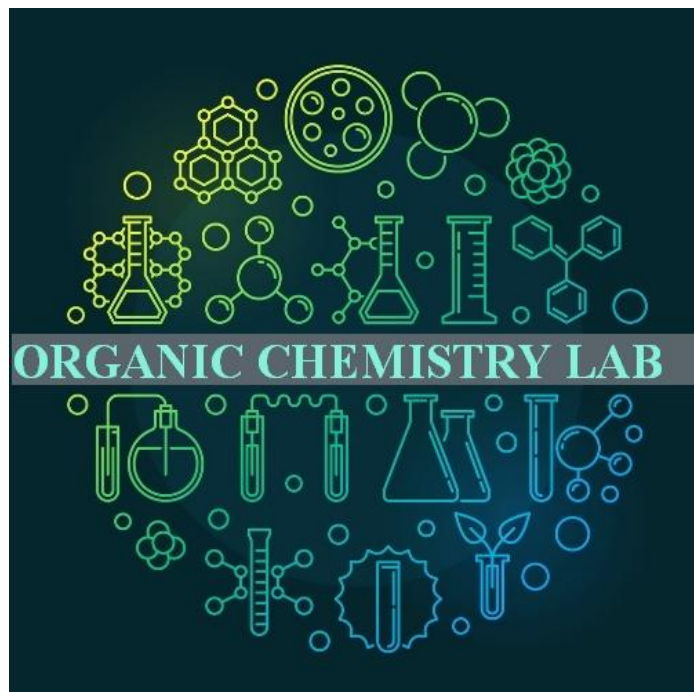


Εργαστηριακή άσκηση 4



Εκχύλιση – Ξηραντικά
Καθαρισμός διαιθυλαιθέρα

Δομή της παρουσίασης

1. Πειραματικό μέρος,

2. Θεωρητικό υπόβαθρο

3. Λυμένα παραδείγματα

4. Ασκήσεις για αναφορά

1. Πειραματικό μέρος

Το πείραμα χωρίζεται σε δύο μέρη

Στο 1^ο θα μελετήσουμε την κατανομή του αιθανικού οξέος μεταξύ νερού και διαίθυλαιθέρα και μεταξύ νερού και πετρελαϊκού αιθέρα

Θα χρησιμοποιηθεί υδατικό διάλυμα CH_3COOH Δ1 το οποίο θα βρίσκεται σε μεγάλο πλαστικό δοχείο. Κάθε ομάδα θα παραλάβει περίπου 150 ml

Αρχικά θα προσδιορισθεί η συγκέντρωση του διαλύματος του οξικού. Για τον σκοπό αυτό θα γίνει ογκομέτρηση με υδατικό διάλυμα NaOH 0,16 M

Κάθε ομάδα θα πάρει μια προχοίδα.

Αρχικά θα την ελέγξει για διαρροές γεμίζοντας την με νερό βρύσης.

Κατόπιν ξεπλένουμε με απιονισμένο νερό και με το διάλυμα του NaOH 0,16 M.

Γεμίζουμε την προχοίδα πλήρως με το διάλυμα του NaOH



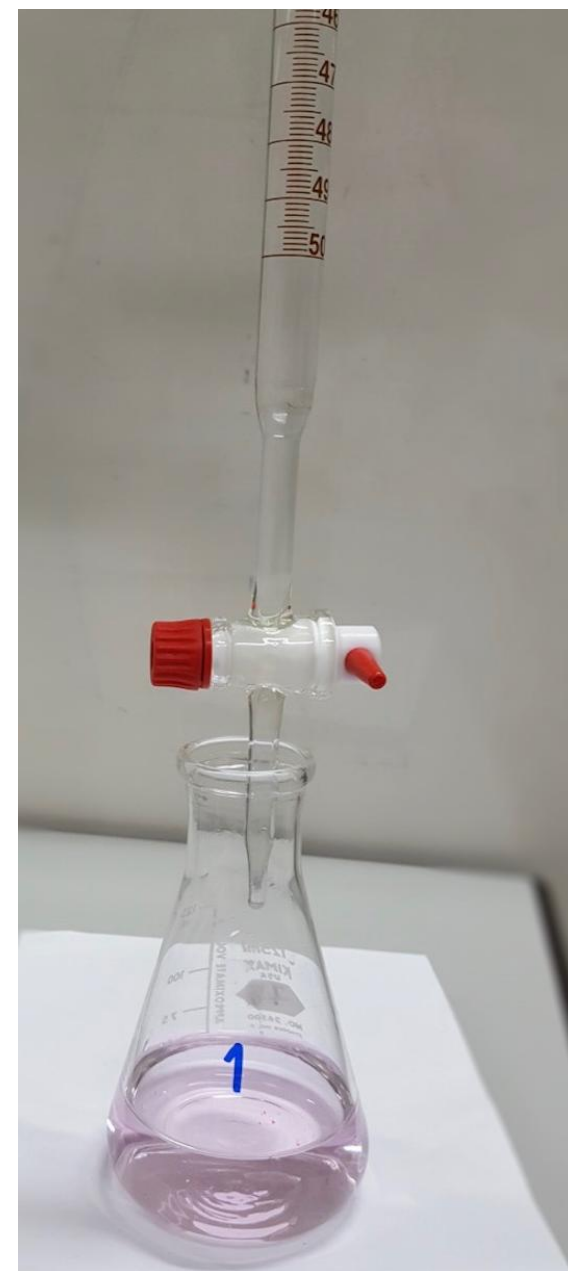
1. Πειραματικό μέρος

Σε κωνική των 250 ml προσθέτουμε με ακρίβεια 50αριου ογκομετρικού σωλήνα 20 ml διάλυμα Δ1. Ξεπλένουμε τον κύλινδρο με απιονισμένο νερό και το προσθέτουμε επίσης στην κωνική.

Βάζουμε μερικές σταγόνες φαινολοφθαλείνη και ογκομετρούμε. .

Με βάση τα ml του δ/τος NaOH προσδιορίζουμε την συγκέντρωση του Δ1 διαλύματος

Γνωρίζοντας τώρα την συγκέντρωση του οξικού οξέος στο αρχικό διάλυμα θα προχωρήσουμε σε εκχύλιση πρώτα με διαίθυλαιθέρα και κατόπιν με πετρελαικό αιθέρα με στόχο να δούμε πόσο οξικό οξύ μπορεί να «περάσει» από την υδατική φάση στην οργανική κάθε φορά

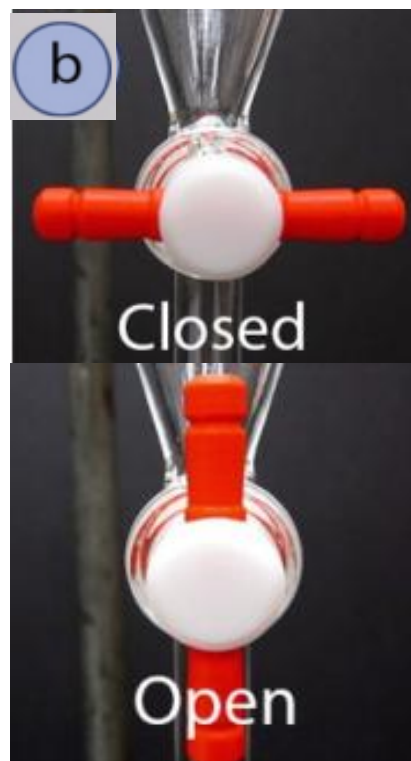


1. Πειραματικό μέρος

Επίδειξη διαδικασίας εκχύλισης με διαχωριστική χοάνη



Διαχωριστική χοάνη



Στρόφιγγα



Διαχωριστική χοάνη σε δαχτυλίδι στήριξης

1. Πειραματικό μέρος

Επίδειξη διαδικασίας εκχύλισης με διαχωριστική χοάνη



Προσθήκη διαλύματος
που πρόκειται να
εκχυλισθεί



Προσθήκη
οργανικού διαλύτη



Τα δύο μη αναμίξιμα
υγρά αμέσως μετά την
προσθήκη τους

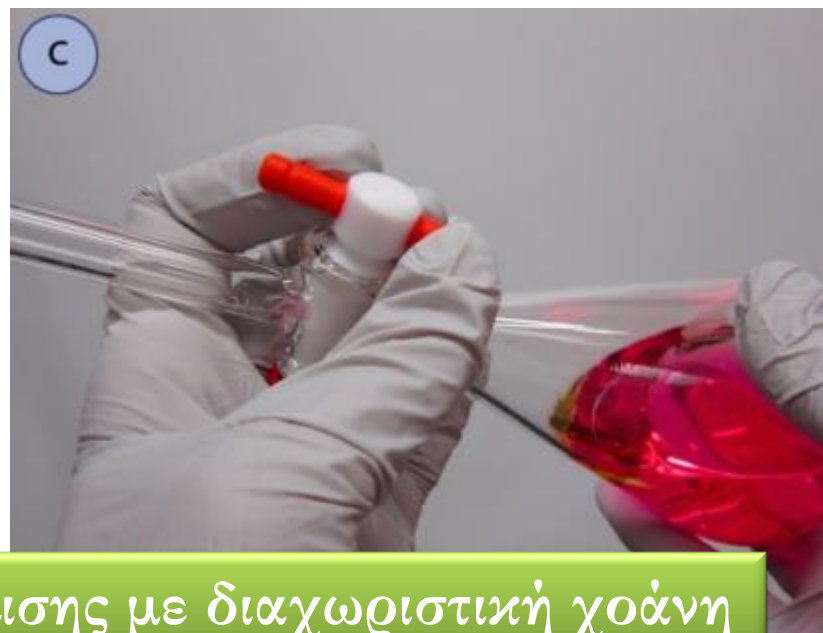
1. Πειραματικό μέρος



Πιάνουμε την διαχωριστική χοάνη από το πώμα και την στρόφιγγα

Εξακολουθώντας να κρατάμε στα δύο σημεία και έχοντας την διαχωριστική ανάποδα ανακινούμε για 20 sec περίπου

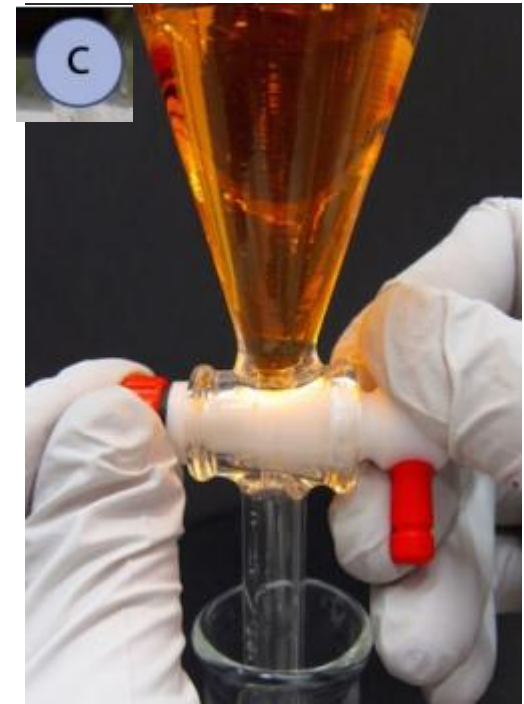
Κατά διαστήματα ανοίγουμε την στρόφιγγα για εξαέρωση. Η έξοδος της διαχωριστικής σημαδεύει προς το εσωτερικό της απαγωγού εστίας



Επίδειξη διαδικασίας εκχύλισης με διαχωριστική χοάνη

1. Πειραματικό μέρος

Επίδειξη διαδικασίας εκχύλισης με διαχωριστική χοάνη



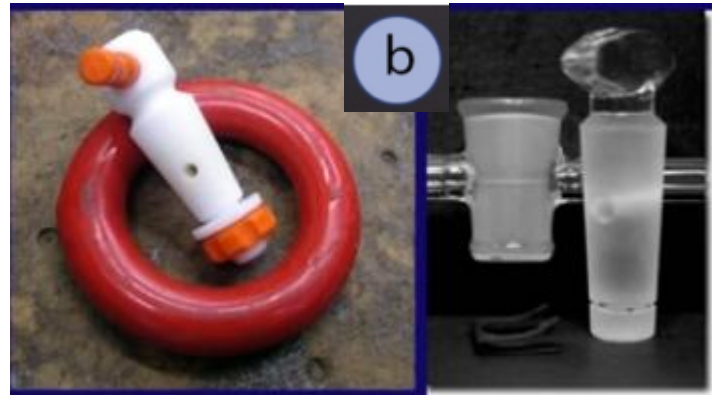
Αφήνουμε το μίγμα
σε ηρεμία για
διαχωρισμό των δύο
φάσεων

Συλλέγουμε την κάτω
φάση (συνήθως
υδατική) σταματώντας
στην διαχωριστική
επιφάνεια

Συλλέγουμε την πάνω
φάση (συνήθως
οργανική)

1. Πειραματικό μέρος

Επίδειξη διαδικασίας εκχύλισης με διαχωριστική χοάνη



Με το πέρας
αποσυνδέουμε την
στρόφιγγα

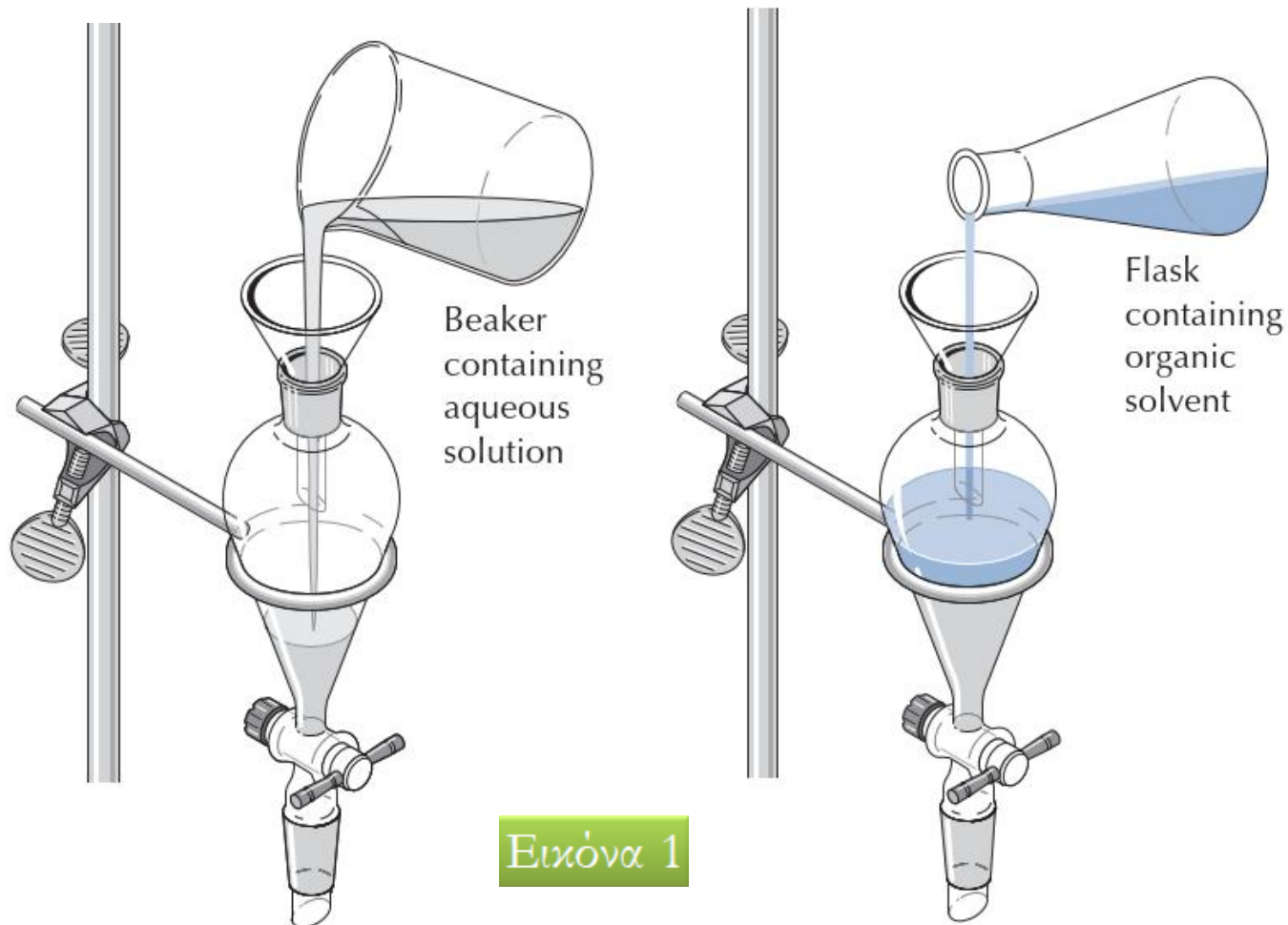
Στρόφιγγα από
τεφλόν ή υάλινη;



Η σωστή σειρά σύνδεσης
της στρόφιγγας

1. Πειραματικό μέρος

Σε διαχωριστική χοάνη μεταφέρουμε 40 ml από το διάλυμα Δ1 και 40 ml διαιθυλιθέρα **Εικ 1**.

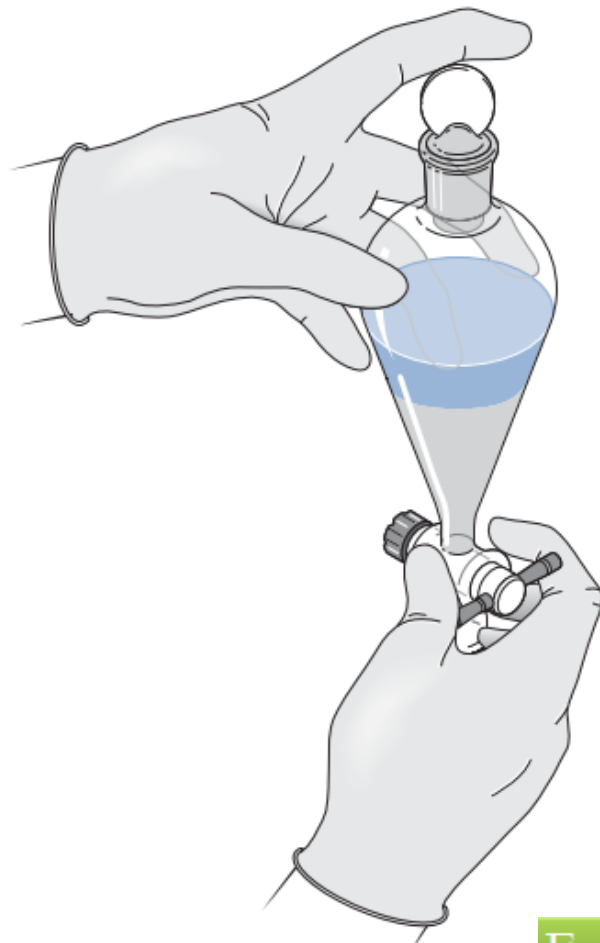


1. Add aqueous solution.

2. Add organic solvent.

1. Πειραματικό μέρος

Το μίγμα ανακινείται με προσοχή για 1-2 μιν **Εικ 2**



3. Insert stopper and hold stopper with your finger.

Εικόνα 2

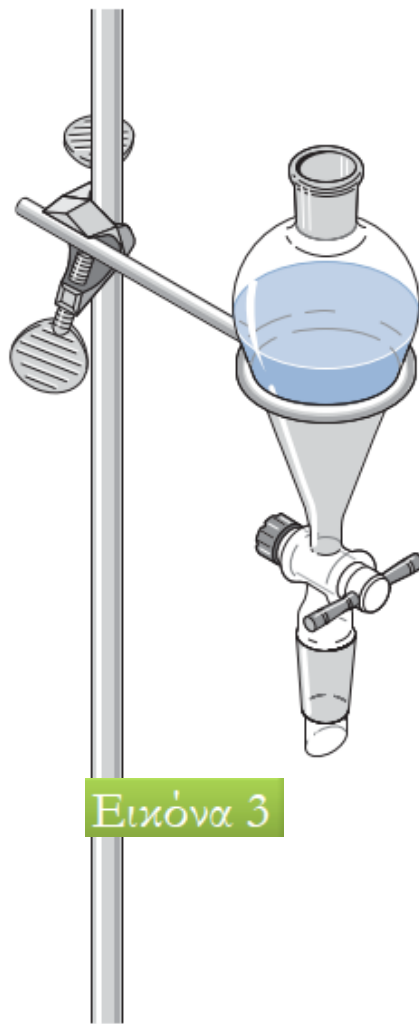


4. Invert funnel and immediately open stopcock to release pressure, close the stopcock, and mix the layers by shaking the funnel.

1. Πειραματικό μέρος

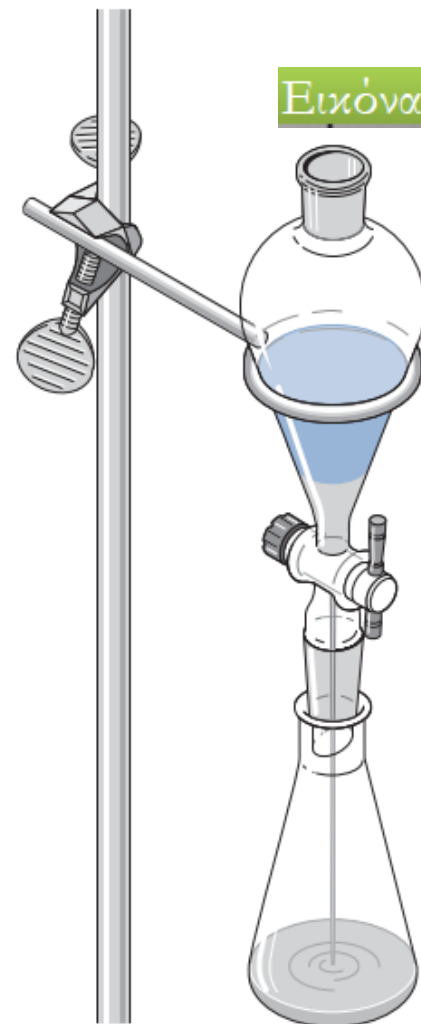
Στη συνέχεια το μίγμα αφήνεται σε ηρεμία με στόχο να διαχωρισθούν οι δύο φάσεις **Εικ 3**

Μόλις αυτό γίνει απομακρύνεται η υδατική φάση σε κωνική φιάλη **Εικ 4**.



Εικόνα 3

5. Use a ring stand to hold separatory funnel until layers separate.



Εικόνα 4

6. Draw off bottom layer.

Με ογκομέτρηση μετράμε την ποσότητα του οξικού οξέος που έχει μείνει. Η οργανική φάση μεταφέρεται σε δοχείο 2,5 Lt που γράφει «διαιθυλαιθέρας από εκχύλιση»

1. Πειραματικό μέρος

Στην συνέχεια προχωράμε στην εκχύλιση με τον πετρελαικό αιθέρα.

Στην διαχωριστική μεταφέρονται πάλι 40 ml από το διάλυμα Δ1 και 40 ml πετρελαικού αιθέρα

Το μίγμα ανακινείται με προσοχή και αφήνεται σε ηρεμία να διαχωριστούν οι δύο φάσεις.



Απομακρύνεται η υδατική στην οποία γίνεται ογκομέτρηση με σκοπό να δούμε πόσο οξύ έχει παραμείνει.

Η οργανική φάση μεταφέρεται σε δοχείο 2,5 L που γράφει «πετρελαικός αιθέρας από εκχύλιση»



ΓΙΑ ΤΗΝ ΑΝΑΦΟΡΑ ΘΑ ΠΡΕΠΕΙ ΝΑ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΘΟΥΝ:

1. Ο συντελεστής κατανομής K_1 του διαίθυλαιθέρα και η % ανάκτηση,

2. Ο συντελεστής κατανομής K_2 του πετρελαικού αιθέρα και η % ανάκτηση

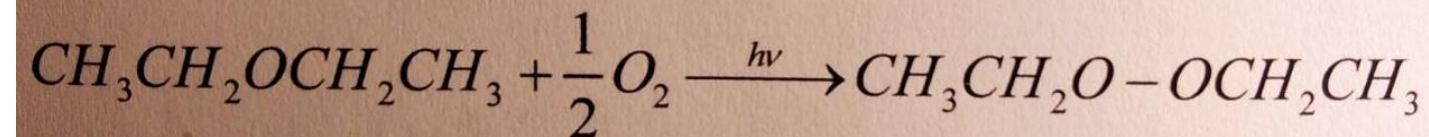
Επίσης να αιτιολογηθεί

1. Γιατί ο $K_1 < 1$, και ο $K_2 < 1$

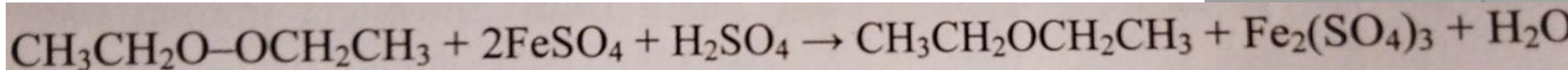
2. Γιατί ο $K_2 < K_1$

1. Πειραματικό μέρος

2^ο μέρος πειράματος: Καθαρισμός Et₂O από υπεροξειδία



Ο καθαρισμός θα γίνει με αναγωγή των υπεροξειδίων με την χρήση αναγωγικού διαλύματος δισθενούς σιδήρου



Τοποθετούμε σε διαχωριστική χοάνη 50 ml Et₂O από το δοχείο που λέει «Et₂O προς καθαρισμό»

Συμπληρώνουμε 30 ml του αναγωγικού διαλύματος FeSO₄ (H⁺)

Ανακίνηση και διαχωρισμός των δύο φάσεων. Σε αυτή την φάση γίνεται η αντίδραση αναγωγής των υπεροξειδίων

Η υδατική πηγαίνει στα απόβλητα και οι εκχυλίσες



1. Πειραματικό μέρος

Η οργανική φάση εκπλένεται κάνοντας ειχυλίσσεις με 3 x 30 ml για την απομάκρυνση αλάτων και όξινων συστατικών

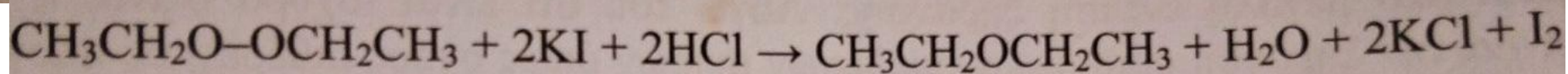
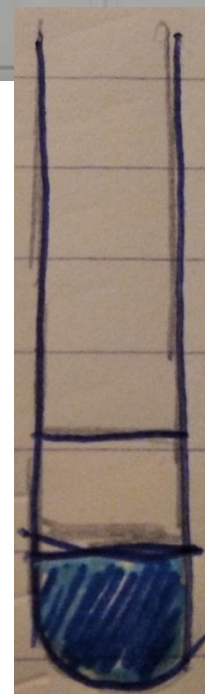
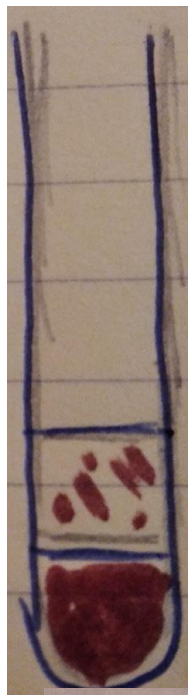
Στην συνέχεια γίνεται μία ακόμη ειχυλίση με 10 ml νερό τα οποία στην συνέχεια ελέγχονται με πεχαμετρικό χαρτί. Πρέπει η υδατική φάση να μην είναι όξινη (άλλη μία ειχυλίση με 20 ml νερό σε περίπτωση που είναι όξινη)



Στην συνέχεια γίνεται τεστ ελέγχου της αποτελεσματικότητας του καθαρισμού

Σε δοκιμαστικό προσθέτουμε 2 ml από τον Et₂O που μόλις καθαρίσαμε, 1 ml δ/μα HCl 0,1 M και 1 ml δ/μα KI 3% w/v

Γίνεται η αντίδραση που φαίνεται παρακάτω, το παραγόμενο I₂ μπορεί να ανιχνευθεί με την προσθήκη μικρής ποσότητας αμύλου δίνοντας ένα έντονο μπλέ χρώμα



1. Πειραματικό μέρος

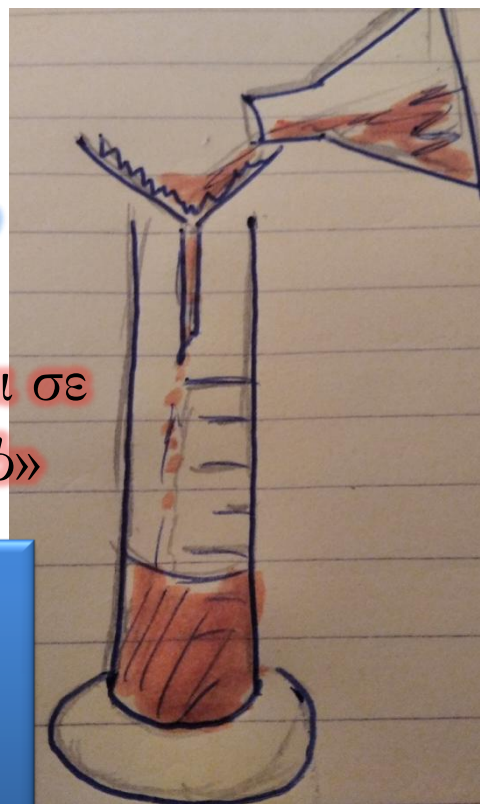
Ξήρανση Η οργανική φάση μεταφέρεται με προσοχή (να μην περάσει νερό από την χοάνη) σε κωνική των 250 ml όπου προστίθενται 7 gr NaSO_4 . Η κωνική κλείνει με αλουμινόχαρτο και αφήνεται στην απαγωγό προς ξήρανση για 5 min.



Στην συνέχεια το περιεχόμενο της κωνικής φιλτράρεται από απλό ηθμό κατευθείαν σε ογκομετρικό κύλινδρο των 50 ml

Μετρίεται η ποσότητα του διαίθυλαιθερα και μεταφέρεται σε δοχείο 2,5 Lt που γράφει «διαίθυλαιθερας από καθαρισμό»

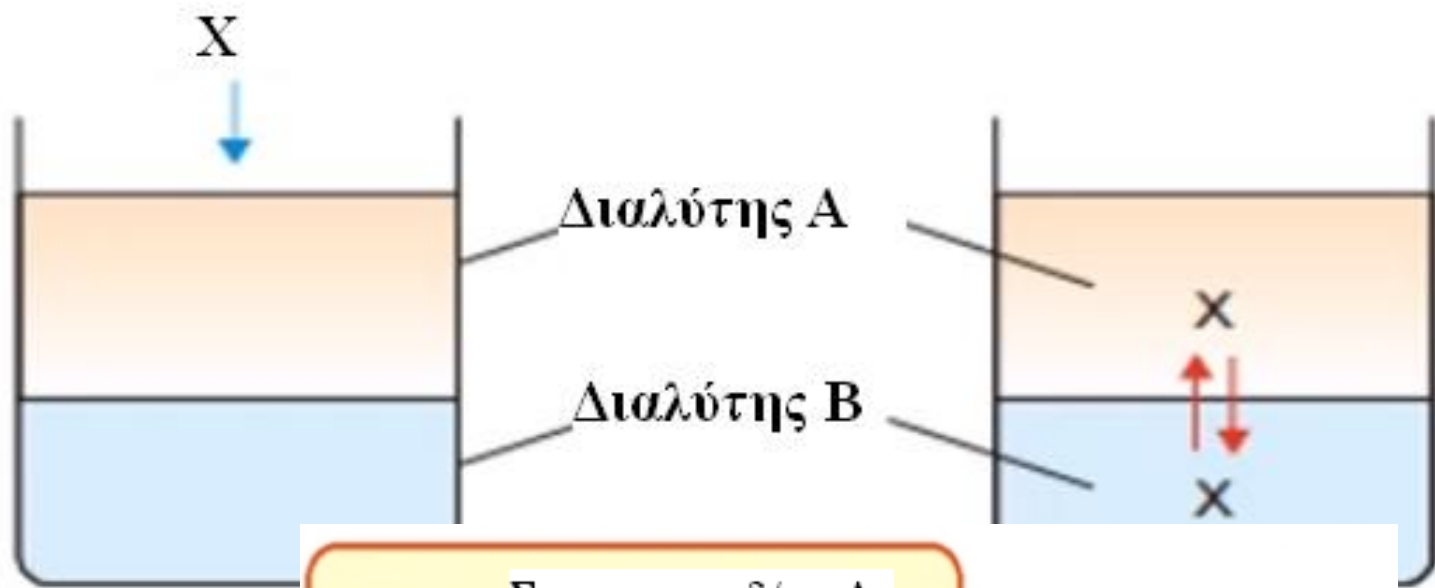
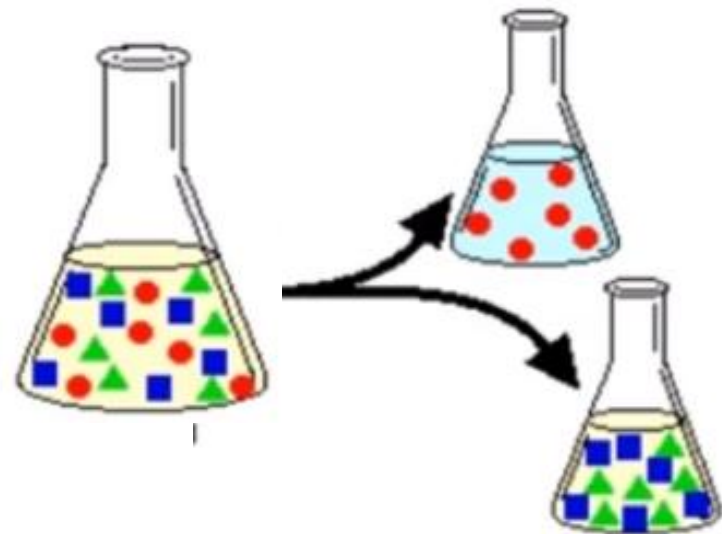
Παραδίδονται τα εξής δεδομένα: 1^ο μέρος, ml NaOH στις 3 τρεις ογκομετρήσεις, 2^ο μέρος ml διαίθυλαιθέρα που επιστρέψατε



2. Θεωρητικό μέρος

Η εκχύλιση αποτελεί μια ιδιαίτερα σημαντική εργαστηριακή τεχνική διαχωρισμού

Βασίζεται στην κατανομή μιας οργανικής ουσίας σε σύστημα 2 διαλυτών Α και Β.



$$K = \frac{\text{Συγκ. στον δ/τη Α}}{\text{Συγκ. στον δ/τη Β}} = \text{Σταθερός σε } T = \text{σταθ.}$$

Ο νόμος της κατανομής μας λέει ότι ο λόγος των συγκεντρώσεων της ουσίας στους δύο διαλύτες παραμένει σταθερός σε σταθερή θερμοκρασία

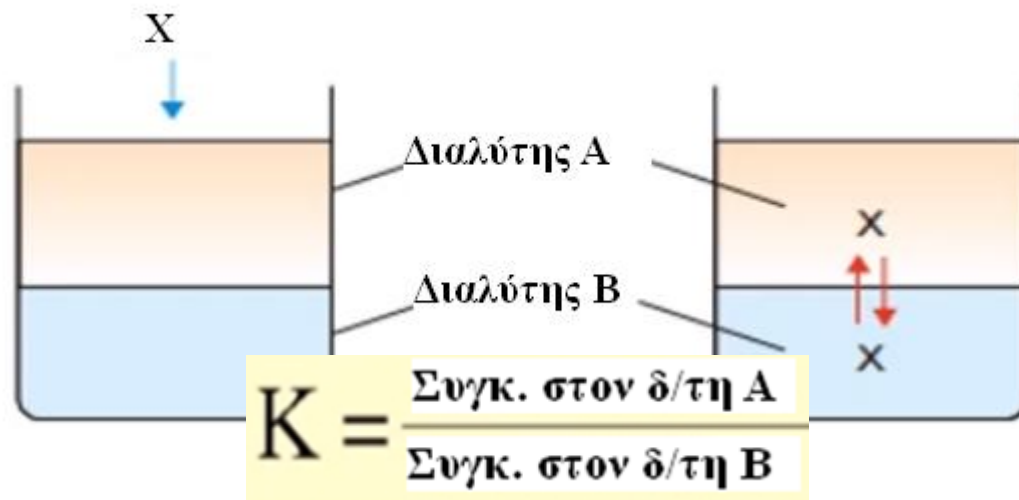
2. Θεωρητικό μέρος

Για να ισχύει ο νόμος της κατανομής πρέπει:

Η T να είναι σταθερή

Η μοριακή κατάσταση της διαλυμένης ουσίας πρέπει να είναι η ίδια και στις δύο φάσεις.

Ο νόμος δεν ισχύει όταν δημιουργούνται σύμπλοκα στην μία φάση ή παρατηρείται διάσταση της ουσίας



Οι συγκεντρώσεις που αναφερόμαστε προσδιορίζονται αφού επέλθει ισορροπία στην κατανομή της ουσίας

Οι συγκεντρώσεις των διαλυμάτων πρέπει να είναι σχετικά χαμηλές. Δεν ισχύει σε υψηλές συγκεντρώσεις

Τέλος οι δύο διαλύτες πρέπει να είναι μη αναμίξιμοι ή να έχουν πολύ μικρή διαλυτότητα. Επίσης η προσθήκη της διαλυμένης ουσίας να μην επηρεάζει την μεταξύ τους διαλυτότητα

2. Θεωρητικό μέρος

Ερώτηση 1: Μπορεί να χρησιμοποιηθεί αιθανόλη για να εκχυλισθεί μια διαλυμένη στο νερό οργανική ουσία;

Ερώτηση 2: Αν έχουμε μίγμα διαίθυλαιθέρα και νερό και προσθέσουμε μια ποσότητα οξικού οξέος πως θα κατανεμηθεί;

Τι τιμή περιμένετε να έχει ο συντελεστής κατανομής σε αυτό το σύστημα;

Can you answer?



2. Θεωρητικό μέρος

Η επιλογή του διαλύτη

- ❑ Να έχει μικρή διαλυτότητα στην άλλη φάση
- ❑ Να μην αντιδρά με την εκχυλιζόμενη ουσία
- ❑ Να έχει χαμηλό σημείο ζέσεως ώστε να ανακτάται εύκολα η εκχυλιζόμενη ουσία
- ❑ Να διαλύει την εκχυλιζόμενη ουσία αλλά όχι τις προσμίξεις
- ❑ Να μην προκαλεί την δημιουργία γαλακτωμάτων
- ❑ Να μην είναι τοξικός και εύφλεκτος
- ❑ Να είναι οπτικά διαφανής για πιθανές φασματοσκοπικές μελέτες
- ❑ Μετά την ανακίνηση οι δύο φάσεις πρέπει να διαχωρίζονται γρήγορα (σημαντική διαφορά πυκνότητας)

Προσθήκη NaCl

- Ελάττωση της φυσικής διαλυτότητας της ουσίας στην υδατική φάση (εξαλάτωση)
- Ελάττωση της διαλυτότητας του οργανικού διαλύτη στην υδατική φάση
- Καταστροφή των γαλακτωμάτων λόγω της αύξησης της ιονικής ισχύος του διαλύματος
- Αύξηση της πυκνότητας της υδατικής φάσης

2. Θεωρητικό μέρος



Η διαδικασία της ξήρανσης αποτελεί επίσης μια σημαντική εργαστηριακή πράξη και απαιτείται σε πολλές οργανικές αντιδράσεις

Το ποιο ή ποια ξηραντικά πρόκειται να χρησιμοποιηθούν έχει να κάνει με την φύση της προς ξήρανση ουσίας αλλά και την ποσότητα του νερού που πρέπει να απομακρυνθεί

Ταξινομούνται σε 3 βασικές κατηγορίες ανάλογα με το πώς δρουν

Αυτά που αντιδρούν χημικά με το νερό όπως CaO , Na

Αυτά που προσροφούν νερό όπως το π. H_2SO_4 , SiO_2

Αυτά που σχηματίζουν υδρίτες με το νερό με αντιστρεπτό τρόπο όπως Na_2SO_4 , MgSO_4

2. Θεωρητικό μέρος



Παράλληλα χαρακτηρίζονται από 3 βασικές ιδιότητες

ΧΩΡΗΤΙΚΟΤΗΤΑ σε νερό

Πόσα γρ νερό μπορεί να δεσμεύσει 1 γρ ξηραντικό

ΕΝΤΑΣΗ ΞΗΡΑΝΣΗΣ, όσο πιο μικρό το ποσό του νερού που παραμένει

ΤΑΧΥΤΗΤΑ ΚΑΤΑΚΡΑΤΗΣΗΣ

Πχ **Na₂SO₄** έχει μεγάλη χωρητικότητα μικρή ένταση και μέτρια χωρητικότητα

Επίσης ένα ξηραντικό:

δεν θα πρέπει να αντιδρά με την προς ξήρανση ουσία,

να μην διαλύεται στο διάλυμα ξήρανσης,

να απομακρύνεται εύκολα,

να έχει σε ικανό επίπεδο τις 3 βασικές ιδιότητες

και τέλος να έχει μικρό κόστος

3. Λυμένα παραδείγματα

Υδατικό
Διάλυμα $\Delta 1$

CH_3COOH 5% w/v 100 mL

Ευχυλίζουμε με
100 mL Et_2O $K=0,4$

Πόσο CH_3COOH θα
πέρασει στην οργ. φάση
σε μία ευχύλιση;



Αρχικά στο $\Delta 1$ έχουμε 5 gr στα 100 mL

Εστω ότι πέρασαν x gr στην οργ. φάση
στην υδατική έμειναν $(5-x)$ gr

Αφού το $K=0,4$ θα ισχύει ότι

$$K=0,4 = \frac{C_{\text{org}}}{C_{\text{aq}}} = \frac{\frac{x}{\cancel{100}}}{\frac{5-x}{\cancel{100}}} \Rightarrow 0,4 = \frac{x}{5-x} \Rightarrow$$

$\Rightarrow x = 1,43 \text{ gr}$, Άρα πέρασαν στη οργ. φάση % ανόρυξης

Στην υδατική φάση έμειναν $5 - 1,43 = 3,57 \text{ gr}$

$$\frac{1,43}{5} \cdot 100 = 28,6\%$$

Can you answer?



3. Λυμένα παραδείγματα

Πως θα άλλαζε
η κατάσταση αν
αντί για 1 ευχύλιση των 100 mL
κάνουμε 2 ευχύλίσες των 50 mL

Can you answer?



Πάλι αρχικά έχουμε στα 1.5 gr στα 100 mL

Έστω ότι με την 1^η ευχύλιση πέρασαν στην οργ. φάση x_1 gr.

$$K = \frac{\frac{x_1}{50}}{\frac{5-x_1}{100}} \Rightarrow 0,4 = \frac{2x_1}{5-x_1} \Rightarrow x_1 = 0,84, \text{ στην υδατική } 5 - 0,84 = 4,16 \quad 1^{\text{η}} \text{ ευχ}$$

$$2^{\text{η}} \text{ ευχ. } K = 0,4 = \frac{\frac{x_2}{50}}{\frac{4,16-x_2}{100}} \Rightarrow 0,4 = \frac{2x_2}{4,16-x_2} \Rightarrow x_2 = 0,70$$

Σύγκριση!!

1,54	vs	1.43
30,8%	vs	28,6%

Συνολική ποσότητα που πέρασε στην οργ. φάση $x_g = x_1 + x_2 = 0,84 + 0,70 = 1,54$ gr

3. Λυμένα παραδείγματα

Είδαμε πως με **2** ευχυλίστις φέρνουμε στην **αρχ. φάση** **1,54 gr** αντι
για **1,43**. Στην **δατυκή μένου** **5-1,54=3,46**.

Γενικά ισχύει

Αρχικά gr δ/ης
ουσίας στην υδατική
φάση

$$B_n = B_0$$

gr δ/ης ουσίας
που έμειναν
στην υδατική
φάση

V_{ud}

$$V_{ud} + k V_{org}$$

Όγκος
υδατικής
φάσης

n

αριθμός
ευχυλίστων

όγκος
οργανικής
φάσης

συντελεστής
κατανομής

$$B_0 = 5 \text{ gr} \quad V_{ud} = 100 \text{ ml}$$

$$V_{org} = 50 \text{ ml} \quad k = 0,4 \quad n = 2$$

⇓

$$B_2 = 5 \left(\frac{100}{100 + 0,4 \cdot 50} \right)^2 \Rightarrow B_2 = 3,46$$

Can you answer?



5. Ασκήσεις για αναφορά

1. 50 ml υδατικού διαλύματος σορβικού οξέος ογκομετρείται με 25 ml διαλύματος NaOH 0,025 N. 50 ml από το υδατικό διάλυμα εκχυλίζονται με 50 ml αιθέρα και εν συνεχεία η υδατική φάση ογκομετρείται με 12,5 ml διαλύματος NaOH 0,025 N. Να βρεθεί ο συντελεστής κατανομής του σορβικού οξέος στο σύστημα αιθέρας–νερό.
2. Θέλουμε να ξηράνουμε CH_3COOH , $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ και $\text{CH}_3\text{CH}=\text{O}$;
Έχουμε στη διάθεση μας τα ξηραντικά : CaCl_2 , Na, Na_2SO_4 , K_2CO_3 , P_2O_5 , CaO .
Ποιό ή ποια ξηραντικά μπορούμε να χρησιμοποιήσουμε.