

Органическая химия.

Синтез и очистка органических соединений

Экстракция как процесс очистки

Экстракция Сокслета из листьев.

Цель работы

Изучение экстракции как процесс очищения.

Изучить аппарат Сокслета в качестве инструмента извлечения.

Разделение смесей веществ.

Изучить закон раздела для твердой экстракции.

Preparing leaf extract.(Подготовка листьев экстракт)

Введение

Экстракция - это название процесса, в котором вещество удаляется из твердого вещества, жидкости или газа с использованием экстрагента. Материал, из которого вещество необходимо удалить, также называют экстракционным материалом. В конце экстракции остается, прежде всего, экстракт, содержащий желаемую субстанцию, а во-вторых, рафинат, из которого вещество удалено.

Экстрагент не может быть произвольным растворителем. Он может только переместить желаемый материал из экстракционного материала и должен занимать значительное количество его. Кроме того, экстрагент не должен химически реагировать с другими материалами, содержащимися в экстракционном материале.

Экстракция часто используется в качестве метода очистки, когда дистилляция или ректификация не могут быть выполнены. Области применения для добычи в основном используются в химической промышленности. Он используется для удаления бокситовой руды из оксида железа и для извлечения растительных экстрактов в косметике.

Одним из возможных вариантов экстракции является процесс извлечения Сокслета. Данный вариант может удалять умеренно растворимые вещества из твердых веществ с помощью растворителя. Первоначально этот метод был введен Францем фон Соксле для определения содержания жира в продуктах питания.

В этом методе растворитель помещают в колбу и нагревают до температуры кипения. Затем пары растворителей поднимаются по всему аппарату и конденсируются в конденсаторе катушки. Отсюда растворитель капает на насадку для экстракции целлюлозы, которая находится в экстракторе Сокслета и которая заполнена экстракционным материалом. Экстрагент, таким образом, капает непосредственно на экстракционный материал и собирается в экстракторе Сокслета. Когда достигнут критический уровень жидкости, экстрактор Сокслета резко стекает в колбу. Этот процесс также называют сифонированием и управляется посредством эффекта подъема всасывания. В колбе растворитель теперь удаляют из экстракта и, таким образом, удаляют новый экстракт из экстракционного материала.

В этом эксперименте аппарат Сокслета используется для извлечения из листьев красителя.

Степень риска

Этиловый спирт является легковоспламеняющимся. В ходе эксперимента, всегда убедитесь, что аппарат запечатан наглухо и никакие источники огня не находятся в непосредственной близости. Эксперимент следует проводить в вытяжном шкафу.

Этанол	
	<p>Предостережения об опасности H225 Легковоспламеняющаяся жидкость.</p> <p>Меры предосторожности P210 Хранить вдали от источников тепла / искр/открытого пламени</p>

Оборудование и химикаты

1	Катушка конденсатор Димрота, тип 250 мм.....	665 422
1	Устройство для экстракции Сокслета, 70 мл.....	665 453
1	Круглодонная колба, 250 мл, ST 19/26....	664 301
1	Шарнирный зажим, пластик, ST 19/26....	665 391ET10
1	Шарнирный зажим, пластик, ST 29/32....	665 392ET10
1	Голбогрейка, 250 мл,	666 6523
1	Лабораторный стенд 16 см x 13 см.....	300 76
1	Опора V-образная, большая.....	300 01
1	Опорный стержень 75 см, 12 мм диам....	300 43
2	Универсальный зажим 80 мм.....	666 555
2	Bosshead S.....	301 09
2	ПВХ трубка, 7 мм диам., 1м.....	667 193
2	Хомут 8-12 мм.....	604 460
1	Экстракционные наперстки 80 мм x 26 мм диам.	661 050
1	Пинцет, тупой, 130 мм.....	667 027
1	Бутылка с узким горлом, янтарное стекло, 250 ml.....	661 167
1	Воронка, стекло, 100 мм, диам.....	665 005
1	Этанол, денатурированный, 1 L.....	671 9720
1	Смазка для кранов, 60 г.....	661 082
1	«Кипелки» 100 г.....	661 091
1	Стекловата, 500 г.....	672 1020

Дополнительно:

Зеленые сухие листья предварительно измельченные

Настройка и подготовка эксперименту

Настройка оборудования

1. Собранную установку можете увидеть на Рис. 1.
2. Закрепите опорный стержень в основании подставки.
3. Присоедините два bosshead S зажима к опорному стержню на некотором расстоянии друг от друга и закрепите к ним два универсальных зажима.
4. Закрепите колбу объемом 250 мл нижним универсальным зажимом.

Заметка: Удостоверьтесь, что регулировка высоты такова, что колбогрейка и лабораторный стенд под колбой.

5. Поместите блок экстракции Сокслета в колбу. Для этого протрите нижний шарнир устройства небольшим количеством смазки.
6. Поместите катушку-конденсатор на блок Сокслета. Смажьте нижний шарнир смазкой и закрепите с помощью соединительного зажима.
7. Также закрепите катушку-конденсатор, используя второй универсальный зажим.
8. Для подачи и возврата воды, присоедините трубку к двум концам катушки-конденсатора с помощью хомутов на каждом конце.
9. Соедините трубки так, чтобы вода попала в спиральную трубку и прошла через вертикальную трубку. Это создает противоточное охлаждение.
10. Установите лабораторный стенд под колбой и установите колбогрейку на стенд .

Подготовка эксперимента

1. Заполните колбу примерно наполовину этанолом и добавьте несколько кипящих камней.
2. Измельчите высушенные листья и поместите их в экстракционную втулку, чтобы она была наполовину заполнена ими. Немедленно закройте рукав стекловатой и поместите в экстрактор Сокслета.

Выполнение эксперимента

1. Включить водяное охлаждение.
2. Включите колбогрейку и поднимите лабораторный стенд, пока колба не будет полностью в колбогрейке..
3. Осторожно довести до кипения этанол.

Внимание: Этанол не должен кипеть слишком сильно!

4. Проводите экстракцию около 30 - 40 минут.
5. В случае выплескивания жидкости из экстракционного аппарата прератите эксперимент..
6. Опустите колбогрейку и дайте колбе охладиться.
7. Охлажденную экстракционную жидкость можно хранить в темноте в коричневой стеклянной бутылке для дальнейшего тестирования.

Замечания

Через некоторое время после нагрева, этанол начинает закипать и пары этанола медленно поднимаются в трубку Сокслета. В охладителе, эти пары конденсируются и капает в сосуд, наполненный листьями, где они впитываются. Повторно конденсируемый этиловый спирт приобретает зеленый цвет после контакта с листьями. После первоначального перекачивания жидкого раствора в рукаве экстракции становится еще более зеленые остатки этанола.

Этанол в колбе также имеет зеленоватый оттенок после первого сифонирования, который значительно усиливается после второго прохода.

Результаты

Из высушенных листьев вещества выделялось в виде экстракта, который придавал этанолу зеленый цвет. Это листовая краситель, такой как хлорофилл и каротиноиды.

Экстракт, полученный в этом эксперименте, может быть дополнительно использован для эксперимента С2.4.2.2.

Очистка и утилизация

Остатки растворителя не должны быть слиты в канализацию. Они должны быть утилизированы в специальные мусорные контейнеры определенные для отходов органических растворителей. Кроме того, добытое сырье, которое уже не нужно, должно быть утилизировано как отходы органических растворителей. Если экстракт используют для дальнейших опытов, она должна храниться в темноте, если это возможно в промаркированную коричневый стеклянная бутылка.