

آزمایشگاه شیمی آلی ۱

گزارش کار آزمایش شماره ۲

« استخراج »

محمدرضا مهدیه و رضا چائیچی مسنعلی ده

تاریخ آزمایش : ۱۳۹۱/۷/۲۴

تاریخ تحویل گزارش کار: ۱۳۹۰/۷/۱

استاد: جناب آقای شکرالهی و جناب آقای زالی

هدف آزمایش:

جداسازی سه ماده اسید، باز و خنثی.

تئوری آزمایش :

استخراج روشی است برای جداسازی که مستلزم انتقال جسمی از یک فاز به فاز دیگر است. این روش بر مبنای پخش فاز بنا نهاده شده است. جسم می تواند در بین دو فاز نامحلولی که با آنها در تماس است پخش متعادلی پیدا کند و نسبت این تعادل بستگی به پایداری نسبی جسم در هر یک از دو فاز دارد. زمانی که دو فاز مایعات مخلوط نشدنی باشند روش استخراج مایع - مایع نامیده می شود.

استخراج مایع - مایع

در بعضی مواقع لازم است برای بازیابی یک جسم آلی از محلول آبی از روش غیر از تقطیر استفاده می شود. یکی از این راه ها تماس دادن محلول آبی با یک حلال غیر قابل امتزاج با آب است. اگر حلال خاصیت جدا سازی را داشته باشد بیشتر مواد آلی از لایه آبی به حلال آلی (غیر قابل امتزاج با آب) انتقال پیدا می کند.

این روش را که "جسم حل شده در آب به وسیله یک حلال آلی دیگر جدا می شود" استخراج می نامند. یکی از خواص حلال که برای استخراج به کار برده می شود این است که قابلیت حل شدن آن در آب یا هر ماده دیگری که جسم آلی را در خود حل کرده کم باشد و یا اصلا حل نشود. همچنین باید فرار باشد تا به راحتی بتوان آن را از ترکیب یا ترکیبات آلی استخراج شده جدا کرد.

بنابراین جسم استخراج شونده باید در حلال استخراج کننده به خوبی حل شود و قابلیت انحلال در این حلال بسیار بیشتر از آب باشد، ضمن اینکه حلال استخراج کننده نباید هیچ واکنشی با آب و یا مواد قابل استخراج بدهد.

برای انتخاب حلال مناسب برای استخراج بررسی هایی مشابه آنچه که در بلور گیری انجام می دهند لازم است

۱- به خوبی جسم مورد استخراج را در خود حل کند (ضریب توزیع مناسب داشته باشد)

۲- حلالیت آن در حلال جسم مورد نظر کم باشد

۳- نا خالصی ها و یا اجسام دیگر موجود را خیلی کم و یا اصلا استخراج نکنند

۴- به سهولت بتوان آن را پس از عمل استخراج شده جدا کرد

۵- واکنش شیمیایی با جسم حل شونده نداشته باشد

ساده ترین حالت استخراج آن است که جسم در دو حلال غیر قابل اختلاط پخش شود. از نظر کمی این پخش را بر حسب ضریب پخش یا توزیع بیان می کنند. در محلول های رقیق یک جسم بین دو حلال غیر قابل امتزاج توزیع می شود تا اینکه نسبت غلظت در یک حلال به غلظت در حلال دیگر عدد ثابتی باشد.

حل شدن ماده استخراجی در هر فاز به دو مورد بستگی دارد:

۱- به قابلیت حل شدن ماده استخراج شونده ۲- به حجم هر فاز

اثر نمک روی حلالیت

حلالیت اجسام آلی در آب به طور مؤثری توسط حضور نمک های معدنی حل شده تحت تأثیر قرار می گیرند. برای مثال اتانول که به طور کامل با آب خالص قابل امتزاج است فقط به طور جزئی در محلول های مائی قوی از سدیم کلرید ، پتاسیم کربنات و برخی دیگر از نمک های معدنی معین حل می شوند.

این پدیده که از اثر نمک در خارج سازی جسم به وجود می آید به طور متداول با نمک های دارای یون های با شعاع کوچک و بار متمرکز اتفاق می افتد افزایش نمک دو اثر دارد:

الف) حلالیت حلال در آب کم می شود

ب) حلالیت ماده جامد آلی در آب کم می شود

روش استفاده از قیف جدا کننده یا دکانتور

استخراج در کارهای آزمایشگاهی توسط تکان دادن محلول مورد استخراج با حلال درون قیف جدا کننده شیشه ای صورت می گیرد. قیف کشیده مخروطی شکل با دنباله کوتاه برای این منظور به کار می برند قیف حاوی مخلوط را خوب



تکان دهید تا تمام مایعات غیر قابل حل به صورت فیزیکی مخلوط شوند، سپس آن را روی پایه ای به حال خود بگذارید تا لایه ها به به طور کامل از هم جدا شوند. به هم زدن شدید مخلوط ها وقتی دلخواه بوده که تولید امولسیون نکنند. زیرا بعداً برای جداسازی لایه ها به مزاحمت بر میخوریم. در چنین مواقعی بهتر است لایه ها را خیلی ملایم به هم زد. در ضمن به هم زدن یک دست را باید روی سر قیف و دست دیگر را روی شیر قیف قرار داد تا سر و شیر قیف محکم در جای خود نگه داشته شوند. فشار درون قیف را گاهی با معکوس نگه داشتن (دنباله قیف به طرف بالا) و یک لحظه باز کردن شیر کاهش می دهند. این عمل به ویژه زمانی مهم است که از حلال بسیار فرار نظیر اتر استفاده شود.

احتیاط: دنباله قیف جدا کننده را در موقع کاهش فشار درون آن نباید به طرف افراد دیگر قرار داد زیرا در این زمان قطراتی از مایع درون دنباله قیف با فشار خارج می شود.

در زمان جدا کردن مایعات سر قیف را باید سست کرد و یا برداشت، سپس لایه پایینی را به دقت درون ارلن مایر ریخت ضمناً باید شیر قیف را با دو دست نگه داشت تا از سست شدن آن و هدر رفتن مایع جلوگیری کرد. اگر ماده درون قیف خاصیت خوردگی داشته و یا ارزشمند باشد در عمل بهتر است که یک بشر را زیر قیف قرار داده و سپس قیف را برای هر مدتی که لازم است به حال خود باقی گذاشت اگر فقط یک لایه باید نگه داری شود لازم است دو لایه را تا زمانی که اطمینان کامل حاصل نشده که کدامیک حاوی ماده دلخواه است نگه داری کرد.

همانگونه که مرز دو مایع به نزدیکی شیر قیف برسد سرعت خارج شدن مایع از قیف را باید کاهش داد. پس از اینکه جداسازی انجام شد شیر را بسته و محتویات قیف را به آهستگی به چرخش درمی آورند تا قطرات مایع سنگین تر از درون یک ظرف تمیز می ریزند. لایه بالایی نباید از شیر قیف خالی شود زیرا منجر به آلوده شدن آن با لایه اول که درون دنباله قیف وجود دارد می شود. لایه آلی را معمولاً با افزایش معرف خشک کننده جامد از آب جدا می کنند و حلال را به وسیله عمل تقطیر حذف می کنند.

وسایل مورد نیاز

گیره ، پایه ، دکانتور ، محلول مورد استخراج، NaOH ، HCl ، NaHCO_3 .

روش انجام آزمایش

در اینجا محلول مجهول شامل یک اسید آلی، باز آلی و ماده ای خنثی بود. همانطور که می دانیم، کافی است برای جداسازی، مقداری اسید یا باز در محلول ریخته تا به ترتیب موجب تشکیل نمک باز و نمک اسید گردند، که این گونه نمک ها براحتی از فاز آلی به فاز آبی تغییر می یابند، و قابلیت جداسازی بدست می آید.

در مرحله ابتدایی ۵ml از محلول بازی NaHCO_3 در مجهول موجود در دکانتور ریخته و کاملاً مخلوط گردید. در این حالت پیداست که محلول به دو فاز جداشدنی و نا مخلوط تبدیل گردیده است. افزودن این ماده موجب گردید تا نمک اسید تشکیل گردد و در فاز آبی قرار گیرد. اکنون براحتی فاز آلی و فاز آبی قابل جداسازی می باشند.



در اینجا فاز آبی که شامل نمک اسید می باشد، در لایه زیر قرار میگیرد. اکنون توسط شیر دکانتور، این دو محلول جداسازی گردید. پس در حال حاضر دارای دو محلول می باشیم، یکی محلول نمک اسید در بشرا و دیگری محلول آلی شامل باز و ماده خنثی.

برای اینکه ماده اسیدی که به صورت نمک می باشد، خالص گردد، کافی است به این محلول آبی HCl غلیظ اضافه گردد، تا مجدداً به صورت آلی در بیاید. در این حالت بعد از افزودن HCl اسید آلی براحتی بدست آمد.

به محلول آلی باقی مانده در دکانتور که شامل باز و ماده خنثی می باشد، ۵ml اسید اضافه گردید تا نمک باز تشکیل گردد و از فاز آلی جداگردد. مجدداً با جداسازی این دوفاز، در محلول آبی مقداری NaOH ۵٪ اضافه گردید تا به فاز آلی بازگشت و ماده به صورت خالص جداشد.

اکنون برای به دست آوردن ماده خنثی، بر روی حمام آب گرم قرار گرفت تا تبخیر صورت گرفته و ماده خنثی باقی ماند.

عوامل خطا

۱) کامل خارج نشدن دو فاز از هم. (باتوجه به اینکه این عمل به صورت چشمی انجام میگیرد).

(۱) چه خواصی باید حلال بایستی داشته باشد تا به عنوان حلال استخراج مورد استفاده قرار گیرد؟
قابل امتزاج با جزء دیگر نباشد- ماده مورد نظر در آن حل گردد- مقدار ماده مورد نظر در این حلال بیشتر از حلال محلول ابتدایی باشد.

(۲) اگر در ۱۰۰ گرم بنزن ۵.۵ گرم کافئین و در ۱۰۰ گرم آب ۲.۲ گرم کافئین حل شود. مقدار کافئین استخراج شده حاصل از انحلال ۵ گرم کافئین در ۵۰۰ میلی آب چقدر است در صورتی که:
درصد کافئین موجود در این نمونه په قدر است:

الف) اگر یکبار با ۲۰۰ میلی لیتر بنزن استخراج صورت گیرد؟

$$\left(\frac{\frac{5.5}{100}}{\frac{2.2}{100}}\right) = \left(\frac{\left(\frac{x}{200}\right)}{\frac{5-x}{500}}\right) \Rightarrow 2.5 = \frac{5x}{2(5-x)} \Rightarrow 5-x = x \Rightarrow x = 2.5gr$$

ب) اگر یکبار با ۱۰۰*۲ میلی لیتر بنزن استخراج صورت گیرد؟

$$\left(\frac{\frac{5.5}{100}}{\frac{2.2}{100}}\right) = \left(\frac{\left(\frac{x}{100}\right)}{\frac{5-x}{500}}\right) \Rightarrow 2.5 = \frac{5x}{5-x} \Rightarrow 5-x = 2x \Rightarrow x_1 = 1.6gr$$

مقدار باقی مانده $5 - 1.6 = 3.3gr$

$$\left(\frac{\frac{5.5}{100}}{\frac{2.2}{100}}\right) = \left(\frac{\left(\frac{x_2}{100}\right)}{\frac{3.3-x_2}{500}}\right) \Rightarrow 3.33 - x_2 = 2x_2 \Rightarrow x_2 = 1.1gr$$

$$\Rightarrow \text{کل} = 1.1 + 1.6 = 2.7gr$$

ج) اگر یکبار با ۶۶.۶۶*۳ میلی لیتر بنزن استخراج صورت گیرد؟

$$\left(\frac{\frac{5.5}{100}}{\frac{2.2}{100}}\right) = \left(\frac{\left(\frac{x_1}{66.66}\right)}{\frac{5-x_1}{500}}\right) \Rightarrow 0.33 = \frac{x_1}{5-x_1} \Rightarrow x_1 = 1.24gr$$

مقدار باقی مانده $5 - 2.5 = 2.5gr$

$$\left(\frac{\frac{5.5}{100}}{\frac{2.2}{100}}\right) = \left(\frac{\left(\frac{x_2}{66.66}\right)}{\frac{2.5-x_2}{500}}\right) \Rightarrow 0.33 = \frac{x_2}{2.5-x_2} \Rightarrow x_2 = 0.62gr$$

مقدار باقی مانده $2.5 - 0.93 = 1.57gr$

$$\left(\frac{\frac{5.5}{100}}{\frac{2.2}{100}}\right) = \left(\frac{\left(\frac{x_3}{66.66}\right)}{\frac{1.57 - x_3}{500}}\right) \Rightarrow 0.33 = \frac{x_3}{1.57 - x_3} \Rightarrow x_3 = 0.39gr$$

کل = ۲.۲۵

۳) جواب سوال دوم نشان می دهد که سه بار استخراج بهتر از دو بار و دوبار بهتر از یک بار است. از طریق محاسبه نشان دهید که تعداد بیشتر استخراج ها نتیجه بهتری بدست می دهد؟

طبق رابطه زیر

$$A = \left(\frac{\frac{X}{100}}{\frac{X_0 - X}{100}}\right) \Rightarrow X = \frac{AX_0}{A + 1}$$

برای هر ۱۰۰ میلی لیتر این رابطه بدست می آید که A برابر نسبت حل شدن، X_0 مقدار اولیه می باشد که با افزایش تعداد آزمایش این مقدار با مقادیر دیگری که از همین رابطه ولی با این تغییر که از مقدار اولیه باید مقدار استخراج شده کم شود، جمع گردد. و این نشان میدهد با افزایش دفعات استخراج، دقت بالا میرود.

۴) فرض کنید حلالیت مادهی فرضی A در حلال آلی ۲.۵ برابر در حلال آبی باشد. اگر مقدار از ماده A در فاز آلی حل شده باشد (۱۰۰ml مادهی آلی) با استفاده از ۲۵ml از مادهی آلی مورد نظر، چند بار عمل استخراج انجام دهیم که ۸۰٪ مادهی A از فاز آبی استخراج گردد؟

$$2.5 = \left(\frac{\frac{X_1}{100}}{\frac{m_0 - X_1}{25}}\right) = \frac{X_1}{m_0 - X_1} = 10 \Rightarrow X_1 = \frac{10m_0}{11}$$

$$m_1 = m_0 - X_1$$

$$2.5 = \frac{\frac{X_2}{100}}{\frac{m_0 - X_1 - X_2}{25}} \Rightarrow X_2 = \frac{10(m_0 - X_1)}{11}$$

با تعمیم این رابطه و با توجه به اینکه می خواهیم به ۸۰ درصد برسیم:

$$\frac{10m_0}{11} + \frac{10(m_0 - X_1)}{11} + \dots = \frac{8m_0}{10}$$

مراجع

۱) کتاب استخراج از فاز جامد و مایع ، سامان موسویان - داود عشوری، امیر حسین قندی، انتشارات یزدا، چاپ اول.