

**ΣΧΟΛΗ ΓΕΩΠΟΝΙΚΩΝ ΕΠΙΣΤΗΜΩΝ
ΤΜΗΜΑ ΓΕΩΠΟΝΙΑΣ**

Εργαστήριο Οργανικής Χημείας



**2^ο Εργαστηριακή άσκηση
Εκχύλιση Στερέου-Υγρού**

Δρ Καψή Μαργαρίτα, Χημικός

Ηράκλειο 2023-2024

Διαχωρισμός μειγμάτων



Εκχύλιση ονομάζεται η διαδικασία μεταφοράς μίας ουσίας από έναν διαλύτη (ή μία φάση) σε άλλο διαλύτη (ή σε άλλη φάση).

Συνηθέστερη τεχνική διαχωρισμού βασισμένη στην **ισορροπία κατανομής ουσιών μεταξύ 2 φάσεων με ελάχιστη ανάμειξη**

Εκχύλιση στερεού-υγρού

Μεταφορά μορίων από την στερεή φάση στην υγρή φάση

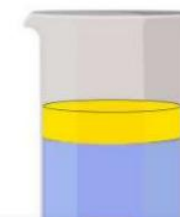
Π.χ η διαδικασία παρασκευής καφέ φίλτρου

Εκχύλιση υγρου-υγρού

Διαλυμένη ουσία Α σε διαλύτη 1 αναταράσσεται μαζί με ένα διαλύτη 2
(ΜΗ ΑΝΑΜΙΞΙΜΟΙ ΔΙΑΛΥΤΕΣ)

Π.χ φυτοφάρμακα σε δ.μα θαλασσινού νερού

Immiscible



Miscible



Που αποσκοπεί η εκχύλιση;



- Απομόνωση και παραλαβή αναλύτη
- Καθαρισμός δείγματος (παρεμποδίσεις) με σκοπό να βελτιωθεί η ευαισθησία και η εκλεκτικότητα της μεθόδου
- Εκλεκτική προσυγκέντρωση του αναλύτη
- Τροποποίηση του υποστρώματος ώστε να είναι συμβατό με ενόργανη διάταξη ανάλυσης

Πυρηνέλαιο

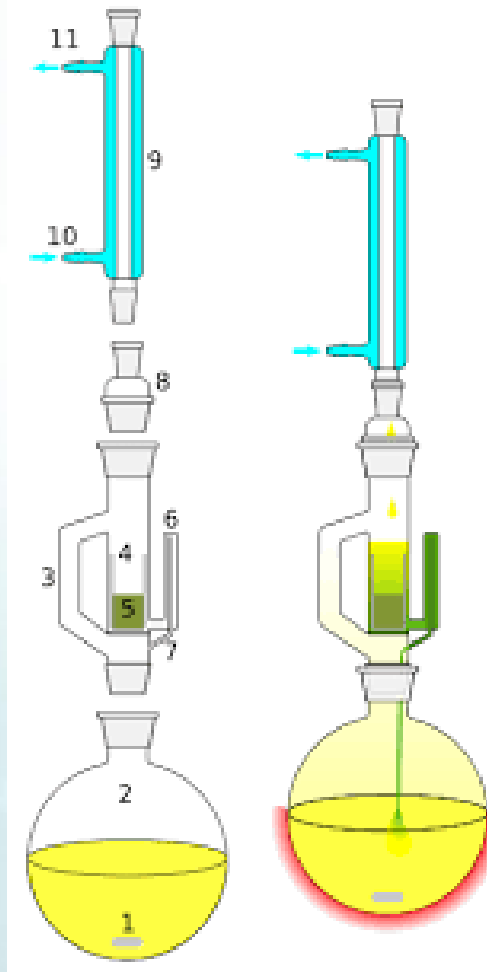
- Ως πυρηνέλαιο ορίζεται το ελαίοδο που προκύπτει από την επεξεργασία των υπολειμμάτων των ελαιοτριβίων
- Σύσταση πυρηνελαίου: ελαιόλαλο, ρητίνες, λιπαρά οξέα, χρωστικές και οσμηρές ουσίες
- Η εξαγωγή του ελαιολάδου από τον ελαιόκαρπο δεν είναι πλήρης στα ελαιοτριβεία.
- Περίπου το 4-10% του ελαιολάδου παραμένει στην ψίχα της ελιάς και στην ελαιοπυρήνα (εξαρτάται: ποιότητα καρπού & αποδοτικότητα ελαιοτριβείου)
- Η παραλαβή του πυρηνελαίου πραγματοποιείται με εκχύλιση με εξάνιο και απομάκρυνση του δ.τη με απόσταξη
- Προκειμένου να γίνει βρώσιμο «ραφινάρεται», απομακρύνονται οσμηρές ουσίες και οι χρωστικές (μη φυσικά συστατικά) και εξουδετερώνεται



Συσκευές εκχύλισης



Διαχωριστική χοάνη

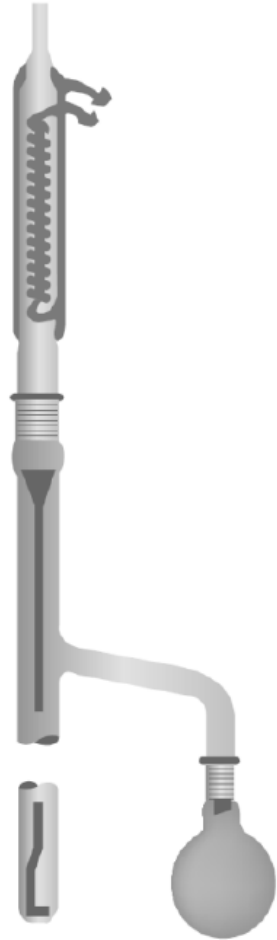


Συσκευή εκχύλισης
υγρού-υγρού συνεχούς ροής

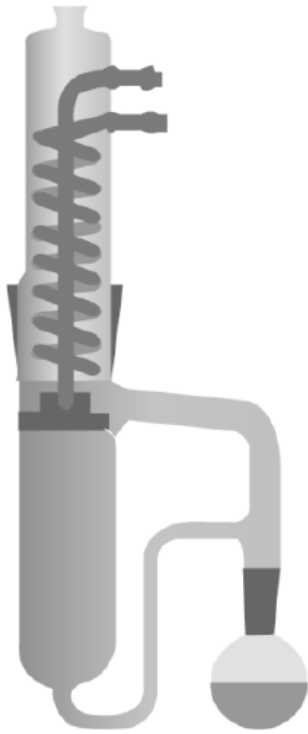


Συσκευές εκχύλισης συνεχούς ροής υγρού-υγρού

Συσκευή για μικρούς όγκους με το εκχυλιστικό μέσο ελαφρύτερο του διαλύματος



Συσκευή για μεγάλους όγκους με το εκχυλιστικό μέσο βαρύτερο του διαλύματος

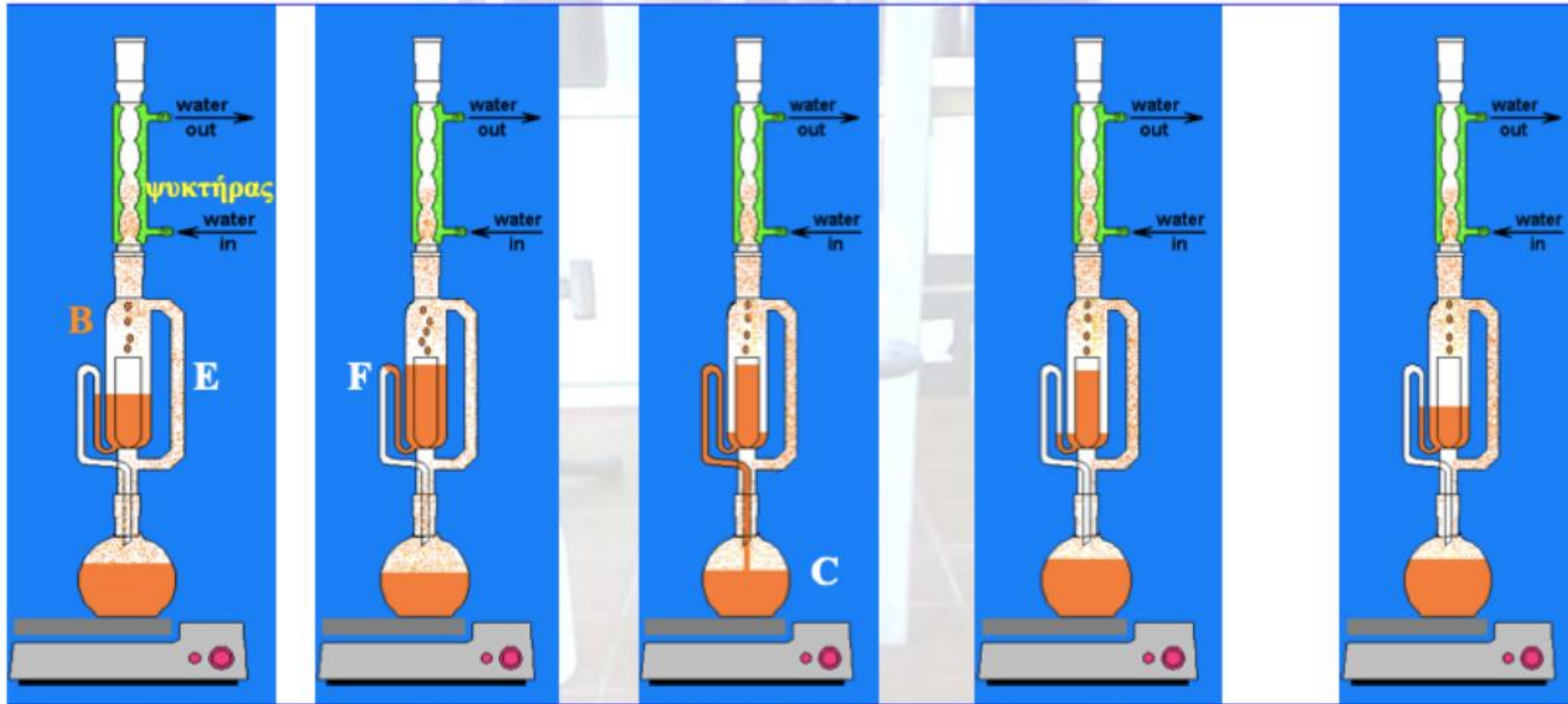


Η πιο συχνά χρησιμοποιούμενη μεθοδος για την εκχύλιση στερού υγρού είναι μέθοδος soxhlet



Συσκευή soxhlet

ΕΚΧΥΛΙΣΗ ΣΤΕΡΕΩΝ ΟΥΣΙΩΝ ΜΕ ΧΡΗΣΗ ΟΡΓΑΝΙΚΩΝ ΔΙΑΛΥΤΩΝ



Οι ατμοί του διαλύτη φθάνουν δια του πλευρικού σωλήνα E στον ψυκτήρα, όπου υγροποιούνται και εισέρχονται στο χώρο του εκχυλιστήρα Soxhlet B όπου υπάρχει το δείγμα

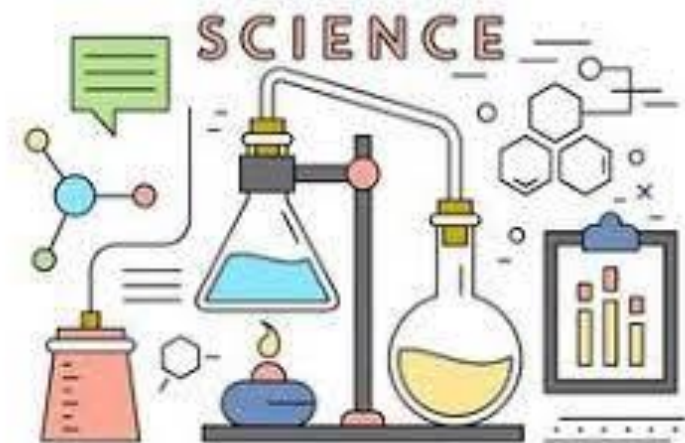
Όταν η στάθμη του διαλύτη φθάσει την κορυφή F δημιουργείται **σιφονισμός**

και ο διαλύτης με την ουσία που παρέλαβε από το δείγμα μεταφέρεται στη φιάλη C

Η όλη διαδικασία συνεχίζεται αυτόματα μέχρις ότου παραλειφθεί όλη η ουσία από το εκχυλιζόμενο δείγμα

ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

Μέτρηση φυτικών ελαίων σε ξηρούς καρπούς



ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

1. Ποσότητα από τον ξηρό καρπό μεταφέρεται σε πορσελάνινο γουδί και θραύεται μέχρι ομογενοποίησης.
2. Σε μηδενισμένο αναλυτικό ζυγό ζυγίζεται φύλλο αλουμινόχαρτου και η μάζα του καταγράφεται στον Πίνακα αποτελεσμάτων 1. Πάνω στο αλουμινόχαρτο μεταφέρεται ποσότητα από τον ομογενοποιημένο ξηρό καρπό. Καταγράφεται η μικτή μάζα στον Πίνακα αποτελεσμάτων 1.
3. Το αλουμινόχαρτο με τον ξηρό καρπό τοποθετείται σε φούρνο ξήρανσης, στους 105°C για μία ώρα. Κατόπιν, μεταφέρεται σε ξηραντήρα και αφήνεται να επιστρέψει σε θερμοκρασία δωματίου. Μεταφέρεται σε μηδενισμένο αναλυτικό ζυγό, προσδιορίζεται η μικτή μάζα και καταγράφεται στον Πίνακα αποτελεσμάτων 1.
4. Κατασκευάζεται θύλακας από διηθητικό χαρτί, κατάλληλου μεγέθους σύμφωνα με τις διαστάσεις της συσκευής Soxhlet που υπάρχει στο εργαστήριο. Στερεώνεται σε μικρό ποτήρι βρασμού, τοποθετείται στο δίσκο του αναλυτικού ζυγού και ο ζυγός μηδενίζεται. Με προσοχή προστίθενται μέσα στον θύλακα περίπου 10 g ξηρού καρπού από το βήμα 3, και η ακριβής μάζα καταγράφεται στον Πίνακα αποτελεσμάτων 2. Το ποτήρι απομακρύνεται από το ζυγό, και στον ανοικτό θύλακα πάνω από τον ξηρό καρπό τοποθετείται λεπτό στρώμα από βαμβάκι.
5. Ο θύλακας τοποθετείται με προσοχή στον θάλαμο εκχύλισης της συσκευής Soxhlet.
6. Καθαρή και στεγνή σφαιρική φιάλη των 500 mL ζυγίζεται με ακρίβεια και η μάζα της καταγράφεται στον Πίνακα αποτελεσμάτων 2.
7. Με ογκομετρική κύλινδρο μετρείται όγκος εξανίου λίγο μεγαλύτερος από τη χωρητικότητα του θαλάμου εκχύλισης της συσκευής μέχρι τη στάθμη σιφωνισμού. Το εξάνιο μεταφέρεται στη σφαιρική φιάλη, η οποία στηρίζεται σε κατάλληλη βάση πάνω από θερμαντική φωλιά σε απαγωγό εστία.

7. Ο θάλαμος εκχύλισης προσαρμόζεται με προσοχή πάνω στη σφαιρική φιάλη και η σύνδεση κλείνει αεροστεγώς. Πάνω από τον θάλαμο εκχύλισης προσαρμόζεται αεροστεγώς ψυκτήρας συνδεδεμένος με παροχή νερού.
8. Η συσκευή Soxhlet τοποθετείται πάνω από θερμαντική φωλιά η οποία τίθεται σε λειτουργία και παρακολουθείται η διαδικασία της εξατμίσης. Η θερμοκρασία ρυθμίζεται κατάλληλα, ώστε ο βρασμός στη σφαιρική φιάλη να διατηρείται ήπιος χωρίς εκτινάξεις του διαλύτη.
9. Η εκχύλιση πραγματοποιείται για όσο το δυνατόν περισσότερο χρόνο επιτρέπει η εργαστηριακή άσκηση. Λίγο πριν πραγματοποιηθεί ο τελευταίος σιφωνισμός, η θερμαντική φωλιά τίθεται εκτός λειτουργίας και η συσκευή Soxhlet απομακρύνεται. Πραγματοποιείται ο τελευταίος σιφωνισμός και το διάλυμα στη σφαιρική φιάλη αφήνεται να κρυώσει, χωρίς η συσκευή να αποσυναρμολογηθεί και χωρίς να διακοπεί η παροχή νερού στον ψυκτήρα.
10. Η συσκευή αποσυναρμολογείται με προσοχή, ο θύλακας με τον ξηρό καρπό απομακρύνεται και απορρίπτεται, και η σφαιρική φιάλη στηρίζεται ξανά πάνω από τη θερμαντική πλάκα* (Πάνω στη σφαιρική φιάλη προσαρμόζεται αεροστεγώς ψυκτήρας για απόσταξη.)
11. (Ο διαλύτης αποστάζεται και φυλάσσεται για να ξαναχρησιμοποιηθεί. Διακόπτεται η λειτουργία της θερμαντικής φωλιάς και η συσκευή απόσταξης αποσυναρμολογείται προσεκτικά.) Η σφαιρική φιάλη αφήνεται να κρυώσει και ζυγίζεται με ακρίβεια. Η μικτή μάζα φιάλης-φυτικού ελαίου καταγράφεται στον Πίνακα αποτελεσμάτων 2.

* Αντί για απόσταξη ο διαλύτης εξατμίζεται και μένει στη σφαιρική φιάλη το φυτικό έλαιο.

ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ - ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΙ

Πίνακας 1

Μάζα κενού υάλου ωρολογίου (g)	Μικτή μάζα πριν την ξήρανση (g)	Μάζα ξηρού καρπού πριν την ξηήρανση (g)	Μικτή μάζα μετά την ξήρανση (g)	Μάζα ξηρού καρπού μετά την ξηήρανση (g)	% υγρασία στον ξηρό καρπό

Πίνακας 2

Μάζα ξηρού καρπού στο δείγμα (g)		Μάζα δείγματος ξηρού καρπού πριν την ξήρανση (g)*	
Μάζα κενής σφαιρικής φιάλης (g)		% έλαιο στον ξηρό καρπό μετά την ξήρανση	
Μικτή μάζα φιάλης μετά την εκχύλιση (g)		% έλαιο στον ξηρό καρπό πριν την ξήρανση	
Γραμμάρια ελαίου στο δείγμα			

*Υπολογίζεται με βάση την υγρασία που προσδιορίστηκε για το συγκεκριμένο δείγμα ξηρού καρπού

ΑΣΚΗΣΗ ΑΝΑΦΟΡΑΣ

1. Μια ουσία έχει συντελεστή κατανομής 0,2 σε σύστημα νερού – χλωροφόρμιου. Υδατικό διάλυμα 0,05 M της ουσίας, όγκου 50 mL, εκχυλίζεται μία φορά με 15 mL χλωροφόρμιου.
 - (α). Ποια είναι η αποτελεσματικότητα της εκχύλισης (% της ουσίας που μεταφέρθηκε από την αρχική στην τελική φάση);
 - (β). Ποιος όγκος χλωροφόρμιου απαιτείται για την εκχύλιση 99,9 % της ουσίας από την υδατική φάση με μια εκχύλιση;
 - (γ). Ποια είναι η αποτελεσματικότητα της εκχύλισης αν τα 15 mL του χλωροφόρμιου χρησιμοποιούνταν για την πραγματοποίηση της εκχύλισης τρεις φορές στα 50 mL του υδατικού διαλύματος;



Ευχαριστώ πολύ για την προσοχή σας !