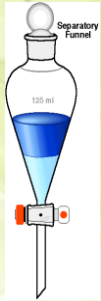


บทที่ 8

การสกัดด้วยสารละลาย



1

Extraction

1) Liquid/Liquid Extraction

ตัวทำละลายที่นิยมใช้ในการสกัดสารได้แก่ diethyl ether, dichloromethane, ethyl acetate และ 1-butanol

2) Solid/Liquid Extraction: Soxhlet extractor

3) Acid/Base Extraction: Chemically active

กรดเบนโซอิก ฟีนอล แอมฟทาไลน์และอะนิลีน

8/30/2016

2

Liquid/Liquid Extraction

1. การสกัดแบบแบทช์

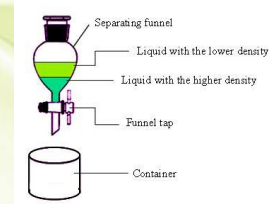
2. การสกัดแบบต่อเนื่อง (continuous extraction)

3. การสกัดแบบเคอร์เตอร์เคอร์เรนท์

3

1. การสกัดแบบแบทช์

อุปกรณ์ในการสกัด


http://science.sckcen.be/en/Services/LRM/Strontium_Iodine
http://glasswarechemical.com/wp-content/uploads/2009/11/separatory_funnel.gif

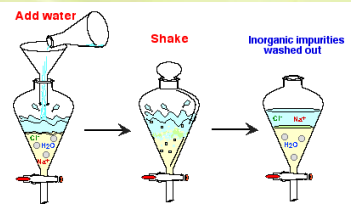
4

ขั้นตอนในการสกัด

ขั้นที่ 1 การเตรียมชุดสกัด



ขั้นที่ 2 การถ่ายเทสารลงในกรวยแยก



<http://orgchem.colorado.edu/Technique/Procedures/Extraction/Extraction.html>

<http://spot.pcc.edu/~gbackes/CH222/Labs222.W05/Exp.17.intermolecular%20Forces.htm>

http://www.chem.ualberta.ca/~orglabs/Interactive%20Tutorials/separation/Theory/theory5_10.htm

5

ขั้นตอนในการสกัด

ขั้นที่ 3 การเขย่า



ขั้นที่ 4 การแยกชั้นของสารละลาย

<http://orgchem.colorado.edu/Technique/Procedures/Extraction/Extraction.html>

6

EXTRACTION TUTORIAL



7

<https://www.youtube.com/watch?v=vcwfHdLlQU>

หลักการของการสกัดด้วยสารละลาย

$$K_d = \frac{[A]_{org}}{[A]_{aq}} \quad D = \frac{[C_{A_2}]}{[C_{A_1}]}$$

$[A]_{aq}$: ความเข้มข้นของสารละลาย **A** ในชั้นน้ำ

$[A]_{org}$: ความเข้มข้นของสารละลาย **A** ในชั้นสารอินทรีย์

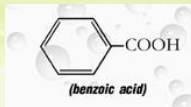
8

$$K_d = \frac{[A]_{org}}{[A]_{aq}} = D$$

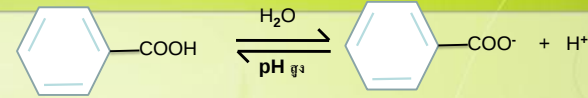
D : อัตราส่วนการกระจาย

ตัวอย่างที่ 1

การสกัดกรดเบนโซอิกในน้ำ โดยมีการควบคุม pH เพื่อป้องกันกรดแตกตัว ในการสกัด จะมีกรดเบนโซอิกอย่างเดียวในอีเทอร์



9



$$K_d = \frac{[A]_{org}}{[A]_{aq}} = D \quad \text{เมื่อค่า pH ต่ำ ๆ}$$

ถ้าค่า pH ไม่ต่ำ

$$K_d = \frac{[C_6H_5COOH]_{ether}}{[C_6H_5COOH]_{aq}} \dots\dots\dots(1)$$

$$D = \frac{[C_6H_5COOH]_{ether}}{[C_6H_5COOH]_{aq} + [C_6H_5COO^-]_{aq}} \dots\dots\dots(2)$$

10

$$K_a = \frac{[C_6H_5COO^-][H_3O^+]}{[C_6H_5COOH]} \dots\dots\dots(3)$$

$$\frac{K_a [C_6H_5COOH]}{[H_3O^+]} = [C_6H_5COO^-] \dots\dots\dots(4)$$

แทน สมการที่ 4 ในสมการที่ 2

$$D = \frac{[C_6H_5COOH]_{ether}}{[C_6H_5COOH]_{aq} \left(1 + \frac{K_a}{[H_3O^+]} \right)_{aq}} \dots\dots\dots(5)$$

$$D = \frac{K_d}{1 + \frac{K_a}{[H_3O^+]}} \dots\dots\dots(6)$$

11

ใส่ log :

$$\log D = \log K_d - \log K_a + \log [H_3O^+]$$

$$= \log K^* + \log [H_3O^+]$$

$$= \log K^* - pH$$

$$\therefore D \propto pH$$

12

ตัวอย่างที่ 2

กรดบิวทีริกจำนวน 4.00 โมล ละลายในน้ำ 500.00 มล. นำมาสกัดด้วยอีเทอร์ 500.0 มล. มีค่าสัมประสิทธิ์ของการกระจาย (K_d) เท่ากับ 3 ที่ 25 °C ถ้าทำการสกัด 2 แบบ คือ สกัดครั้งเดียวและสกัดสองครั้ง จะได้ปริมาณของกรด บิวทีริกกี่โมล

$$K_d = \frac{[HBu]_{ether}}{[HBu]_{aq}}$$

จำนวนโมลของกรดในน้ำเหลือ เท่ากับ x โมล

จำนวนโมลของกรดในอีเทอร์สกัดได้ เท่ากับ 4-x โมล

13

$$K_d = \frac{[HBu]_{ether}}{[HBu]_{aq}}$$

สกัดครั้งเดียว

$$3.0 = \frac{[4.0 - x/0.50]_{ether}}{[x/0.50]_{aq}}$$

$$X = \dots\dots\dots \text{โมล}$$

กรดบิวทีริกถูกสกัดไป เท่ากับ 4.0 - = โมล

14

สกัดครั้งที่ 1

$$3.0 = \frac{[4.0 - x_1/0.25]_{ether}}{[x_1/0.50]_{aq}} \quad x_1 = \dots\dots\dots \text{mole}$$

กรดบิวทีริกถูกสกัดไป เท่ากับ โมล

สกัดครั้งที่ 2

$$3.0 = \frac{[\dots\dots\dots - x_2/0.25]_{ether}}{[x_2/0.50]_{aq}} \quad x_2 = \dots\dots\dots \text{mole}$$

กรดบิวทีริกถูกสกัดไป เท่ากับโมล

15

สรุป

สกัดครั้งเดียว ได้กรดบิวทีริก โมล

สกัดสองครั้ง ได้กรดบิวทีริก โมล

ตัวอย่างที่ 3

ค่าสัมประสิทธิ์การกระจายของสาร X ระหว่างน้ำกับ CCl_4 เท่ากับ 9.00 จงคำนวณหาความเข้มข้นของ X ที่เหลืออยู่ในน้ำ หลังจากนำสารละลายมา 50.00 มล. เมื่อความเข้มข้นของ X เริ่มต้นเท่ากับ 1.00×10^{-3} M สกัดด้วย

ก. 50 มล. CCl_4 1 ครั้ง

ข. 25 มล. CCl_4 2 ครั้ง

ค. 5 มล. CCl_4 10 ครั้ง

16

ตัวอย่างที่ 4

สารละลายเอเดวียส 0.100 F ของกรดอ่อน HA จำนวน 100 มล. ถูกมาสกัดด้วยอีเทอร์ 25.0 มล. หลังจากสกัดแล้ว นำสารละลายชั้นเอเดวียสมา 25.0 มล. มาไทเทรตกับ 0.050 M NaOH ผลการทดลองใช้ไป 20.0 มล. จงหาอัตราส่วนของการกระจายของกรดอ่อน

ตัวอย่างที่ 5

สมมติว่าถ้าต้องการสกัดสารประกอบอินทรีย์ที่อยู่ในน้ำด้วยอีเทอร์ 100 มล. ท่านควรจะสกัดครั้งเดียวหรือสกัดสองครั้งจึงจะให้ผลการสกัดได้ดีกว่ากัน

17

ประสิทธิภาพของการสกัด: E

$$D = \frac{[C_A]_2}{[C_A]_1} \quad [C_A]_1 = \frac{W_1}{V_1}$$

$$[C_A]_2 = \frac{W_0 - W_1}{V_2}$$

V_1 : ปริมาตรน้ำ

V_2 : ปริมาตรสารอินทรีย์

W_1 : ปริมาณสารที่เหลืออยู่ในชั้นน้ำ สกัด 1 ครั้ง

W_0 : ปริมาณสารเริ่มต้นที่อยู่ในชั้นน้ำ

W_n : ปริมาณสารที่เหลืออยู่ในชั้นน้ำ เมื่อสกัด n ครั้ง

18

$$D = \frac{[C_A]_2}{[C_A]_1} = \frac{(W_0 - W_1)V_1}{W_1V_2}$$

$$DW_1V_2 = W_0V_1 - W_1V_1$$

$$DW_1V_2 + W_1V_1 = W_0V_1$$

$$W_1(DV_2 + V_1) = W_0V_1$$

8/30/2016

19

$$W_1(DV_2 + V_1) = W_0V_1$$

$$W_1 = \frac{W_0V_1}{(V_1 + DV_2)}$$

$$W_1 = W_0 \left[\frac{V_1}{(V_1 + DV_2)} \right]$$

8/30/2016

20

$$W_n = W_0 \left[\frac{V_1}{V_1 + DV_2} \right]^n$$

n: จำนวนครั้งที่สกัด

$$W_5 = W_0 \left[\frac{V_1}{V_1 + DV_2} \right]^5$$

$$W_{10} = W_0 \left[\frac{V_1}{V_1 + DV_2} \right]^{10}$$

21

$$E = \frac{DV_2}{V_1 + DV_2} = \frac{D}{\frac{V_1}{V_2} + D}$$

$$\%E = \frac{100 DV_2}{V_1 + DV_2} = \frac{100 D}{\frac{V_1}{V_2} + D}$$

ถ้า $V_1 = V_2$

$$\%E = \frac{100 D}{1 + D} \quad D = \frac{\%E}{100 - \%E} \quad \text{✱}$$

22

%E ในการสกัด n ครั้ง

$$\%E = 100 - 100 \left[\frac{V_1}{V_1 + DV_2} \right]^n$$

ตัวอย่างที่ 6

ตัวถูกละลาย 2.00 กรัม ละลายในน้ำ 50 มล. ถูกนำมาสกัดด้วยคลอโรฟอร์ม จงคำนวณหาปริมาณสารที่เหลืออยู่ในชั้นน้ำเมื่อสกัดครั้งเดียวด้วยคลอโรฟอร์ม 150 มล. และเมื่อสกัดด้วยคลอโรฟอร์ม 3 ครั้ง ๆ ละ 50 มล. การสกัดมีค่าอัตราส่วนการกระจายเท่ากับ 3.00

23

ตัวอย่างที่ 7

ต้องทำการสกัดสารหนัก 35.00 กรัมกี่ครั้ง ด้วยสารละลายเมธานอลซึ่งสกัดครั้งละ 50.00 มล. เพื่อให้สารเหลืออยู่ในชั้นน้ำ 500.00 มล.เท่ากับ 0.10 กรัม เมื่อค่าอัตราส่วนการกระจายเท่ากับ 3

ตัวอย่างที่ 8

จากการสกัดสารในตะไคร้หอม 500 กรัม ในน้ำ 250.00 มล. ทำการสกัดเอธานอล 5 ครั้งโดยใช้ปริมาตรทั้งหมด 500.00 มล. ซึ่งสามารถสกัดได้ 0.20 โมล จงหาค่าสัมประสิทธิ์การกระจาย และเปอร์เซ็นต์ประสิทธิภาพในการสกัด

24

2. การสกัดแบบต่อเนื่อง

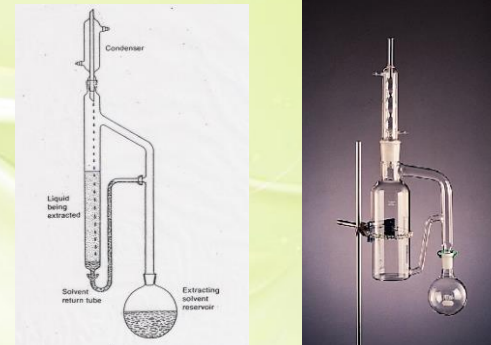


<http://www.aceglass.com/html/detail/6846-08.php>

25

<http://www.kimble-chase.com/advancedwebpage.aspx?CategoryText1=Extraction&CategoryText2=Continuous%20Liquid/Liquid%20Extraction>

2. การสกัดแบบต่อเนื่อง



<http://www.krackeler.com/catalog/product/3670/Pyrex-Continuous-One-Piece-Heavier-Than-Water-Liquid-Liquid-Extractor-System-Complete>

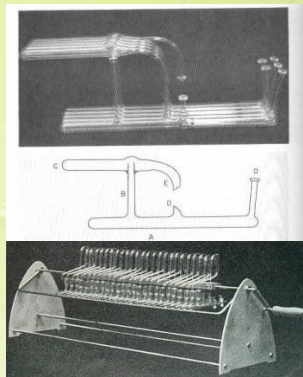
26

3. การสกัดแบบ Countercurrent

START OF CYCLE



Craig



27

http://people.nit.edu/prsch/scha312ext_a.html

http://www.theliquidphase.org/index.php?title=History_of_CCC

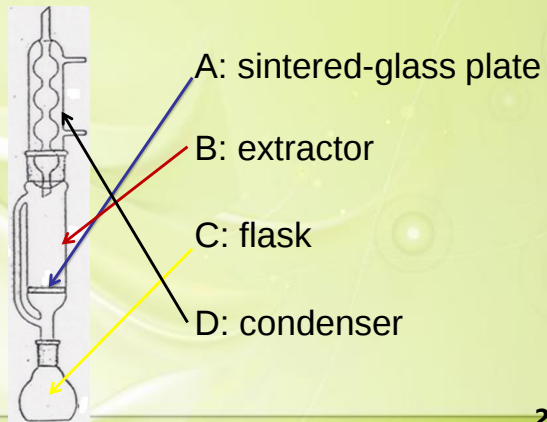
Solid/Liquid Extraction

1. Continuous Infusion
2. Discontinuous Infusion
3. Soxhlet extraction

8/30/2016

28

การสกัดแบบ Continuous Infusion



29

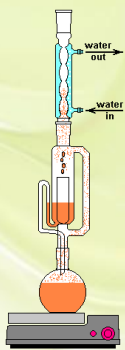
การสกัดแบบ discontinuous Infusion

การสกัดแบบชอกเลต



30

Soxhlet extractor

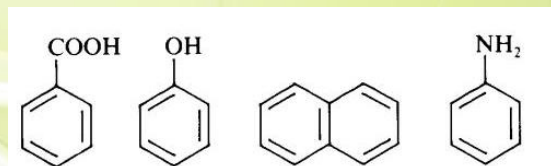


<https://www.youtube.com/watch?v=Q1DCukK1eUg>

http://en.wikipedia.org/wiki/Soxhlet_extractor

31

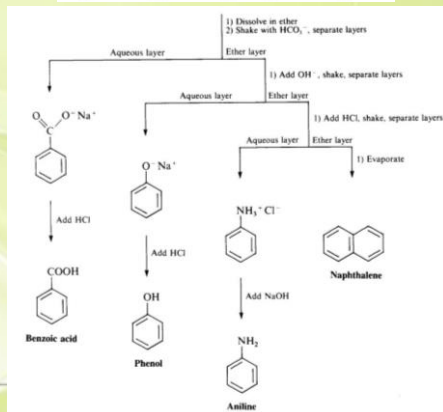
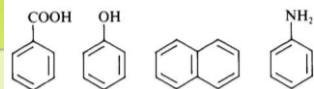
Acid/Base Extraction



กรดเบนโซอิก ฟีนอล แนพทาเลนและอะนิลีน

8/30/2016

32



8/30/2016

33

Microwave assisted extraction; MAE



8/30/2016

Source: <http://www.hellotrade.com/milestone-incorporated/product.html>

34



35

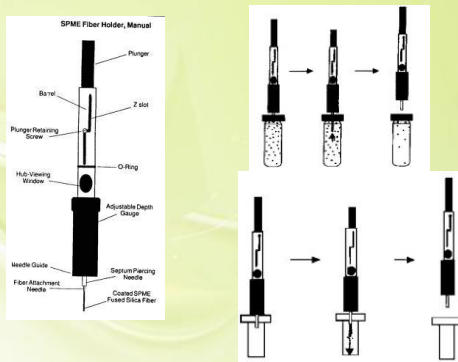
Solid phase extraction; SPE



36

http://en.wikipedia.org/wiki/Solid_phase_extraction

Solid phase microextraction; SPME



http://www.sec.psu.ac.th/web-board/?pid=view_replies&thread_id=788&forum_id=7

<http://www.sigmaaldrich.com/video/analytical/bio-spme.html>

37

Headspace extraction technique

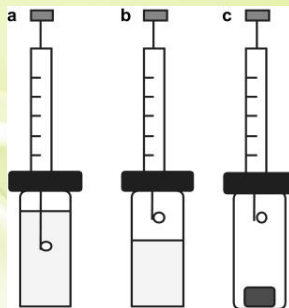


<http://linjah.exteen.com/20080829/headspace-1>

<http://www.gerstel.com/en/dhs-scheme.htm>

38

Single drop microextraction; SDME



39

Polymer Degradation and Stability Volume 95, Issue 3, March 2010, Pages 270–273

Determination of Dithiocarbamate Fungicide in Sweet pepper by GC-MS with Microwave Extraction

Miss Supira Jaiha
Code 5504103339

Advisor of the project
Asst.Prof.Dr. Sirirat Phaisansuthichol

L/O/G/O

8/30/2016

copyright www.brainybetty.com
2006 All Rights Reserved

40

Experiment

Conditions of GC-MS system :

parameter	condition
Injection type	Splitless
Column	HP 5 MS
Temperature gradient	50 °C ; 2.2 min 35 °C / min ; to 270 °C ; 2 min
Ion source temperature	230 °C
Detector temperature	150 °C
Carrier gas	He ; constant flow 1.0 ml/min
Injection volume	1 µL
Detection	Selective Ion Monitoring; target ion 76 m/z

9

41

Surface wipe sample preparation techniques

Sample 20 g

Shake

DTC Solution

42

Shake

Sample Extract

43

Sample Extract

Add DI ,
Isooctane
and SnCl_2

MW 200 w for 5 min
(stirring rate 300 RPM, condenser 16°C)

44

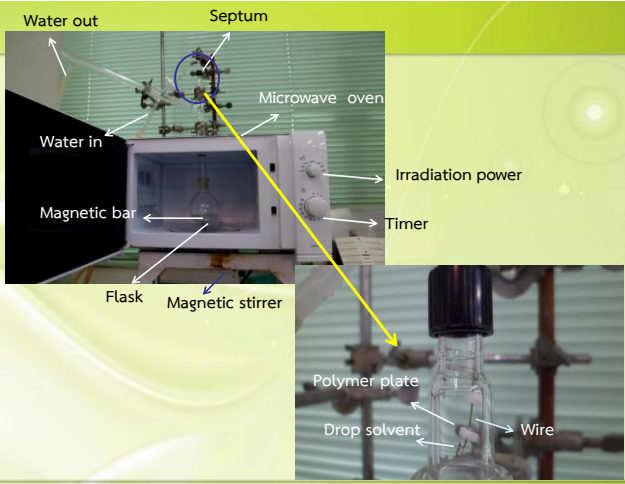


Cool water 9-10 °C for 5 min

Analyses by GC-MS

8/30/2016 copyright www.brainybetty.com 2006 All Rights Reserved

45



Water out

Septum

Microwave oven

Water in

Irradiation power

Timer

Magnetic bar

Flask

Magnetic stirrer

Polymer plate

Drop solvent

Wire

46



Determination of pesticide residue in orange juice
by liquid chromatography-mass spectrometer with dispersive
liquid-liquid microextraction (DLLME) method

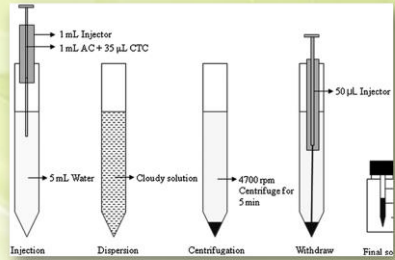
Miss Premkamol Pangchat
code 5504103320

Advisor of the project
Asst.Prof.Dr. Sirirat Phaisansuthichol

8/30/2016 copyright www.brainybetty.com 2006 All Rights Reserved

47

Dispersive liquid-liquid microextraction (DLLME)
method



Injection

Dispersion

Centrifugation

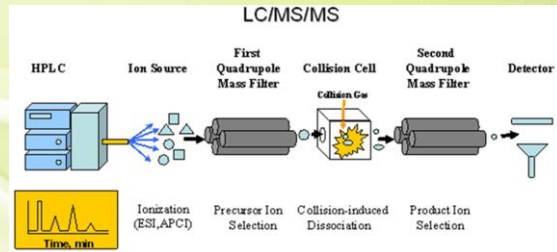
Withdraw

Final so

8/30/2016 copyright www.brainybetty.com 2006 All Rights Reserved

48

liquid chromatography-mass spectrometer (LC-MS/MS)



ที่มา : <http://what-when-how.com/proteomics/quadrupole-mass-analyzers-theoretical-and-practical-considerations-proteomics/>

8/30/2016

copyright www.brainybetty.com
2006 All Rights Reserved

49

Table 2 Condition of LC-MS/MS

Parameter	Condition
Mobile phase	A : water/methanol (90 :10) +5 ammonium formate B : water/methanol (10:90) +5 ammonium formate
Column	Phenomenex analytical column, Synergi 2.5 μ m Fusion 100 Å, 50x2 mm
Column temperature	35 °C
Flow rate	0.4 mL/min
Run time	14 min
Injection volume	5 μ L

8/30/2016

copyright www.brainybetty.com
2006 All Rights Reserved

50

	Total time (min)	Flow rate (μ L/min)	A%	B%
Gradient elution	0	400	100	0
	2	400	65	35
	8.5	400	0	100
	10.5	400	0	100
	11	400	100	0
	14	400	100	0

8/30/2016

copyright www.brainybetty.com
2006 All Rights Reserved

51

แบบฝึกหัด

- จงคำนวณหาปริมาณของเกลือ (III) ที่เหลืออยู่ เมื่อทำการสกัดด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก จำนวน 100 มล. ที่มีเกลือ (III) อยู่ 200 มิลลิกรัมด้วยอัตรา 3 ครั้ง ๆ ละ 25.0 มล. ค่าอัตราการกระจายเท่ากับ 150 และเปอร์เซ็นต์การสกัด
- จากสภาวะที่ทำให้ค่าอัตราการกระจายเท่ากับ 20 และประสิทธิภาพในการสกัดเป็น 99% จงหาว่าต้องใช้ปริมาตรของตัวทำละลายอินทรีย์เท่าไร เพื่อสกัดสารในชั้นน้ำ 100 มล.
- ในการสกัดใช้ตัวทำละลาย 2 ชนิดเท่ากัน ให้คำนวณหาค่าอัตราการกระจาย เมื่อประสิทธิภาพในการสกัดเป็น 95%

52

แบบฝึกหัด

4. ค่าอัตราการกระจายของสาร A จากน้ำไปชั้นอีเทอร์ เท่ากับ 10.0 ถ้าตัวทำละลายน้ำ 100.00 มล. มีสาร A อยู่ 1.0 กรัม ถูกเขย่าด้วย 100 มล.ของอีเทอร์ สาร A จะถูกสกัดไปในชั้นอีเทอร์กี่เปอร์เซ็นต์ และถ้าสกัด 2 ครั้งจะมี สาร A จะถูกสกัดไปในชั้นอีเทอร์กี่เปอร์เซ็นต์