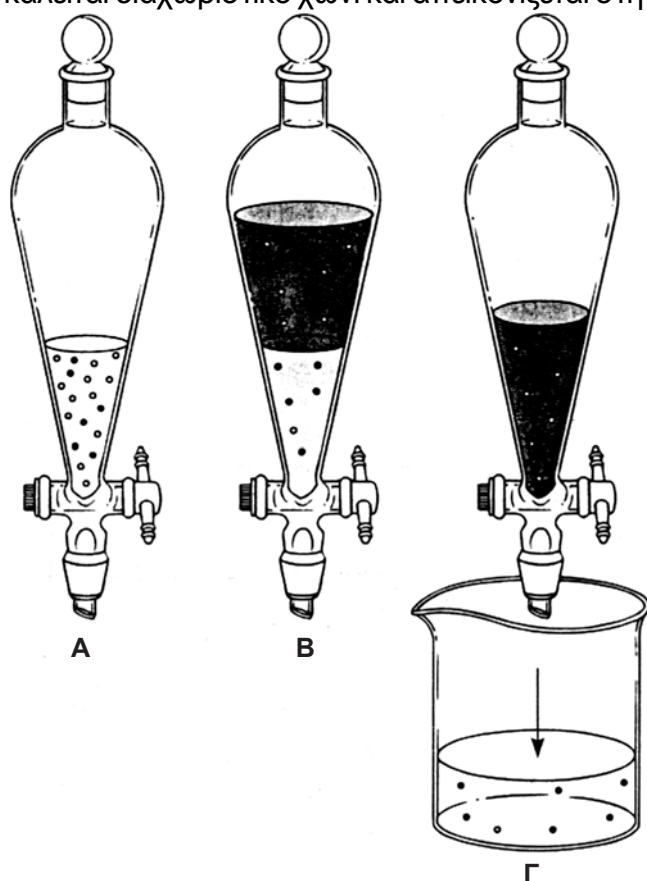


## Εκχύλιση, Διαχωρισμός, και Ξήρανση

### 5.1 Εκχύλιση

Η μεταφορά μιας διαλυμένης ουσίας από ένα διαλύτη σε ένα άλλο καλείται εκχύλιση ή ακριβέστερα εκχύλιση υγρού-υγρού. Η διαλυμένη ουσία εκχυλίζεται από τον ένα διαλύτη στον άλλο επειδή είναι καλύτερα διαλυτή στο δεύτερο διαλύτη. Οι δύο διαλύτες δεν θα πρέπει να αναμιγνύονται μεταξύ τους, ενώ θα πρέπει να σχηματίζουν δύο διαφορετικές φάσεις ή στοιβάδες για να λειτουργήσει η εκχύλιση. Η εκχύλιση χρησιμοποιείται πολύ στην Οργανική Χημεία. Πολλά φυσικά προϊόντα (οργανικές ενώσεις που απαντώνται στη φύση) βρίσκονται σε φυτικούς και ζωικούς ιστούς που περιέχουν μεγάλο ποσοστό νερού. Η εκχύλιση αυτών των ιστών με ένα διαλύτη, που δεν αναμιγνύεται με το νερό, χρησιμεύει στην απομόνωση των φυσικών προϊόντων. Συχνά, ο διαιθυλαιθέρας (κοινά ονομάζεται αιθέρας) χρησιμεύει σε αυτό το σκοπό. Μερικές φορές, άλλοι διαλύτες, που επίσης δεν αναμιγνύονται με το νερό, όπως είναι το εξάνιο, ο πετρελαιοειδής αιθέρας, η λιγροίνη, και το διχλωρομεθάνιο χρησιμοποιούνται. Για παράδειγμα, η καφεΐνη, ένα φυσικό προϊόν εκχυλίζεται από υδατικό διάλυμα τσαγιού με διχλωρομεθάνιο.

Γενικά, στη διαδικασία εκχύλισης χρησιμοποιείται ένα ειδικό γυάλινο εξάρτημα που καλείται διαχωριστικό χωνί και απεικονίζεται στην Εικόνα 5.1. Ο πρώτος διαλύτης περιέχει ένα



- A Ο διαλύτης 1 περιέχει ένα μίγμα μορίων (άσπρων και μαύρων).
- B Μετά την ανατάραξη με το διαλύτη 2, τα περισσότερα άσπρα μόρια έχουν εκχυλιστεί από το νέο διαλύτη. Τα άσπρα μόρια είναι περισσότερο διαλυτά στο νέο διαλύτη, ενώ τα μαύρα μόρια είναι περισσότερο διαλυτά στον αρχικό διαλύτη.
- Γ Με τη μεταφορά της κάτω φάσης, τα άσπρα και τα μαύρα μόρια έχουν μερικώς διαχωριστεί.

Εικόνα 5.1. Η διαδικασία της εκχύλισης

μίγμα άσπρων και μαύρων μορίων (Εικόνα 5.1α). Ένας δεύτερος διαλύτης, που δεν αναμιγνύεται με τον πρώτο, προστίθεται. Το διαχωριστικό χωνί πωματίζεται, αναταράσσεται, και οι φάσεις διαχωρίζονται. Σε αυτό το παράδειγμα, ο δεύτερος διαλύτης έχει μικρότερη πυκνότητα από τον πρώτο, έτσι αποτελεί την άνω φάση (Εικόνα 4.1β). Λόγω της διαφοράς των φυσικοχημικών ιδιοτήτων, τα άσπρα μόρια είναι περισσότερο διαλυτά στον νέο διαλύτη, ενώ τα μαύρα μόρια είναι περισσότερο διαλυτά στον παλιό διαλύτη. Τα περισσότερα από τα άσπρα μόρια είναι στην άνω στοιβάδα, αλλά εκεί βρίσκονται και μερικά μαύρα μόρια. Παρόμοια, τα περισσότερα μαύρα μόρια βρίσκονται στην κάτω φάση. Αλλά, μερικά άσπρα μόρια βρίσκονται ακόμη στην κάτω φάση. Η κάτω στοιβάδα μπορεί να διαχωριστεί από την άνω στοιβάδα, με το άνοιγμα της στρόφιγγας στο κάτω μέρος του διαχωριστικού χωνιού και τη διοχέτευση της κάτω στοιβάδας σε ένα ποτήρι ζέσης (Εικόνα 4.1γ). Σημειώστε ότι, σε αυτό το παράδειγμα, δεν είναι δυνατόν να επιτύχουμε ολοκληρωτικό διαχωρισμό των δύο ειδών των μορίων με μια απλή εκχύλιση. Αυτό συμβαίνει πολύ συχνά στην Οργανική Χημεία.

Πολλές ενώσεις είναι διαλυτές και σε νερό και σε οργανικό διαλύτη. Το νερό μπορεί να χρησιμοποιηθεί για την εκχύλιση ή “πλύσιμο” υδατοδιαλυτών ακαθαρσιών από μίγματα οργανικών αντιδράσεων. Για την πραγματοποίηση της εργασίας πλυσίματος, προσθέτεται νερό και ένα διαλύτη που δεν αναμιγνύεται με το μίγμα της αντίδρασης. Αφού πωματίζεται το διαχωριστικό χωνί και το αναταράζεται, επιτρέπεται το διαχωρισμό της οργανικής από την υδατική φάση. Ένα πλύσιμο με νερό απομακρύνει τα πολύ πολικά και υδατοδιαλυτά υλικά, όπως είναι το θειικό οξύ, το υδροχλωρικό οξύ ή το υδροξείδιο του νατρίου από την οργανική στοιβάδα. Η διαδικασία πλυσίματος βοηθά στον καθαρισμό της επιθυμητής οργανικής ένωσης που βρίσκεται στο αρχικό μίγμα της αντίδρασης.

## 5.2 Συντελεστής κατανομής

Όταν ένα διάλυμα (ένωση Α στο διαλύτη 1) αναταράσσεται με ένα δεύτερο διαλύτη 2, με το οποίο δεν αναμιγνύεται, η ένωση Α κατανέμεται μεταξύ των δύο υγρών φάσεων. Όταν οι δύο φάσεις αποτελούν δύο ξεχωριστές στοιβάδες διαλυτών, μια ισορροπία επιτυγχάνεται ώστε η συγκέντρωση της ένωσης Α σε κάθε μια φάση να ορίζει μια σταθερά. Η σταθερά αυτή ονομάζεται συντελεστής κατανομής  $K$ , και ορίζεται ως

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

όπου  $C_1$  και  $C_2$  είναι οι συγκεντρώσεις στην κατάσταση ισορροπίας, σε γραμμάρια ανά λίτρο ή मिलीग्राम्माρια ανά मिलीलीτρο της ένωσης Α στο διαλύτη 1 και 2, αντίστοιχα. Αυτή η σχέση είναι ο λόγος των δύο συγκεντρώσεων και είναι ανεξάρτητη των πραγματικών ποσοτήτων των δύο διαλυτών που αναμιγνύονται. Ο συντελεστής κατανομής έχει σταθερή τιμή για κάθε ένωση και εξαρτάται από τη φύση των διαλυτών που χρησιμοποιούνται σε κάθε περίπτωση.

Με μια απλή εκχύλιση, δεν μπορεί όλη η διαλυμένη ουσία να μεταφερθεί στο διαλύτη 2 εκτός αν η τιμή  $K$  είναι πολύ μεγάλη. Συνήθως απαιτούνται πολλές εκχυλίσεις για να απομακρυνθεί όλη η διαλυμένη ουσία από ένα διαλύτη. Στην εκχύλιση μιας διαλυμένης ουσίας από ένα διάλυμα, είναι προτιμότερο η εκχύλιση να γίνει πολλές φορές με μικρή ποσότητα του δεύτερου διαλύτη, αντί της απλής εκχύλισης με μεγάλη ποσότητα.

### 5.3 Επιλογή του διαλύτη εκχύλισης

Οι περισσότερες εκχυλίσεις αποτελούνται από μια υδατική και μια οργανική φάση. Όταν θέλουμε να εκχυλίσουμε μια ένωση από μια υδατική φάση, ένας οργανικός διαλύτης που δεν αναμιγνύεται με το νερό πρέπει να χρησιμοποιηθεί. Στον πίνακα 5.1 περιγράφονται κοινοί οργανικοί διαλύτες που δεν αναμιγνύονται με το νερό και χρησιμοποιούνται σε εκχυλίσεις. Στην εικόνα 5.2 απεικονίζεται η ικανότητα ανάμειξης των κοινών οργανικών διαλυτών.

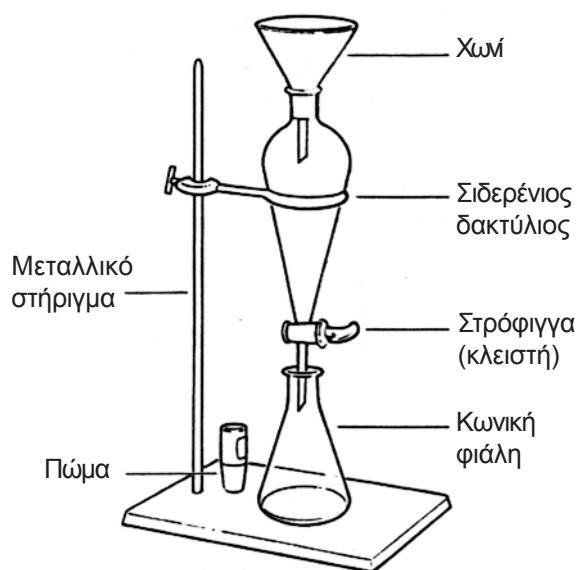
Οι διαλύτες που έχουν πυκνότητα μικρότερη από εκείνη του νερού (1.00 g/mL) διαχωρίζονται ως η άνω φάση όταν αναταράσσονται με το νερό. Οι διαλύτες που έχουν μεγαλύτερη πυκνότητα από το νερό θα διαχωρίζονται ως η κάτω φάση. Όταν μια εκχύλιση πραγματοποιείται, ελαφρά διαφορετικές μέθοδοι χρησιμοποιούνται όταν θέλετε να διαχωρίσετε την κάτω φάση (ανεξάρτητα αν είναι υδατική ή οργανική) από όταν θέλετε να διαχωρίσετε την πάνω φάση.

**Πίνακας 5.1** Πυκνότητες κοινών διαλυτών εκχύλισης

Διαλύτης	Πυκνότητα (g/mL)
Λιγροίνη	0,67-0,69
Διαιθυλαιθέρας	0,71
Τολουόλιο	0,87
Διχλωρομεθάνιο	1,33

### 5.4 Το διαχωριστικό χωνί.

Ένα διαχωριστικό χωνί απεικονίζεται στην Εικόνα 5.3. Είναι ένα κομμάτι του εξοπλισμού που χρησιμεύει στην πραγματοποίηση των εκχυλίσεων με μέτριες ως μεγάλες ποσότητες υλικού. Για να γεμίσετε ένα διαχωριστικό χωνί, θα πρέπει πρώτα να το σταθεροποιήσετε σε ένα σιδερένιο δακτύλιο που στηρίζεται σε ένα μεταλλικό στήριγμα. Επειδή είναι πολύ εύκολο να σπάσετε το διαχωριστικό χωνί με κτύπημα πάνω στο σιδερένιο δακτύλιο, καλό είναι το τοποθετηθούν τεμάχια λάστιχου στο δακτύλιο που σκοπό έχουν να προστατεύουν το χωνί, όπως απεικονίζεται στην Εικόνα 5.5. Αυτά είναι



**Εικόνα 5.3.** Διαχωριστικό χωνί έτοιμο προς χρήση

αναμιγνύονται   
 δεν αναμιγνύονται

	Οξικό οξύ	ακετόνη	ακετονιτρίλιο	βενζόλιο	βουτανόλη	τετραχλωράνθρακας	χλωροφόρμιο	κυκλοεξάνιο	κυκλοπεντάνιο	διχλωροαιθάνιο	διχλωρομεθάνιο	διμεθυλοφορμαμίδιο	διμεθυλοσουλφοξείδιο	διοξάνιο	αιθανόλη	οξικός αιθυλεστέρας	διαιθυλαιθέρας	φορμικό οξύ	n-επτάνιο	n-εξάνιο	μεθανόλη	μεθυλο αιθυλο κетόνη	ισοοκτάνιο	n-πεντάνιο	2-προπανόλη	δισοπροπυλαιθέρας	τετραχλωροαιθάνιο	τετραυδροφουράνιο	τολουόλιο	τριχλωροαιθάνιο	νερό	ξυλόλιο			
Οξικό οξύ																																			
ακετόνη																																			
ακετονιτρίλιο																																			
βενζόλιο																																			
βουτανόλη																																			
τετραχλωράνθρακας																																			
χλωροφόρμιο																																			
κυκλοεξάνιο																																			
κυκλοπεντάνιο																																			
διχλωροαιθάνιο																																			
διχλωρομεθάνιο																																			
διμεθυλοφορμαμίδιο																																			
διμεθυλοσουλφοξείδιο																																			
διοξάνιο																																			
αιθανόλη																																			
οξικός αιθυλεστέρας																																			
διαιθυλαιθέρας																																			
φορμικό οξύ																																			
n-επτάνιο																																			
n-εξάνιο																																			
μεθανόλη																																			
μεθυλο αιθυλο κетόνη																																			
ισοοκτάνιο																																			
n-πεντάνιο																																			
2-προπανόλη																																			
δισοπροπυλαιθέρας																																			
τετραχλωροαιθάνιο																																			
τετραυδροφουράνιο																																			
τολουόλιο																																			
τριχλωροαιθάνιο																																			
νερό																																			
ξυλόλιο																																			

**Εικόνα 5.2** Ανάμειξη διαλυτών. Τα μαυρισμένα κουτάκια υποδηλώνουν ότι οι δύο διαλύτες δεν αναμιγνύονται μεταξύ τους

μικρά τεμάχια λάστιχου (3 cm) με μια διατομή κατά μήκος. Όταν τοποθετούνται στο δακτύλιο παίζουν το ρόλο των μαξιλαριών προστασίας και σταθεροποιούν το χωνί.

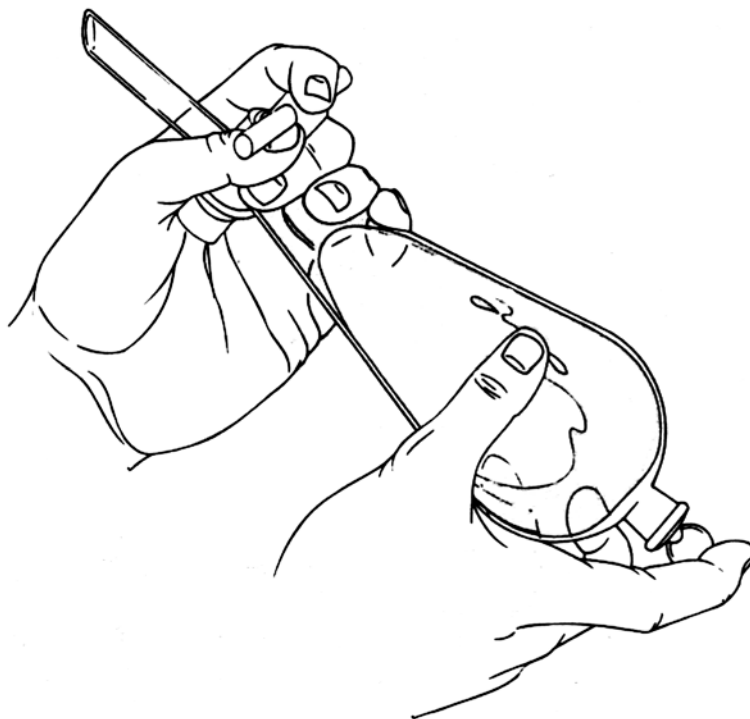
Όταν ξεκινάτε μια εκχύλιση, το πρώτο βήμα που κάνετε πάντοτε είναι το κλείσιμο της στρόφιγγας. Τοποθετώντας ένα χωνί προσθήκης στην κορυφή του διαχωριστικού χωνιού το γεμίζετε με το διάλυμα που θα εκχυλιστεί και με το διαλύτη εκχύλισης. Αναταράσσεται το χωνί, κρατώντας το με τα δύο χέρια, όπως απεικονίζεται στην Εικόνα 5.4. Κρατάτε σταθερά το πώμα επειδή τα δύο υγρά που δεν αναμιγνύονται, αναπτύσσουν πίεση όταν αναμειχθούν και το πώμα μπορεί να βρεθεί εκτός του διαχωριστικού χωνιού. Για να απελευθερωστεί αυτήν την πίεση, κρατάτε το χωνί σε κατακόρυφη θέση και ανοίγετε τη στρόφιγγα. Συνήθως η απότομη εκφυγή των ατμών από το στόμιο θα ακουστεί.

Συνεχίζετε την ανατάραξη και το αερισμό μέχρις ότου να μην ακούγετε το συριγμό. **Κατά τη διάρκεια του αερισμού, το στέλεχος του διαχωριστικού χωνιού δεν θα πρέπει να**

**σημαδεύει εσάς ή τους γύρω φοιτητές.** Τώρα πια θα αναταράξετε το περιεχόμενο του διαχωριστικού χωνιού για ένα τουλάχιστον λεπτό.

*Θα πρέπει να γνωρίζετε ότι ο σωστός τρόπος της ανατάραξης και του αερισμού του χωνιού είναι τέχνη. Ο καλύτερος τρόπος εκμάθησης είναι η προσεκτική παρατήρηση της επίδειξης του επιβλέποντα, που θα πρέπει να είναι έμπειρος με τη χρήση του διαχωριστικού χωνιού.*

Αφού τελειώσετε με την ανατάραξη του διαχωριστικού χωνιού, το τοποθετείτε στο μεταλλικό δακτύλιο και αφαιρείτε το πώμα αμέσως. Τα δύο υγρά που δεν αναμιγνύονται διαχωρίζονται σε δύο φάσεις μετά από μικρό χρονικό διάστημα, και μπορούν να διαχωριστούν με την αποστράγγιση της κάτω φάσης διαμέσου της στρόφιγγας (Εικόνα 5.5) [Ένα κοινό λάθος είναι η προσπάθεια αποστράγγισης με το πώμα στη θέση του.



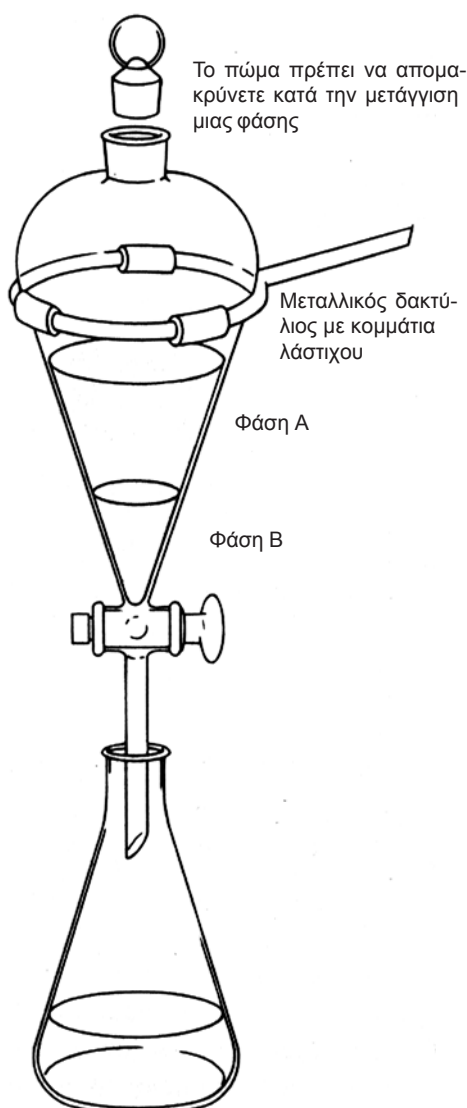
Σε αυτή την περίπτωση δεν θα έχουμε ροή αφού ένα μερικό

**Εικόνα 5.4** Σωστός τρόπος ανατάραξης και αερισμού του διαχωριστικού χωνιού

κενό έχει δημιουργηθεί πάνω από το υγρό μέσα στο διαχωριστικό χωνί]. Η στρόφιγγα πρέπει να ανοίξει ευγενικά, η ταχύτητα ροής δεν θα πρέπει να είναι μεγάλη γιατί τότε ο στροβιλισμός που θα δημιουργηθεί θα έχει σαν αποτέλεσμα να περάσει κάποια ποσότητα της άνω φάσης. Όταν η κάτω φάση έχει σχεδόν αποστραγγιστεί, κλείνετε τη στρόφιγγα. Αφήνετε να περάσουν μερικά λεπτά ώστε η όποια ποσότητα της κάτω φάσης έχει κολλήσει στα τοιχώματα να μπορεί να αποστραγγιστεί. Ανοίγετε τη στρόφιγγα και επιτρέπετε το υπόλοιπο της κάτω φάσης να αποστραγγιστεί έως ότου η διεπιφάνεια μεταξύ των δύο φάσεων μόλις να εισέλθει στην οπή της στρόφιγγας. Σε αυτό το σημείο κλείνετε τη στρόφιγγα και αποχύνετε την άνω φάση από το άνω άνοιγμα του διαχωριστικού χωνιού.

*Για να μειώσετε τον κίνδυνο μόλυνσης των δύο φάσεων, θα πρέπει η κάτω φάση να αποστραγγίζεται από το κάτω άκρο(στρόφιγγα) του διαχωριστικού χωνιού,*

ενώ η άνω φάση θα πρέπει να αποχύνετε απο το άνω άκρο.



Εικόνα 5.5 Διαχωρισμός φάσεων

να βγάλετε και να καθαρίσετε τη στρόφιγγα, αυτό θα βοηθήσει να μην κολλήσει η στρόφιγγα όταν το χωνί δεν χρησιμοποιείται. Μερικές φορές τα πράγματα δεν δουλεύουν σύμφωνα με τη θεωρία της χρήσης των διαχωριστικών χωνιών. Μερικά απο τα πλέον κοινά προβλήματα περιγράφονται παρακάτω.

**Το μίγμα είναι τόσο σκούρο που η διεπιφάνεια δεν είναι ορατή** Μερικές φορές δεν μπορείτε να διακρίνετε τη διεπιφάνεια των δύο φάσεων, επειδή το μίγμα που βρίσκεται στο διαχωριστικό χωνί είναι σκούρο. Σε μια τέτοια περίπτωση, κρατήστε είτε το διαχωριστικό χωνί προς το φως είτε τοποθετήστε πίσω απο το διαχωριστικό χωνί μια λάμπα γραφείου. Με μια ισχυρότερη πηγή φωτός ίσως σας είναι δυνατό να δείτε τη διαχωριστική επιφάνεια. Αν αυτό αποτύχει, αρχίστε να αποστραγγίζετε τη κάτω φάση πολύ αργά και παρατηρήσετε τη ροή του υγρού πολύ προσεκτικά. Συνήθως είναι δυνατό να παρατηρήσετε την αλλαγή απο υδατική σε

Όταν το διχλωρομεθάνιο χρησιμοποιείται ως διαλύτης εκχύλισης με μια υδατική φάση, εγκαθίσταται πάντοτε ως η κάτω φάση και αποστραγγίζεται διαμέσου της στρόφιγγας. Η υδατική φάση παραμένει στο διαχωριστικό χωνί. Μια δεύτερη εκχύλιση της παραμένουσας υδατικής φάσης μπορεί να απαιτηθεί.

Όταν ο διαιθυλαιθέρας χρησιμοποιείται για την εκχύλιση μιας υδατικής φάσης, η οργανική φάση πάντοτε εγκαθίσταται ως η άνω φάση. Απομακρύνετε την κάτω υδατική φάση διαμέσου της στρόφιγγας και αποχύνετε την άνω αιθερική στοιβάδα απο το άνω άκρο του διαχωριστικού χωνιού. Επαναφέρετε την υδατική φάση στο διαχωριστικό χωνί και εκχυλίζετε με νέα ποσότητα αιθέρα. Οι ενωμένες οργανικές φάσεις πρέπει να ξηρανθούν πριν απομακρυνθεί ο διαλύτης. Θα πρέπει πάντοτε να κρατάτε και τα δύο διαλύματα μέχρι να απομονώσετε το οργανικό προϊόν σας. Ακόμη και έμπειροι χημικοί μερικές φορές πετούν τη λανθασμένη στοιβάδα ή πετούν μια υδατική φάση που έχει μερικά εκχυλιστεί. Πριν πετάξετε κάτι, να είστε σίγουροι ότι δεν το χρειάζεστε πλέον.

Τελικά, αφού έχετε τελειώσει το διαχωρισμό πλένετε το διαχωριστικό χωνί. Είναι ιδιαίτερα σημαντικό

οργανική φάση ή το ανάποδο, απο την αλλαγή των ιδιοτήτων ροής λόγω του ιξώδους.

**Το μίγμα είναι διαυγές αλλά η διεπιφάνεια δεν είναι ορατή** Αυτό μπορεί να συμβεί όταν τα δύο υγρά έχουν παρόμοιο δείκτη διάθλασης. Το κόλπο σε αυτή την περίπτωση είναι να ρίξετε ένα κόκκο ενεργού άνθρακα στο διαχωριστικό χωνί. Ο άνθρακας θα επιπλέει στην επιφάνεια του ελαφρύτερου υγρού, και έτσι η διεπιφάνεια διακρίνεται.

**Μόνο μια απλή φάση είναι ορατή** Αυτό συνήθως συμβαίνει όταν το αρχικό μίγμα της αντίδρασης, πριν απο την κατεργασία, περιέχει μεγάλες ποσότητες διαλυτών που αναμιγνύονται με το νερό, π. χ. αιθανόλη, ακετόνη, κτλ. Τέτοιοι διαλύτες αναμιγνύονται εξίσου καλά με το νερό και το διαλύτη εκχύλισης και αυτό έχει σαν συνέπεια τη δημιουργία μιας μόνο φάσης στο διαχωριστικό χωνί. Αν και αυτό μερικές φορές μπορεί να λυθεί με τη προσθήκη μεγαλύτερης ποσότητας νερού ή διαλύτη ή κορεσμένου διαλύματος χλωριούχου νατρίου (άλμη), η καλύτερη λύση είναι η πλήρης απομάκρυνση του διαλύτη που δημιουργεί το πρόβλημα πριν απο την υδατική κατεργασία.

**Δυσδιάλυτα υλικά είναι ορατά στη διεπιφάνεια** Αυτό είναι ένα πολύ κοινό πρόβλημα, και στις περισσότερες εκχυλίσεις κάποια ποσότητα αδιάλυτου υλικού μαζεύεται στη διεπιφάνεια των δύο φάσεων. Είναι συνήθως αδύνατο να διαχωρίσετε τις δύο φάσεις χωρίς να μην πάρετε κάποια ποσότητα αυτού του υλικού. Αλλά, δεν αποτελεί κάποιο σημαντικό πρόβλημα αφού, το επιθυμητό υγρό θα κατεργαστεί περαιτέρω, και έτσι το αδιάλυτο υλικό μπορεί να απομακρυνθεί με διήθηση αργότερα.

**Γαλακτώματα** Τα γαλακτώματα δημιουργούνται όταν μικρές σταγόνες του ενός διαλύματος αιωρούνται μέσα στο άλλο και το αιώρημα δεν μπορεί να διαχωριστεί με τη βαρύτητα. Όταν αυτό δημιουργείται μέσα σε ένα διαχωριστικό χωνί, μπορεί να δημιουργήσει μεγάλα προβλήματα. Μερικές φορές το γαλακτώμα καθαρίζει αν αφεθεί για μερικά λεπτά, και δύο φάσεις δημιουργούνται έπειτα. Δυστυχώς, τα περισσότερα γαλακτώματα διατηρούνται. Σε αυτή την περίπτωση, η πρόληψη είναι καλύτερη απο τη θεραπεία. Τα γαλακτώματα συνήθως δημιουργούνται σε εκχυλίσεις με βασικά διαλύματα του υδροξειδίου του νατρίου και ανθρακικού νατρίου. Ιχνη λιπαρών οξέων με μεγάλες ανθρακικές αλυσίδες μετατρέπονται στα άλατα τους με νάτριο, το δημιουργούμενο “σαπούνι” είναι ένα αποτελεσματικό μέσο γαλακτωματοποίησης. Η ισχυρότατη ανάδευση επίσης ευνοεί τη δημιουργία γαλακτωμάτων, έτσι σε εκχυλίσεις που περιλαμβάνουν βασικά συστατικά το διαχωριστικό χωνί πρέπει να στροβιλίζεται αντί να αναταράσσεται, αν και στη περίπτωση αυτή η αποκατάσταση της ισορροπίας μεταξύ των δύο υγρών γίνεται πολύ αργά. Επίσης, αν είναι δυνατό, η χρήση του όξινου ανθρακικού νατρίου μπορεί να προφυλάξει απο τη δημιουργία του γαλακτώματος. Η τάση δημιουργίας γαλακτωμάτων αυξάνει καθώς ηλεκτρολύτες απομακρύνονται απο το μίγμα, έτσι η προσθήκη χλωριούχου νατρίου στην υδατική φάση μπορεί να αποτρέψει τη δημιουργία γαλακτώματος. Η

προσθήκη του χλωριούχου νατρίου έχει σαν αποτέλεσμα τη μείωση της διαλυτότητας των οργανικών ενώσεων στο νερό, όπως επίσης και την αύξηση της πυκνότητας της υδατικής φάσης. Η τελευταία ιδιότητα μπορεί να είναι σημαντική αν η δημιουργία του γαλακτώματος οφείλεται στη παρόμοια πυκνότητα της υδατικής και της οργανικής φάσης. Σε αυτή τη βάση, μπορείτε να προσθέσετε πεντάνιο ώστε να μειώσετε την πυκνότητα της οργανικής φάσης ή διχλωρομεθάνιο ώστε να την αυξήσετε. Επίσης μερικοί διαλύτες έχουν τη τάση να δημιουργούν γαλακτώματα ευκολότερα από ότι άλλοι. Για παράδειγμα, το βενζόλιο δημιουργεί εύκολα γαλακτώματα, γενικά θα πρέπει να αποφεύγεται, αν και η τοξικότητα του αποτρέπει τη χρήση του. Οι χλωριωμένοι διαλύτες (χλωροφόρμιο και διχλωρομεθάνιο) έχουν επίσης τάση να δημιουργούν γαλακτώματα. Αν παρόλες τις προφυλάξεις δημιουργηθεί ένα γαλάκτωμα, τότε πρέπει να καταστραφεί πριν μια αποτελεσματική εκχύλιση λάβει χώρα. Ένας τρόπος δράσης περιγράφεται ως εξής:

- Αφήστε το διαχωριστικό χωνί να σταθεί και κάνετε περιοδικά ένα ευγενικό στροβιλισμό.
- Προσθέστε κάποια ποσότητα χλωριούχου νατρίου στο γαλάκτωμα.
- Προσθέστε μερικές σταγόνες αιθανόλης στο γαλάκτωμα.
- Διηθήστε όλο το μίγμα με διήθηση κενού; τα γαλακτώματα συνήθως σταθεροποιούνται από αιωρούμενα στερεά σωματίδια, και η διήθηση απομακρύνει τα στερεά. Το ίδιο αποτέλεσμα μπορεί να επιτευχθεί με μια φυγοκέντρηση.
- Μεταφέρετε το μίγμα σε μια κωνική φιάλη και αφήστε το να παραμείνει για μακρό χρονικό διάστημα.

Κάποιο από όλα αυτά θα δουλέψει, αλλά χρειάζεται υπομονή.

**Καθόλου προϊόν δεν απομονώθηκε μετά την εξάτμιση της οργανικής φάσης** Μετά το διαχωρισμό της οργανικής φάσης, συνήθως ξηραίνετε το διάλυμα και στη συνέχεια απομακρύνετε το διαλύτη στον περιστροφικό εξάτμιστή για να απομονώσετε το προϊόν σας. Μερικές φορές θα συνειδητοποιήσετε σε αυτό το στάδιο ότι έχετε πολύ λίγο ή καθόλου προϊόν. Δεν είναι καταστροφή, αρκεί να έχετε κρατήσει την υδατική φάση της αρχικής κατεργασίας. Αυτό σημαίνει ότι το προϊόν σας πιθανά είναι αρκετά πολικό ώστε να έχει κάποια διαλυτότητα στο νερό, και έτσι έχει εκχυλιστεί πολύ λίγο με τον οργανικό διαλύτη. Το πρώτο πράγμα που έχετε να κάνετε, είναι να επαναφέρετε την υδατική φάση στο διαχωριστικό χωνί και να εκχυλίσετε και πάλι με ένα πιο πολικό διαλύτη. Οι κοινοί διαλύτες εκχύλισης κατά σειρά αυξανόμενης πολικότητας είναι: υδρογονάνθρακες (πετρελαιοί αιθέρας, εξάνιο), τολουόλιο, διαιθυλαιθέρας, διχλωρομεθάνιο, οξικός αιθυλεστέρας. Περισσότερο πολικοί διαλύτες όπως είναι η ακετόνη ή η αιθανόλη αναμιγνύονται με το νερό, αλλά η 1-βουτανόλη αναμιγνύεται με το νερό σε μερικό βαθμό και μπορεί να χρησιμοποιηθεί ως πολύ πολικός διαλύτης εκχύλισης. Αλλά, παρασέρνει μαζί κάποια ποσότητα νερού, έχει μεγάλο σημείο ζέσης, άρα είναι σχετικά δύσκολο να απομακρυνθεί από το οργανικό προϊόν. Ένας απλός τρόπος για να μειώσετε τη διαλυτότητα



μιας οργανικής ένωσης στο νερό είναι να προσθέσετε χλωριούχο νάτριο στην υδατική φάση. Αυτή η τεχνική είναι γνωστή ως *εξαλάτωση*.

### 5.5 Εκχύλιση σε μικροκλίμακα.

Η χρήση του διαχωριστικού χωνιού για εκχύλιση μικροκλίμακας δεν είναι πρακτική. Αποτελεσματική εκχύλιση και διαχωρισμός φάσεων σε μικροκλίμακα μπορεί να επιτευχθεί με τη χρήση πιπέτας Pasteur και δοκιμαστικού σωλήνα ή κωνικού δοχείου αντιδραστηρίων. Το κωνικό δοχείο αντιδραστηρίων είναι ιδιαίτερα χρήσιμο γιατί επιτρέπει την εύκολη και αποτελεσματική απομάκρυνση της κάτω στοιβάδας (Εικόνα 5.6).

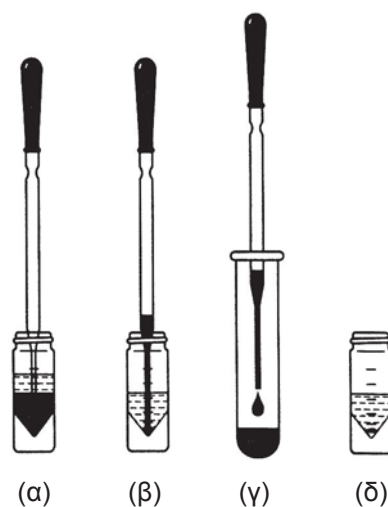
Ας υποθέσουμε ότι έχουμε πραγματοποιήσει μια αντίδραση σε ένα τέτοιο δοχείο με ένα διαλύτη με πυκνότητα μικρότερη του νερού. Ανοίγουμε το πώμα και προσθέτουμε την απαιτούμενη ποσότητα (συνήθως λιγότερη από 1 mL) του υδατικού διαλύματος εξουδετέρωσης ή πλυσίματος του μίγματος της αντίδρασης. Χρησιμοποιώντας την πιπέτα Pasteur αναμιγνύουμε τις φάσεις, με διαδοχικό γέμισμα και άδειασμα της πιπέτας με το περιεχόμενο του δοχείου (υδατικό και οργανικό). [Εναλλακτικά, μπορούμε να αναταράξουμε το κλειστό δοχείο, όταν όμως το βιδωτό δοχείο αντιδραστηρίων κλείνει αεροστεγώς]. Το μίγμα αφήνεται στη συνέχεια σε ηρεμία για να διαχωριστεί. Για την αποστράγγιση της κάτω στοιβάδας, θα πρέπει το άκρο της πιπέτας να τοποθετηθεί στον πάτο του δοχείου, και να γεμίσουμε αργά την πιπέτα, παρατηρώντας προσεκτικά τη θέση της διεπιφάνειας. Το υγρό πλύσης μπορεί να απορριφθεί και η διαδικασία να επαναληφθεί όσες φορές χρειάζεται.

Αν απαιτείται εκχύλιση μιας υδατικής φάσης, οι μεταφορές μπορούν να μειωθούν με τη χρήση ενός διαλύτη βαρύτερου του νερού, όπως είναι το διχλωρομεθάνιο. Οι οργανικές φάσεις μπορούν να συγκεντρωθούν σε ένα άλλο δοχείο για την πλύση.

Η απευθείας απομάκρυνση της άνω φάσης είναι πολύ πιο δύσκολη γιατί είναι δυνατόν γίνεται αποστράγγιση της κάτω φάσης. Τα ίδια αποτελέσματα μπορεί να ληφθούν με τη χρήση και ενός βιδωτού σωλήνα φυγοκέντρησης.

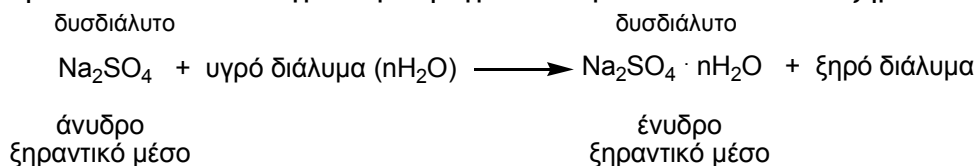
### 5.6 Ξήρανση

Μετά από την εκχύλιση μιας υδατικής φάσης με ένα οργανικό διαλύτη, ο διαλύτης θα είναι "υγρός" αφού θα έχει διαλύσει κάποια ποσότητα νερού ακόμη και δεν αναμιγνύεται καθόλου με το νερό. Η ποσότητα του νερού που διαλύεται διαφέρει από διαλύτη σε διαλύτη: ο διαιθυλαι-



**Εικόνα 5.6** Εκχύλιση μικροκλίμακας (α) και (β) η βαρύτερη φάση λαμβάνεται με πιπέτα Pasteur. (γ) η βαρύτερη φάση μεταφέρεται σε δοκιμαστικό σωλήνα. (δ) η ελαφρύτερη φάση παραμένει στο δοχείο.

θέρας αντιπροσωπεύει ένα διαλύτη στον οποίο μια σχετικά μεγάλη ποσότητα νερού διαλύεται (περίπου 1.5% κατά βάρος). Για να απομακρύνουμε το νερό από ένα υγρό αιθερικό διάλυμα που προέρχεται από μια εκχύλιση, ένα ξηραντικό μέσο πρέπει να χρησιμοποιηθεί. Ένα ξηραντικό μέσο είναι ένα δυσδιάλυτο, άνυδρο ανόργανο άλας που απορροφά νερό με ενυδάτωση όταν εκτίθεται σε υγρό αέρα ή υγρό διάλυμα. Το δυσδιάλυτο ξηραντικό μέσο



τοποθετείται απευθείας στο διάλυμα όπου απορροφά μόρια νερού και μετατρέπεται σε ένυδρο. Αν αρκετή ποσότητα ξηραντικού μέσου χρησιμοποιηθεί, τότε όλο το νερό μπορεί να απομακρυνθεί από ένα υγρό διάλυμα, μετατρέποντας το διάλυμα σε “ξηρό” ή ελεύθερο νερού. Τα παρακάτω άνυδρα άλατα συνήθως χρησιμοποιούνται: θειικό νάτριο, θειικό μαγνήσιο, χλωριούχο ασβέστιο, θειικό ασβέστιο (Drierite), και ανθρακικό κάλιο.

Αυτά τα ξηραντικά μέσα διαφέρουν στις ιδιότητες και τις εφαρμογές τους. Δύο κύριες ιδιότητες ορίζονται για ένα ξηραντικό μέσο: η χωρητικότητα και η ολοκλήρωση ενυδάτωσης. Η **χωρητικότητα** αναφέρεται στην ποσότητα νερού που απορροφάται ανά μονάδα βάρους (συνήθως ανά γραμμάριο). Η **ολοκλήρωση ενυδάτωσης** αναφέρεται στην ικανότητα ενός ξηραντικού μέσου να απορροφά όλο το νερό από ένα υγρό διάλυμα στην ισορροπία που αποκαθίσταται. Το θειικό νάτριο και μαγνήσιο απορροφούν μεγάλη ποσότητα νερού (χωρητικότητα); όμως το θειικό μαγνήσιο αφήνει τη μικρότερη ποσότητα νερού στο διάλυμα (ολοκλήρωση ενυδάτωσης). Μπορείτε να δείτε τη διαφορά ξηραίνοντας με μικρές ποσοτητες θειικού νατρίου, ενώ θα χρησιμοποιήσετε μια μεγάλη ποσότητα θειικού μαγνησίου. Το θειικό ασβέστιο ξηραίνει ένα διάλυμα ολοκληρωτικά, αλλά έχει μικρή χωρητικότητα (θα πρέπει να χρησιμοποιήσετε πολύ μεγαλύτερη ποσότητα από ότι θειικό μαγνήσιο, αλλά μια ξήρανση είναι αρκετή).

Πολλές ενώσεις του μαγνησίου είναι καλά ξηραντικά μέσα, αλλά το ιόν του μαγνησίου συμπεριφέρεται ως οξύ κατά Lewis, και έτσι μερικές φορές μπορεί να προκαλέσει μεταθέσεις σε ευαίσθητες ενώσεις, όπως π.χ. είναι τα εποξειδία. Το χλωριούχο ασβέστιο είναι ένα καλό ξηραντικό μέσο, αλλά δεν μπορεί να χρησιμοποιηθεί με πολλές ενώσεις που περιέχουν οξυγόνο και άζωτο γιατί δημιουργεί σύμπλοκα. Το χλωριούχο ασβέστιο απορροφά επίσης μεθανόλη και αιθανόλη μαζί με το νερό, άρα είναι χρήσιμο για την απομάκρυνση τέτοιων διαλυτών που βρίσκονται ως “ακαθαρσίες” σε ένα διάλυμα. Το ανθρακικό κάλιο είναι μια βάση και χρησιμοποιείται για την ξήρανση βασικών ενώσεων. Το υδροξείδιο του καλίου συχνά χρησιμοποιείται ως ξηραντικό μέσο των αρωματικών αμινών.

Το άνυδρο θειικό νάτριο είναι το πλέον ευρύτατα χρησιμοποιούμενο ξηραντικό μέσο. Το κοκκώδες προϊόν έχει το πλεονέκτημα της ευκολότερης απομάκρυνσης από το ξηρό διάλυμα.

Θα απομακρύνει το νερό απο τους περισσότερους κοινούς διαλύτες. Το θειικό νάτριο πρέπει να χρησιμοποιηθεί σε θερμοκρασία δωματίου για να είναι αποτελεσματικό, δεν μπορεί να χρησιμοποιηθεί με διαλύματα που βράζουν. Στον πίνακα 5.2 συγκρίνονται διάφορα κοινά μέσα ξήρανσης.

**Πίνακας 5.2** Κοινά ξηραντικά μέσα

Ξηραντικό μέσο	Οξύτητα	Ενυδρη μορφή	Χωρητικότητα	Ολοκλήρωση ενυδάτωσης	Ταχύτητα	Χρήση
Θειικό μαγνήσιο	ουδέτερο	$MgSO_4 \cdot 7H_2O$	υψηλή	μέτρια	ταχεία	γενική
Θειικό νάτριο	ουδέτερο	$NaSO_4 \cdot 7H_2O$ $NaSO_4 \cdot 10H_2O$	υψηλή	χαμηλή	μέτρια	γενική
Χλωριούχο ασβέστιο	ουδέτερο	$CaCl_2 \cdot 2H_2O$ $CaCl_2 \cdot 6H_2O$	χαμηλή	υψηλή	ταχεία	υδρογονάνθρακες αλογονίδια
Θειικό ασβέστιο	ουδέτερο	$CaSO_4 \cdot 0.5H_2O$ $CaSO_4 \cdot 2H_2O$	χαμηλή	υψηλή	ταχεία	γενική
Ανθρακικό κάλιο	βασικό	$Na_2CO_3 \cdot 1.5H_2O$ $Na_2CO_3 \cdot 2H_2O$	μέτρια	μέτρια	μέτρια	αμίνες, εστέρες, βάσεις, κετόνες
Υδροξειδίο του καλίου	βασικό	-	-	-	ταχεία	αμίνες
Μοριακά κόσκινα	ουδέτερο	-	υψηλή	υψηλή	-	γενική

Για να ξηράνουμε μια μεγάλη ποσότητα διαλύματος, θα πρέπει να προσθέσουμε αρκετή ποσότητα άνυδρου θειικού νατρίου ώστε να δημιουργηθεί μια στοιβάδα πάχους 1-3 mm στον πάτο της φιάλης. Η ξήρανση του διαλύματος διαρκεί τουλάχιστον 15 λεπτά με περιοδικό στροβιλισμό της φιάλης. Το μίγμα είναι ξηρό αν εμφανίζεται καθαρό και δείχνει τα κοινά σημάδια ενός ξηρού διαλύματος που περιγράφονται στον πίνακα 5.3.



**Εικόνα 5.7** Οργανική φάση με ξηραντικό μέσο

**Πίνακας 5.3** Κοινά σημάδια που δείχνουν ξηρό διάλυμα

1. Δεν υπάρχουν σταγόνες νερού είτε στις πλευρές της φιάλης είτε δεν αιωρούνται στο διάλυμα
2. Δεν υπάρχει διαχωρισμός φάσης ή "λάσπης".
3. Το διάλυμα είναι διαυγές. Η θολότητα δείχνει την ύπαρξη νερού.
4. Το ξηραντικό μέσο (ή ένα τμήμα αυτού) μετακινείται ελεύθερα στον πάτο της φιάλης όταν αναδεύεται και δεν σχηματίζει συμπαγή μάζα.

Αν το διάλυμα εμφανίζεται θολώδες μετά την κατεργασία με τη πρώτη ποσότητα του

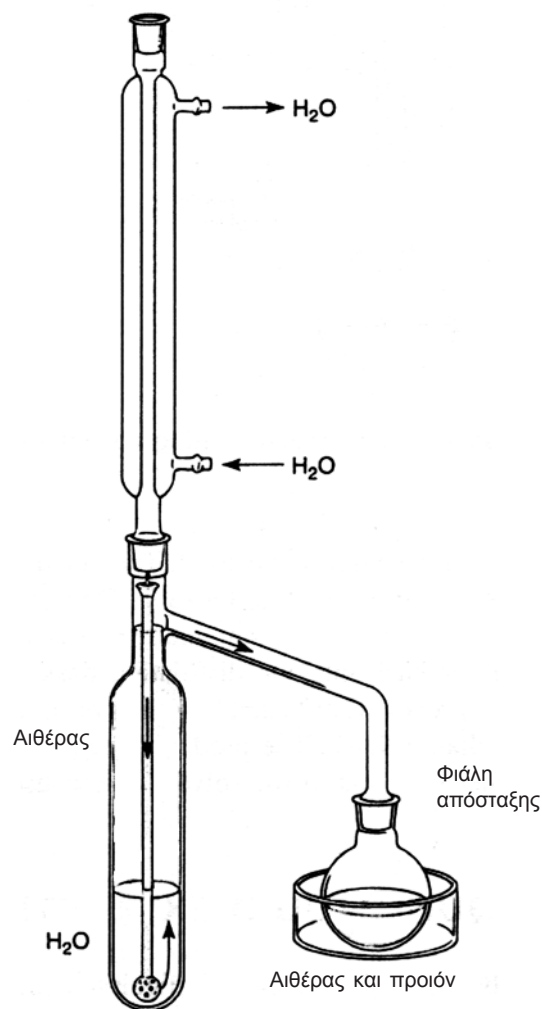
ξηραντικού μέσου, προστίθεται νέα ποσότητα ξηραντικού και επαναλαμβάνεται η διαδικασία ξήρανσης. Όταν το ξηραντικό μέσο σχηματίζει συμπαγή μάζα, και δεν μετακινείται ελεύθερα ενώ περιστρέφετε τη φιάλη, θα πρέπει να μεταφέρετε το διάλυμα σε μια νέα, καθαρή και ξηρή φιάλη ενώ θα προσθέσετε και νέα ποσότητα ξηραντικού. Αν παρατηρούνται σταγόνες νερού, θα πρέπει να μεταφέρετε το διάλυμα και πάλι σε ένα νέο δοχείο και να προσθέσετε νέα ποσότητα ξηραντικού. Δεν πρέπει να προσθέσετε και πάλι ξηραντικό αν μια στοιβάδα νερού έχει διαχωριστεί. Αντίθετα, πρέπει να διαχωρίσετε τις φάσεις, χρησιμοποιώντας ένα διαχωριστικό χωνί, και στη συνέχεια να προσθέσετε ξηραντικό στη οργανική φάση που έχει τοποθετηθεί σε μια νέα φιάλη. Αν η πρώτη ποσότητα του ξηραντικού δεν έχει ξηράνει πλήρως το διάλυμα, δεν είναι ασύνηθες να αποχύσετε το διάλυμα σε νέα φιάλη και να προσθέσετε νέα ποσότητα ξηραντικού.

Όταν το διάλυμα είναι ξηρό, το ξηραντικό μέσο θα απομακρυνθεί με διήθηση βαρύτητας. Ο διαλύτης του διηθήματος απομακρύνεται είτε με απόσταξη είτε με εξάτμιση σε περιστροφικό εξατμιστή.

## 5.7 Συνεχής εκχύλιση

**Υγρού-υγρού** Όταν ένα προϊόν είναι πολύ διαλυτό σε νερό, συχνά είναι πολύ δύσκολο να εκχυλιστεί χρησιμοποιώντας τη συμβατική τεχνική της εκχύλισης, λόγω του κακού συντελεστή κατανομής. Σε αυτή την περίπτωση, θα πρέπει να εκχυλίσετε το υδατικό διάλυμα αρκετές φορές με νέες ποσότητες ενός διαλύτη που δεν αναμιγνύεται με το νερό για να πάρετε όλο το επιθυμητό προϊόν. Μια λιγότερο κουραστική τεχνική περιλαμβάνει τη χρήση της συσκευής συνεχούς εκχύλισης υγρού υγρού. Ένα είδος εκχυλιστήρα, που χρησιμοποιείται με διαλύτες που έχουν μικρότερη πυκνότητα από το νερό απεικονίζεται στην Εικόνα 5.8. Ο διαιθυλαιθέρας είναι συνήθως ο διαλύτης που χρησιμοποιείται.

Η υδατική φάση τοποθετείται στον εκχυλιστήρα, ο οποίος στη συνέχεια -



**Εικόνα 5.8** Συσκευή συνεχούς εκχύλισης υγρού-υγρού για διαλύτη εκχύλισης ελαφρύτερου του νερού.

γεμίζεται με διαιθυλαιθέρα μέχρι τον πλευρικό σωλήνα. Η σφαιρική φιάλη απόσταξης γεμίζεται μερικά με αιθέρα. Ο αιθέρας της σφαιρικής φιάλης φέρνεται σε βρασμό και οι ατμοί υγροποιούνται στο ψυκτήρα. Ο αιθέρας πέφτει διαμέσου του κεντρικού σωλήνα, περνάει το πορώδες άκρο, και ρέει διαμέσου της υδατικής φάσης. Ο διαλύτης εκχυλίζει την επιθυμητή ένωση από την υδατική φάση, και ο αιθέρας επιστρέφει στην σφαιρική φιάλη απόσταξης. Το προϊόν συγκεντρώνεται στη φιάλη. Αυτή η διαδικασία κρατά συνήθως 24 ώρες για τη πλήρη απομάκρυνση της οργανικής ένωσης.

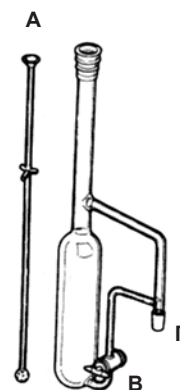
Η συσκευή που απεικονίζεται στην εικόνα 5.9, χρησιμεύει επίσης σε συνεχή εκχύλιση υγρού-υγρού. Όταν ο διαλύτης εκχύλισης είναι βαρύτερος του νερού, τότε η στρόφιγγα Β είναι ανοικτή, ενώ δεν χρησιμοποιείται ο σωλήνας Α. Αντίθετα, για ελαφρύτερο διαλύτη, η στρόφιγγα Β είναι κλειστή και χρησιμοποιείται ο σωλήνας Α.

Η εκχύλιση βασίζεται στις διαφορετικές διαλυτότητες της επιθυμητής ένωσης και των ακαθαρσιών, ενώ η απόσταξη βασίζεται στις διαφορές της πτητικότητας. Η χρωματογραφία απορρόφησης βασίζεται, διαχωρίζει, και καθαρίζει ενώσεις σύμφωνα με την απορρόφηση τους στο χρωματογραφικό υλικό, που είναι κατά προσέγγιση σχετική με την πολικότητα της ένωσης.

Ιστορικά, η εκχύλιση αποτελεί μια από τις παλαιότερες χημικές τεχνικές, μια τεχνική που χρησιμοποιείται σε καθημερινή βάση. Η απλή ετοιμασία του καφέ ή του τσαγιού περιλαμβάνει την εκχύλιση των διαφόρων συστατικών, στα οποία οφείλεται η γεύση, η οσμή και το χρώμα, από τα φύλλα του τσαγιού ή τους κόκκους του καφέ.

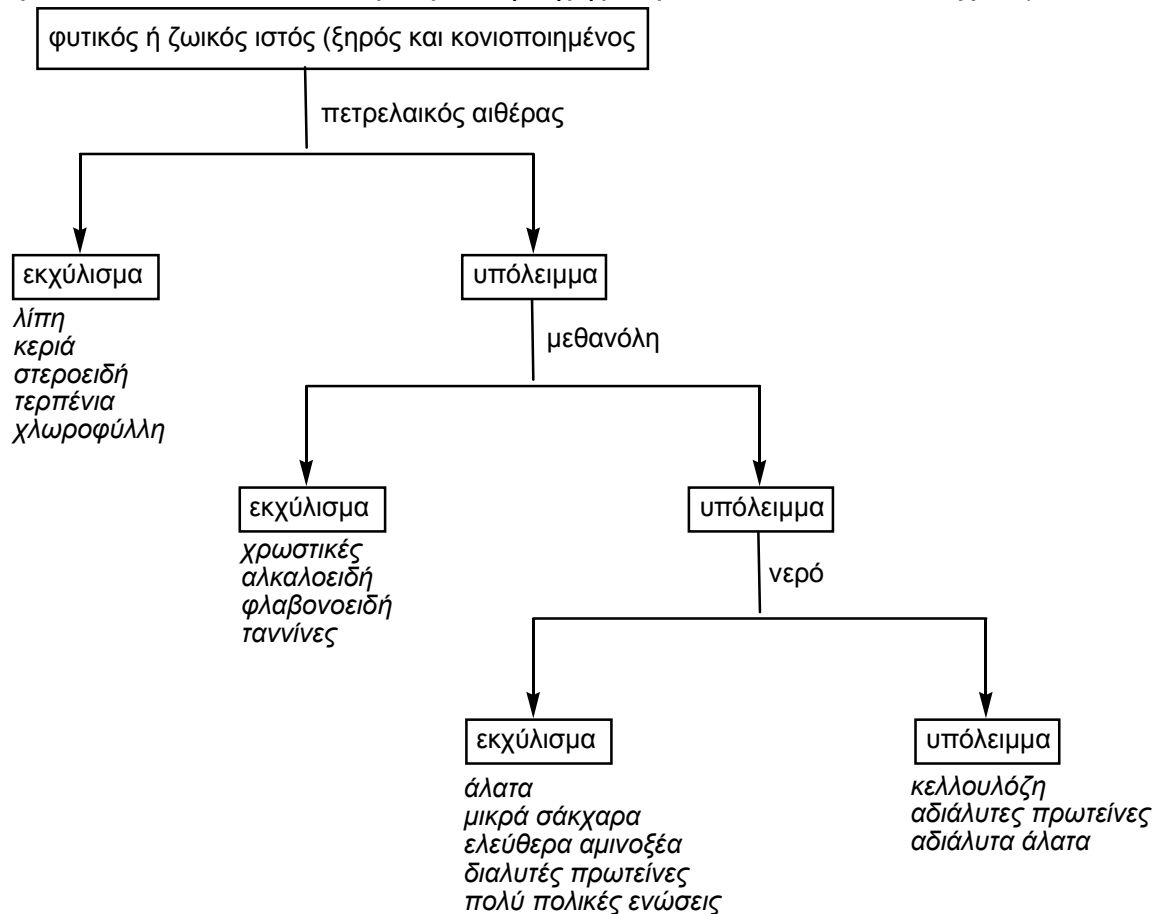
Χημικά, η εκχύλιση σημαίνει τη μετακίνηση μιας ένωσης από μια φάση σε μια άλλη, συνήθως από την υγρή ή στερεή φάση σε μια υγρή φάση. Στο οργανικό εργαστήριο, η πιο κοινή διαδικασία περιλαμβάνει την εκχύλιση μιας οργανικής από μια υγρή φάση σε μια άλλη υγρή φάση. Οι δύο υγρές φάσεις είναι συνήθως μια υδατική φάση και ένας οργανικός διαλύτης. **Στερεού-υγρού.** Η απομόνωση των φυσικών προϊόντων είναι μια αρχαία τέχνη; τα εκχυλίσματα φυτών έχουν χρησιμοποιηθεί για αιώνες για διαφορετικούς λόγους, από τις ιατρικές θεραπείες ως τα φίλτρα του έρωτα. Η χημεία των φυσικών προϊόντων είναι ένας καθορισμένος με σαφήνεια τομέας της οργανικής χημείας με εκτεταμένες εφαρμογές στη βιοχημεία, τη φαρμακολογία, και την ιατρική.

Τα συστατικά των φυσικών υλικών, όπως είναι οι φυτικοί και ζωικοί ιστοί, έχουν ένα ευρύ φάσμα πολικότητων και έτσι η εκλεκτική εκχύλιση τους μπορεί να πραγματοποιηθεί με την επιλογή των διαλυτών της σωστής πολικότητας. Οι μη πολικές ενώσεις όπως τα λίπη, τα κεριά, τα τερπένια, και μερικά στεροειδή μπορούν να εκχυλιστούν από τους μη πολικούς



Εικόνα 5.9 Συσκευή συνεχούς εκχύλισης υγρού-υγρού

διαλύτες, όπως ο πετρελαικός αιθέρας (ένα μίγμα χαμηλών μοριακών βαρών αλειφατικών υδρογονανθράκων). Η μεθανόλη, ένας διαλύτης της μεσαίας-υψηλής πολικότητας, χρησιμοποιείται για την εκχύλιση των χρωστικών ουσιών, των αλκαλοειδών, των τανινών, των φλαβονοειδών, και άλλων πολικών ενώσεων. Τέλος, το νερό εκχυλίζει τις πολύ πολικές ενώσεις όπως τα άλατα, τα μικρά σάκχαρα, και οι πρωτεΐνες. Η εκχύλιση των διαφορετικών οικογενειών των ενώσεων από μια φυσική πηγή μπορεί να εκτελεσθεί διαδοχικά (Εικόνα 5.10).



**Εικόνα 5.10** Εκχύλιση στερεού-υγρού φυσικών προϊόντων

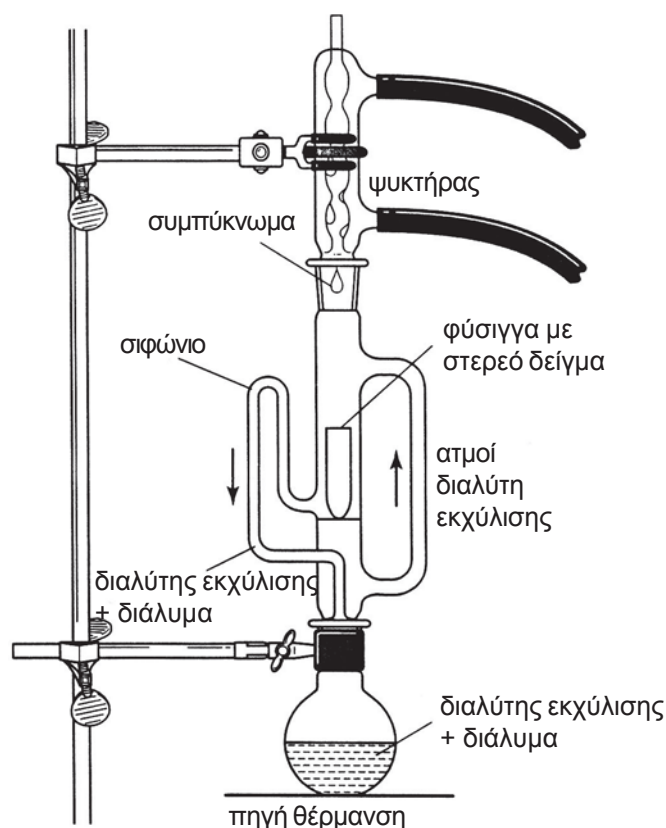
Το δείγμα που πρόκειται να αναλυθεί (ξηρό και καλά κονιοτοποιημένο) εκχυλίζεται αρχικά με τον πετρελαικό αιθέρα, το εκχύλισμα διαχωρίζεται από το υπόλειμμα, και το υπόλειμμα υποβάλλεται σε μια δεύτερη εκχύλιση με τη μεθανόλη. Το υπόλειμμα από τη δεύτερη εκχύλιση εκχυλίζεται τελικά με νερό. Κάθε εκχύλισμα περιέχει διάφορες οικογένειες των ενώσεων που μπορούν να χωριστούν περαιτέρω και να αναλυθούν με την εκλεκτική εκχύλιση με άλλους διαλύτες, όξινη-βασική εκχύλιση, χρωματογραφία, και απόσταξη. Ολόκληρη η διαδικασία αυτή καλείται **διαλογή**.

Υπάρχουν δύο σημαντικές τεχνικές για να εκτελεστούν οι εκχυλίσεις στερεού-υγρού: η **ποσοτική** και η **συνεχής** εκχύλιση. *solid-liquid* οι εξαγωγές: Στη ποσοτική εκχύλιση στερεού-υγρού, το στερεό δείγμα αναμιγνύεται με τον επιθυμητό διαλύτη και θερμαίνεται. Οι υψηλές θερμοκρασίες και οι μακροχρόνιοι χρόνοι εκχύλισης αυξάνουν την παραγωγικότητα της διαδικασίας. Εντούτοις, η θέρμανση πρέπει να χρησιμοποιηθεί μόνο όταν οι ενώσεις που θα

εκχυλιστούν είναι σταθερές σε υψηλές θερμοκρασίες. Οι συνιστώμενοι χρόνοι εκχύλισης ποικίλλουν από λεπτά σε αρκετές ώρες ανάλογα με τη φύση της διαλυτής ουσίας και την επιθυμητή απόδοση της διαδικασίας.

Η ποσοτική εκχύλιση είναι ιδιαίτερα χρήσιμη όταν το δείγμα είναι πολύ πλούσιο στο συστατικό που εκχυλίζεται ή όταν η απόδοση της διαδικασίας είναι άνευ σημασίας. Όταν όμως το επιθυμητό συστατικό είναι μόνο ελαφρά διαλυτό στο διαλύτη εκχύλισης, ή αν υπάρχει σε πολύ μικρά ποσοστά, ή αν η απόδοση της εκχύλισης είναι πολύ σημαντική, η ποσοτική εκχύλιση στερεού-υγρού είναι ανεπαρκής και πρέπει να αντικατασταθεί από τη συνεχή εκχύλιση.

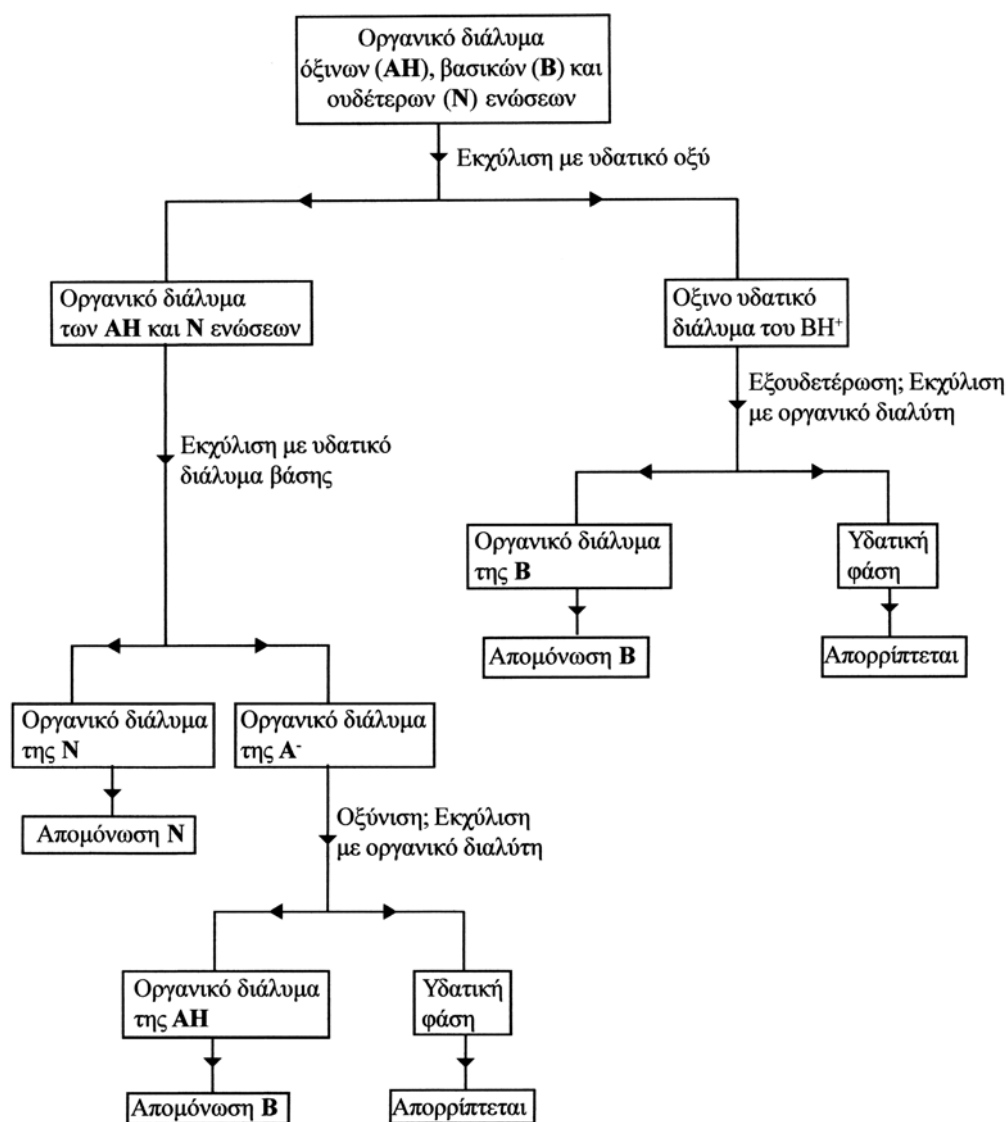
Μια συσκευή Soxhlet συσκευή εξαγωγής χρησιμοποιείται στη συνεχή εκχύλιση (Εικόνα 5.11). Ο διαλύτης εκχύλισης τοποθετείται σε μια σφαιρική φιάλη που περιβάλλεται από έναν μανδύα θέρμανσης ή άλλη συσκευή θέρμανσης. Θέρμανση παρέχεται για να ατμοποιήσει το διαλύτη οι ατμοί ανέρχονται μέσω του πλευρικού σωλήνα, συμπυκνώνονται στον ψυκτήρα και πέφτουν στο θάλαμο εκχύλισης. Ο θάλαμος εκχύλισης περιέχει το δείγμα που τοποθετείται σε μια πορώδη φύσιγγα (συνήθως φτιαγμένη από χαρτί φίλτρων διήθησης). Η εκχύλιση πραγματοποιείται καθώς ο διαλύτης έρχεται σε επαφή με το δείγμα. Το διάλυμα συσσωρεύεται στο θάλαμο έως ότου φθάνει στην κορυφή του σιφωνίου, έπειτα αναροφάται στη φιάλη απόσταξης. Ως αποτέλεσμα αυτής της συνεχούς διαδικασίας, το διάλυμα στη φιάλη απόσταξης εμπλουτίζεται με τις επιθυμητές ενώσεις. Αυτή η διαδικασία εξάτμισης-υγροποίησης-εκχύλισης-σιφωνισμός επιτελείται εκατοντάδες φορές, διενεργείται συνήθως για αρκετές ώρες ώστε να εξασφαλίσει ότι η επιθυμητή ένωση έχει συγκεντρωθεί στη φιάλη απόσταξης. Όταν οι ενώσεις που πρόκειται να απομονωθούν είναι ευαίσθητες σε θέρμανση, η εκχύλιση Soxhlet μπορεί να οδηγήσει σε αποσύνθεση επειδή το διάλυμα βράζει συνεχώς. Σε τέτοιες περιπτώσεις, συνιστάται η χρήση διαλυτών χαμηλού σημείου ζέσης.



**Εικόνα 5.11** Διάταξη Soxhlet για συνεχή εκχύλιση στερεού-υγρού

## 5.8 Διαχωρισμός οξέος-βάσης-ουδέτερης ένωσης.

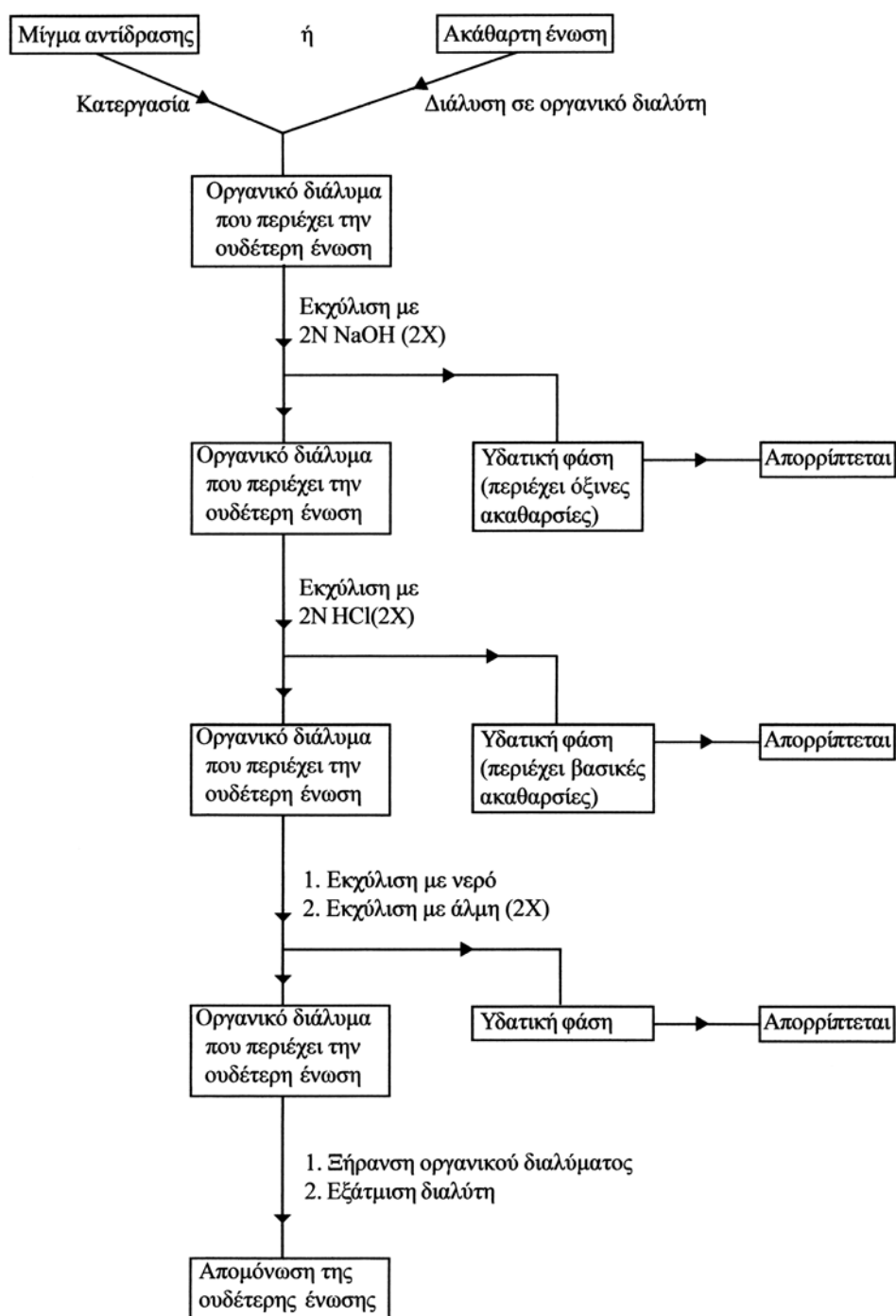
Ενας απλός τρόπος καθαρισμού οργανικών ενώσεων ή μιγμάτων αντίδρασης βασίζεται στο διαχωρισμό βάσει της οξύτητας τους. Τα οργανικά οξέα όπως είναι τα σουλφονικά και καρβοξυλικά οξέα μετατρέπονται στα αντίστοιχα άλατα νατρίου, τα οποία είναι υδατοδιαλυτά, από την αντίδραση τους με όξινο ανθρακικό νάτριο. Ασθενή οργανικά οξέα, όπως είναι οι φαινόλες χρειάζονται ισχυρότερη βάση, π.χ. υδροξείδιο του νατρίου. Αντίθετα, οι οργανικές βάσεις όπως είναι οι αμίνες μετατρέπονται στα υδατοδιαλυτά υδροχλωρικά άλατα με αντίδραση με υδροχλωρικό οξύ. Το γενικό πλάνο διαχωρισμού ενός οργανικού μίγματος σε όξινα, βασικά και ουδέτερα συστατικά απεικονίζεται στην Εικόνα 5.12. Για την πραγματοποίηση αυτής της διαδικασίας διαχωρισμού, απαιτείται η χρήση υδατικών διαλυμάτων βάσεων και οξέων. Οι εκχυλίσεις πραγματοποιούνται σε διαχωριστικό χωνί. Θα πρέπει να θυμάστε ότι **δεν πρέπει να απορριφθεί καμιά υδατική ή οργανική φάση πριν βεβαιωθείτε ότι δεν περιέχει το επιθυμητό σας προϊόν.**



Εικόνα 5.12 Γενικό σχήμα διαχωρισμού όξινων (AH), βασικών (B) και ουδέτερων (N) ενώσεων ενός μίγματος



**5.8.1 Απομόνωση και καθαρισμός μιας ουδέτερης οργανικής ένωσης.** Το γενικό σχήμα της απομόνωσης και του καθαρισμού μιας ουδέτερης οργανικής ένωσης απεικονίζεται στην εικόνα 5.13. Το σχήμα αυτό ξεκινά με ένα οργανικό διάλυμα που περιέχει την επιθυμητή ουδέτερη ένωση μαζί με κάποιες ακαθαρσίες. Αυτό το διάλυμα μπορεί να έχει ληφθεί με τη διάλυση του ακαθάρτου προϊόντος ή μπορεί να προέρχεται από την κατεργασία του μίγματος της αντίδρασης. Όπως θα δειχθεί είναι προτιμότερη η χρήση ενός διαλύτη ελαφρύτερου του νερού όπως είναι ο διαιθυλαιθέρας. Το σχήμα περιλαμβάνει διαδοχικές εκχυλίσεις (πλυσίματα) για την απομάκρυνση των όξινων και βασικών ακαθαρσιών. Μετά από κάθε πλύσιμο, η ουδέτερη οργανική ένωση παραμένει στην οργανική φάση, και έτσι είναι πολύ πιο εύκολο αν η υδατική

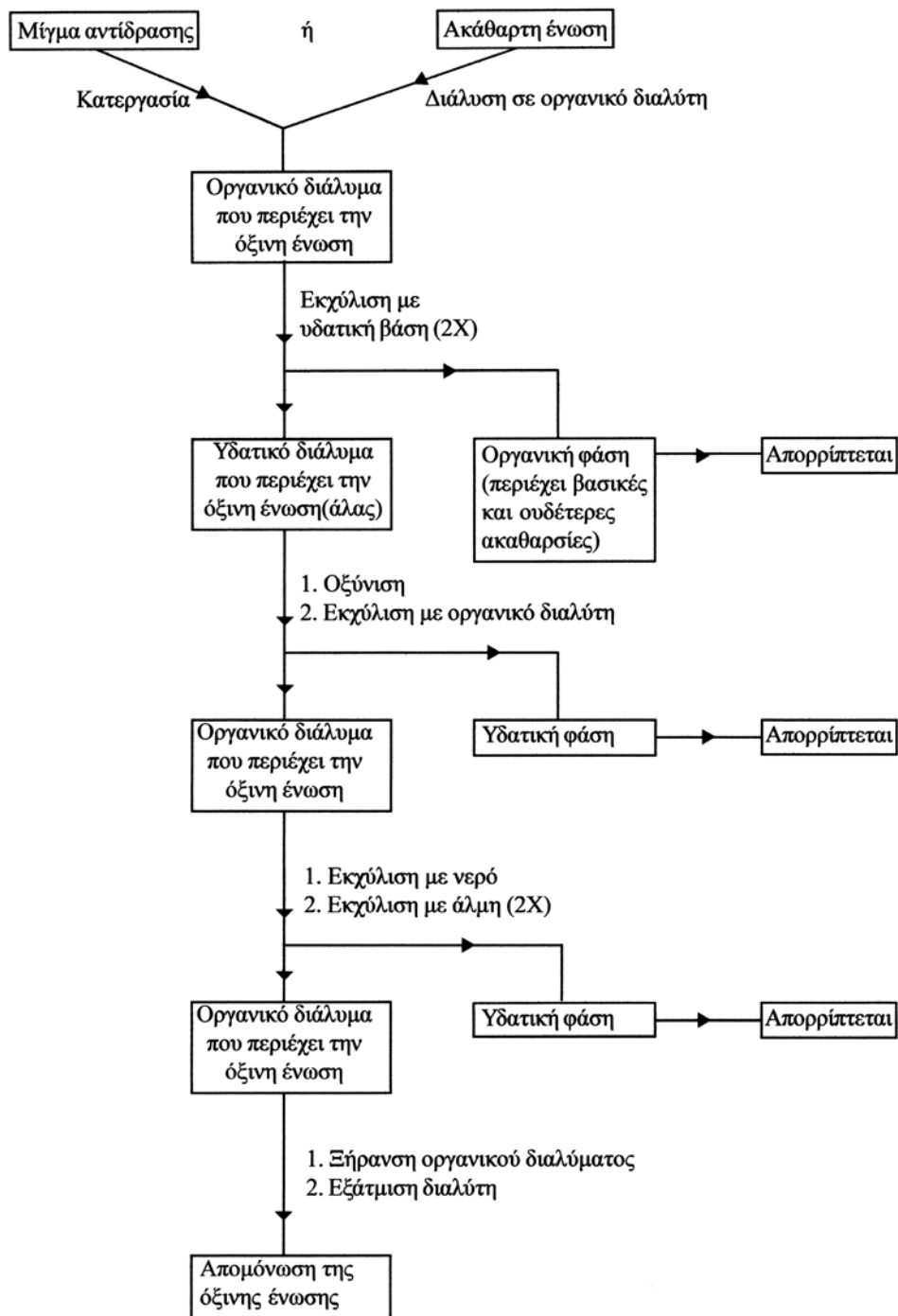


Εικόνα 5.13 Απομόνωση ουδέτερης οργανικής ένωσης

φάση που θα διαχωριστεί και απορριφθεί είναι η κάτω φάση στο διαχωριστικό χωνί. Γιαυτό και προτιμάται η χρήση ελαφρύτερου διαλύτη απο το νερό. Μετά την αποστράγγιση της πρώτης υδατικής φάσης, η επόμενη υδατική φάση μπορεί να προστεθεί απευθείας στο διαχωριστικό χωνί που περιέχει ήδη την οργανική φάση. Στο τέλος των εκχυλίσεων θα έχετε ένα οργανικό διάλυμα που περιέχει την ουδέτερη οργανική ένωση. Το πλύσιμο με νερό έχει σκοπό την απομάκρυνση των ιχνών οξέος απο την προηγούμενη πλύση. Το πλύσιμο γίνεται με κορεσμένο διάλυμα χλωριούχου νατρίου, ιδιαίτερα αν διαιθυλαιθέρας έχει χρησιμοποιηθεί, γιατί αυτή η πλύση, ανεξάρτητα αν το πιστεύετε ή όχι, ξηραίνει το διάλυμα. Ο διαιθυλαιθέρας, αν και δεν αναμιγνύεται με το νερό, διαλύει περίπου 1.5% κατά βάρος νερό σε θερμοκρασία δωματίου. Αλλά, ο διαιθυλαιθέρας δεν διαλύει ποσότητα άλμης και αν ο διαιθυλαιθέρας περιέχει ποσότητα νερού, τότε κατά την πλύση με άλμη αυτή η ποσότητα μεταφέρεται στην υδατική φάση. Τα τελευταία ίχνη νερού απομακρύνονται με ξήρανση με το κατάλληλο ξηραντικό μέσο. Μετά τη διήθηση του ξηραντικού μέσου, η επιθυμητή ουδέτερη οργανική ένωση απομονώνεται με την εξάτμιση του διαλύτη στο περιστροφικό εξατμιστή.

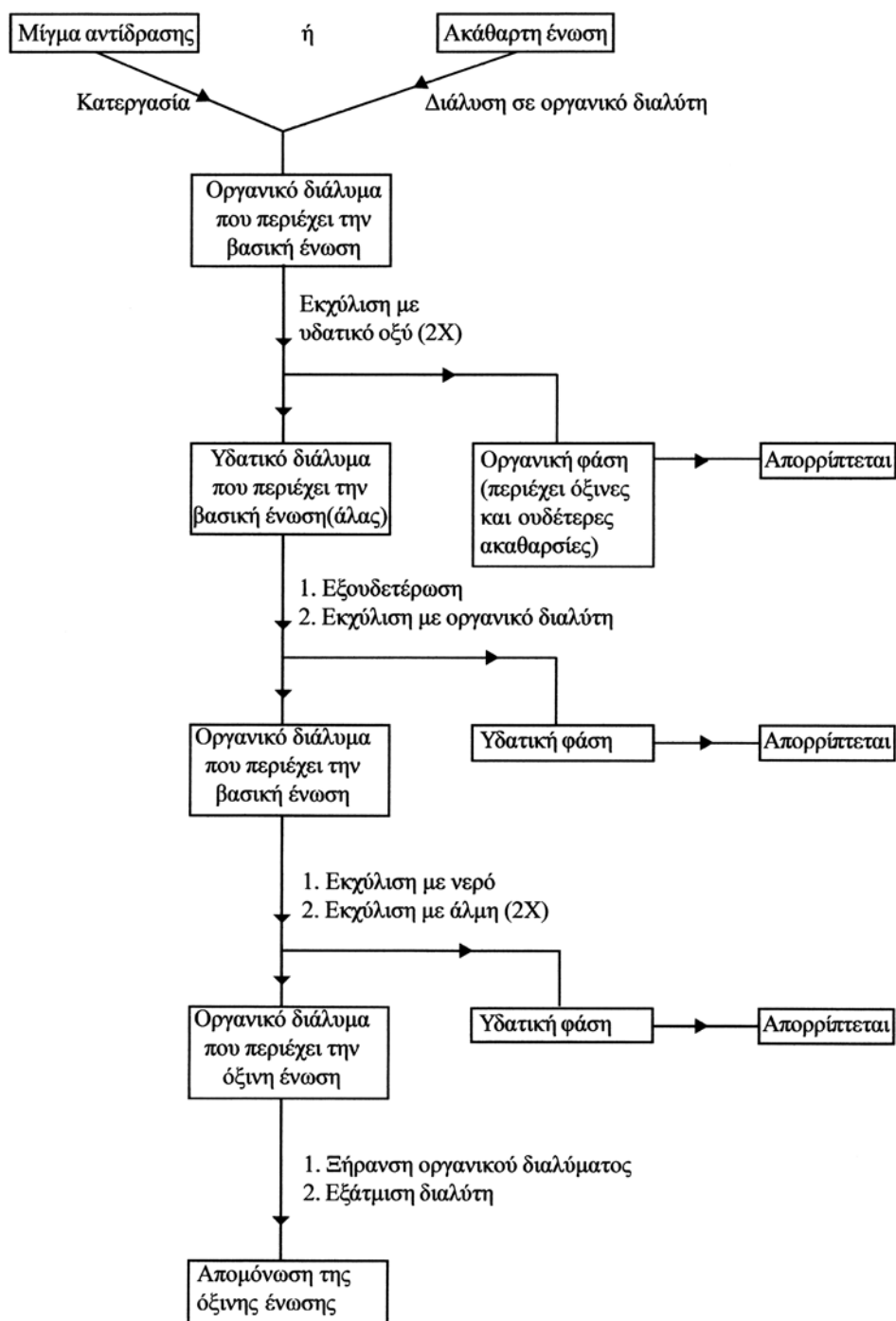
**5.8.2. Απομόνωση και καθαρισμός μιας όξινης οργανικής ένωσης.** Το γενικό σχήμα της απομόνωσης και του καθαρισμού μιας όξινης οργανικής ένωσης απεικονίζεται στην εικόνα 5.14. Αυτό που συνήθως αλλάζει είναι η πρώτη υδατική βάση που θα χρησιμοποιηθεί. Η επιλογή αυτή εξαρτάται απο τις ιδιότητες της όξινης οργανικής ένωσης που θέλετε να απομονώσετε. Τα ισχυρά οργανικά οξέα όπως είναι τα καρβοξυλικά και σουλφονικά οξέα μπορούν να εκχυλιστούν με όξινο ανθρακικό νάτριο, αλλά ασθενή οξέα όπως είναι οι φαινόλες μπορούν να εκχυλιστούν μόνο με ισχυρές βάσεις όπως είναι το ανθρακικό νάτριο ή το υδροξείδιο του νατρίου. Αν δεν γνωρίζετε τις ακριβείς ιδιότητες της ένωσης σας θα πρέπει να εκχυλίσετε με διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου. Η όξινη ένωση παραλαμβάνεται απο τη υδατική βασική φάση με ισχυρή οξύνιση και εκχύλιση με ένα οργανικό διαλύτη. Η οξύνιση πραγματοποιείται με την προσθήκη 2N υδροχλωρικού οξέος μέχρι το pH να πλησιάσει 1-2, αλλά αν αυτό οδηγήσει σε μεγάλη αύξηση του όγκου είναι καλύτερο να προσθέσετε *στάγδην* πυκνό οξύ. Να θυμάστε ότι η θερμότητα της αντίδρασης οξέος βάσης θα θερμάνει το υδατικό διάλυμα. Γιαυτό το υδατικό διάλυμα πρέπει να ψυχθεί με παγόλουτρο πριν εκχυλιστεί με τον οργανικό διαλύτη. Ποτέ μην προσπαθείτε να εκχυλίσετε θερμά διαλύματα. Στο τέλος της διαδικασίας θα πρέπει να ξηράνετε το διάλυμα σας με το κατάλληλο ξηραντικό μέσο; όλα τα ξηραντικά υλικά δεν είναι κατάλληλα για όξινες οργανικές ενώσεις.

**5.8.3 Απομόνωση και καθαρισμός μιας βασικής οργανικής ένωσης.** Το γενικό σχήμα της απομόνωσης και του καθαρισμού μιας βασικής οργανικής ένωσης απεικονίζεται στην εικόνα 5.15. Η διαδικασία είναι σχετικά παρόμοια με αυτές που ήδη έχουν αναφερθεί. Η βασική



**Εικόνα 5.14** Απομόνωση όξινης οργανικής ένωσης

ένωση παραλαμβάνεται από την όξινη υδατική φάση με εξουδετέρωση και εκχύλιση. Και πάλι στο τέλος της διαδικασίας, η επιλογή του ξηραντικού μέσου είναι σημαντική. Οι βασικές ενώσεις, αμίνες, δεν μπορούν να ξηρανθούν με όλα τα ξηραντικά μέσα.



Εικόνα 5.15 Απομόνωση βασικής οργανικής ένωσης

---

## ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

1. *Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry* Vogel, A. I.; Furniss, B. S.; Hannaford, A. J.; Smith, P.W.G.; Tatchell, A. R. 5th ed. Longman, Harlow, UK. 1989.
2. *Experimental Organic Chemistry*, Palleros, D. R. John Wiley & Sons, New York, 2000.
3. *Experimental Organic Chemistry Standard and Microscale*, Harwood, L. M.; Moody, C.J.; Percy, J.M. 2nd ed. Blackwell Science, Oxford, UK, 1999.
4. Partition Coefficients and Their Uses. A. Leo, C. Hansch, and D. Elkins, *Chem. Rev.*, **1971**, *71*, 525.
5. *Organic Laboratory Techniques*, Pavia, D.L.; Lampman, G.M.; Kriz, G.S.; Engel, R.G. Saunders Orlando, 1998.

---

## ΑΣΚΗΣΕΙΣ

### Πρόβλημα 1

Υποθέστε ότι η διαλυτή ουσία Α έχει ένα συντελεστή διανομής 1,0 μεταξύ του νερού και του διαιθυλαιθέρα. Να δείξετε ότι αν 50 mL διαλύματος 5,0 g του Α στο νερό ελήφθησαν με δύο εκχυλίσεις των 25-mL διαιθυλαιθέρα, ένα μικρότερο ποσό του Α θα παρέμενε στο ύδωρ από ότι αν το διάλυμα ελήφθη με μια 50- mL εκχύλιση με διαιθυλαιθέρα.

### Πρόβλημα 2

Μόλις πριν ξηράνεται μια οργανική φάση με ένα ξηραντικό μέσο, αντιλαμβάνεσαι ότι υπάρχουν σταγόνες νερού μέσα στην οργανική φάση. Τι θα πρέπει να κάνετε στη συνέχεια?

### Πρόβλημα 3

Τι θα πρέπει να κάνεις αν έχεις αμφιβολία για το ποιά είναι η οργανική φάση σε κάποια εκχύλιση?

### Πρόβλημα 4

Ενας φοιτητής παρασκευάζει βενζοϊκό αιθυλεστέρα από την αντίδραση του βενζοϊκού οξέος και αιθανόλης παρουσία καταλυτικής ποσότητας θειικού οξέος. Τα ακόλουθα προϊόντα βρίσκονται στο ακάθαρτο μίγμα της αντίδρασης: βενζοϊκός αιθυλεστέρας (κύριο προϊόν), βενζοϊκό οξύ, αιθανόλη και θειικό οξύ. Να δείξετε πως μπορείτε να απομακρύνετε το βενζοϊκό οξύ, την αιθανόλη, και το θειικό οξύ από το μίγμα της αντίδρασης.

### Πρόβλημα 5

Η διαλυτότητα του λοραζεπαμίου (μια προσθετική ουσία πολλών φαρμάκων) είναι 0.8 mg/mL στο νερό και 3 mg/mL στο χλωροφόρμιο. Να υπολογίσετε το συντελεστή κατανομής μεταξύ χλωροφορμίου και νερού.

### Πρόβλημα 6

Ενα γραμμάριο ασπιρίνης διαλύεται σε 300 mL νερού και 17 mL χλωροφορμίου στους 25 °C.

α) Να υπολογίσετε τη διαλυτότητα της ασπιρίνης (g / mL) και στους δύο διαλύτες στους 25 °C.

(β) Να υπολογίσετε το συντελεστή κατανομής μεταξύ χλωροφορμίου και νερού,  $K_{C/W}$ .

γ) Ενα υδατικό διάλυμα ασπιρίνης (100 mL) εκχυλίζεται με 100 mL χλωροφορμίου. Η οργανική φάση διαχωρίζεται και ξηραίνεται με θειικό μαγνήσιο. Μετά τη διήθηση του ξηραντικού μέσου και την απομάκρυνση του διαλύτη απομονώθηκαν 180 mg ασπιρίνης. Να υπολογίσετε πόση ασπιρίνη υπήρχε στην αρχική υδατική φάση.

### Πρόβλημα 7

Η διαλυτότητα του βενζοϊκού οξέος στους 25 °C σε νερό και διαιθυλαιθέρα είναι 3.4 mg/mL και 0.333 g/mL αντίστοιχα. Να υπολογίσετε την ποσότητα (%) του βενζοϊκού οξέος στην οργανική φάση, αν διάλυμα βενζοϊκού οξέος σε νερό εκχυλιστεί με την ίδια ποσότητα αιθέρα.

### Πρόβλημα 8

Οι συντελεστές κατανομής μεταξύ της 1-οκτανόλης και νερού σε θερμοκρασία δωματίου για διάφορες φθορο αλκοόλες είναι οι παρακάτω:

$$\text{CF}_3\text{CH}_2\text{OH} \quad 2.57$$

$$\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CH}_2\text{OH} \quad 17.0$$

$$\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CH}_2\text{OH} \quad 64.6$$

Να εξηγήσετε γιατί οι τιμές αυξάνουν από την τριφθοροαιθανόλη προς επταφθοροβουτανόλη?

### Πρόβλημα 9

Οι συντελεστές κατανομής του ακετανιλιδίου μεταξύ χλωροφορμίου (C), διαιθυλαιθέρα (E), βενζολίου (B) και νερού (W) είναι :  $K_{C/W} = 50$  ;  $K_{W/E} = 0.1$ ;  $K_{B/W} = 4$ . Ποιό διαλύτη θα χρησιμοποιούσατε για να εκχυλίσετε το ακετανιλίδιο από ένα υδατικό διάλυμα? Να δικαιολογήσετε την απάντησή σας.

### Πρόβλημα 10

Δύο ενώσεις A και B διαλύονται σε ένα μίγμα που αποτελείται από ίσες ποσότητες τολουολίου (T) και νερού (W). Αν  $K_{T/W}^A = 50$ ;  $K_{T/W}^B = 0.5$  να υπολογίσετε τις σχετικές ποσότητες των A και B σε κάθε φάση. Είναι η μέθοδος αυτή κατάλληλη για το διαχωρισμό του A από το B? Γιατί?

### Πρόβλημα 11

Δύο ενώσεις A και B διαλύονται σε ένα μίγμα που αποτελείται από ίσες ποσότητες τολουολίου (T) και νερού (W). Αν  $K_{T/W}^A = 0.001$ ;  $K_{T/W}^B = 500$  να υπολογίσετε τις σχετικές ποσότητες των A και B σε κάθε φάση. Είναι η μέθοδος αυτή κατάλληλη για το διαχωρισμό του A από το B? Γιατί?

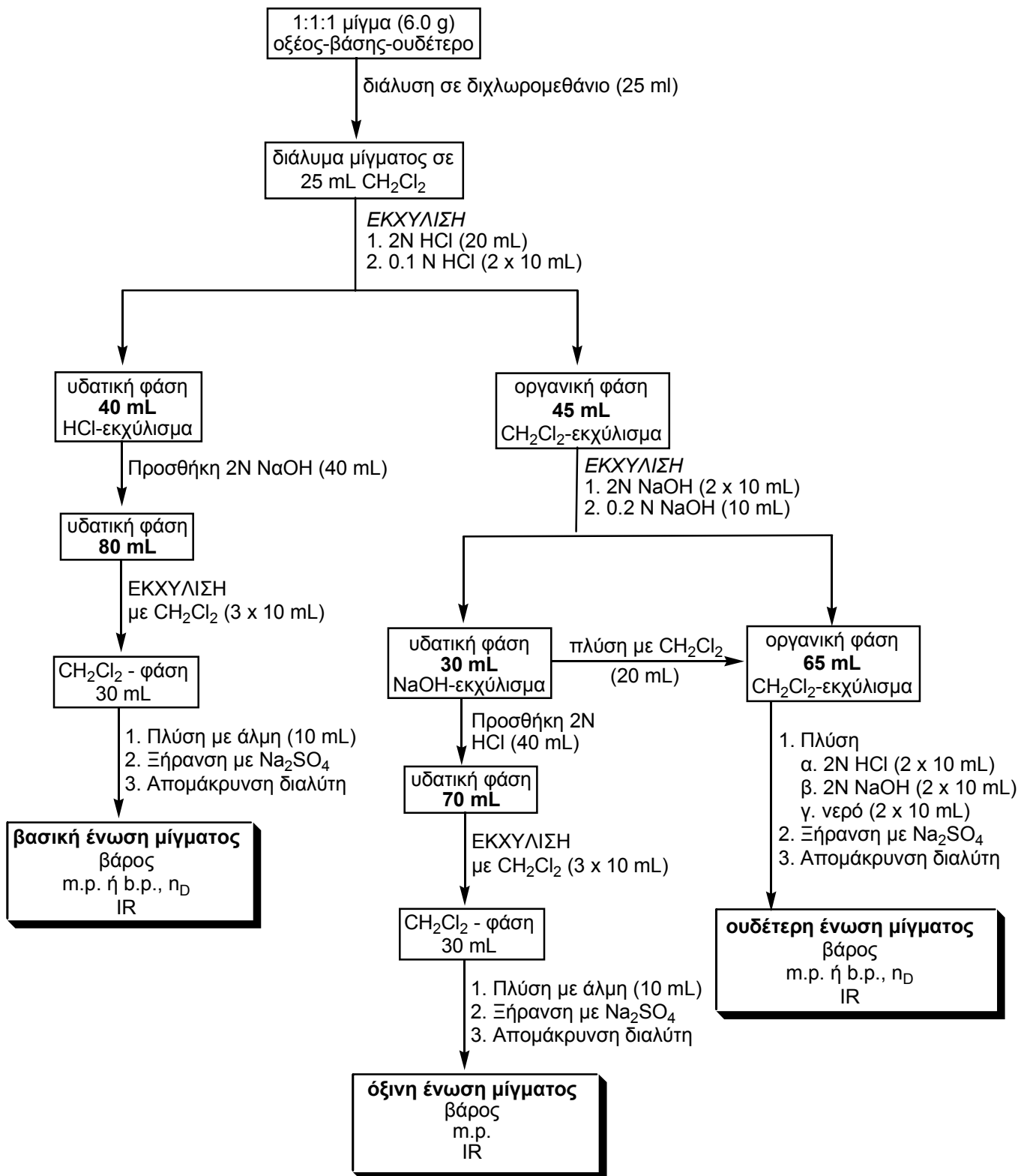
# ΠΕΙΡΑΜΑ 4

## Διαχωρισμός Μίγματος Ενώσεων

Σας δίνεται ένα μίγμα τριών οργανικών ενώσεων (οξύ, βάση, ουδέτερη ένωση) [Πίνακας 5.4], το οποίο θα διαχωρίσετε με εκχύλιση. Οι διαχωρισθείσες ενώσεις πρέπει να ταυτοποιηθούν με σημείο τήξης, ή σημείο ζέσης, δείκτη διάθλασης, και φάσμα υπεράυθρου.

**Πίνακας 5.4.** Πιθανές ενώσεις από τις οποίες μπορεί να αποτελείται το μίγμα.

Ενωση	Σημείο ζέσης (°C)	Δείκτης διάθλασης	Σημείο τήξης(°C)
Κυκλοεξαμίνη	134-135	1,4372	
Βενζυλαμίνη	184-185	1,5430	
Ανιλίνη	184-185	1,5860	
Μαλονικός διαιθυλεστέρας	198-200	1,4139	
Βενζοφαινόνη			48-49
4-Νιτροτολουόλιο			51-52
1,4-Διχλωροβενζόλιο			52-53
4-Βρωμοανιλίνη			62-64
4-Χλωροανιλίνη			65-69
Βενζοϊκός φαινυλεστέρας			68-70
Ακετανιλίδιο			112-114
Βενζοϊκό οξύ			120-122
3-Νιτροβενζοϊκό οξύ			138-141
3-Χλωροβενζοϊκό οξύ			139-141
2-Νιτροβενζοϊκό οξύ			145-147
4-Νιτροανιλίνη			147-149
4-Μεθοξυβενζοϊκό οξύ			182-185
4-Χλωροβενζοϊκό οξύ			239-241



Εικόνα 5.16 Σχηματική παράσταση διαχωρισμού μίγματος οξέος-βάσης-ουδέτερου



**Διαδικασία** Σας δίνεται ένα (1: 1: 1) μίγμα τριών ενώσεων (6 g), το οποίο το διαλύετε σε διχλωρομεθάνιο (25 mL). Το διάλυμα εκχυλίζετε αρχικά με 2N HCl (20 mL) και έπειτα με 0.1 N HCl (2X 10 mL). Τα εκχυλίσματα του οξέος συλλέγονται όλα μαζί (40 mL), και εκχυλίζονται με διχλωρομεθάνιο (2X10 mL). Τα εκχυλίσματα του διχλωρομεθανίου συλλέγονται όλα μαζί (45 mL). Αυτή τη στιγμή έχετε δύο διαλύματα: την **υδατική** φάση (40 mL, HCl-εκχύλισμα) που περιέχει τη βασική ένωση και την **οργανική** φάση (45 mL, διχλωρομεθάνιο) που περιέχει την όξινη και την ουδέτερη ένωση του μίγματος.

**Υδατική** φάση (40 mL, HCl-εκχύλισμα):

Προσθέτουμε 2N NaOH (40 mL), ψύχουμε το προκύπτον διάλυμα, και εκχυλίζουμε με διχλωρομεθάνιο (3X10 mL). Ενώνουμε τα εκχυλίσματα του διχλωρομεθανίου (30 mL), τα πλένουμε με κορεσμένο διάλυμα χλωριούχου νατρίου (10 mL), και αποχύνουμε την υδατική φάση. Οι ενωμένες στοιβάδες του διχλωρομεθανίου (30 mL) ξηραίνονται με Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> για 15 λεπτά. Το ξηραντικό μέσο διηθείται και η οργανική φάση μεταφέρεται σε *προζυγισμένη φιάλη*. Ο διαλύτης απομακρύνεται στον περιστροφικό εξατμιστή και προσδιορίζουμε το βάρος της **βασικής** οργανικής ένωσης του μίγματος. Ταυτοποιούμε τη βασική ένωση με σημείο τήξης ή σημείο ζέσης, δείκτη διάθλασης και φάσμα υπερύθρου.

**Οργανική** φάση (45 mL, διχλωρομεθάνιο):

Η οργανική φάση που περιέχει την όξινη και ουδέτερη ένωση του μίγματος, εκχυλίζεται με 2N NaOH (2X10 mL) και 0.2N NaOH (10 mL). Οι ενωμένες υδατικές φάσεις (30 mL) εκχυλίζονται με διχλωρομεθάνιο (2X10 mL). Η **διχλωρομεθανική** φάση [45 mL + 20 mL, περιέχει την ουδέτερη ένωση] και η **υδατική** φάση NaOH [30 mL, περιέχει την όξινη ένωση] συλλέγονται ξεχωριστά και κατεργάζονται ως εξής:

### **Διχλωρομεθανική** φάση (65 mL):

Πλένεται με 2N διαλύματος HCl (2X10 mL), κατόπιν με 2N διαλύματος NaOH (2X10 mL), και στο τέλος με απεσταγμένο νερό (2X10 mL). Η οργανική φάση ξηραίνεται με Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> για 15 λεπτά. Το ξηραντικό μέσο διηθείται και η οργανική φάση μεταφέρεται σε *προζυγισμένη φιάλη*. Ο διαλύτης απομακρύνεται σε περιστροφικό εξατμιστή και προσδιορίζουμε το βάρος της **ουδέτερης** οργανικής ένωσης του μίγματος. Ταυτοποιούμε τη ουδέτερη ένωση με σημείο τήξης ή σημείο ζέσης, δείκτη διάθλασης και φάσμα υπερύθρου.

### **Υδατική** φάση NaOH (30 mL):

Προσθέτουμε 2N διάλυμα HCl (40 mL), ψύχουμε το προκύπτον διάλυμα, και εκχυλίζουμε με διχλωρομεθάνιο (3X10 mL). Ενώνουμε τα εκχυλίσματα του διχλωρομεθανίου (30 mL), τα πλένουμε με κορεσμένο διάλυμα χλωριούχου νατρίου (10 mL), και αποχύνουμε την υδατική φάση. Οι ενωμένες στοιβάδες του διχλωρομεθανίου (30 mL) ξηραίνονται με Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> για 15 λεπτά. Το ξηραντικό διηθείται και η οργανική φάση μεταφέρεται σε *προζυγισμένη φιάλη*. Ο διαλύτης απομακρύνεται στον περιστροφικό εξατμιστή και προσδιορίζουμε το βάρος της **όξινης** οργανικής ένωσης του μίγματος. Ταυτοποιούμε τη όξινη ένωση με σημείο τήξης ή σημείο ζέσης, δείκτη διάθλασης και φάσμα υπερύθρου.

## **ΠΑΡΑΤΗΡΗΣΕΙΣ**

1. Σαν γενική αρχή ποτέ δεν πετάμε τίποτε πριν τελειώσουμε εντελώς το πείραμα, απομονώσουμε την ουσία που μας ενδιαφέρει και κάνουμε την ταυτοποίηση.
2. Να αριθμείτε τις φιάλες, όπου συλλέγετε τα εκχυλίσματα και τις φάσεις, κατά την κρίση σας, ώστε να μπορείτε να τις αναγνωρίζετε.
3. Κατά την εκχύλιση της βασικής ένωσης μπορεί να δημιουργηθεί γαλάκτωμα που θα δυσκολεύσει το διαχωρισμό των φάσεων, ιδιαίτερα αν υπάρξει ισχυρότατη ανάδευση.

4. Κατά την ξήρανση των διαλυμάτων με  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  οι φιάλες πρέπει να σκεπάζονται για να προστατεύεται το διάλυμα από την εξωτερική υγρασία.

### **Καταγραφή του πειράματος**

Στο εργαστηριακό τετράδιο να γραφούν

- Η μέθοδος διαχωρισμού που χρησιμοποιήσατε.
- Η απόδοση των συστατικών, και τα αντίστοιχα δεδομένα (mp, bp,  $n_D$ , IR)
- Ταυτοποίηση της κάθε ένωσης.
- Οι συντακτικοί τύποι των ενώσεων του Πίνακα 4.4
- Οι απαντήσεις των ασκήσεων 1-11.