo redondo.





2. Extração descontínua: utiliza o funil de separação ou funil de bromo.



Processo:

- Inicialmente, ao funil de decantação adiciona-se a solução contendo o soluto desejado e o solvente escolhido para realizar a extração;
- Tiramos o funil do suporte e agitamos para que haja contato entre o soluto e o solvente, aumentando a eficiência do processo;
- Devemos agitar e abrir a torneira para a saída de vapores que se formam no balão. Podemos parar de chacoalhar quando não for mais audível a saída de vapores;



- (d) Retornando o funil ao seu suporte, eraperamos a formação das fases imiscíveis;
- (e) Com as duas camadas formadas, abre-se a tampa do funil para o escape de vapores formados e para que a pressão dentro e fora do funil se iguale;
- (f) Assim, por último escoamos o líquido mais denso no erlenmeyer e deixamos o líquido menos denso no funil para que seja retirado por cima, evitando contaminação.

