

19.09.24.

35 гр.

Основи техніки лабораторних робіт.

Тема: Екстракція

Екстрагування (витягування) - спосіб очищення або розділення речовин, заснований на їх різній розчинності в індивідуальному розчиннику або у двох розчинниках, які не змішуються. Екстрагування дозволяє з мінімальними втратами виділяти потрібні речовини зі складних сумішей навіть у тих випадках, коли застосування інших методів не дає результатів через низький вміст цільового продукту в суміші.

Звичайно екстрагування передуює кристалізації, перегонці або іншим способам очистки, але інколи воно дає змогу одержати чистий продукт.

8.1 Екстрагування твердих тіл

У простому випадку ретельно подрібнену суміш твердих речовин суспензують у розчиннику, який не розчиняє домішки, але у такому, який володіє розчинною здатністю щодо продукту, який досліджують. Після фільтрування або декантування одержують розчин, який може бути випареним або обробленим іншим способом з тим, щоб виділити речовини в чистому вигляді. Значно рідше екстрагування застосовують для вилучення легкорозчинних домішок. У цьому випадку розчинник, зрозуміло, повинен якомога менше розчиняти основну речовину.

Оскільки розчинення - процес повільний, доцільно залишити суміш в контакт з розчинником на деякий час. Перемішування суспензії сприяє швидшому вилученню продукту. Велике значення має також ступінь подрібнення початкової суміші.

Як відомо, при підвищенні температури різко збільшується не тільки розчинність, а й швидкість розчинення, тому екстрагування гарячим розчинником краще, якщо це допустимо.

Під час екстрагування важкорозчинних речовин не слід використовувати відразу всю кількість розчинника. Найповнішого вилучення можна досягти, обробляючи суміш декілька раз невеликими порціями розчинника. Якщо сполука, яку виділяють, безкольорова, про закінчення процесу екстрагування свідчить відсутність залишку під час упарювання досуха на годинниковому склі декількох крапель останньої порції екстракту.

Для цієї ж мети можуть бути використані прості якісні реакції.

Якщо необхідно вилучити спо-луки, розчинність яких у вибраному розчиннику мала, використо-

вують різні автоматично діючі екстрактори, наприклад апарат Сокслета (рис. 8.1).

Невелику кількість розчинника в колбі нагрівають до кипіння, пара по трубці надходить у зворотний холодильник, конденсат стікає в резервуар, який вміщує подрібнений матеріал, що екстрагується. По мірі заповнення резервуара екстракт періодично стікає по

Рисунок 8.1 а - група апаратів Сокслета для екстрагування; б - екстрактор для апарата Сокслета



трубці назад у колбу. Щоб запобігти внесенню дрібних твердих частинок разом з рідиною, речовину, яка підлягає екстракції, розміщують у гільзу із фільтрувального паперу або достатньо щільної тка-

нини або використовують апарат з пористою скляною пластин-

кою. Останній не тільки простіший за конструкцією, а й більш ефективний, оскільки забезпечує безперервну обробку розчинником, тоді як в апараті Сокслета здійснюється періодичний контакт речовини з екстрагентом. Обігрів колби регулюють таким чином, щоб швидкість відгонки розчинника не перевищувала швидкість фільтрування.

Дуже важлива перевага автоматичних екстракторів - можливість багаторазової обробки суміші порівняно невеликою кількістю розчинника. При цьому одночасно проходить розчинення речовини, фільтрування розчину, упарювання розчинника і кристалізація чистої речовини. Після закінчення процесу із колби виймають кристали цільового продукту, який часто не потребує подальшої очистки.

Слід однак відмітити, що екстрагування із застосуванням описаних вище приладів - дуже тривалий процес, який продовжується інколи декілька діб. Тому майже в усіх випадках доцільно замість звичайного апарата Сокслета використовувати апарат модифікованої конструкції, одна з яких відображена

на рис. 8.2.

Розчиняється речовина в такому приладі проходить при температурі кипіння розчинника, що приводить до значного прискорення процесу. Додатковою перевагою модифікованого апарата є його менша ламкість, оскільки найбільш пошкоджувана частина приладу - сифонна трубка розміщена в середині кожуха.

8.2 Екстрагування рідин

У лабораторній практиці найчастіше виникає необхідність у вилученні твердих або рідких речовин із водних розчинів, проте наведені нижче приклади можуть бути використані і для екстрагування з інших рідин.

Ефективність вилучення залежить від того, наскільки вдало вибрано розчинник, який повинен відповідати таким вимогам:

- 1) не змішуватися з водою і якомога менше в ній розчинятися;
- 2) добре розчиняти цільовий продукт і погано домішки, якщо такі є в розчині (або навпаки: погано - продукт, добре - домішки);

Для вилучення речовин, слабкорозчинених у воді, екстрагент вибирають із неполярних розчинників, таких, як петролейний ефір, циклогексан, чотирихлористий

вуглець. Речовини, що мають середню розчинність у воді, вилучають бензолом, хлороформом, ефіром.

Вдале екстрагування добре розчинних у воді сполук може бути здійснено розчинниками з високою розчинною здатністю - етилацетатом, бутилацетатом, бутиловим спиртом. Часто суміші розчинників мають більш високу екстракційну здатність, ніж чисті розчинники окремо.

При обробці водного розчину, що підлягав екстракції, певним об'ємом обраного розчинника речовина, що вилучається розподіляється між водою і розчинником у співвідношенні, що залежить від взаємної розчинності речовини в кожній із рідин.

Зрозуміло, що одноразова обробка не призводить до максимального відділення цільового продукту. Зазвичай екстрагування проводять послідовно декількома невеликими порціями

розчинника.

Ефективність і повнота вилучення може бути підвищена шляхом зменшення розчинності пільового продукту у водному Тарі. Один з таких прийомів (васобів) називається висолован. ням, полягає в насиченні вихідного розчину нейтральною де-органічною сіллю, наприклад, хлоридом натрію. У деяких ви. палках висоловання дозволяє в декілька разів скоротити ват. рати розчинника, що зменшує трудоемність як

самого вилучення, так і наступного виділення продукту. При екстрагуванні добре розчинних у воді сполук необхідне висолювання.

Багато органічних речовин кислого характеру, які дисоціюють у воді, повніше вилучаються при підкисленні розчину мінеральними кислотами. Аналогічно, додавання лугів сприяє кращому вилученню із водного розчину деяких органічних сполук основного характеру. З іншого боку, за допомогою солеутворення можна запобігти переходу в екстракт домішок лужного або кислого характеру. Домішки кислого характеру нейтралізують шляхом додаванням лугів, основного - кислот.

Екстрагування цільового компонента можна покращити і іншим шляхом - підвищенням концентрації його розчинних солей, наприклад, речовина не розчиняється в органічних рідинах, але після обробки їх водних розчинів відповідними комплексоутворювачами вони з успіхом екстрагуються багатьма органічними розчинниками. Метод забезпечує високе цільове вилучення і широко використовується, наприклад, в аналітичній хімії, в хімії елементів. Так, солі заліза, нерозчинні у більшості органічних розчинників, але із розчину хлоридної кислоти із молярною концентрацією 6 моль/л трьохвалентне залізо легко екстрагується діетиловим ефіром, бо в такому розчині воно утворює комплексну сполуку складу $H+[FeCl_3]$, розчинну в ефірі.

Для вилучення із рідин найзручніше користуватися конічними розподільчими лійками (рис. 2.8). Вихідний розчин і рідину, якою проводять екстрагування наливають у лійку, заповнюючи її не більше, ніж на 2/3. Далі, притримуючи пробку і кран руками, декілька разів обережно перевертають лійку вниз і вгору пробкою. При використанні легколетучих розчинників рекомендовано після кожного перевертання спускати надлишковий тиск із лійки, поєднуючи отвір у верхньому тубусі з отвором у пробці або відкривати кран при положенні лійки вниз пробкою. Не слід енергійно трясти лійку, бо це може призвести до утворення емульсії, в якій буде важко розділити шари. Після повного розділення шарів виймають пробку, пар, що нижче спускають через кран, верхній зливають через тубус лійки. Якщо шари розділяються дуже повільно, внаслідок малої різниці в густині води і органічного розчинника, корисно наситити водний шар концентрованим водним розчином

інертної неорганічної солі. У випадку утворення стійкої емульсії рекомендовано профільтрувати вміст лійки. Інколи руйнуванню емульсії сприяє додавання декількох крапель спирту.

Вилучення новими порціями розчинника продовжують дотих пір, поки проба не покаже відсутності цільового продукту в останній порції екстракту. Одержані витяжки в'єднують, промивають у розподільчій лійці невеликою кількістю води або водного розчину солі, розділяють утворені два шари, як указано вище, і органічний шар висушують висушувачем.

Промивання дозволяє видалити домішки, які в невеликих кількостях могли перейти в екстракт.

Значно зменшити трудоемність процесу і скоротити витрати розчинника дозволяє застосування екстракторів безперервної дії, що працюють за принципом апарата

Сокслета. Найпростіший апарат для екстрагування розчинів більш

легким розчинником показано на

рис. 8.3. Розчинник із зворотного холодильника попадає до лійки з довгою трубкою, яка закінчується барботером із пористої скляної пластинки або відтягнутим носиком. У вигляді мілких крапель розчинник проходить через розчин, який екстрагують; екстракт нако-

пичується у верхньому шарі, звідки стікає в колбу, яка обігрівается.

Прилад для екстрагування рідин легким розчинником може бути виготовлений із апарата Сокслета, для чого сифонну трубку останнього відпаюють або затикають.

Безперервне вилучення розчинниками, важчими, ніж вода

(чотирьоххлористим вуглецем, хлороформом тощо) може бути здійснено в приладах, зображених

на рис. 8.4.

За таким же принципом за наявного в лабораторії посуду можна виготовити прилади для безперервної екстракції найрізноманітніших розмірів і конструкцій відповідно до потреб лабораторії, які виникають.

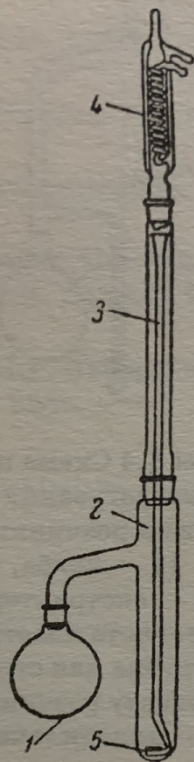


Рисунок 8.3 Схема приладу для екстрагування рідин розчинниками, які мають густину меншу ніж густина рідини, що екстрагується.
1 — колба, 2 — екстрактор,
3 — трубка для стікання конденсату розчинника,
4 — холодильник,
5 — пориста пластинка

Питання для самоперевірки

1. Який процес називається екстрагуванням?
2. Що називається екстрагентом?
3. Які переваги має екстрагування порівняно з іншими методами?
4. Чому екстрагування гарячим

розчинником (якщо це допустимо)

дозволяє більш повно виділити цільову речовину?

г

5. Як можна досягти найповнішого вилучення?

6. Як називається найбільш поширений у лабораторному практикумі автоматичний екстрактор?

7. В чому полягає принцип дії апарата Сокслета?

8. Назвіть фактори, від яких залежить ефективність вилучення речовини з розчинника? 9. Які екстрагенти використовують для вилучення слабкорозчинених у воді речовин?