

Εργαστήριο Οργανικής Χημείας



Εκχύλιση Υγρού - Υγρού

Κωνσταντίνα Μητάνη
Ακαδημαϊκή Υπότροφος, ΠΘ

Εκχύλιση

Διαχωρισμός και **απομόνωση** μιας ουσίας από διάλυμα ή στερεό μίγμα με τη βοήθεια ενός διαλύτη εκχύλισης.

Τεχνικές εκχύλισης

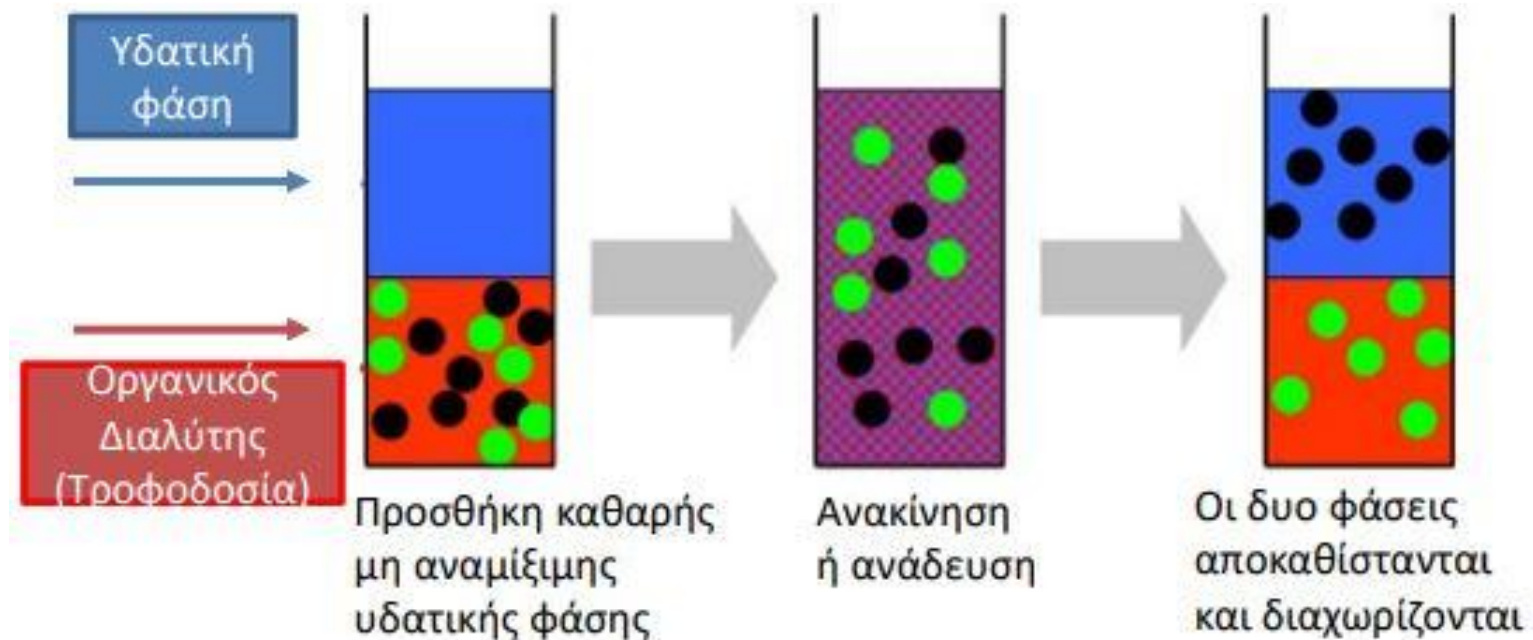


- ✓ Εκχύλιση στερεών με υγρό
- ✓ Εκχύλιση στερεής φάσης
- ✓ Εκχύλιση υγρού ή στερεού διαλυμένου σε υγρό από άλλο υγρό (Εκχύλιση Υγρού – Υγρού)

Εκχύλιση υγρού-υγρού

Ορισμός

Αποτελεί μια **διεργασία μεταφοράς μάζας** στην οποία ένα υγρό διάλυμα (τροφοδοσία) έρχεται σε επαφή με ένα μη ή σχεδόν μη αναμίξιμο υγρό (διαλύτης) το οποίο εμφανίζει εκλεκτικότητα ως προς ένα ή περισσότερα από τα συστατικά της τροφοδοσίας.



Εκχύλιση υγρού-υγρού

Ευρεία χρήση λόγω:

- ✓ Απλότητα μεθοδολογίας
- ✓ Ταχύτητας
- ✓ Ευελιξίας
- ✓ Εφαρμογής σε ουσίες, σε **ίχνη** και σε **μακροποσότητες**

Ως εργαστηριακή διεργασία

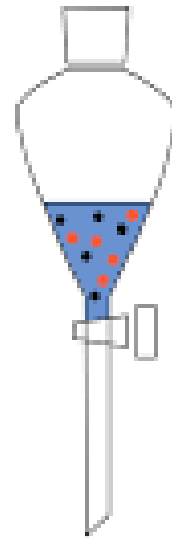


Ως βιομηχανική διεργασία

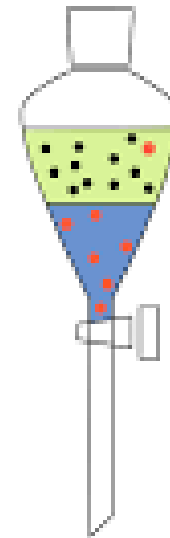


Εκχύλιση υγρού-υγρού

Η ανάμιξη των δύο φάσεων γίνεται σε **διαχωριστικό χωνί**, όπου **αναταράσσονται**, έτσι ώστε να έλθουν σε στενή επαφή και να αποκατασταθεί ισορροπία των διαλυμένων ουσιών στις δυο φάσεις, οπότε και **διαχωρίζονται**.



Solution containing two compounds (red and black)

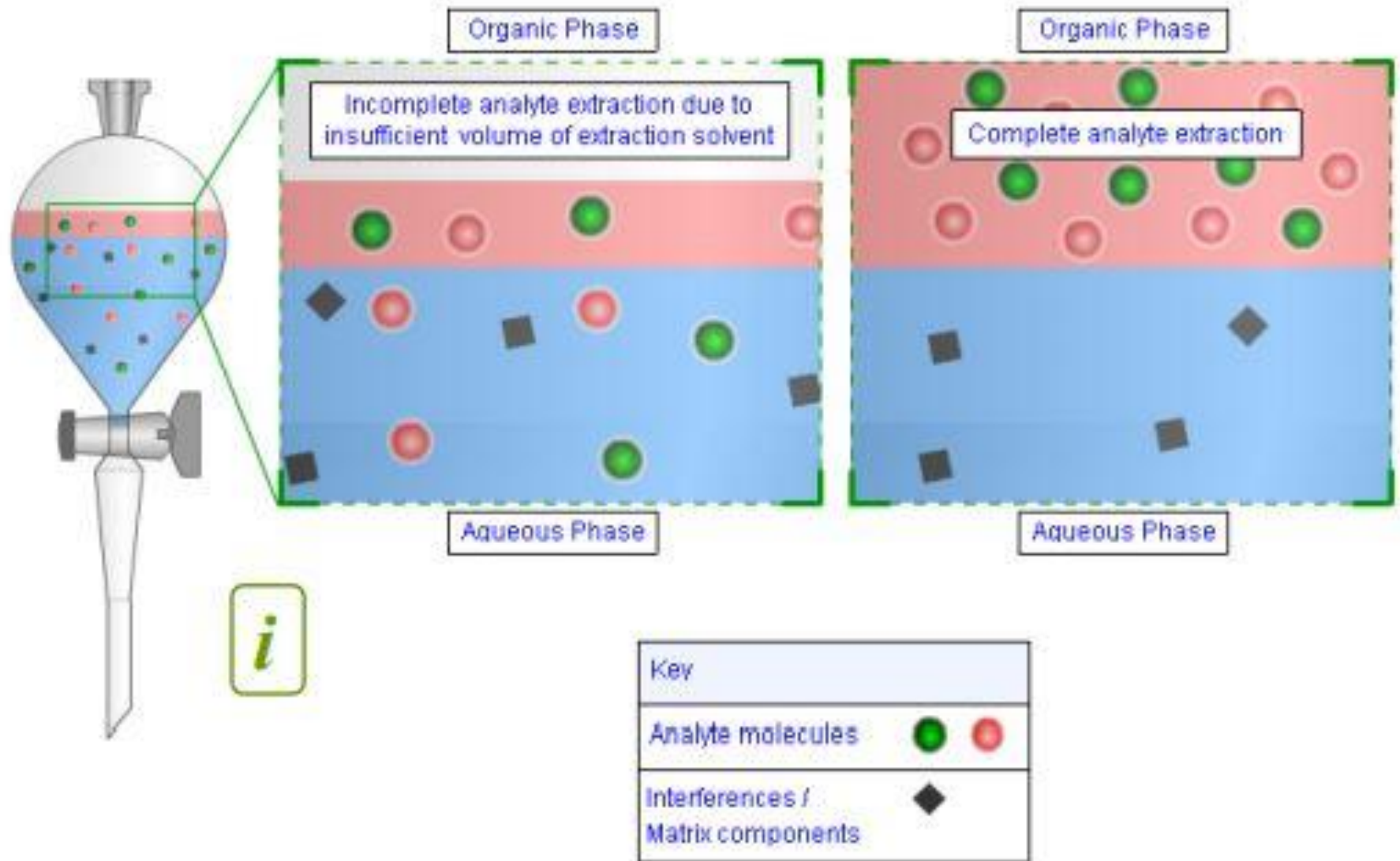


The black molecules are extracted to yellow solvent after shaking



Lower phase drained using the stopcock, isolating the majority of the red molecules

Εκχύλιση υγρού-υγρού



Επιλογή του διαλύτη εκχύλισης (1)

- ✓ Να μην αντιδρά με την εκχυλιζόμενη ουσία.
- ✓ Η διαλυτότητα της ουσίας στο διαλύτη εκχύλισης να είναι όσο το δυνατόν μεγαλύτερη, ενώ η διαλυτότητα των ανεπιθύμητων ουσιών, που συνυπάρχουν πρέπει να είναι όσο το δυνατό μικρότερη.
- ✓ Πλήρης διαχωρισμός των δυο στοιβάδων μετά από την ανακίνηση. Να έχουν διαφορετικές πυκνότητες.
- ✓ Η ουσία να ανακτάται εύκολα από τον διαλύτη εκχύλισης.
Με ζέση (π.χ. Αιθέρας) ή επανεκχύλιση με H_2O

Επιλογή του διαλύτη εκχύλισης (2)

- ✓ Να είναι **οπτικά διαφανής** για φασματοφωτομετρικές μετρήσεις
- ✓ Οι δυο φάσεις πρέπει να **μην εμφανίζουν τάση σχηματισμού γαλακτώματος**
- ✓ Να **μην είναι τοξικός ή εύφλεκτος**

Παραδείγματα πυκνότητας διαλυτών

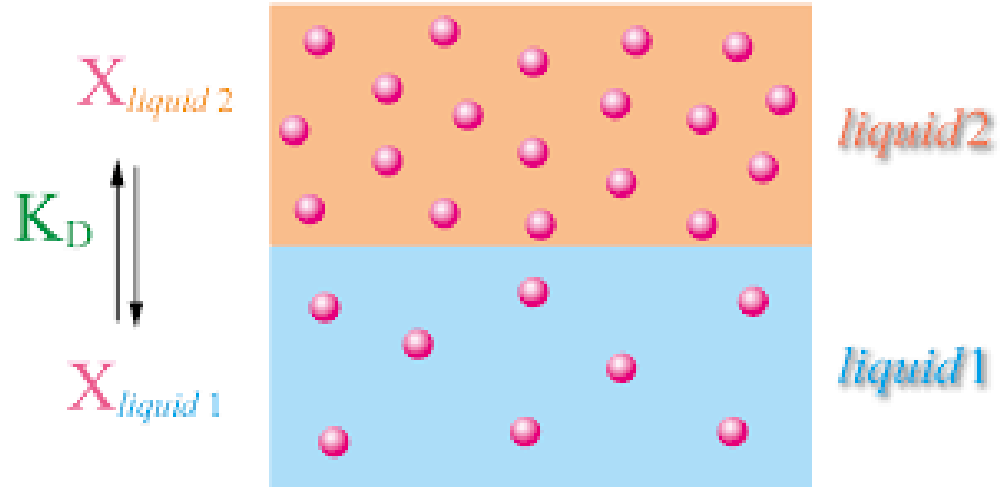
CHCl_3	$d = 1.50 \text{ g /cm}^3$
CCl_4	$d = 1.59 \text{ g /cm}^3$
H_2O	$d = 1.00 \text{ g /cm}^3$
Βενζόλιο	$d = 0.88 \text{ g /cm}^3$
Αιθέρας	$d = 0.71 \text{ g /cm}^3$

Εκχύλιση υγρού-υγρού

Η γενική αρχή στην οποία στηρίζεται η εκχύλιση είναι ο γνωστός νόμος κατανομής του Nernst, σύμφωνα με τον οποίο ο λόγος των συγκεντρώσεων μιας ουσίας διαλυμένης σε δυο μη αναμιγνυόμενες υγρές φάσεις A και B, στην κατάσταση ισορροπίας, είναι σταθερός, για μια δεδομένη θερμοκρασία.

Συντελεστής κατανομής

$$K = \frac{C_A}{C_B}$$



Χαρακτηριστική σταθερά για τη δεδομένη ένωση και το ζεύγος των διαλυτών σε μια δεδομένη θερμοκρασία.

Πολλαπλές εκχυλίσσεις

Πολλές φορές μπαίνει το ερώτημα **αν θα αρκεστούμε** για μια δεδομένη ποσότητα εκχυλιστικού υγρού σε **μια εκχύλιση** ή θα κάνουμε περισσότερες με παράλληλη διαίρεση του διαλύτη σε μικρότερες ποσότητες.

Αν V_1 είναι ο όγκος διαλύματος που περιέχει αρχικά W_0 μιας ουσίας, και αυτή εκχυλίζεται **n φορές** με **ίσο όγκο εκχυλιστικού υγρού** κάθε φορά V_2 , η ποσότητα W_n της ουσίας που θα παραμείνει στην αρχική στοιβάδα (όγκο) του διαλύτη θα είναι:

$$W_n = W_0 \left(\frac{V_1}{V_1 + K_D V_2} \right)^n$$

Το W_n είναι τόσο μικρότερο και η επομένως η εκχύλιση είναι τόσο πιο αποτελεσματική,

- ✓ όσο μικρότερος είναι ο όγκος του εκχυλιστικού μέσου V_2 και
- ✓ όσο μεγαλύτερος είναι ο αριθμός n των διαδοχικών εκχυλίσεων.

Πολλαπλές εκχυλίσσεις

Πρακτικά μια οργανική ουσία σε ένα σύστημα νερού / οργανικού διαλύτη με $K > 4$, παραλαμβάνεται, κατά το μεγαλύτερο ποσοστό με **δυο ή τρεις εκχυλίσσεις**.

Είναι προτιμότερο να γίνονται **περισσότερες εκχυλίσσεις** με μικρότερες ποσότητες διαλύτη **από ότι μια** με μεγάλη ποσότητα.

Πολλές φορές κατά την εκχύλιση ουσιών από υδατικά διαλύματα με οργανικούς διαλύτες, ο διαχωρισμός των στοιβάδων είναι ατελής ή και αδύνατος εξαιτίας σχηματισμού γαλακτώματος.

Η δημιουργία γαλακτώματος οφείλεται κυρίως στη μικρή διαφορά πυκνοτήτων της υδατικής και της οργανικής στοιβάδας.

“Σπάσιμο” γαλακτώματος

- ✓ Με προσθήκη νερού
- ✓ Με προσθήκη οργανικού διαλύτη π.χ. πεντανίου ελαττώνουμε την πυκνότητα πολλών οργανικών διαλυτών
- ✓ Με προσθήκη οργανικού διαλύτη π.χ. τετραχλωράνθρακα αυξάνουμε την πυκνότητα πολλών οργανικών διαλυτών
- ✓ Με προσθήκη κορεσμένου διαλύματος χλωριούχου νατρίου αυξάνουμε την πυκνότητα της υδατικής φάσης.

Εξαλάτωση

Κατά την εκχύλιση μιας ουσίας από ένα υδατικό διάλυμα με έναν οργανικό διαλύτη το αποτέλεσμα θα είναι καλύτερο όταν η διαλυτότητα της ουσίας στο νερό είναι μικρή και στον οργανικό διαλύτη μεγάλη.

Μπορούμε να ελαττώσουμε τη “φυσική” διαλυτότητα της ουσίας στο καθαρό νερό αν διαλύσουμε σ’ αυτό κάποιο ανόργανο άλας όπως NaCl.

Επίσης ελαττώνεται και η διαλυτότητα του οργανικού διαλύτη στο νερό με αποτέλεσμα να έχουμε πληρέστερο διαχωρισμό των δυο φάσεων.

Η μέθοδος αυτή εφαρμόζεται συχνά κατά την εκχύλιση ουσιών από υδατικά διαλύματα και είναι γνωστή ως εξαλάτωση (salting out).

ΠΕΙΡΑΜΑ: ΕΚΧΥΛΙΣΗ ΙΩΔΙΟΥ ΑΠΟ ΥΔΑΤΙΚΟ ΔΙΑΛΥΜΑ I_2

Σκοπός: Η πειραματική αυτή άσκηση έχει ως σκοπό την εξοικείωση των ασκούμενων φοιτητών με την τεχνική της εκχύλισης υγρού/υγρού. Η εφαρμογή αφορά την ποσοτική εκχύλιση του ιωδίου με οργανικό διαλύτη από ένα υδατικό διάλυμα I_2 . Θα δοκιμαστούν δύο τεχνικές εκχύλισης (μιας εκχύλισης και πολλαπλών εκχυλίσεων) και θα συγκριθούν μεταξύ τους.

Όργανα :

Ογκομετρικοί κύλινδροι (2 X 50ml)

Κωνικές φιάλες (2X 100ml)

Ποτήρια ζέσεως 100ml

Δοκιμαστικοί σωλήνες

Διαχωριστική χοάνη 250ml

Μεταλλικό στήριγμα με δακτύλιο

Αντιδραστήρια:

Κυκλοεξάνιο (C_6H_{12})

Απεσταγμένο νερό

Υδατικό διάλυμα I_2

• Εκτέλεση

- Ελέγξτε τη λειτουργία της στρόφιγγας της διαχωριστικής χοάνης δοκιμάζοντας την με λίγο απεσταγμένο νερό.
- Τοποθετείστε την διαχωριστική χοάνη με κλειστή τη στρόφιγγα σε μεταλλικό δακτύλιο.

• Τεχνική μιας εκχύλισης.

- Προσθέστε στο διαχωριστικό χωνί 50ml διαλύματος I_2 (το διάλυμα μεταφέρεται με ογκομετρικό κύλινδρο).
- Προσθέστε στο διαχωριστικό χωνί 50ml C_6H_{12} . (ο οργανικός διαλύτης μεταφέρεται με ογκομετρικό κύλινδρο).
- Πωματίστε τη διαχωριστική χοάνη και απομακρύνετε την από το δακτύλιο.
- Συγκρατείτε σταθερά, με το ένα χέρι το πώμα πάνω στη διαχωριστική, ενώ με το άλλο συγκρατείτε την στρόφιγγα.
- Αναταράξτε ήπια τη διαχωριστική χοάνη και κατόπιν κρατώντας την ανεστραμμένη (προσοχή: συγκρατείτε πάντοτε το πώμα) ανοίγετε και ξανακλείνετε την στρόφιγγα για να ελευθερώσετε την μικρή πίεση που έχει σχηματισθεί (απαέρωση).

- Αναταράξτε για δεύτερη φορά τη διαχωριστική χοάνη ακολουθώντας την ίδια διαδικασία.
- Επαναφέρετε την διαχωριστική χοάνη στην κατακόρυφη θέση της στο μεταλλικό δακτύλιο.
- Περιμένετε για 2-3 λεπτά (θα παρατηρήσετε τον διαχωρισμό των δύο φάσεων). Η επάνω φάση είναι η οργανική φάση ($d_{C_6H_{12}} = 0,77$) ενώ η κάτω φάση είναι η υδατική φάση ($d_{H_2O} = 1$).



- Όταν είστε έτοιμοι για την απομάκρυνση της κάτω (υδατικής) φάσης βγάλτε το πώμα από την διαχωριστική χοάνη πριν ανοίξετε την στρόφιγγα.

- Τοποθετείστε μια κωνική φιάλη κάτω από τη στρόφιγγα.

- Ανοίγετε την στρόφιγγα και μεταφέρετε την κάτω φάση (υδατική) στην κωνική φιάλη.

- Μεταφέρετε την οργανική φάση (επάνω φάση) στην κωνική φιάλη. Σημειώστε στην κωνική φιάλη την ένδειξη **‘1ο εκχύλισμα’**.

Τεχνική πολλαπλών εκχυλίσεων.

- Προσθέστε εκ νέου στη διαχωριστική χοάνη 50ml διαλύματος I_2 .
 - Προσθέστε **25ml C_6H_{12} και εκχυλίστε όπως και προηγουμένως.**
 - Απομακρύνετε την κάτω φάση (υδατική φάση) μέσα σε ποτήρι ζέσεως.
 - Στη συνέχεια μεταφέρετε την οργανική φάση (επάνω φάση) σε μια δεύτερη κωνική φιάλη.
 - Προσθέστε άλλα **25ml C_6H_{12} στη διαχωριστική χοάνη (που περιέχει την υδατική φάση) και εκχυλίστε ξανά.**
 - Μεταφέρετε την κάτω φάση (υδατική φάση) σε ποτήρι ζέσεως.
 - Μεταφέρετε την πάνω φάση (οργανική) μέσα στην ίδια κωνική φιάλη που χρησιμοποιήσατε προηγουμένως.
- Σημειώστε στη κωνική φιάλη την ένδειξη **‘2ο εκχύλισμα’.**

- **Αξιολόγηση ποσοτική των δύο τρόπων εκχύλισης.**

- Μεταφέρετε σε δύο δοκιμαστικούς σωλήνες 3ml από το **1ο και 2ο εκχύλισμα αντιστοίχως.**

- Συγκρίνετε την ένταση του χρώματος στους δύο δοκιμαστικούς σωλήνες τοποθετώντας ένα λευκό χαρτί στο κάτω μέρος και κοιτάζοντας από την κορυφή προς τον πυθμένα των δοκιμαστικών σωλήνων.

- Ποιο έχει το σκοτεινότερο χρώμα;

- Τι συμπέρασμα βγαίνει από αυτό το πείραμα;

Σημείωση: Εάν θέλουμε να απομονώσουμε το I_2 σε καθαρή μορφή αποστάζουμε το κυκλοεξάνιο σε μια κατάλληλη συσκευή απλής απόσταξης. Αυτό που παραμένει μέσα στην φιάλη αποστάξεως είναι καθαρό ιώδιο.

Οπτικοακουστικό Υλικό

<https://www.youtube.com/watch?v=po-ru80QXE0&feature=youtu.be>

<https://www.youtube.com/watch?v=8bZl7mcG0Ew&feature=youtu.be>