

Εκχύλιση (4^η εργαστηριακή άσκηση)

Εργαστήριο Φυσικοχημείας
Εαρινό εξάμηνο 2019-20

Γεωργία Μποτζολάκη

Χημικός, MSc

ΕΔΙΠ

Εργαστήριο Φυσικοχημείας και Χημικών Διεργασιών

e-mail: gmpotzolaki@isc.tuc.gr

τηλ.: 2821037720

Εκχύλιση: θεωρητική εισαγωγή

- Μέθοδος διαχωρισμού ουσιών
- Βασίζεται στη διαφορετική κατανομή της διαλυμένης ουσίας μεταξύ δύο υγρών διαλυτών που δεν αναμιγνύονται μεταξύ τους
- Εφαρμογές στη βιομηχανία
- Το φαινόμενο φτάνει σε ισορροπία
- K_D : συντελεστής κατανομής

$$K_D = \frac{C_1}{C_2}$$

όπου C_1 : διαλυτότητα της ουσίας στον διαλύτη 1
και C_2 : διαλυτότητα της ουσίας στον διαλύτη 2

- Διαλύτες

H₂O: τα ανόργανα ιόντα και οι πολικές οργανικές ενώσεις έχουν φυσική τάση διάλυσης σε αυτόν το διαλύτη

Οργανική ουσία: οι ΜΗ πολικές οργανικές ενώσεις έχουν φυσική τάση διάλυσης σε αυτόν το διαλύτη

Εκχύλιση: θεωρητική εισαγωγή (συνέχεια)



Διαχωριστική χοάνη

- σκεύος του εργαστηρίου χημείας που χρησιμοποιείται για τον διαχωρισμό υγρών διαφορετικής πυκνότητας
- σταγονομετρική χοάνη με ελλειψοειδές σχήμα της οποίας το στένωμά περιλαμβάνει βαλβίδα. Ανοίγοντας την βαλβίδα αφήνεται να ρεύσει προς τα κάτω το βαρύτερο υγρό παραμένοντας το ελαφρύτερο στην χοάνη. Παράδειγμα μίγματος που μπορούμε να διαχωρίσουμε σε διαχωριστική φιάλη είναι το μίγμα νερού-λαδιού.

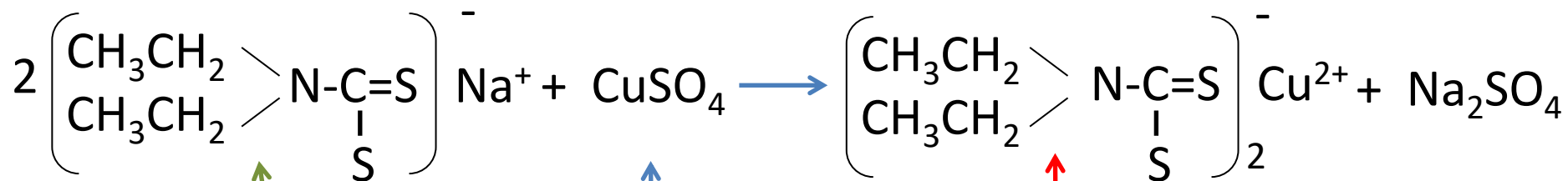
Εκχύλιση: θεωρητική εισαγωγή (συνέχεια)



οργανική στιβάδα
π.χ. βουτυλικός αιθυλεστέρας
διαλύονται οι μη πολικές
οργανικές ενώσεις

ανόργανη στιβάδα π.χ. H_2O
διαλύονται ανόργανα ιόντα
και οι πολικές οργανικές ενώσεις

Βασική Αρχή του Πειράματος



οργανικό άλας:

- διαίθυλο-διθειοκαρβαμιδικό νάτριο
- αποτελείται από ένα ογκώδες οργανικό ανιόν και ένα κατιόν νατρίου

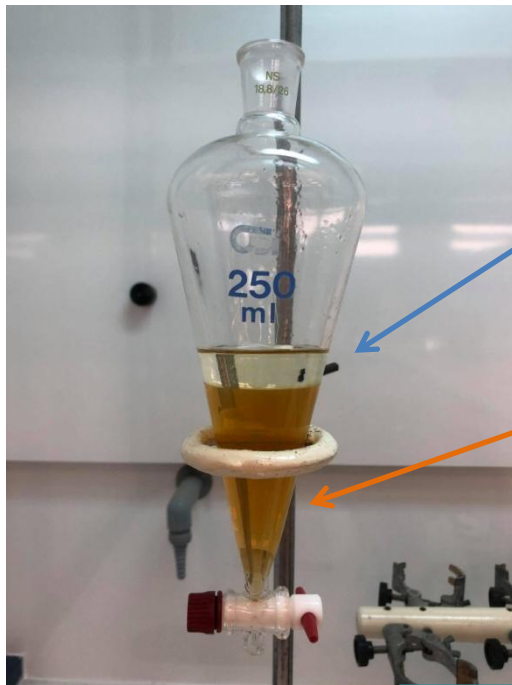
ανόργανο άλας:

ο χαλκός «προτιμά» να βρίσκεται στην υδατική στιβάδα

οργανικό άλας:

- διαίθυλο-διθειοκαρβαμιδικός χαλκός
- ο χαλκός είναι ενωμένος με το ογκώδες οργανικό ανιόν
- το ογκώδες οργανικό ανιόν μπορεί να συμπαρασύρει το χαλκό στην οργανική στιβάδα
- ΕΓΧΡΩΜΗ ΕΝΩΣΗ:
«κιτρινοκαφέ» χρώμα

Βασική Αρχή του Πειράματος (συνέχεια)



βουτυλικός αιθυλεστέρας

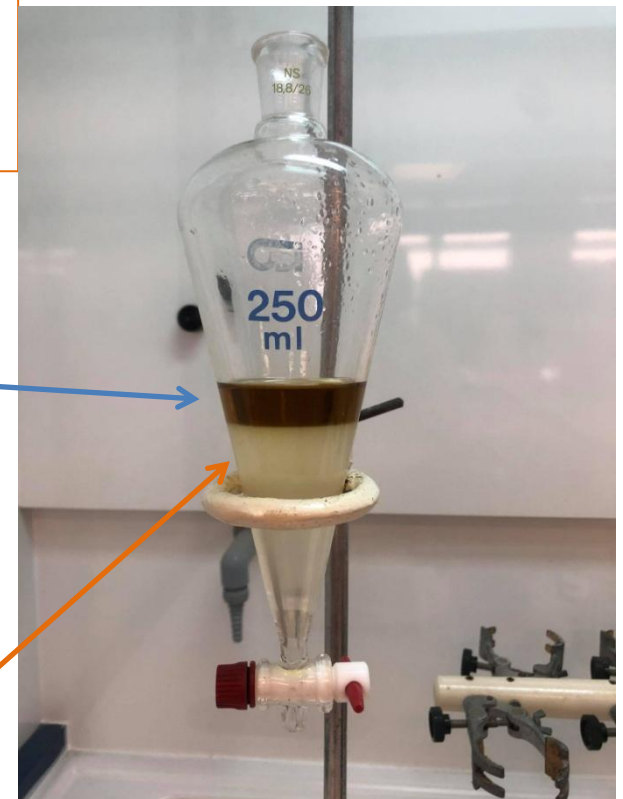
H_2O

Διαιθυλο-
διθειοκαρβαμιδικός
χαλκός που έχει
μόλις σχηματιστεί

βουτυλικός αιθυλεστέρας
Διαλυμένος διαιθυλο-
διθειοκαρβαμιδικός
χαλκός

H_2O

(έχει μόνο υπολείμματα
Διαιθυλο-διθειοκαρβαμιδικού
χαλκού)



Φασματοφωτόμετρο



Το **φασματοφωτόμετρο** (spectrophotometer) είναι όργανο το οποίο μετρά την ένταση μιας επιλεγμένης συχνότητας ακτινοβολίας. Χρησιμοποιείται κυρίως στην [Αναλυτική χημεία](#).

Νόμος Lambert-Beer

$$A = \epsilon \cdot l \cdot c$$

ϵ είναι η [μοριακή απορρόφηση](#) (δηλ. η απορρόφηση που θα είχε διάλυμα 1M της ουσίας)

l το μήκος του δείγματος (πάχος κυψελίδας σε cm)

c η συγκέντρωση της διαλυμένης ουσίας (σε mole/l).

$A = -\log(I/I_0)$ όπου I_0 η ένταση του προσπίπτοντος φωτός και I το φως που εξέρχεται από την κυψελίδα (Η ποσότητα $I_0 - I$ απορροφήθηκε από το δείγμα) .

Ο λόγος I/I_0 εκφράζει την διαπερατότητα T (αγγλ. transmittance) η οποία λαμβάνει τιμές 0-1.

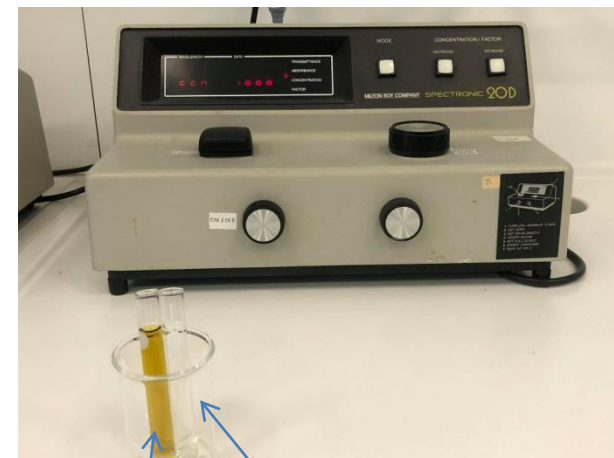
Φασματοφωτόμετρο (συνέχεια)



Ρυθμίζουμε μήκος κύματος (560nm)



Ρυθμίζουμε transmittance = 0 με άδεια υποδοχή



δείγμα

τυφλό
(βουτυλικός
αιθυλεστέρας)



Ρυθμίζουμε absorbance = 0 με το τυφλό (βουτυλικός αιθυλεστέρας) στην υποδοχή του δείγματος



Μετράμε την απορρόφηση του δείγματος

Περιγραφή Πειράματος

Δείγμα
 CuSO_4



Εκχύλιση με **20 ml**
βουτυλικού αιθυλεστέρα



Μέτρηση **A1**

Δείγμα
 CuSO_4



Εκχύλιση με **10 ml**
βουτυλικού αιθυλεστέρα



Μέτρηση **A2**



Εκχύλιση με **10 ml**
βουτυλικού αιθυλεστέρα

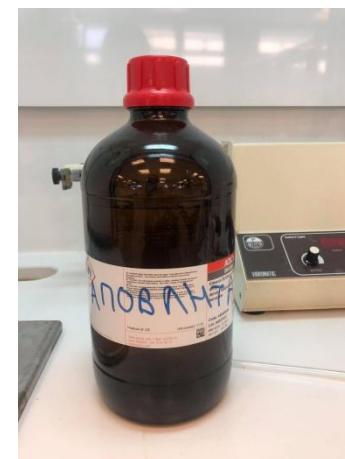
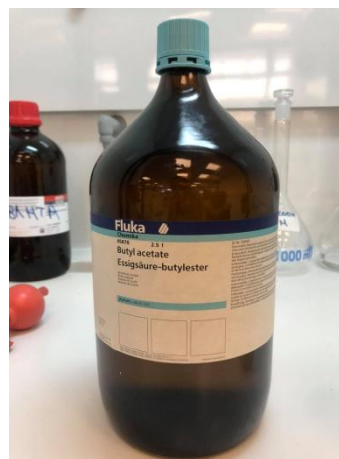
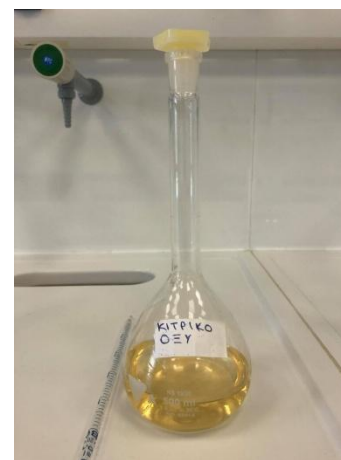
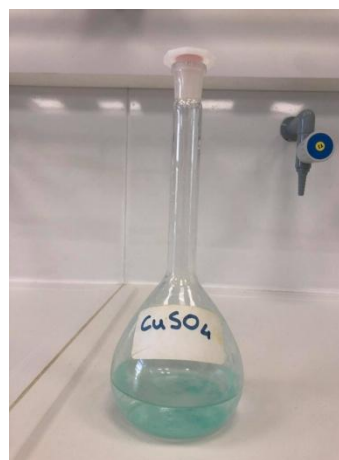


Μέτρηση **A3**

$$A2 \approx 2A1$$

$$A3 \ll A1$$

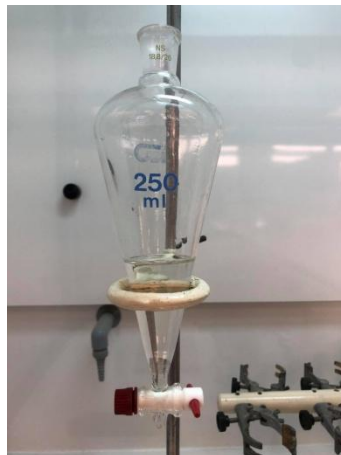
Πειραματικό μέρος



Πειραματικό μέρος (εκχύλιση σε ΕΝΑ στάδιο)



Μεταφέρονται
σε διαχωριστική
χοάνη



Προσθήκη 20ml
διαίθυλο-
διθειοκαρβαμικό
νάτριο



10ml CuSO_4
5ml κιτρικό οξύ
 NH_4OH μέχρι $\text{pH}=8.5$
15ml EDTA

Ανακίνηση
45sec



Προσθήκη 20ml
βουτυλικού
αιθυλεστέρα

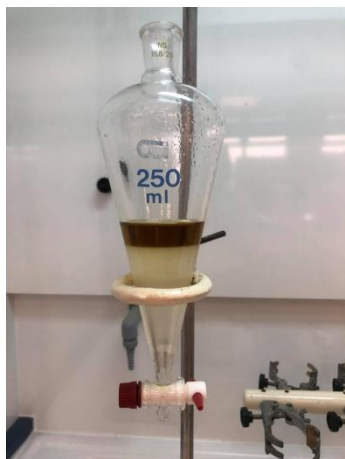


Ανακίνηση
45sec



Πειραματικό μέρος (εκχύλιση σε ΕΝΑ στάδιο) συνέχεια

Αφήνουμε
σε ηρεμία



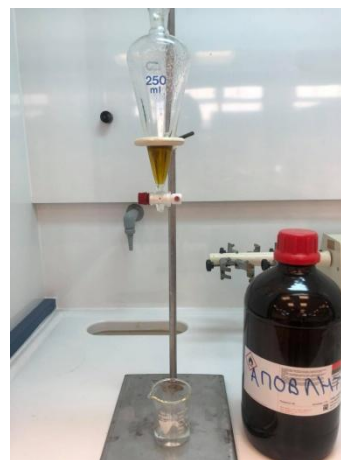
Απομακρύνουμε την
κάτω υδατική στιβάδα
στα απόβλητα



Προσθέτουμε
20ml H_2SO_4

Ανακίνηση
45sec

Απομακρύνουμε την
κάτω υδατική στιβάδα
στα απόβλητα



γεμίζουμε μία κυψελίδα
φασματοφωτομέτρου

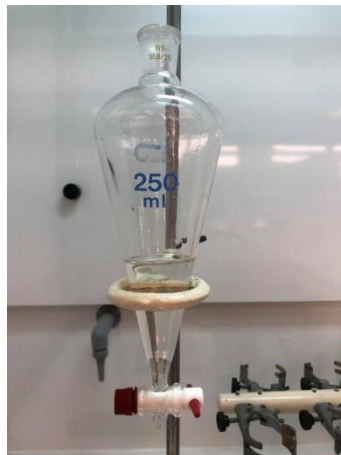
Μετράμε απορρόφηση A1



Πειραματικό μέρος (εκχύλιση σε ΔΥΟ στάδια)



Μεταφέρονται
σε διαχωριστική
χοάνη



Προσθήκη 10ml
διαίθυλο-
διθειοκαρβαμικό
νάτριο



10ml CuSO_4
5ml κιτρικό οξύ
 NH_4OH μέχρι $\text{pH}=8.5$
15ml EDTA

Ανακίνηση
45sec



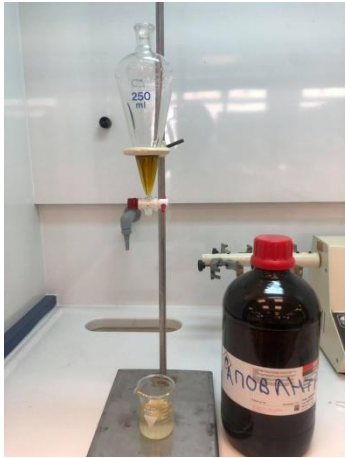
Προσθήκη 10ml
βουτυλικού
αιθυλεστέρα
Ανακίνηση
45sec
Αφήνουμε
σε ηρεμία



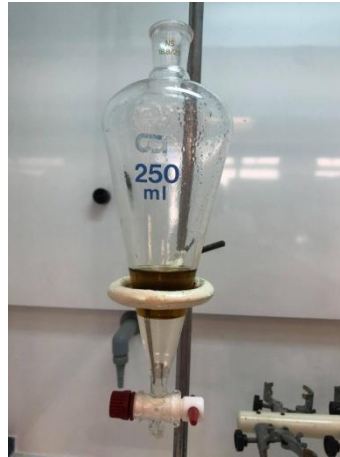
Απομακρύνουμε την
κάτω υδατική στιβάδα
και την κρατάμε σε ποτήρι
ζέσεως

Μένει η οργανική στιβάδα
στη διαχωριστική χοάνη

Πειραματικό μέρος (εκχύλιση σε ΔΥΟ στάδια) συνέχεια

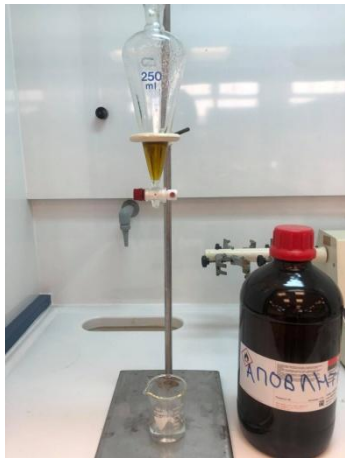


Προσθέτουμε
20ml H_2SO_4



Ανακίνηση
45sec

Απομακρύνουμε την
κάτω υδατική στιβάδα
στα απόβλητα



γεμίζουμε μία κυψελίδα
φασματοφωτομέτρου

Μετράμε απορρόφηση A2

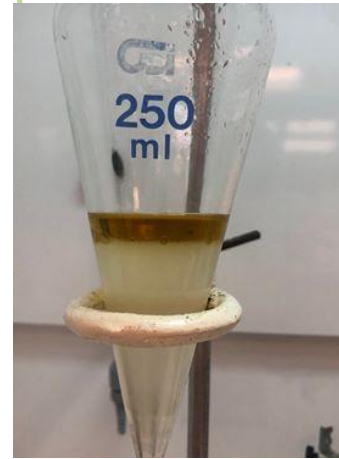


Πειραματικό μέρος (εκχύλιση σε ΔΥΟ στάδιο) συνέχεια

Βάζουμε τη
φυλαγμένη
υδατική
στιβάδα στη
διαχωριστική
χοάνη



Προσθήκη **10ml**
βουτυλικού
αιθυλεστέρα
Ανακίνηση
45sec
Αφήνουμε
σε ηρεμία



Απομακρύνουμε την
κάτω υδατική στιβάδα
στα απόβλητα

Προσθέτουμε
20ml H_2SO_4
Ανακίνηση
45sec

Γεμίζουμε μία κυψελίδα
φασματοφωτομέτρου

Μετράμε απορρόφηση A3



Απομακρύνουμε την
κάτω υδατική στιβάδα
στα απόβλητα