



Τμήμα Μηχανικών Περιβάλλοντος
Πολυτεχνική Σχολή
ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΠΑΤΡΩΝ

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΕΣ ΑΣΚΗΣΕΙΣ ΟΡΓΑΝΙΚΗΣ ΧΗΜΕΙΑΣ

Αγγελική Απ. Γαλάνη
Χημικός PhD, Εργαστηριακό Διδακτικό Προσωπικό (ΕΔΙΠ)

ΕΚΧΥΛΙΣΗ

ΦΩΤΟΓΡΑΦΙΚΟ ΥΛΙΚΟ ΔΙΑΦΑΝΕΙΑΣ 51 ΠΡΟΕΡΧΟΜΕΝΟ ΑΠΟ ΤΙΣ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΕΣ ΕΚΘΕΣΕΙΣ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ ΤΩΝ ΦΟΙΤΗΤΩΝ ΚΑΙ ΦΟΙΤΗΤΡΙΩΝ ΤΟΥ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟΥ ΟΡΓΑΝΙΚΗΣ ΧΗΜΕΙΑΣ, ΤΟΥ ΑΚΑΔΗΜΑΪΚΟΥ ΈΤΟΥΣ 2016-2017 ΠΑΝΤΕΛΗ ΚΑΛΛΙΟΠΗ, ΚΟΥΚΟΥΒΙΝΗΣ ΚΩΝΣΤΑΝΤΙΝΟΣ ΑΔΩΝΗΣ, ΤΣΙΛΤΙΚΑ ΕΥΑΓΓΕΛΙΑ

ΕΙΣΑΓΩΓΗ

Η εκχύλιση χρησιμοποιείται:

Για την παραλαβή μιας ένωσης από ένα διάλυμα (φορέα), με τη χρήση κάποιου διαλύτη.

Για το διαχωρισμό στερεού μίγματος στα συστατικά του.

Για τον καθαρισμό μιας ένωσης από ανεπιθύμητες προσμίξεις.

Η εκχύλιση στηρίζεται στη χρήση ενός διαλύτη που διαλύει μία ουσία, αλλά δε διαλύει τα άλλα συστατικά

Η τεχνική της χαρακτηρίζεται από ταχύτητα και απλότητα

Είναι μέθοδος με ευρεία εφαρμογή

Τύποι εκχύλισης

Υγρή - Υγρή Εκχύλιση (liquid- liquid extraction)

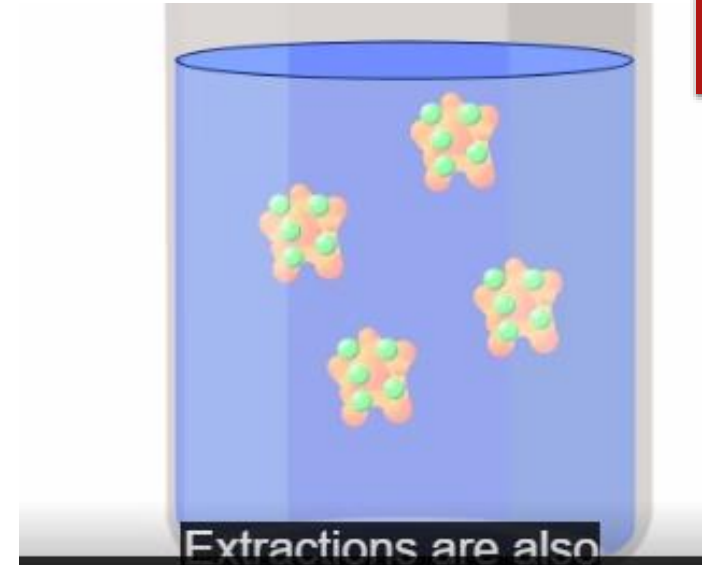
- Εκχύλιση διαλύματος μίγματος ουσιών με υγρό
- Κατανομή της ουσίας στις δυο υγρές φάσεις

Στερεή – Υγρή εκχύλιση (so lid-phase extraction)

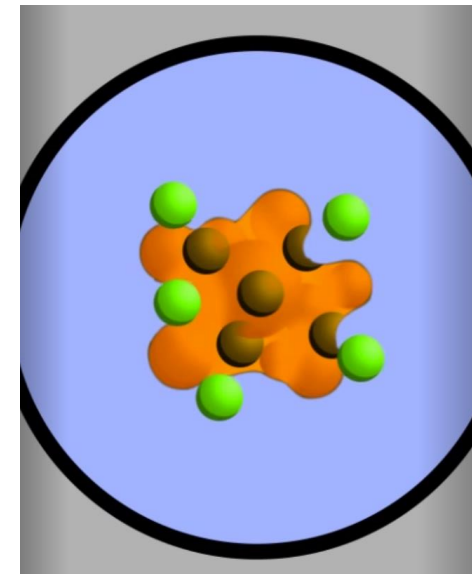
- Η υγρή φάση περνά μέσα από προσροφητικό υλικό

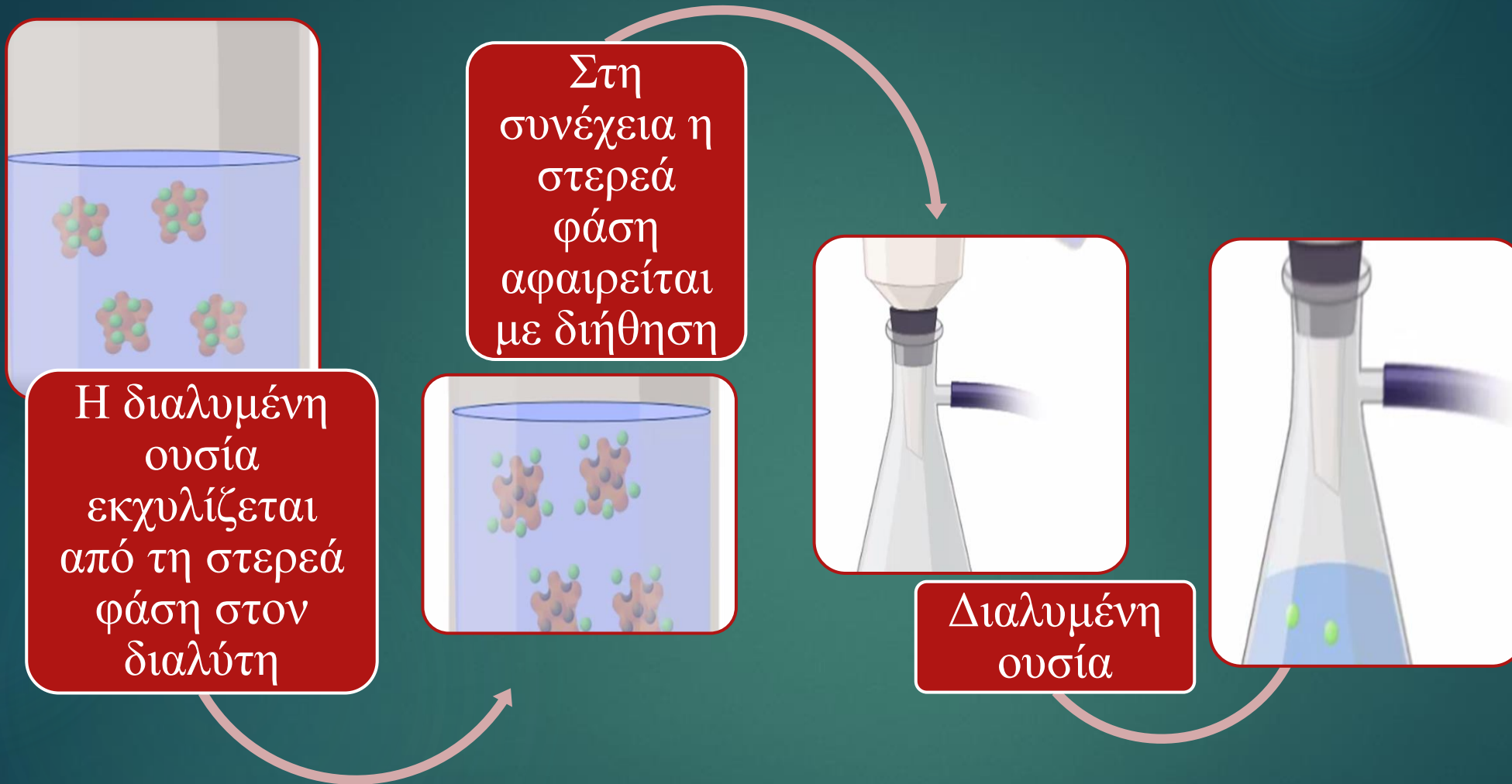
Υγρή – Στερεή εκχύλιση

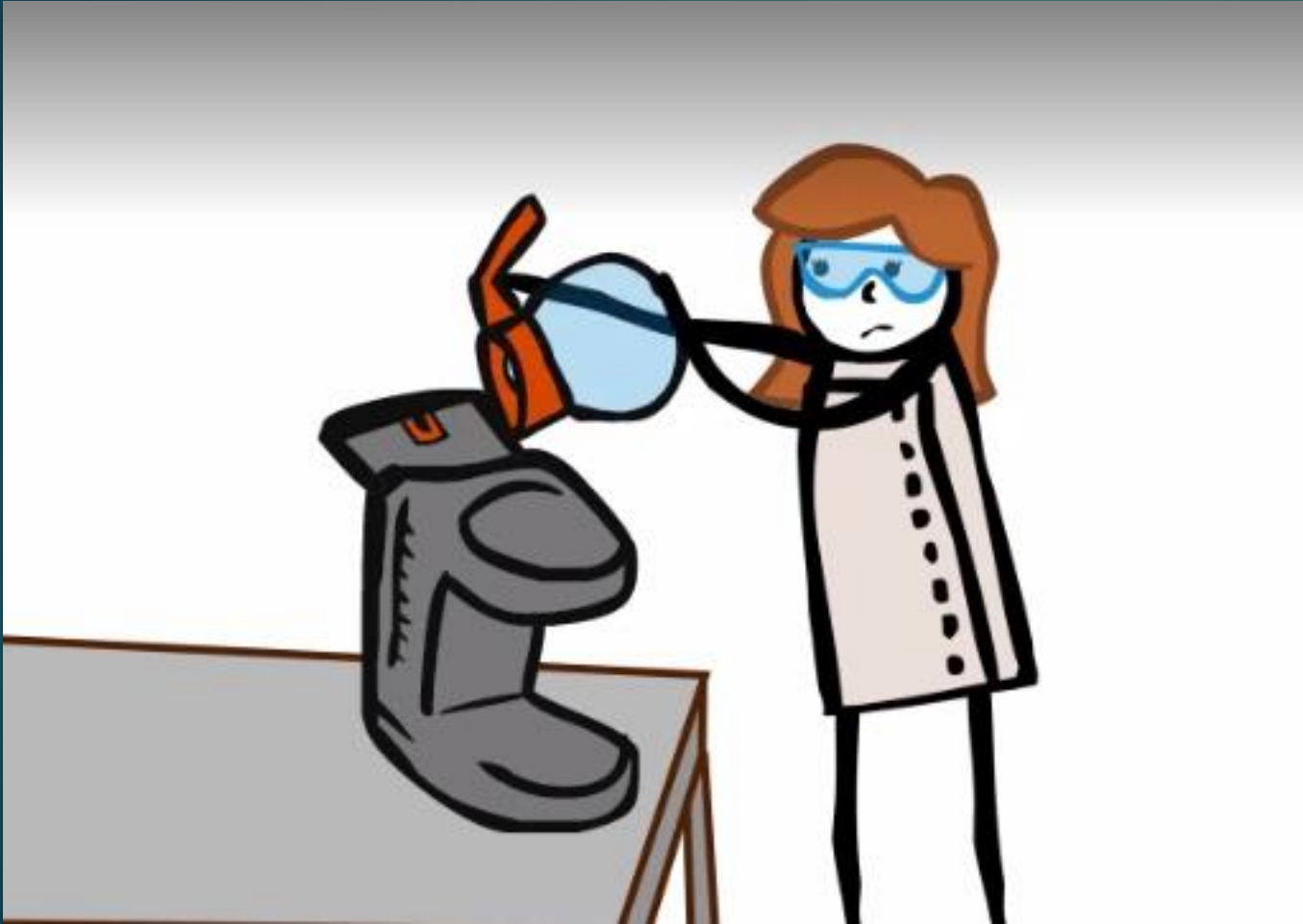
- ▶ Η διαλυμένη ουσία μεταφέρεται από μια στερεά φάση σε μια υγρή φάση. Διασπείρεται σε στερεά μήτρα και όχι σε υγρό φορέα όπως συμβαίνει στην υγρή-υγρή εκχύλιση.
- ▶ Η στερεά φάση που περιέχει τη διαλυμένη ουσία, διασπείρεται στον διαλύτη και αναμιγνύεται.



6

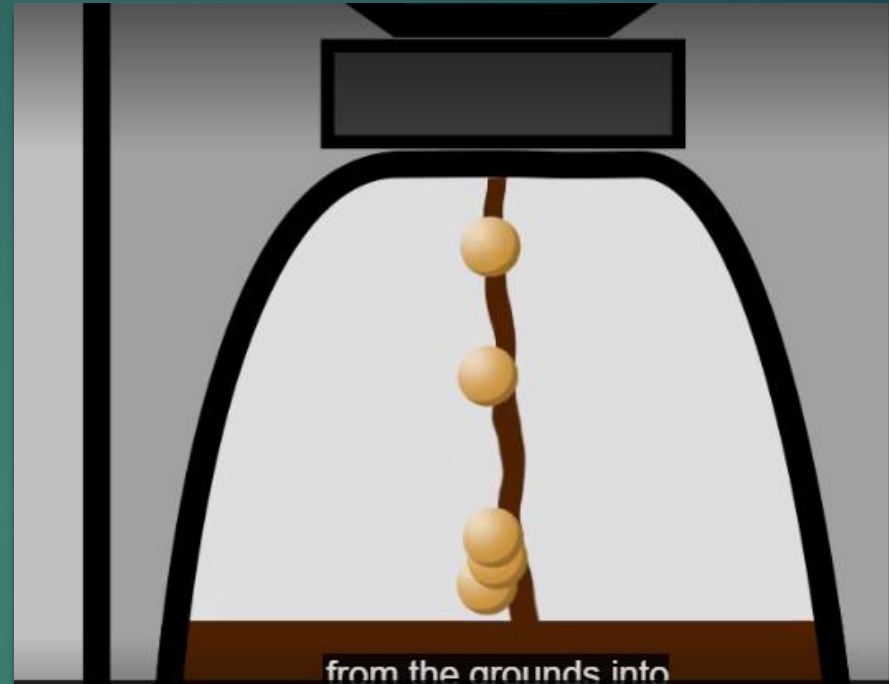
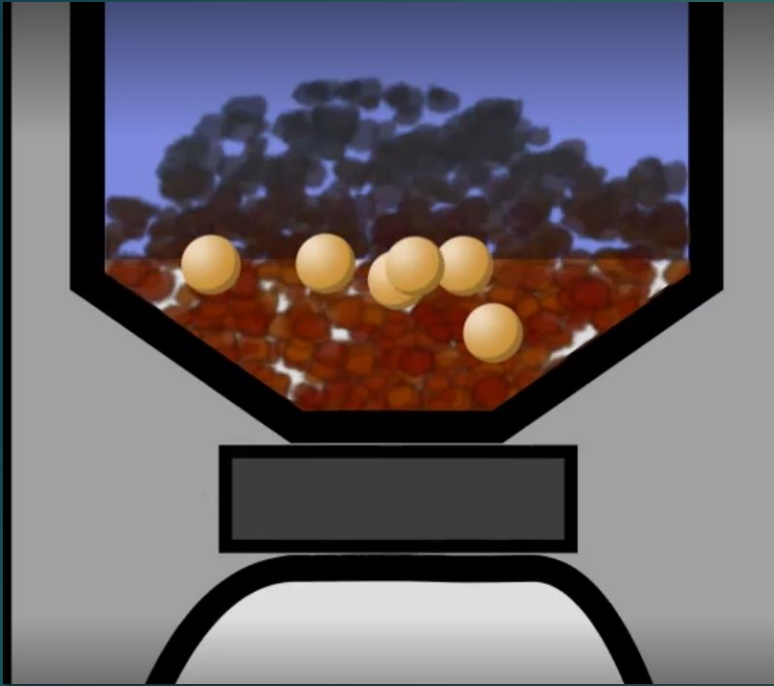






Απλό παράδειγμα εκχύλισης στερεού - υγρού

Ένα απλό παράδειγμα εκχύλισης στερεού-υγρού είναι η παρασκευή καφέ. Ζεστό νερό ρίχνεται πάνω σε αλεσμένους κόκκους καφέ.



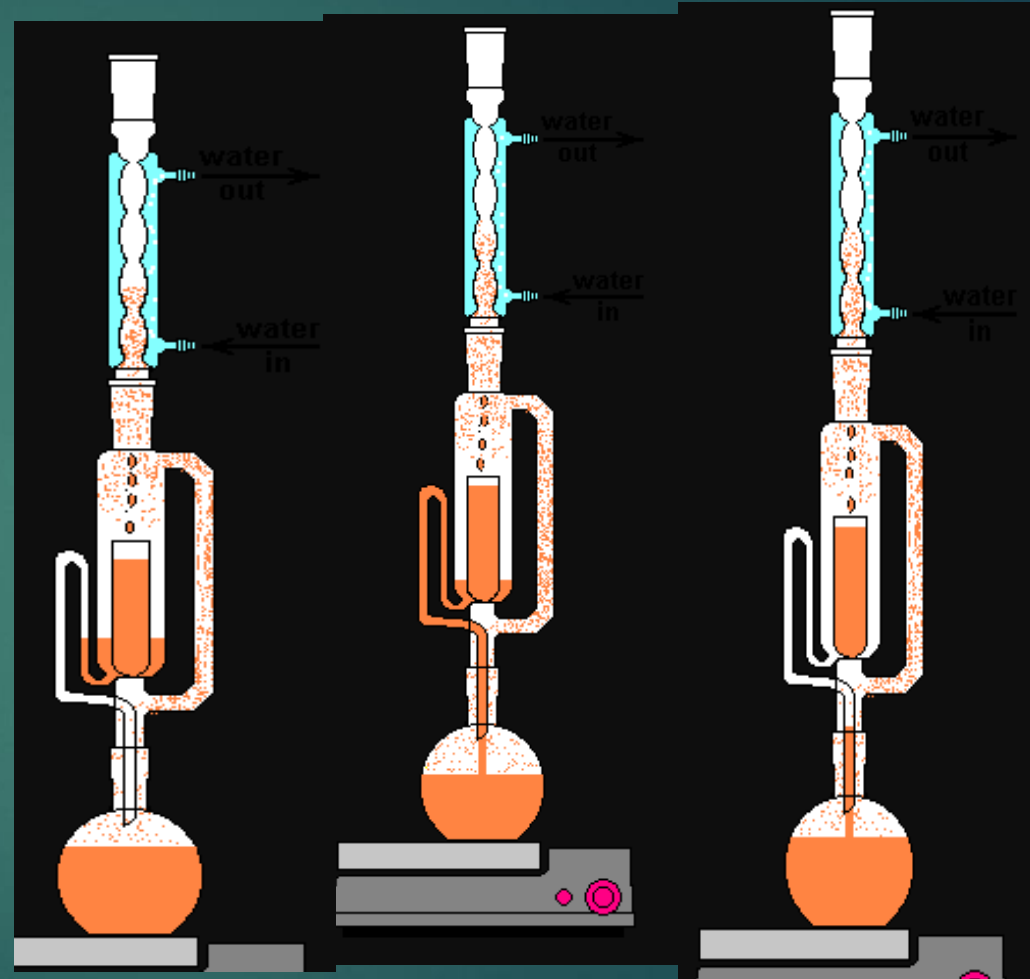
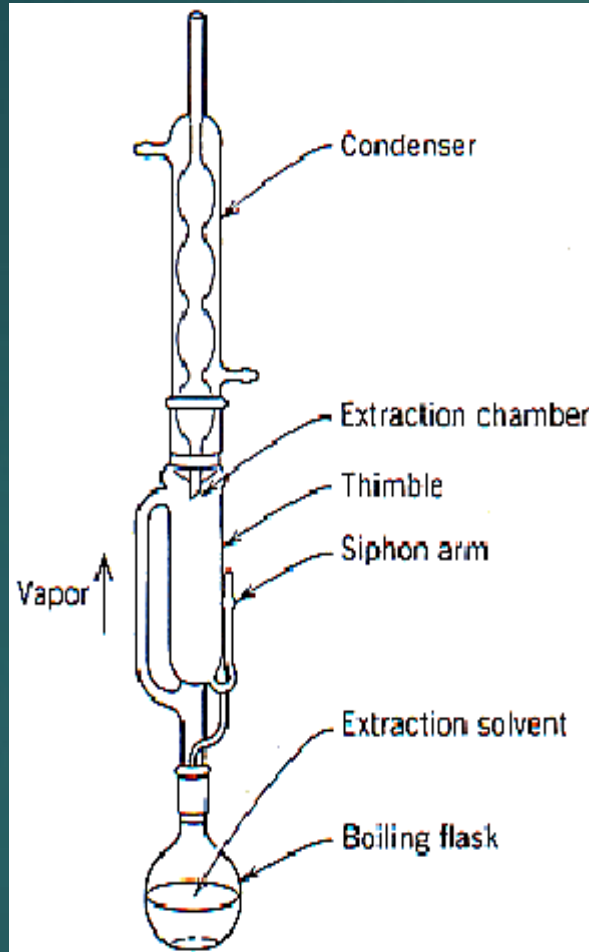
Οι γευστικές ουσίες του καφέ εκχυλίζονται στο νερό και δίνουν τον καφέ.

Η υγρή – στερεή
εκχύλιση
χρησιμοποιείται
συχνά σε τεχνικές
ενόργανης
περιβαλλοντικής
ανάλυσης



Εκχύλιση Soxhlet

11

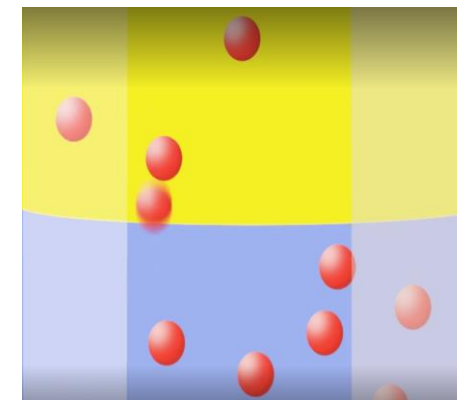
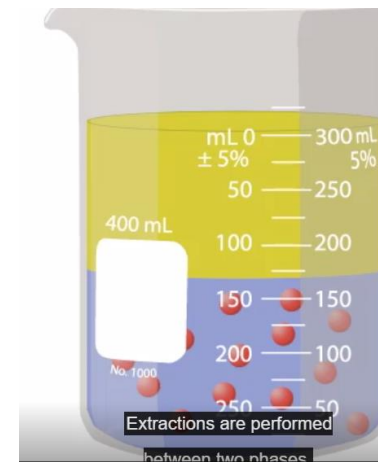
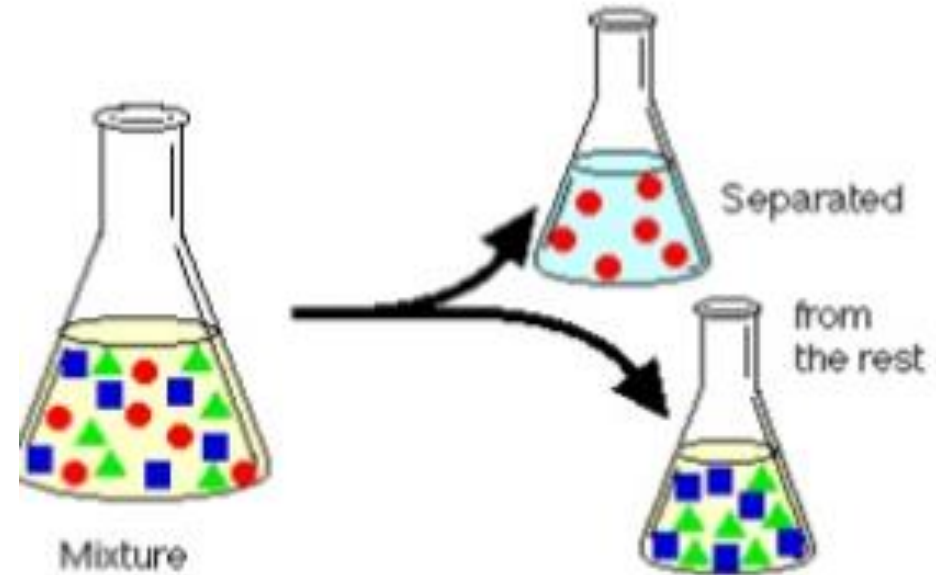


Στην εκχύλιση κατά Soxhlet μια μικρή ποσότητα διαλύτη εκχύλισης, είναι δυνατόν να χρησιμοποιηθεί για μια μεγάλη ποσότητα στερεού δείγματος



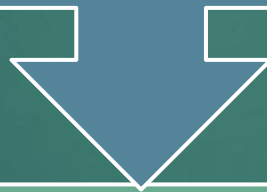
Υγρή – Υγρή Εκχύλιση

- ▶ Χρήσιμη ως τεχνική για να διαχωριστούν τα συστατικά ενός μίγματος.
- ▶ η διαλυμένη ουσία μεταφέρεται από μία υγρή φάση σε μια άλλη υγρή επίσης φάση.



Αρχές Υγρής –Υγρής Εκχύλισης

Είναι μια τεχνική διαχωρισμού που βασίζεται στην ισορροπία κατανομής ουσιών μεταξύ δύο φάσεων οι οποίες αναμιγνύονται ελάχιστα μεταξύ τους.

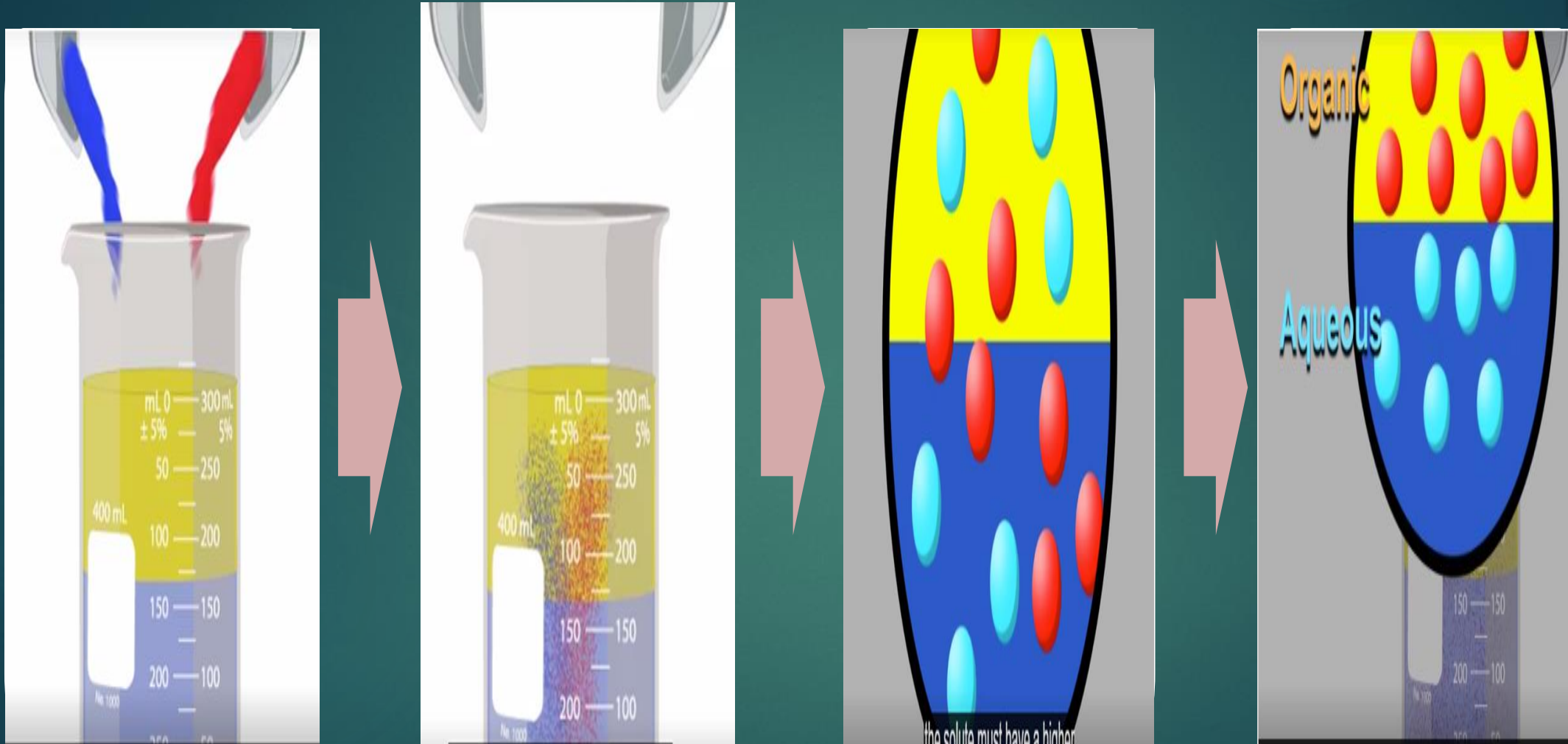


Τα συστατικά του μίγματος κατανέμονται ως εξής:

τα ανόργανα άλατα και οι πολικές οργανικές ουσίες σε μια υδατική φάση (aqueous),

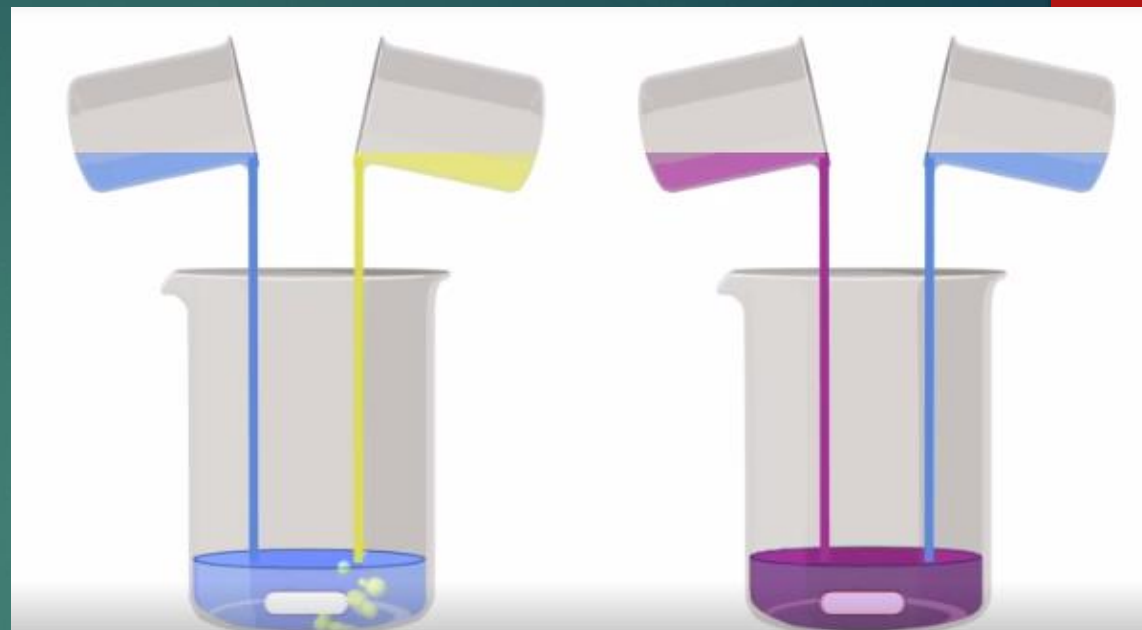
οι μη πολικές οργανικές ουσίες σε μια οργανική φάση (organic).

Κατανομή συστατικών στις δυο φάσεις



► Οι δύο φάσεις πρέπει να είναι ελάχιστα αναμίξιμες ώστε να παραμένουν ως ξεχωριστές φάσεις, όπως το λάδι και το νερό.

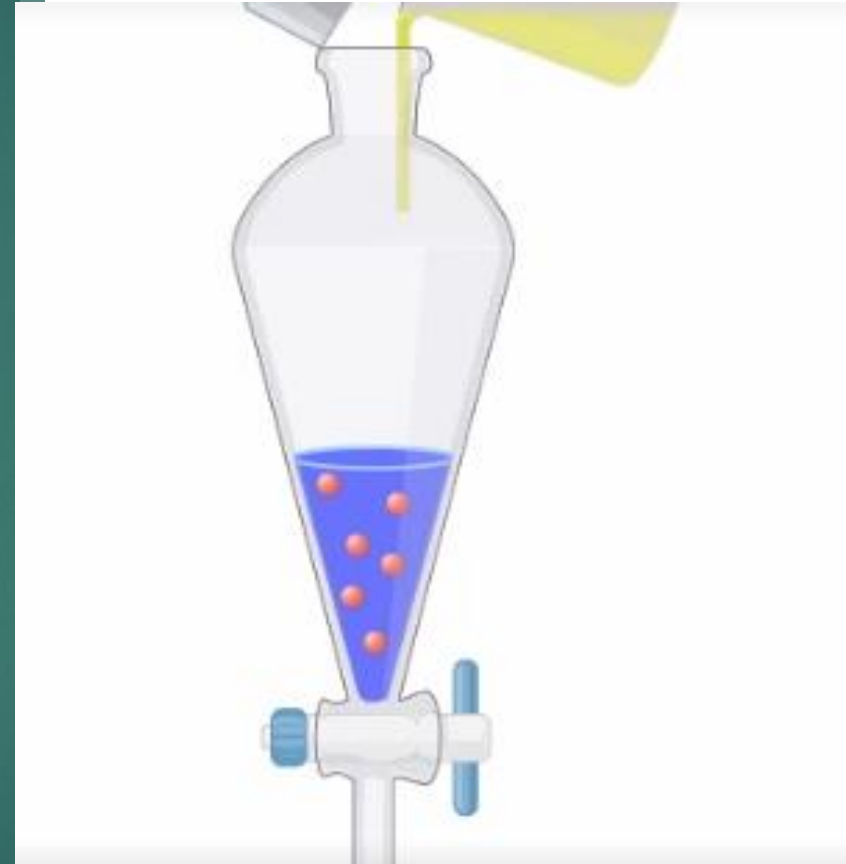
► Τα αναμίξιμα διαλύματα είναι εντελώς ομογενή μετά την ανάμιξη.



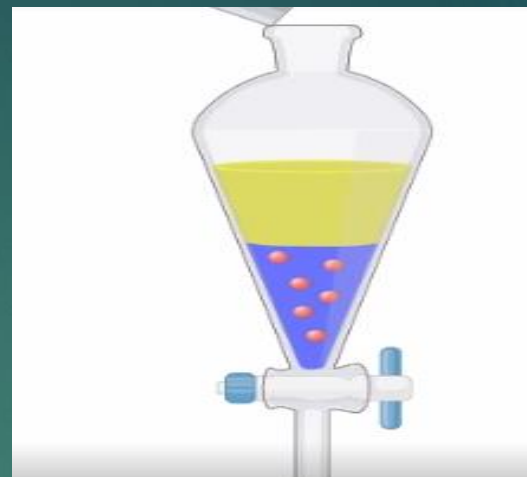
Στην υγρή – υγρή εκχύλιση χρησιμοποιείται η διαχωριστική χοάνη

Στην απλούστερη περίπτωση, εμπλέκονται
τρία συστατικά:

- ▶ η διαλυμένη ουσία,
- ▶ το υγρό φορέας
- ▶ και ο διαλύτης.



Το αρχικό μείγμα, που περιέχει τη διαλυμένη ουσία διαλυμένη στο υγρό φορέα, αναμιγνύεται με τον διαλύτη.

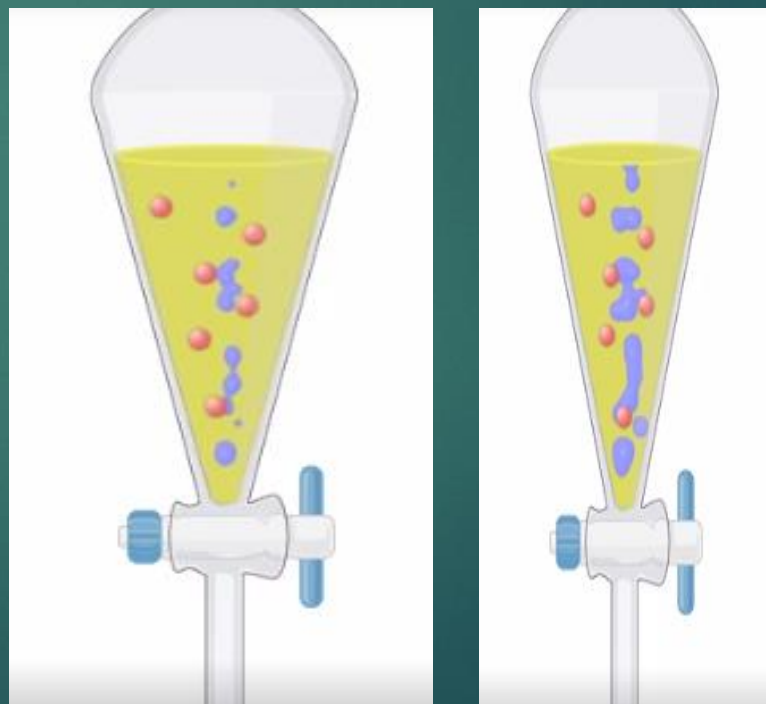


Κατά την ανάμιξη,
η διαλυμένη ουσία μεταφέρεται
από το υγρό φορέα στον διαλύτη,
αρκεί

η διαλυμένη ουσία να είναι πιο
διαλυτή στον διαλύτη από ότι στο
υγρό φορέα,

και εφόσον

το υγρό και ο διαλύτης φορέας
είναι μη αναμίξιμα.

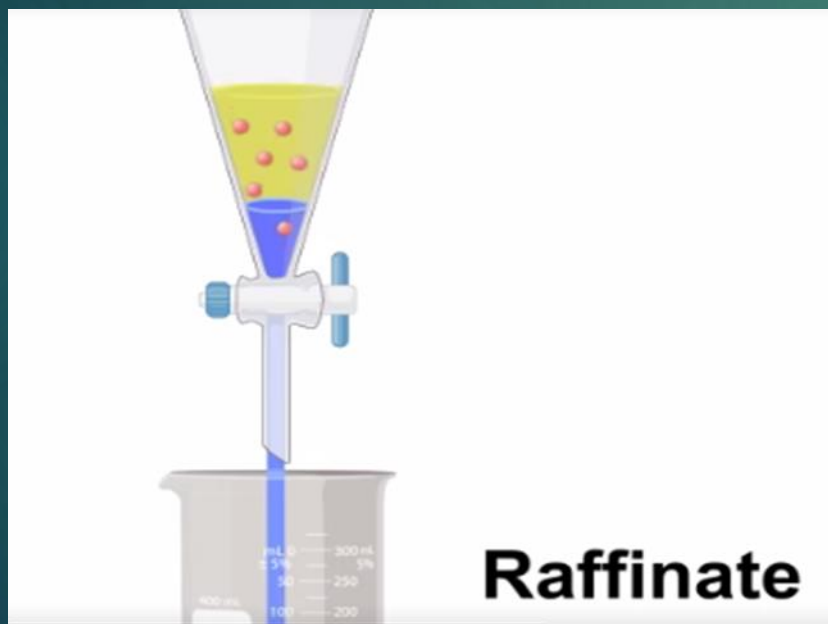


Το πυκνότερο διάλυμα
καταλήγει στον πυθμένα.



Υπάρχουν δύο φάσεις

Το υπόλειμμα (raffinate), που περιέχει το υγρό φορέα

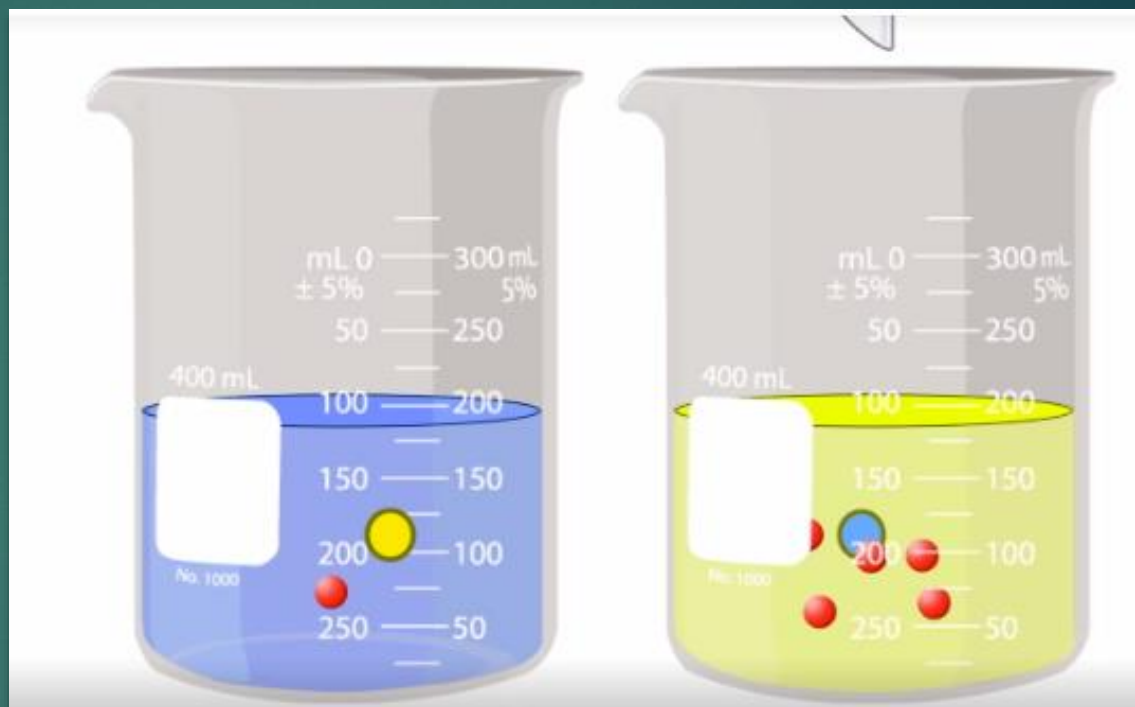


Το εκχύλισμα, (extract) που περιέχει τη διαλυμένη ουσία και τον διαλύτη



Στην πραγματικότητα, είναι πιθανό να υπάρχει υπόλειμμα κάθε συστατικού και στις δύο φάσεις.

Για το λόγο αυτό οι εκχυλίσεις με συγκεκριμένο διαλύτη επαναλαμβάνονται.



Όταν σε ένα σύστημα διαλυτών 1 και 2 οι οποίοι δεν αναμιγνύονται προστεθεί μία τρίτη ουσία διαλυτή και στους δύο τότε η ουσία κατανέμεται μεταξύ αυτών έτσι ώστε ο λόγος των συγκεντρώσεων της στους δύο διαλύτες να είναι σταθερός σε σταθερή θερμοκρασία.

Μια ουσία κατανέμεται μεταξύ δύο φάσεων, (από τις οποίες η μία συνήθως είναι υδατική και η άλλη κάποιος οργανικός διαλύτης), με συγκεκριμένη αναλογία για σταθερή τιμή θερμοκρασίας η οποία εκφράζεται με το συντελεστή κατανομής αυτής K_D

$$K_D = C_1 / C_2$$

- ▶ C_1 = Η συγκέντρωση της ουσίας στο διαλύτη 1
- ▶ C_2 = Η συγκέντρωση της ουσίας στο διαλύτη 2

ΠΡΟΣΟΧΗ

Ο διαχωρισμός με τη μέθοδο της εκχύλισης έχει καλύτερα αποτελέσματα όταν πραγματοποιούνται πολλές εκχυλίσεις με λίγο διαλύτη κάθε φορά και όχι όταν γίνεται μια εκχύλιση με όλο τον όγκο του διαλύτη ο οποίος θα χρησιμοποιηθεί.

Κριτήρια για την επιλογή του πιο κατάλληλου μέσου εκχύλισης

Να μην αντιδρά με την ουσία που επρόκειτο να εκχυλιστεί

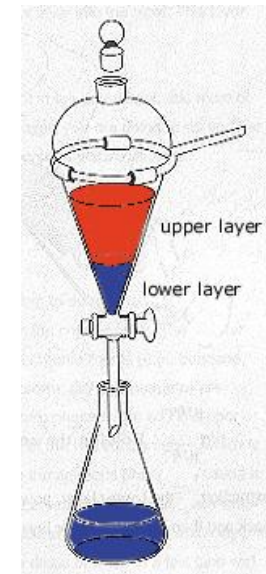
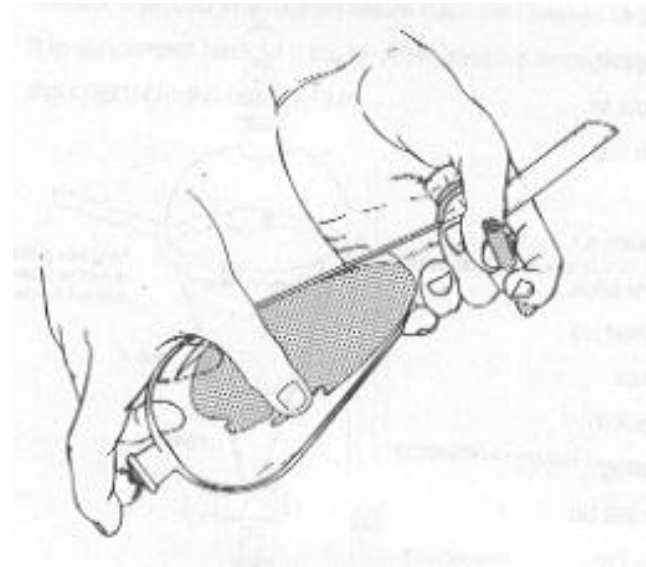
- Να διαλύει μόνο την ουσία που πρέπει να εκχυλιστεί
- Να έχει χαμηλό σ.ζ. ώστε να μπορεί στο τέλος να γίνει εύκολα η απομόνωση της ουσίας.
- Να μην είναι ούτε τοξικός ούτε εύφλεκτος

Στην περίπτωση υγρής-υγρής εκχύλισης

- Να έχει πολύ διαφορετική πυκνότητα από την άλλη φάση της εκχύλισης έτσι ώστε να μπορεί να γίνει εύκολα ο διαχωρισμός των δύο φάσεων
- Να μην διαλύεται στην άλλη φάση ούτε και να σχηματίζει σταθερό γαλάκτωμα με αυτή.

Χρήση διαχωριστικής χοάνης

- ▶ Προστίθεται στη χοάνη το διάλυμα της ουσίας
- ▶ Προστίθεται στη χοάνη ποσότητα δεύτερου διαλύματος (εκχυλιστικού υγρού). Ο συνολικός όγκος των δύο διαλυμάτων δεν πρέπει να είναι μεγαλύτερος από τα $2/3$ του όγκου της διαχωριστικής χοάνης.
- ▶ Τοποθετείται το πώμα στη χοάνη και απομακρύνεται αυτή από το στήριγμα.
- ▶ Η διαχωριστική χοάνη αναστρέφεται, ενώ κρατιέται με το ένα χέρι το πώμα της και με το άλλο η στρόφιγγα και ανακινείται δυνατά.

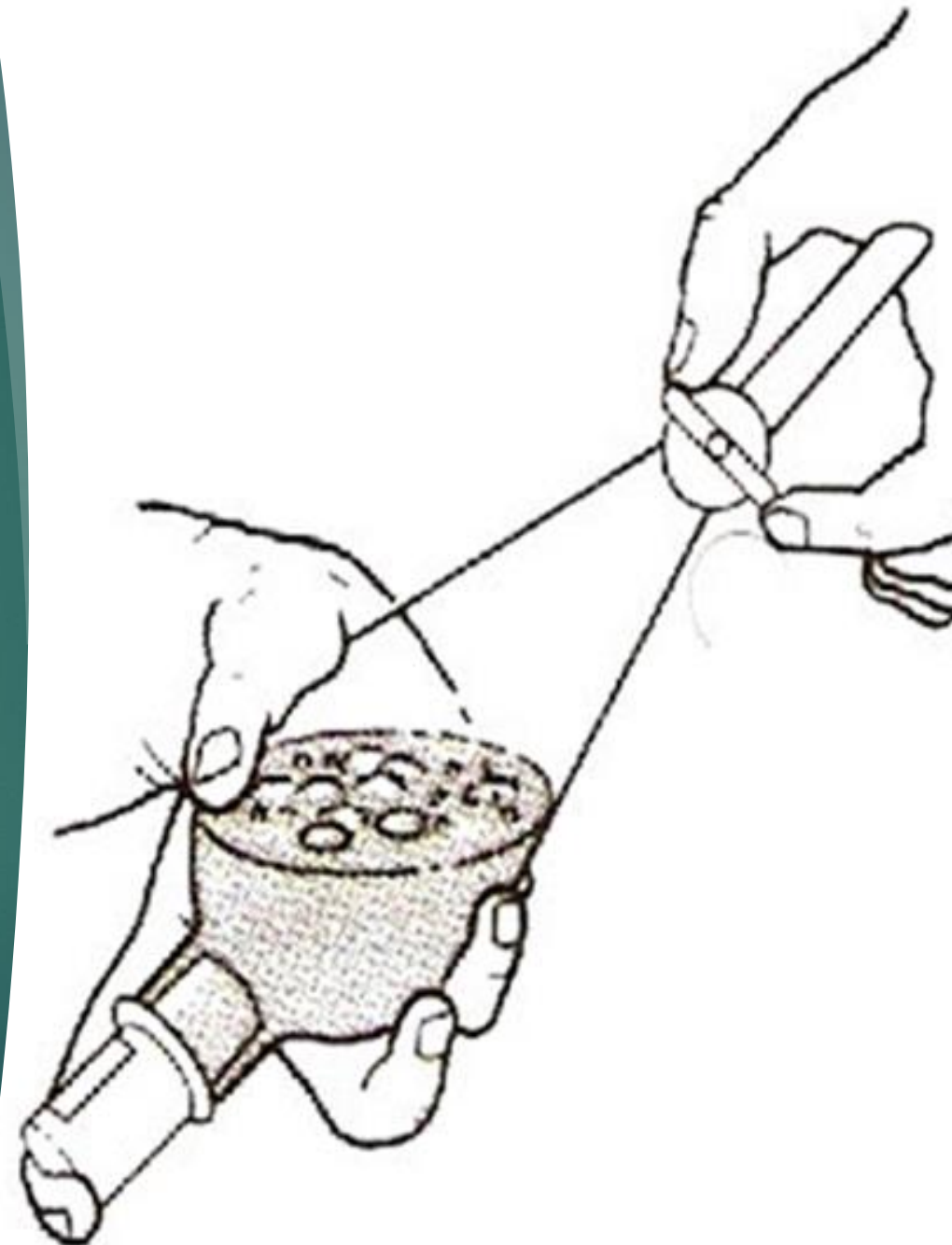


Κατά την διαδικασία της εκχύλισης κρατιέται καλά το πώμα της διαχωριστικής

Κρατιέται καλά το πώμα γιατί η πίεση που δημιουργείται από την τάση ατμών των υγρών με την ανάμιξή τους μπορεί να το πετάξει και έτσι να προκληθεί ατύχημα.

Ο κίνδυνος αυτός μεγαθύνεται όταν:

- ▶ χρησιμοποιούνται πτητικοί διαλύτες,
- ▶ το διάλυμα εκχύλισης είναι θερμό,
- ▶ η υδατική φάση περιέχει ανθρακικά άλατα οπότε το διοξείδιο του άνθρακα που σχηματίζεται δημιουργεί μεγάλη πίεση



Η διαχωριστική χοάνη στηρίζεται κατακόρυφα και αναμένεται ο διαχωρισμός των δύο φάσεων

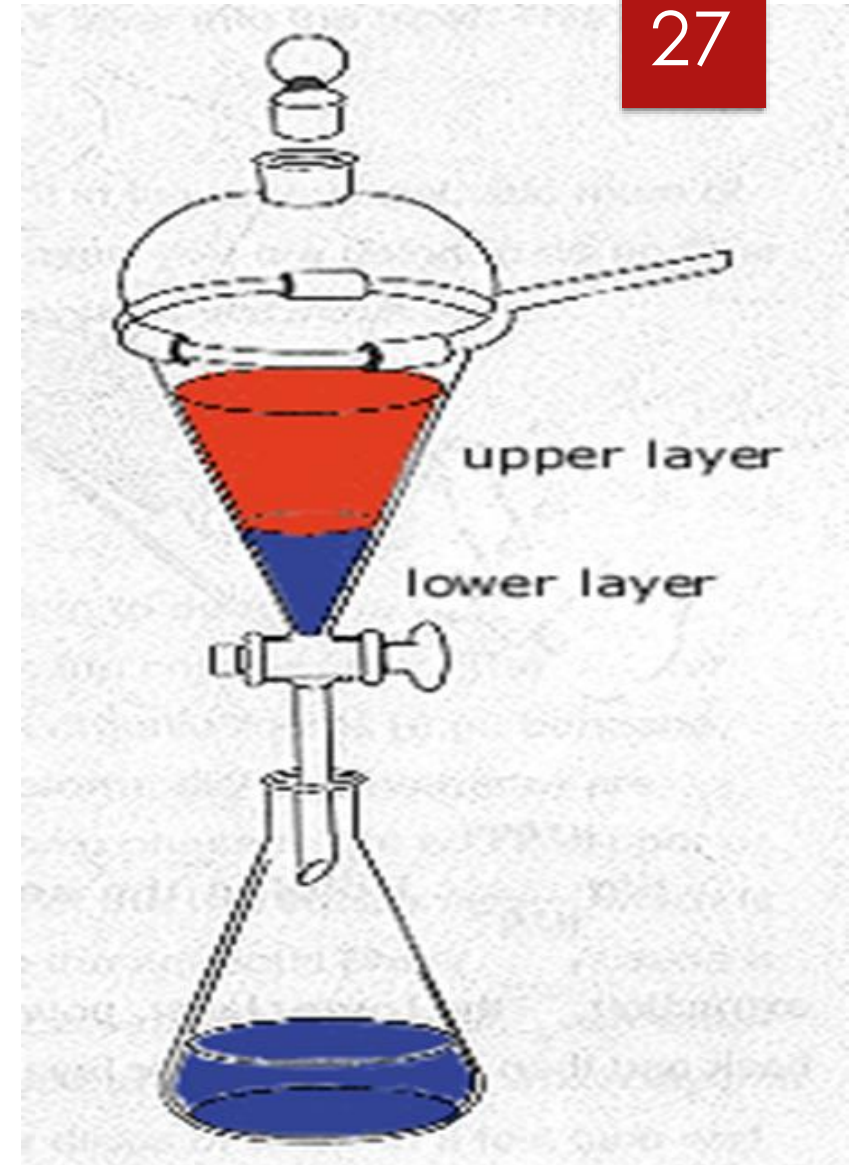
Η πάνω φάση είναι πάντα η πιο ελαφριά.

Για παράδειγμα:

- ▶ νερό- αιθέρας, η πάνω φάση ο αιθέρας
- ▶ νερό - τετραχλωράνθρακα η πάνω φάση ο τετραχλωράνθρακας
- ▶ νερό - διχλωρομεθάνιο, η πάνω φάση το νερό κλπ.

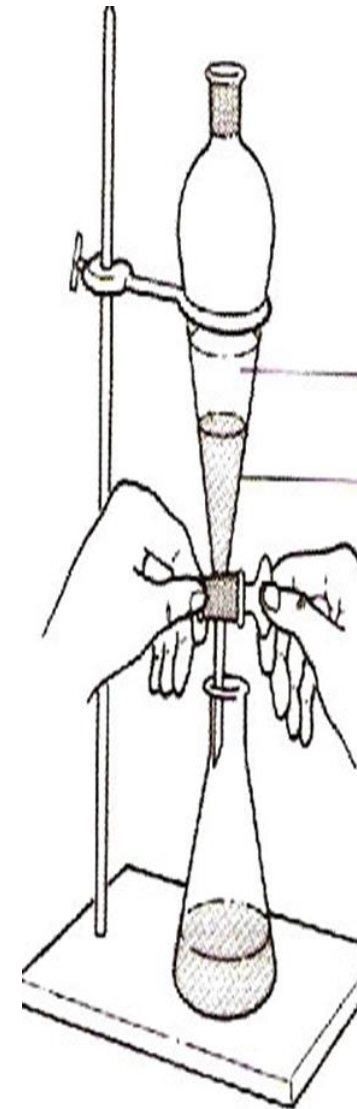
Στην περίπτωση σχηματισμού γαλακτώματος οι δυο στιβάδες δεν μπορούν να διαχωριστούν

Τότε προστίθεται NaCl και τα κολλοειδή σωματίδια αποφορτίζονται και το γαλάκτωμα καταστρέφεται



Συλλογή εκχυλίσματος

- ▶ Το πώμα αφαιρείται από τη διαχωριστική χοάνη και ανοίγεται η στρόφιγγα έτσι ώστε να απομακρυνθεί η κάτω φάση.
- ▶ Τα εκχυλίσματα συλλέγονται και ξηραίνονται και η καθαρή ουσία απομονώνεται αφού αποσταχθεί ο διαλύτης.





ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

**ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΣ ΜΙΓΜΑΤΟΣ ΒΕΝΖΟΪΚΟΥ ΟΞΕΟΣ –
ΑΚΕΤΑΝΙΛΙΔΙΟΥ ΜΕ ΤΗΝ ΤΕΧΝΙΚΗ ΤΗΣ ΥΓΡΗΣ-ΥΓΡΗΣ
ΕΚΧΥΛΙΣΗΣ)**

Αντιδραστήρια- Σκεύη-Όργανα

CH_2Cl_2 , διάλυμα HCl 2N, διάλυμα NaOH 2N, MgSO_4 , κωνική φιάλη 250 mL, 2 σφαιρικές φιάλες 100 mL, 4 ογκομετρικοί κύλινδροι 50 mL, διαχωριστική χοάνη, γυάλινο χωνί, πτυχωτός ηθμός, ηλεκτρονικός ζυγός, συσκευή εύρεσης σημείου τήξεως, μαγνητικός αναδευτήρας, περιστροφικός εξατμιστήρας.

Πειραματική Πορεία

1. Σε κωνική φιάλη 250 mL προστίθενται 3 g μίγματος (1:1) βενζοϊκού οξέος (RCOOH) - ακετανιλιδίου (R), και 25 mL CH₂Cl₂. Αναμιγνύεται το μίγμα μέχρι πλήρους διάλυσης. Τοποθετείται η χοάνη στο στήριγμα και ελέγχεται εάν η στρόφιγγα είναι κλειστή.
2. Προστίθενται στη χοάνη 14 mL NaOH 2 N.
Πραγματοποιείται η αντίδραση
$$\text{RCOOH} + \text{NaOH} \rightarrow \text{RCOONa} + \text{H}_2\text{O}$$
3. Δημιουργούνται δύο φάσεις. Μία οργανική, (κάτω φάση), που περιέχει το R και μία υδατική, (πάνω φάση), που περιέχει το RCOONa. Συλλέγονται και οι δύο φάσεις σε διαφορετικές κωνικές φιάλες.

4. Προστίθεται η οργανική φάση στην διαχωριστική χοάνη και επίσης 14 mL NaOH 2 N. Προκύπτει και πάλι μια υδατική και μια οργανική φάση. Η υδατική φάση προστίθεται στην κωνική που περιέχει την υδατική από το βήμα 3 και η οργανική στην άλλη κωνική του βήματος 3.
5. Επαναλαμβάνεται άλλη μία φορά το βήμα 4. Τελικά προκύπτουν δύο κωνικές φιάλες, η μία έχει την υδατική φάση (RCOONa) και η άλλη την οργανική φάση (R).

**ΚΡΑΤΑΜΕ ΣΤΟ ΣΤΑΔΙΟ ΑΥΤΟ ΚΑΙ ΤΗΝ ΥΔΑΤΙΚΗ ΦΑΣΗ (RCOONa)
ΚΑΙ ΤΗΝ ΟΡΓΑΝΙΚΗ (R).**

6. Προστίθεται η υδατική φάση (περιέχει το RCOONa), στη διαχωριστική χοάνη. Προστίθενται επίσης 40 mL HCl 2N ώστε να δημιουργηθεί RCOOH λόγω εξουδετέρωσης: $\text{RCOONa} + \text{HCl} \rightarrow \text{RCOOH} + \text{NaCl}$
7. Ακολουθεί εκχύλιση με την προσθήκη στη διαχωριστική 18 mL CH₂Cl₂.
8. Επαναλαμβάνεται η διαδικασία άλλες 2 φορές συλλέγοντας την οργανική φάση κάθε φορά στην ίδια κωνική με αυτή του βήματος 5. Η πάνω φάση (υδατική), μετά το τέλος της τρίτης εκχύλισης απορρίπτεται.

9. Προστίθεται πάλι η οργανική φάση του προηγούμενου βήματος ($\text{CH}_2\text{Cl}_2 + \text{RCOOH}$), στη διαχωριστική χοάνη και εκχυλίζεται μια φορά με 12 mL H_2O ώστε να φύγουν και τα μικρά αποθέματα νερού της οργανικής.
10. Με τον τρόπο αυτό επιτυγχάνεται η απομόνωση και συλλογή του οργανικού οξέος RCOOH , σε διάλυμα CH_2Cl_2 , που είναι άχρωμο και διαυγές.
11. Τοποθετείται η οργανική φάση, ($\text{CH}_2\text{Cl}_2 + \text{R}$), από το πρώτο στάδιο της πειραματικής πορείας στη διαχωριστική χοάνη και εκχυλίζεται 3 φορές.
 - Την πρώτη φορά με 13 mL HCl 2N,
 - τη δεύτερη φορά με 13 mL NaOH 2 N
 - και την τρίτη φορά με 13 mL H_2O .

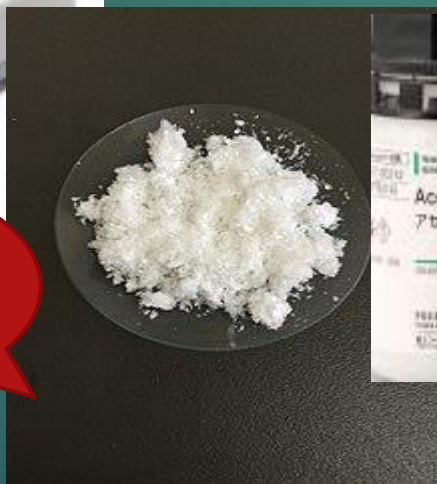
Κάθε φορά η πάνω φάση είναι η υδατική και απορρίπτεται, ενώ η κάτω φάση είναι η οργανική που είναι διάλυμα του άγνωστου R σε CH_2Cl_2 , (κίτρινο διαυγές).

12. Για τα τελικά διαλύματα των RCOOH και R σε CH₂Cl₂, ακολουθείται η ίδια διαδικασία:
- ✓ Προστίθεται στο κάθε ένα άνυδρο MgSO₄, αναδεύοντας μαγνητικά ώσπου να μην μπορεί να διαλυθεί άλλη ποσότητα αυτού.
 - ✓ Αφήνονται τα διαλύματα για 15 min με ανάδευση.
 - ✓ Πραγματοποιείται διήθηση του καθενός διαλύματος με πτυχωτό ηθμό σε προζυγισμένη σφαιρική φιάλη, και έκπλυση με μικρή ποσότητα CH₂Cl₂.
 - ✓ Τέλος εξατμίζεται ο διαλύτης σε περιστροφικό εξατμιστήρα και ζυγίζονται πάλι οι φιάλες ώστε να υπολογιστεί η μάζα των RCOOH και R.

1,5 g



1,5 g



1,5 g βενζοϊκού
οξέος + 1,5 g
ακετανιλιδίου



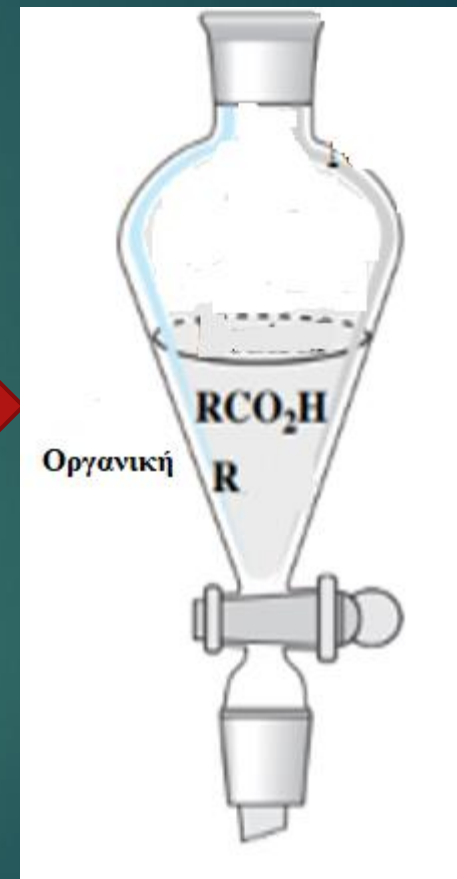
**Σε όλα τα επόμενα στάδια η εργασία
γίνεται στην απαγωγό εστία**

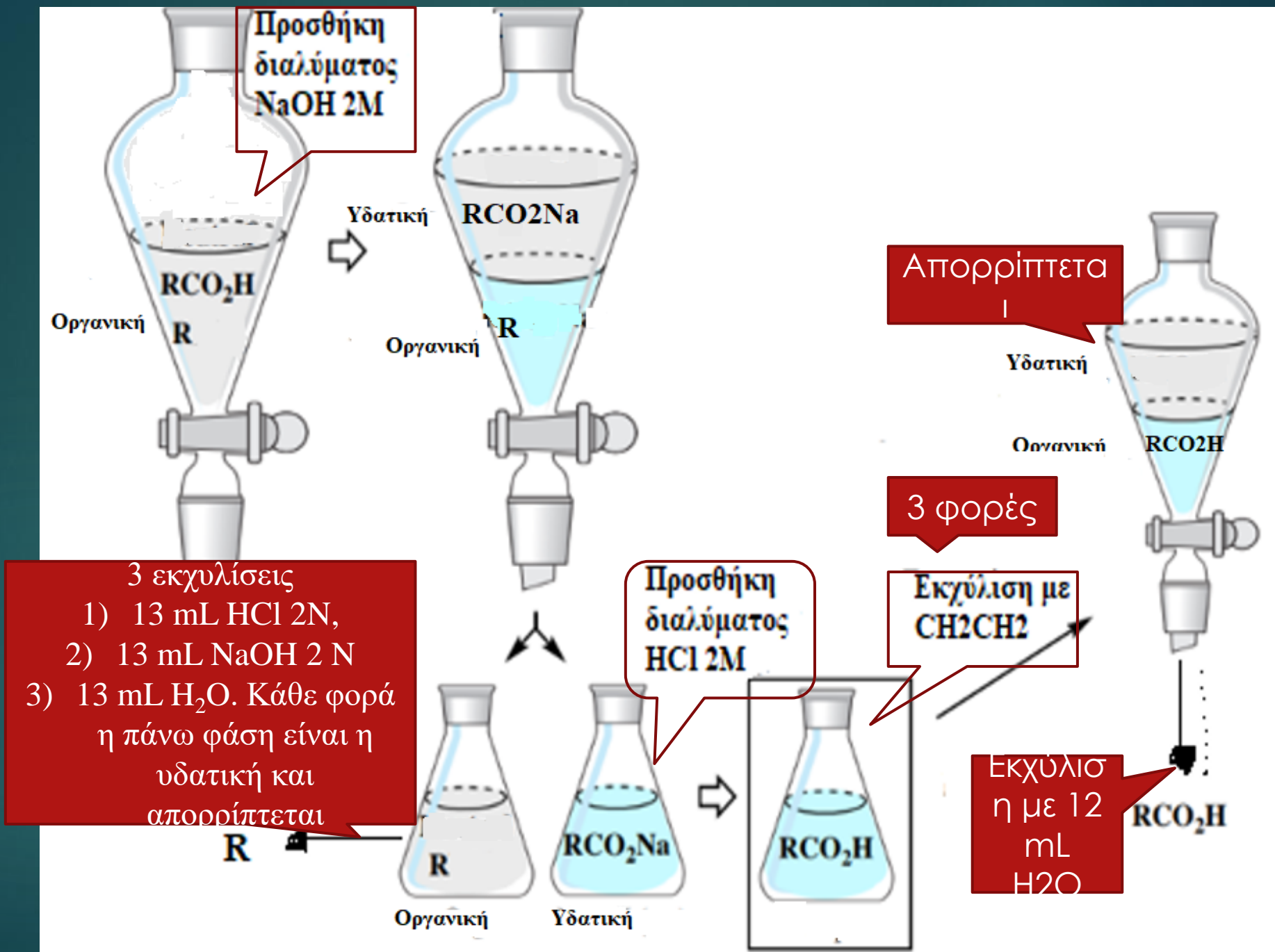
25 mL
 CH_2Cl_2



Τα διαλυτοποιούμε και τα
προσθέτουμε στη
διαχωριστική χοάνη

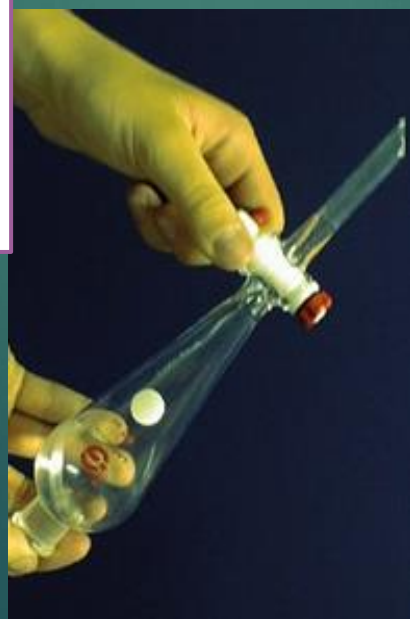
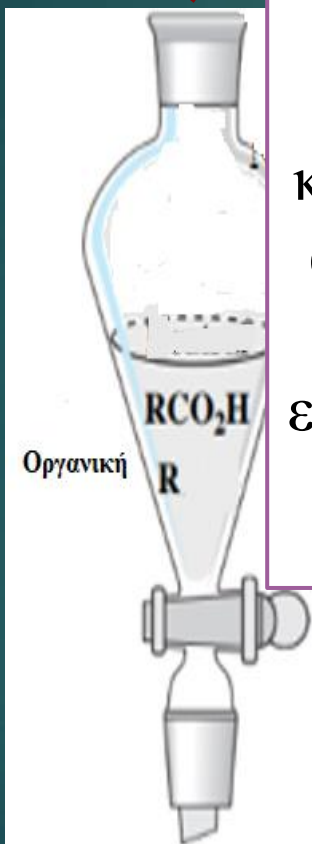
1,5 g
βενζοϊκού
οξέος + 1,5 g
ακετανιλιδίου



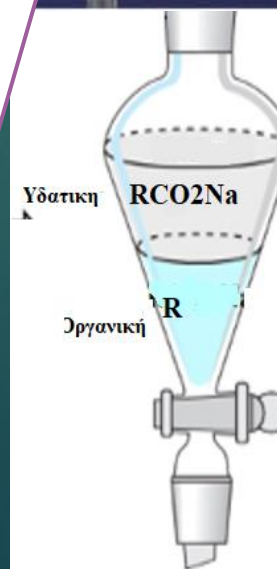


14 mL NaOH
2N

Κλείνουμε
τη
στρόφιγγα
και το πώμα,
ανακινούμε
και
εκτονώνουμε
τη φιάλη.

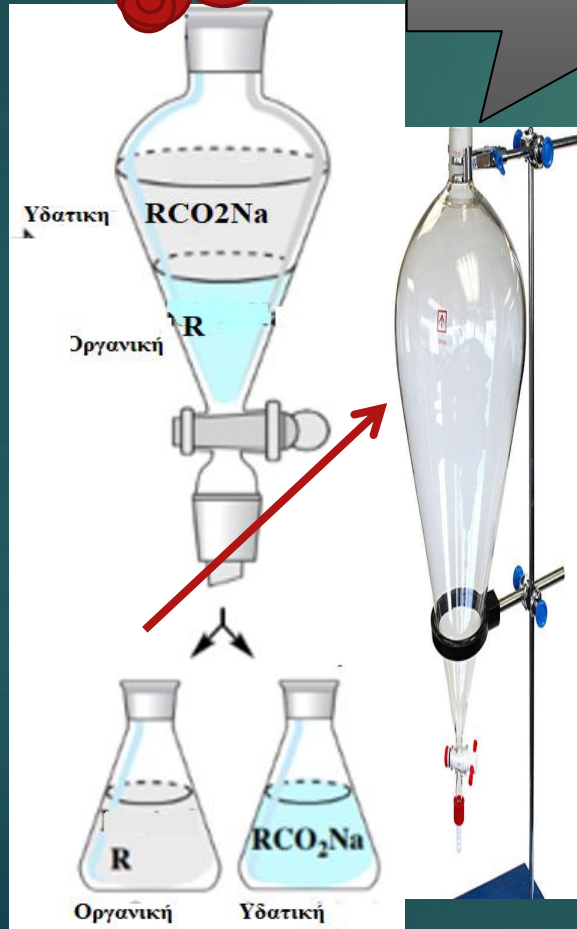


Βεβαιωνό-
μαστε ότι η
στρόφιγγα
είναι
κλειστή.
Στηρίζουμε
στο δακτύλιο
τη χοάνη και
με κλειστό το
πώμα
αφήνουμε τις
δυο φάσεις
να
διαχωριστούν



Ανοικτό
πώμα και
στρόφιγγα
όταν
απορρί-
πτουμε
φάσεις

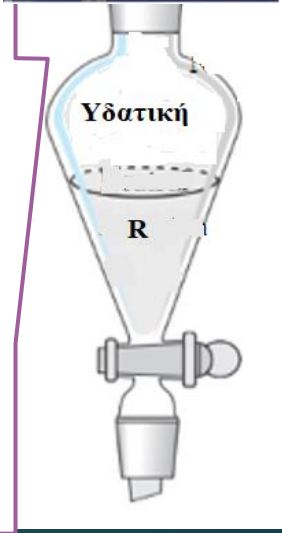
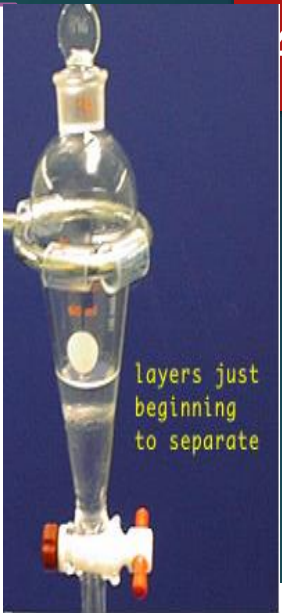
Η οργανική φάση R
προστίθεται πάλι στη
διαχωριστική χοάνη
και προστίθενται άλλα
14 mL NaOH 2N



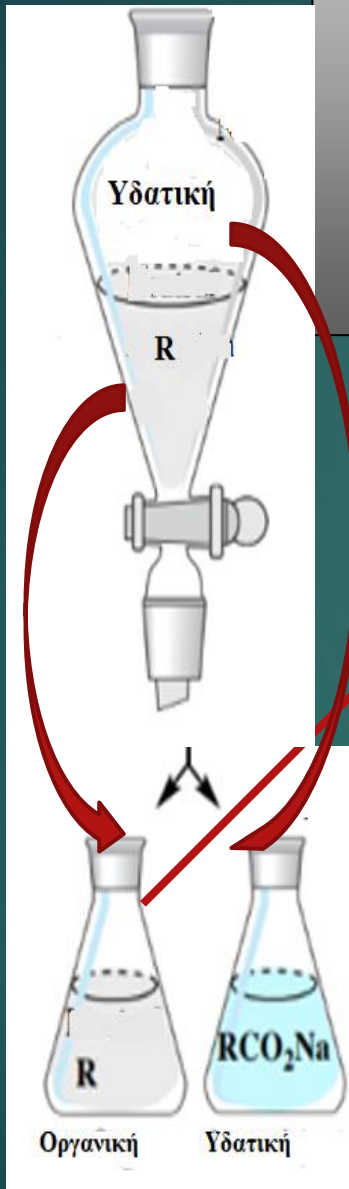
Κλείνουμε
τη
στρόφιγγα
και το
πώμα,
ανακινούμε
και
εκτονώνου-
με τη φιάλη



Βεβαιωνόμα
στε ότι η
στρόφιγγα
είναι
κλειστή.
Στηρίζουμε
στο δακτύλιο
τη χοάνη και
με κλειστό το
πώμα
αφήνουμε τις
δυο φάσεις
να
διαχωριστούν



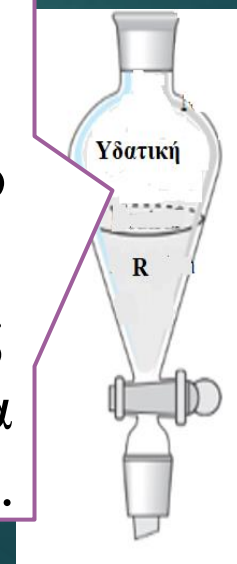
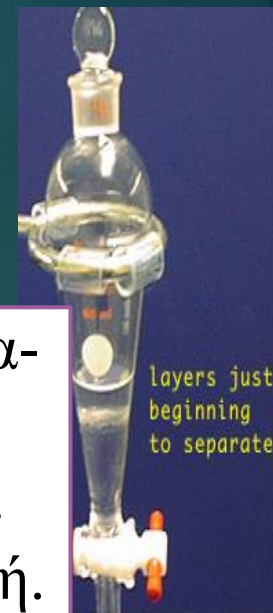
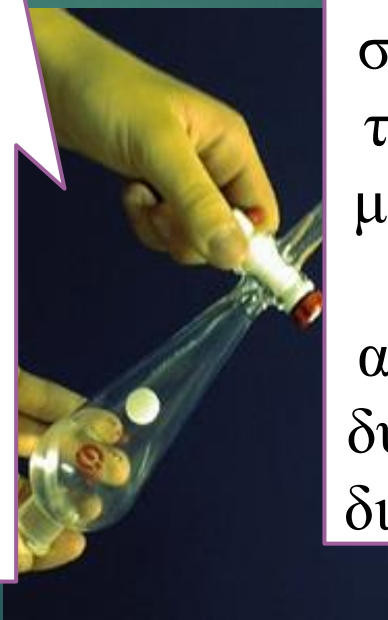
Η οργανική φάση R προστίθεται πάλι στη διαχωριστική χοάνη. Προστίθενται για 3^η φορά 14 mL NaOH 2N



Κλείνουμε τη στρόφιγγα και το πώμα, ανακινούμε και εκτονώνουμε τη φιάλη.



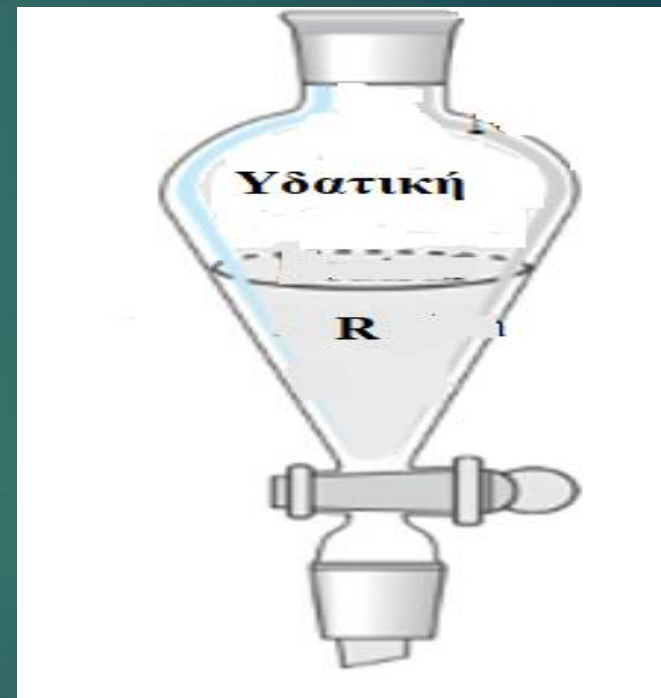
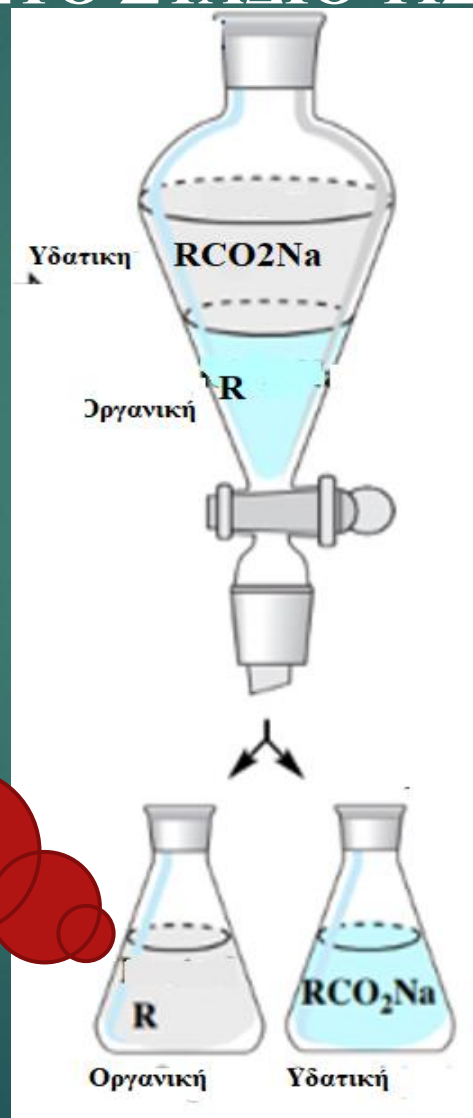
Βεβαιωνόμαστε ότι η στρόφιγγα είναι κλειστή. Στηρίζουμε στο δακτύλιο τη χοάνη και με κλειστό το πώμα αφήνουμε τις δυο φάσεις να διαχωριστούν.



ΣΤΟ ΤΕΛΟΣ ΤΟΥ 1^{ου} ΣΤΑΔΙΟΥ ΕΧΟΥΜΕ ΔΥΟ ΦΑΣΕΙΣ ΣΕ ΔΥΟ ΚΩΝΙΚΕΣ:
ΜΙΑ ΟΡΓΑΝΙΚΗ ΦΑΣΗ R ΚΑΙ ΜΙΑ ΥΔΑΤΙΚΗ ΦΑΣΗ RCOONa
ΚΑΙ ΤΙΣ ΔΥΟ ΣΕ ΑΥΤΟ ΤΟ ΠΡΩΤΟ ΣΤΑΔΙΟ ΤΙΣ ΚΡΑΤΑΜΕ

43

Τις υδατικές φάσεις και
από τις τρεις
εκχυλίσεις τις έχουμε
συλλέξει σε μια κωνική
(RCOONa)
και τις οργανικές
φάσεις σε άλλη μια (R)



Κατεργαζόμαστε αρχικά το περιεχόμενο της κωνικής φιάλης (RCOONa)

44

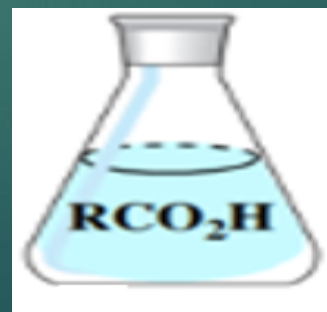
Αγγελική Απ. Γαδάνη

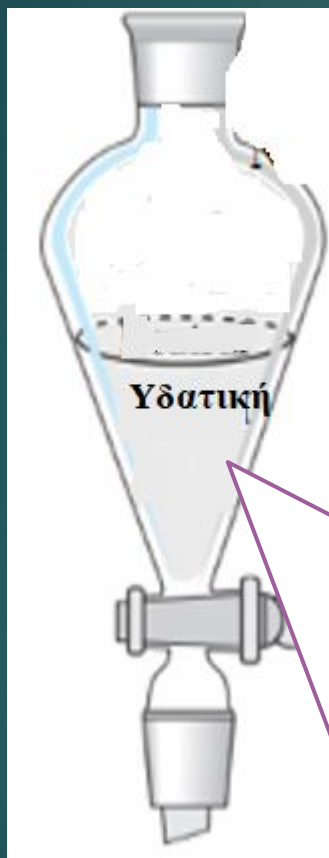


Προσθήκη
40 mL HCl
2N
και
εκχύλιση
με 18 mL
 CH_2Cl_2

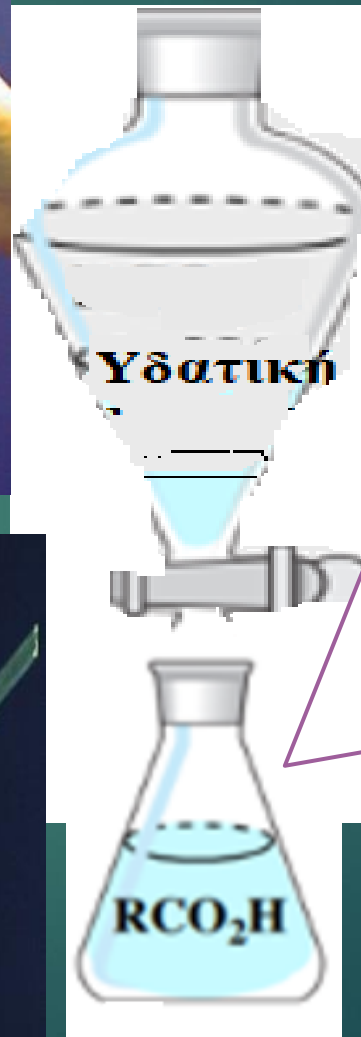


Συλλέγεται
η οργανική
φάση
(RCOOH)





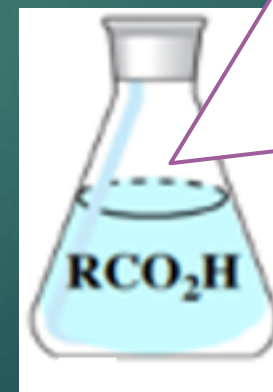
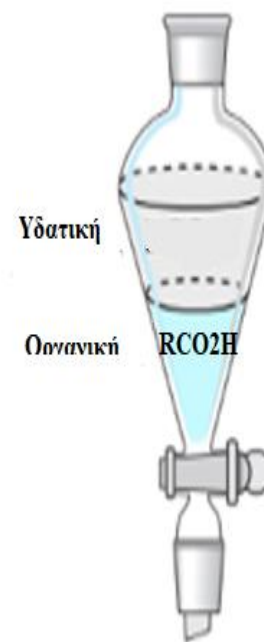
Προσθέτουμε στην κωνική φιάλη η οποία συνεχίζει να περιέχει την υδατική φάση άλλα 18 mL CH_2Cl_2 και εκχυλίζουμε



Κάνουμε μια ακόμη εκχύλιση με 18 mL CH_2Cl_2 και στο τέλος απορρίπτουμε την υδατική φάση και συλλέγουμε την οργανική φάση.



Ιροσθέτου-
με στην
κωνική
φιάλη πάλι
την
οργανική
φάση
(RCO_2H)
και
εκχυλίζουμε
με 12
mL νερού.

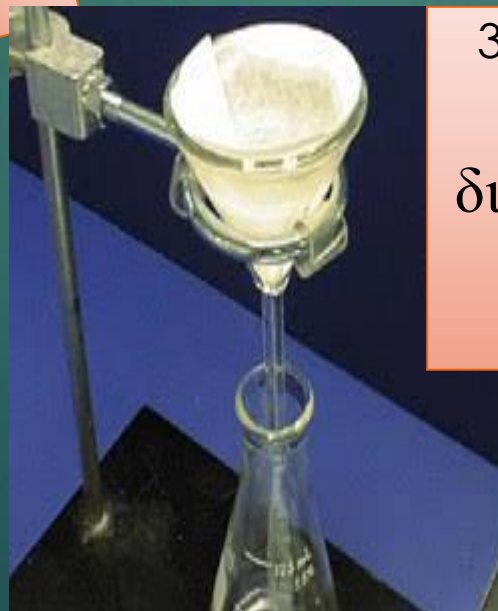


Απορρίπτουμε
την υδατική
φάση και
συλλέγουμε
την οργανική
φάση.

1. Προσθήκη άνυδρου MgSO_4 με μαγνητική ανάδευση έως ότου να μην μπορεί να διαλυθεί άλλο και αφήνουμε για ανάδευση 15 min



2. Απλή διήθηση



3. Προσθήκη του διηθήματος σε σφαιρική φιάλη

4. Απόσταξη του CH_2Cl_2 στον περιστροφικό εξατμιστήρα και παραλαβή του στερεού βενζοϊκού οξέος



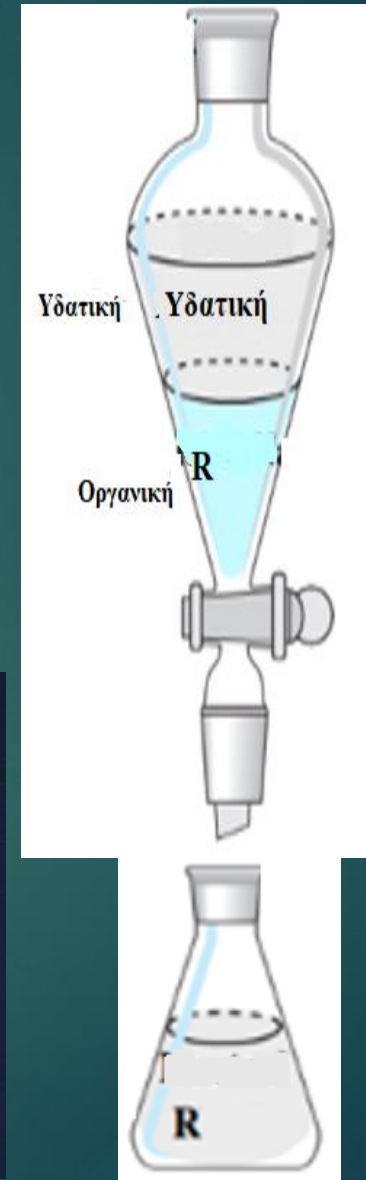
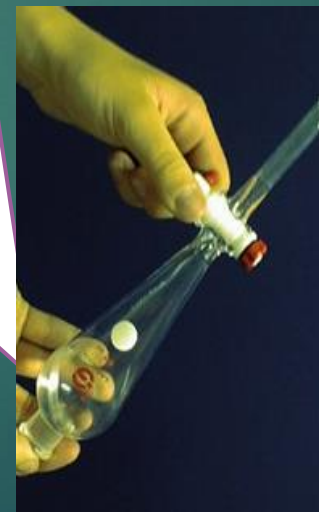
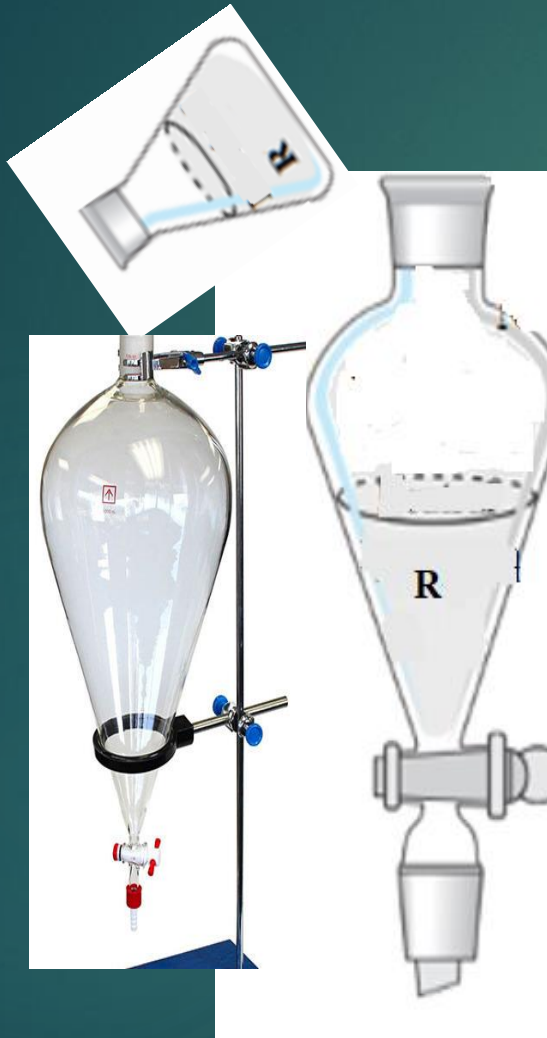
Κατεργαζόμαστε τέλος το περιεχόμενο της κωνικής (R)

48

Αγγελική Απ. Γαδάνη

3 εκχυλίσεις

- 13 mL HCl 2N,
- 13 mL NaOH 2 N
- 13 mL H₂O. Κάθε φορά η πάνω φάση είναι η υδατική και απορρίπτεται.
- Η κάτω φάση περιέχει το R το οποίο το κρατάμε.



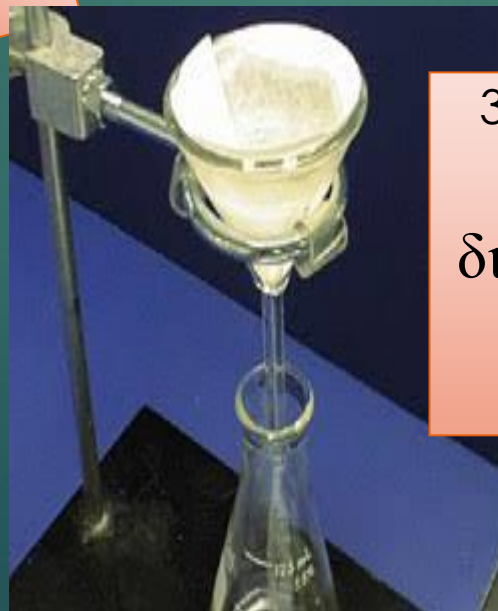
1. Προσθήκη άνυδρου MgSO_4 με μαγνητική ανάδευση έως ότου να μην μπορεί να διαλυθεί άλλο και αφήνουμε για ανάδευση 15 min



2. Απλή διήθηση



3. Προσθήκη του διηθήματος σε σφαιρική φιάλη

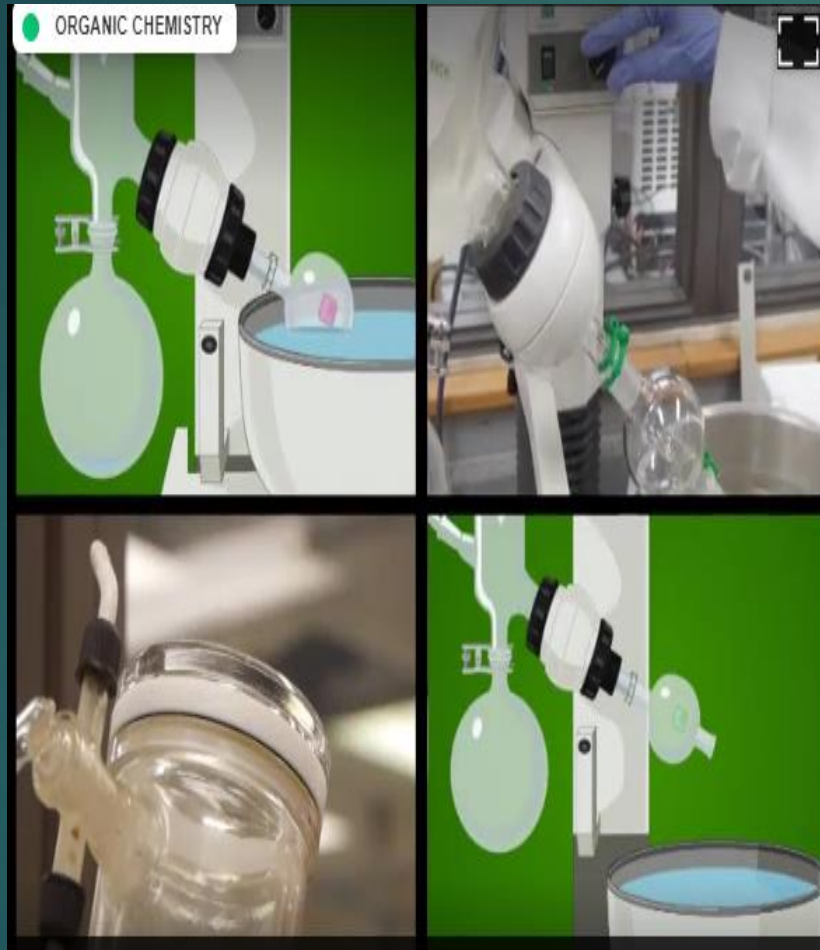


4. Απόσταξη του CH_2Cl_2 στον περιστροφικό εξατμιστήρα και παραλαβή του στερεού ακετανιλιδίου



Περιστροφικός Εξατμιστήρας

50



<https://www.jove.com/science-education/5501/rotary-evaporation-to-remove-solvent>



<https://www.youtube.com/watch?v=zObkDGldsus>



Κανόνες Ασφαλείας

Εργαζόμαστε στην απαγωγό εστία φορώντας γάντια προστατευτικά γυαλιά και ποδιά.

Κρατούμε το βενζοϊκό οξύ που απομονώσαμε σε ειδικό δοχείο απορριμμάτων. Το ίδιο κάνουμε και με το ακετανιλίδιο.

Κρατούμε σε ειδικό δοχείο απορριμμάτων το CH_2Cl_2 .

Μετρήσεις - Αποτελέσματα

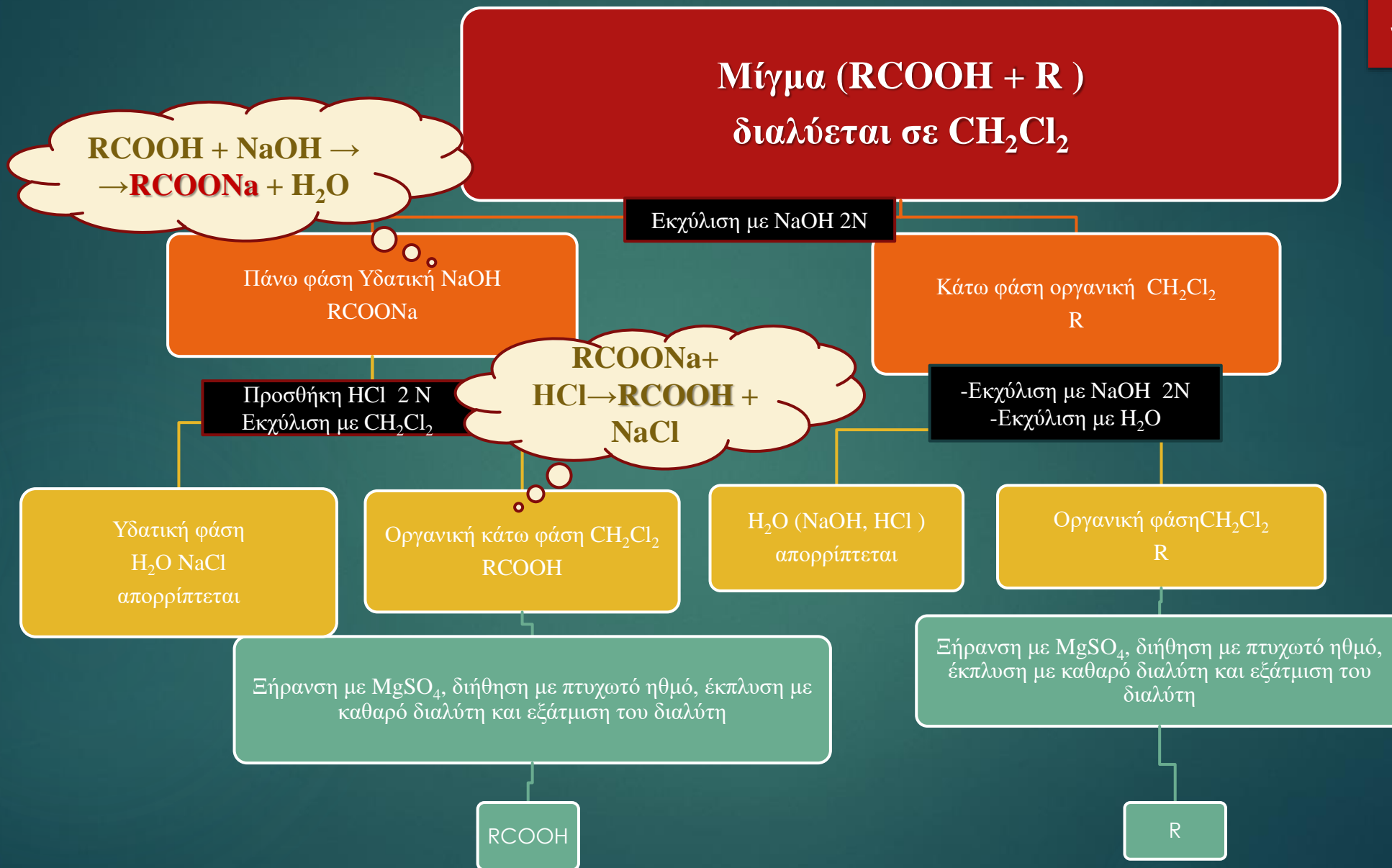
53

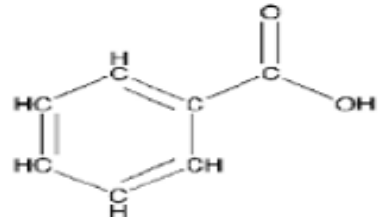
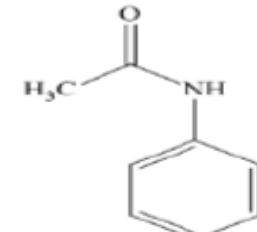
- Δώστε τις τιμές των σημείων τήξεως των ουσιών που διαχωρίσατε και απομονώσατε
- Σημειώστε τις μάζες των ουσιών RCOOH και R που απομονώσατε.
- Βρείτε την % απόδοση εκχύλισης για κάθε ουσία που απομονώσατε

Ένωση	Αρχική Μάζα	Μάζα Μετά την εκχύλιση	% Απόδοση	Εύρος Σ.Τ. (Από πειραματικά δεδομένα)	Εύρος Σ.Τ. (Από Βιβλιογραφικά δεδομένα)
Βενζοϊκό οξύ	1,5 g				121-123 °C
Ακετανιλίδιο	1,5 g				111-115 °C

ΑΝΑΛΥΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

ΣΧΗΜΑΤΙΚΗ ΠΕΡΙΓΡΑΦΗ ΤΗΣ ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗΣ ΠΟΡΕΙΑΣ



	Μοριακός Τύπος	Συντακτικός Τύπος	Γραμμομοριακή Μάζα
Βενζοϊκό οξύ	$C_7H_6O_2$	 <p style="text-align: center;">benzoic acid</p>	122.12g/mol
Ακετανιλίδιο	C_8H_9NO	 <p style="text-align: center;">acetanilide</p>	135.17g/mol

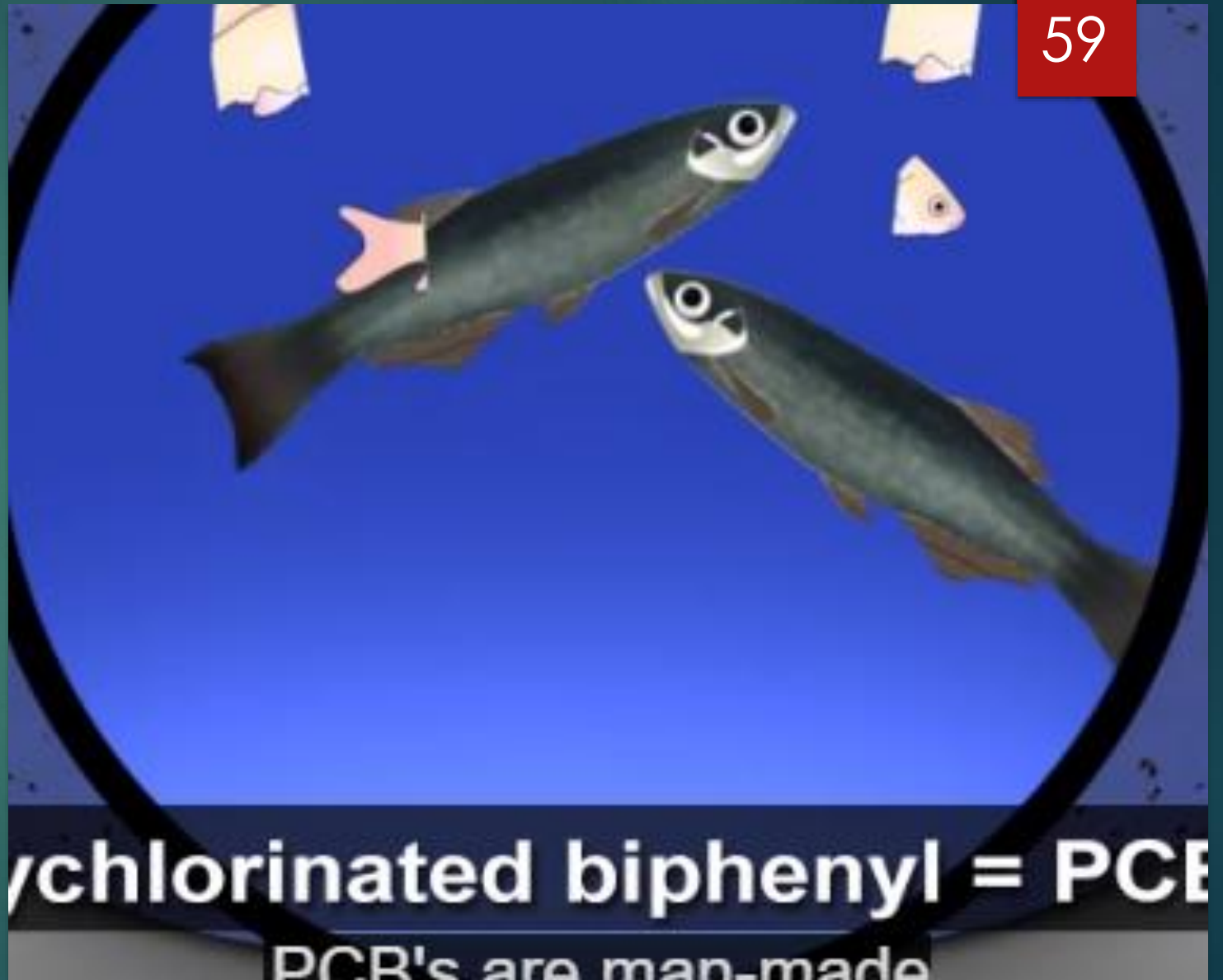
Chemical Name	Molecular Formula	Molecular Weight (g/mol)	Liquid		Solid	Solubility	Potential Hazards
			b.p. °C	Density g/mL	m.p. °C		
Acetanilide	C_8H_9NO	135.17	304	1.21	111-115	Slightly Soluble	Slightly toxic
Benzoic Acid	C_6H_5COOH	122.12	249	1.27	121-123	Soluble	Toxic

Παραδείγματα Εφαρμογών Υγρής – Στερεής εκχύλισης

Προσδιορισμός τοξινών σε ψάρια

[HTTPS://WWW.JOVE.COM/SCIENCE-EDUCATION/5538/SOLID-LIQUID-EXTRACTION](https://www.jove.com/science-education/5538/solid-liquid-extraction)

Τα πολυχρωριωμένα
διφαινύλια PCBs, είναι
πολυχλωριωμένοι
υδρογονάνθρακες
(ανθρωπογενείς ρύποι), με
ιδιαίτερο περιβαλλοντικό
ενδιαφέρον. Ανήκουν
στους 12 κύριους
παραμένοντες οργανικούς
ρύπους(βρώμικη
δωδεκάδα) που έχουν
απαγορευτεί από τον EPA
(Οργανισμός Προστασίας
Περιβάλλοντος των
Ηνωμένων Πολιτειών)



Οι πολυχλωριωμένοι υδρογονάνθρακες είναι ενώσεις δυσδιάλυτες στο νερό αλλά ευδιάλυτες στα λίπη.

Είναι σταθερές, δεν διασπώνται άμεσα σε απλούστερες λιγότερο τοξικές μορφές και μέσω των τροφικών αλυσίδων βιοσυσσωρεύονται.

Αυτό συνεπάγεται ότι συγκεντρώνονται στους λιπώδους ιστούς των ψαριών, των πουλιών και των ανθρώπων που τρέφονται με τα παραπάνω.

Στο συγκεκριμένο πείραμα, θηράματα στα οποία υπάρχουν PCBs ρίχνονται σε αρπακτικά ψάρια.



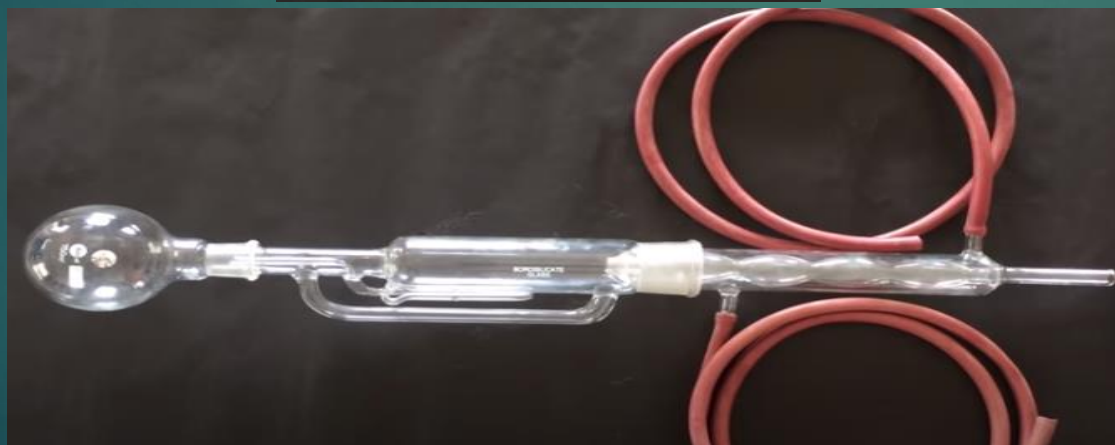
Στη συνέχεια, τα αρπακτικά ψάρια, συλλέγονται και θυσιάζονται.

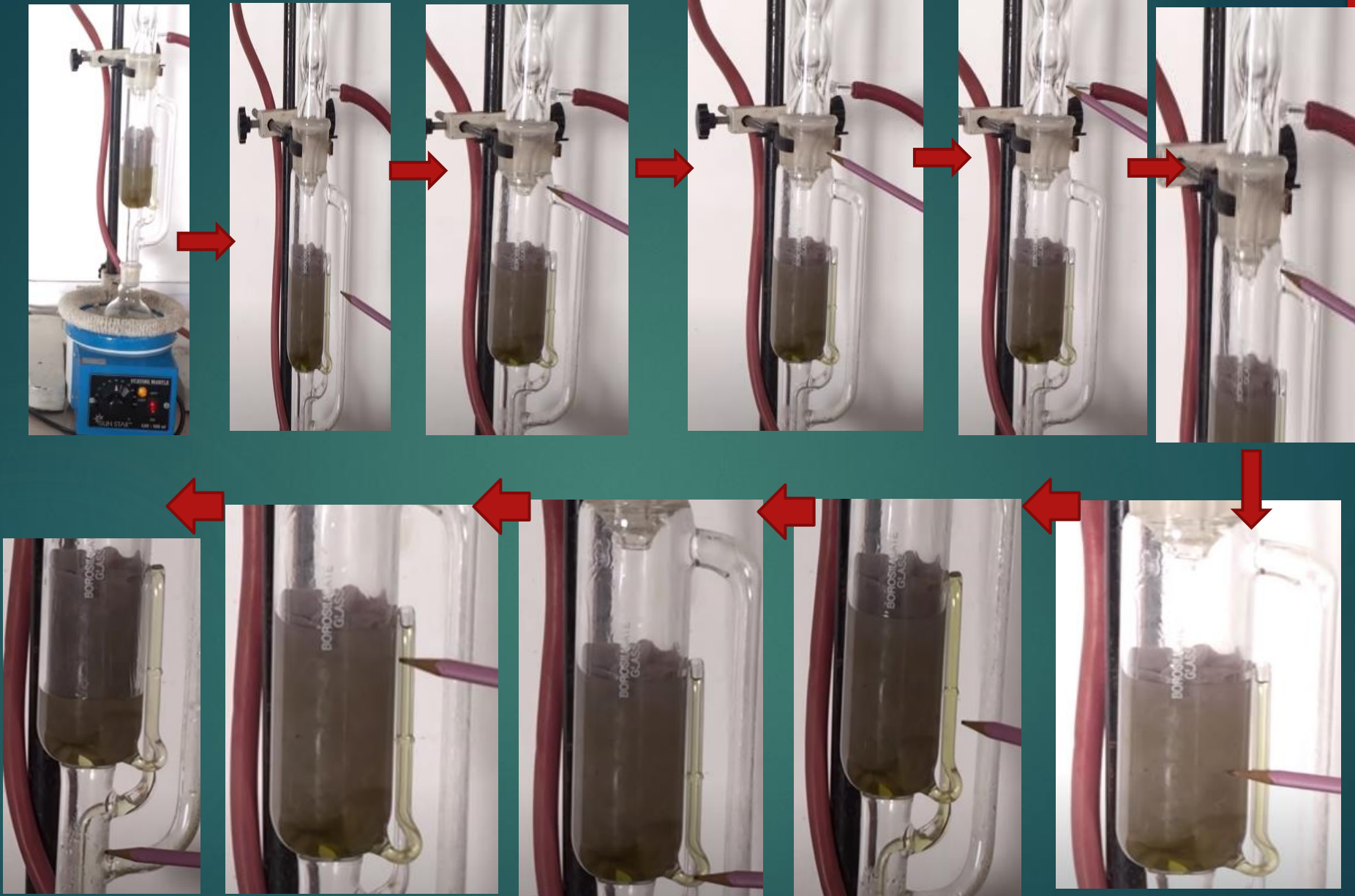


Ο ιστός των ψαριών αλέθεται ώστε να προετοιμαστεί για εκχύλιση.

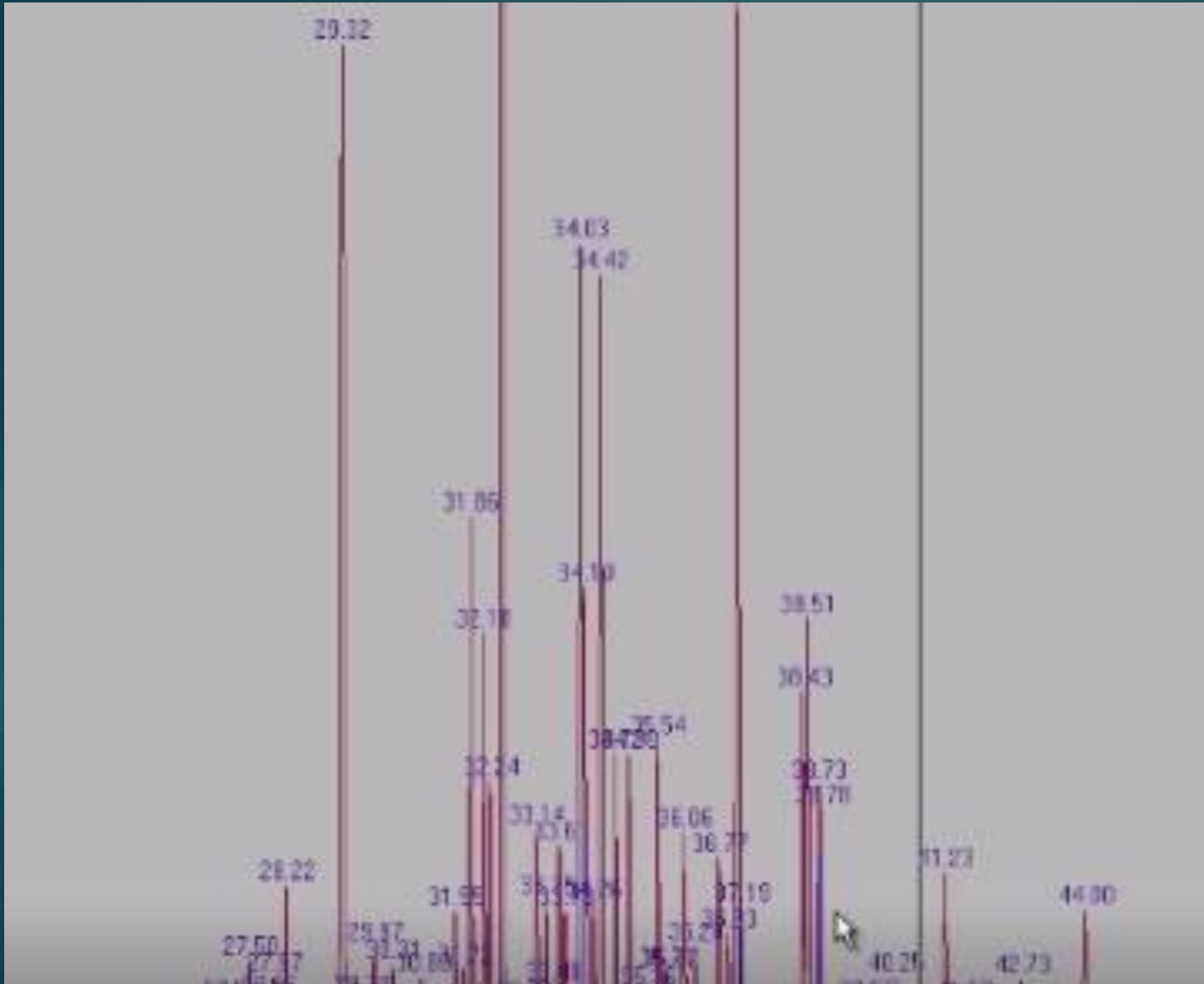


Οι PCBs στον ιστό των ψαριών εκχυλίστηκαν σε οργανική φάση με τη χρήση εκχυλιστή Soxhlet.





<https://www.youtube.com/watch?v=SEicK9UT7pY>



Οι PCBs ανιχνεύονται τελικά στο εκχύλισμα, με τη χρήση φασματοφωτομετρίας μάζας

Προσδιορισμός περιεκτικότητας σε κερύ φλοιού τομάτας

[HTTPS://WWW.JOVE.COM/SCIENCE-EDUCATION/5538/SOLID-LIQUID-EXTRACTION](https://www.jove.com/science-education/5538/solid-liquid-extraction)

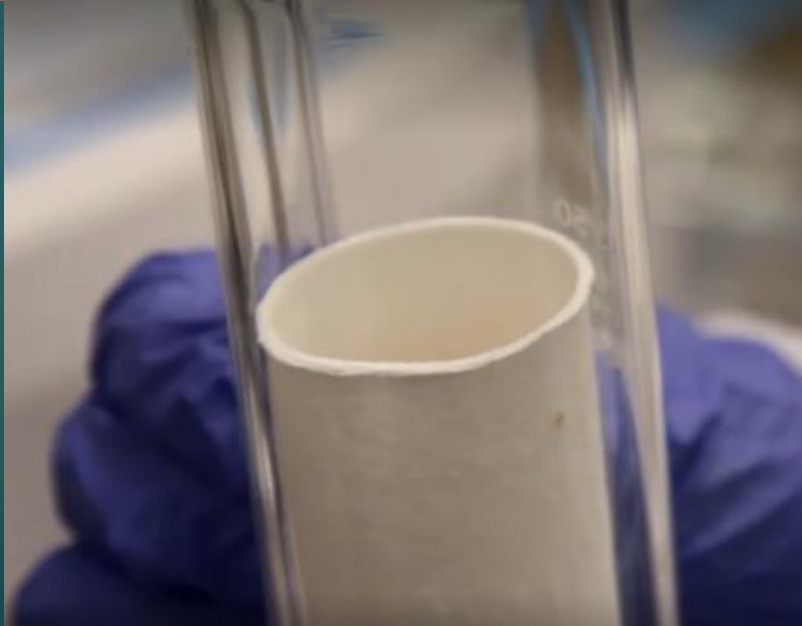
Η υγρή – στερεή εκχύλιση,
βρίσκει εφαρμογή στον
προσδιορισμό της
περιεκτικότητας κεριού σε
φλοιούς τομάτας



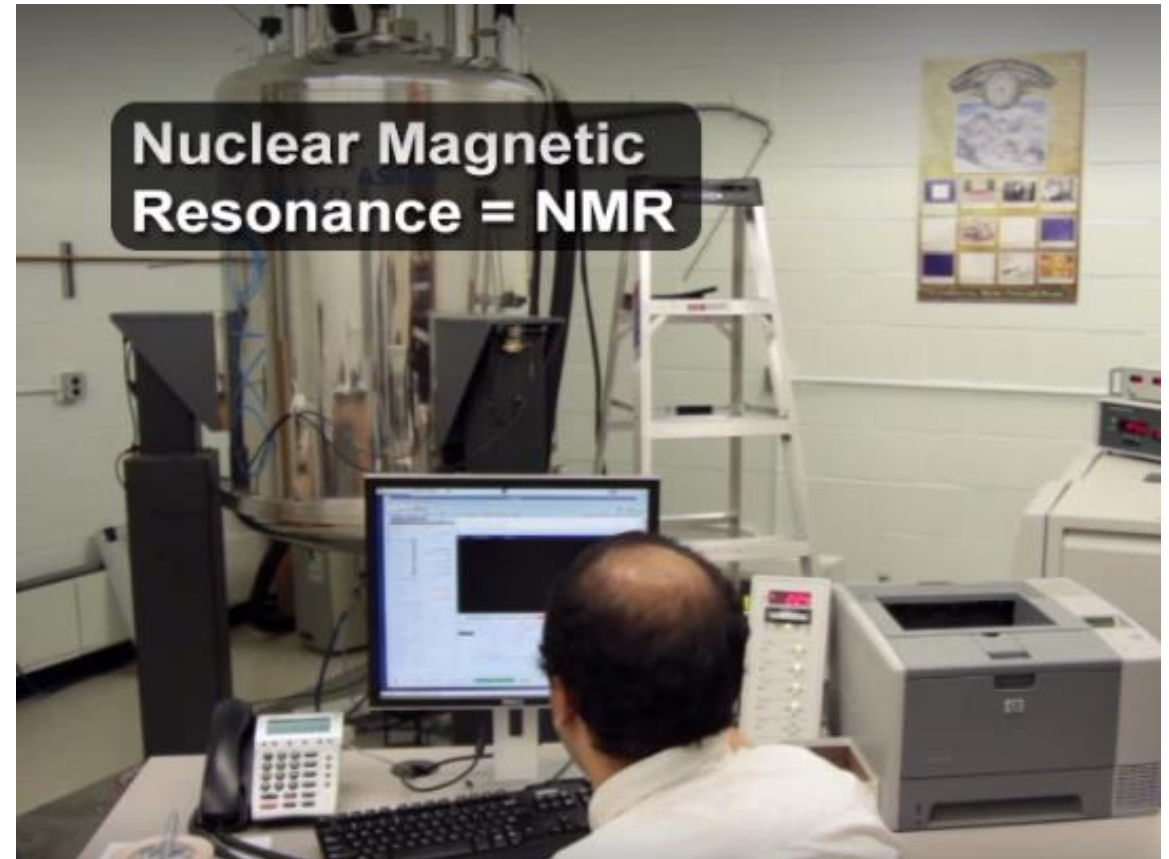
Application #3 –
Isolation of Fruit Waxes



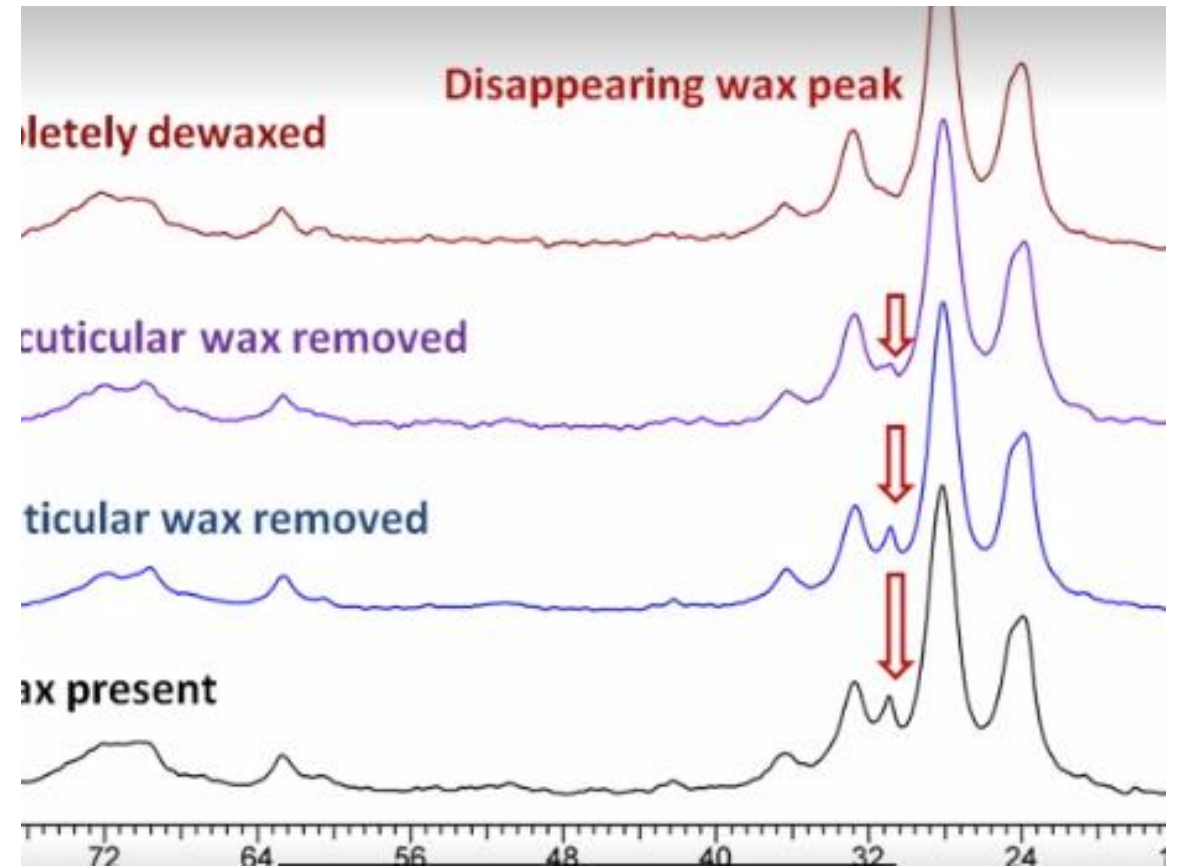
Γίνεται χρήση και πάλι
εκχύλιση κατά Soxhlet



Τα δέρματα ντομάτας με
αφαίρεση κεριού
αναλύθηκαν περαιτέρω
χρησιμοποιώντας
φασματοσκοπία
πυρηνικού μαγνητικού
συντονισμού



Αυτό βοηθά στην αποσαφήνιση
της περιεκτικότητας των
φυσικών και των
επεξεργασμένων φρούτων



ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

- ▶ Αγγελική Απ. Γαλάνη, « Σημειώσεις Εργαστηρίου Οργανικής Χημείας», Τμήμα Δ.Π.Φ.Π., Πανεπιστήμιο Πατρών, Ιούνιος 2016
- ▶ Base Extraction of Benzoic Acid from Acetanilide Recrystallization of Products Katja Gonzalez with partner Kyle Leonida March 6, 2018
- ▶ <https://www.studocu.com/en-us/document/university-of-illinois-at-chicago/organic-chemistry-i/assignments/lab-5-base-extraction-of-benzoic-acid-from-acetanilide/1690759/view>
- ▶ <https://www.coursehero.com/file/9683572/CHEM-233-Base-Extraction-of-Benzoic-Acid-from-Acetanilide-Recrystallization-of-Products-Lab-with/>
- ▶ <https://eclass.upatras.gr/modules/units/?course=ENV217&id=8592>
- ▶ [https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Organic_Chemistry/Book%3A_Organic_Chemistry_Lab_Techniques_\(Nichols\)/04%3A_Extraction/4.07%3A_Acid-Base_Extraction](https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Organic_Chemistry/Book%3A_Organic_Chemistry_Lab_Techniques_(Nichols)/04%3A_Extraction/4.07%3A_Acid-Base_Extraction)
- ▶ <http://chemistry.bd.psu.edu/halmi/extractionF06.pdf>
- ▶ <https://www.jove.com/science-education/5538/solid-liquid-extraction>
- ▶ <https://www.jove.com/science-education/5501/rotary-evaporation-to-remove-solvent>
- ▶ <https://www.youtube.com/watch?v=NgsuPTLkPgs>
- ▶ <https://www.youtube.com/watch?v=mLq35x0g46g>
- ▶ https://www.youtube.com/watch?v=1YEAB_qHK4Q
- ▶ <https://www.youtube.com/watch?v=zObkDGldsus>