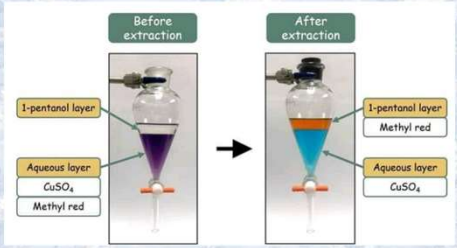
บทที่ 8

การสกัดด้วยสารละลาย



1

Extraction

1) Acid/Base Extraction: Chemically active

2) Liquid/Liquid Extraction

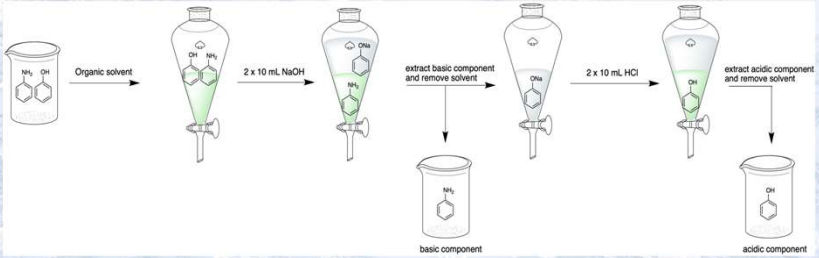
3) Solid/Liquid Extraction: Soxhlet extractor

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

2

2

1) Acid/Base Extraction:



https://en.wikipedia.org/wiki/Acid%E2%80%93base_extraction

3

3

Liquid/Liquid Extraction

1. การสกัดแบบแบทช์ (Batch extraction)

2. การสกัดแบบต่อเนื่อง (Continuous extraction)

3. การสกัดแบบเคาร์เตอร์เคอร์เรนท์

4

4

1. การสกัดแบบแบทช

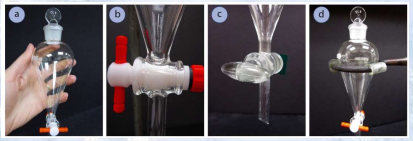


Fig. 14.1 Separatory funnels.

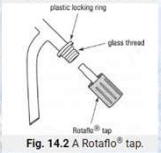


Fig. 14.2 A Rotaflo® tap.

https://microfluidics-innovation-center.com/reviews/liquid-phase-extraction/

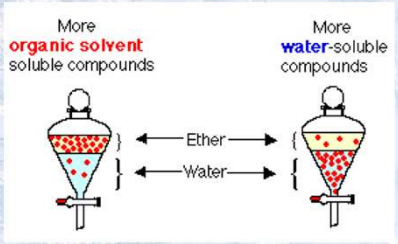
https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Organic_Chemistry/Book%3A_Organic_Chemistry_Lab_Techniques_(Nichols)/4%3A_Extraction/4.5%3A_Step-by-Step_Procedures_For_Extractions

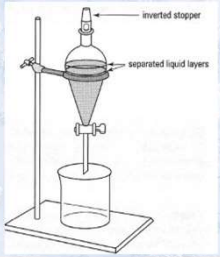
https://biocyclopedia.com/index/chem_lab_methods/liquidliquid_extraction.php

5

5

ขั้นตอนในการสกัด





https://www.slideshare.net/slideshow/liquid-liquid-extraction-sy-2014/144598101#26

6

6

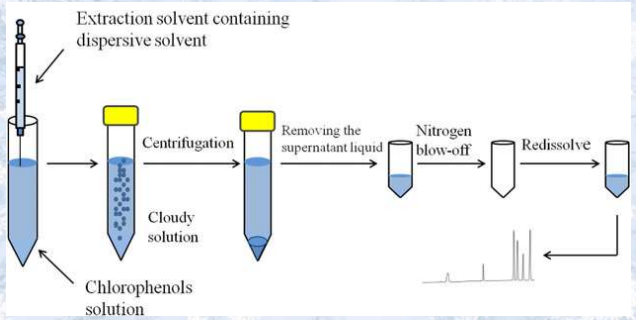
ขั้นตอนในการสกัด

https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Organic_Chemistry/Book%3A_Organic_Chemistry_Lab_Techniques_(Nichols)/4%3A_Extraction/4.5%3A_Step-by-Step_Procedures_For_Extractions

7

7

liquid-liquid microextraction method



https://analyticalsciencejournals.onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/elps.201800205

8

8

หลักการของการสกัดด้วยสารละลาย

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

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

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

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

D : อัตราส่วนการกระจาย

9

9

ตัวอย่างที่ 1

นักเรียนคนหนึ่งต้องการสกัดสาร A จากน้ำ (aqueous phase) โดยใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ B ซึ่งไม่ผสมกับน้ำ เช่น ไดคลอโรมีเทน (DCM)ปริมาตรของสารละลายเริ่มต้นในน้ำ = 100 mLความเข้มข้นเริ่มต้นของสาร A ในน้ำ = 0.10 mol/Lปริมาตรของ DCM ที่ใช้สกัด = 50 mL สาร A มีค่า partition coefficient (K) ระหว่าง DCM และน้ำ เท่ากับ 4.0

(1) หลังจากสกัดครั้งเดียว จะมีสาร A เหลืออยู่ในน้ำกี่โมล
(2) ถ้าสกัดใหม่อีกครั้งด้วย DCM ปริมาตร 50 mL เท่าเดิม จะเหลือสาร A ในน้ำกี่โมลหลังการสกัดรอบที่ 2

10

10

ตัวอย่างที่ 2

นักเรียนต้องการสกัดสาร X ออกจากน้ำปริมาตร 200 mL โดยใช้เอทิลอะซีเตต (ethyl acetate) 100 mL โดยที่ K = 3.0 ความเข้มข้นเริ่มต้นของสาร X ในน้ำ: 0.20 mol/L จะมีสาร X เหลืออยู่ในน้ำเท่าไร (mol) หลังการสกัดเพียงครั้งเดียว

ตัวอย่างที่ 3

สาร Y มีค่า partition coefficient (K) ระหว่างคลอโรฟอร์ม ($CHCl_3$) กับน้ำเท่ากับ 2.5 ต้องการสกัดสาร Y ปริมาณเริ่มต้น 0.015 mol ที่ละลายอยู่ในน้ำ 100 mL ถ้าใช้คลอโรฟอร์ม 50 mL สกัด 2 ครั้ง (แบ่งเป็น 25 mL ต่อครั้ง) จะมีสาร Y เหลือในน้ำหลังจากสกัดทั้งสองครั้งเท่าไร

16

11

ตัวอย่างที่ 4

ต้องการแยกสาร A จากสารละลายที่มีปริมาตร 150 mL (น้ำ) โดยใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ที่ไม่ผสมกับน้ำ K = 5.0 และใช้ปริมาตรตัวทำละลาย 50 mL ความเข้มข้นของ A เริ่มต้นในน้ำ = 0.05 mol/L ถ้าสกัดเพียงครั้งเดียว จะสามารถนำสาร A ออกไปได้กี่โมล?

ตัวอย่างที่ 5

มีการสกัดวิตามินชนิดหนึ่งจากสารละลายน้ำ 100 mL โดยใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ 100 mL วิตามินนี้มีค่า K = 0.5 (หมายความว่ามันละลายดีในน้ำมากกว่าตัวทำละลาย) จะเหลือวิตามินกี่ % ในน้ำหลังการสกัดครั้งเดียว ถ้าเริ่มจากวิตามิน 0.010 mol?

12

12

ตัวอย่างที่ 6

สาร B มี K = 10 เมื่อสกัดระหว่างตัวทำละลายอินทรีย์กับน้ำ
หากใช้ปริมาตรน้ำ 100 mL และสกัดด้วยตัวทำละลายอินทรีย์ 50 mL
ต้องสกัด **กี่ครั้ง** (ใช้ตัวทำละลาย 50 mL ต่อครั้ง)
จึงจะเหลือสาร B ในน้ำ **น้อยกว่า 1%** จากปริมาณเริ่มต้น

13

13

ประสิทธิภาพของการสกัด: E

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

$$[C_A]_1 = \frac{W_1}{V_1} \qquad [C_A]_2 = \frac{W_0 - W_1}{V_2}$$

V_1 :ปริมาตรน้ำ

V_2 :ปริมาตรสารอินทรีย์

W_1 :ปริมาณสารที่เหลืออยู่ในชั้นน้ำ สกัด 1 ครั้ง

W_0 :ปริมาณสารเริ่มต้นที่อยู่ในชั้นน้ำ

W_n :ปริมาณสารที่เหลืออยู่ในชั้นน้ำ เมื่อสกัด n ครั้ง

14

14

$$D = \frac{[C_A]_2}{[C_A]_1} = \frac{(W_0 - W_1)V_1}{W_1 V_2}$$

$$DW_1V_2 = W_0V_1 - W_1V_1$$

$$DW_1V_2 + W_1V_1 = W_0V_1$$

$$W_1(DV_2 + V)_1 = W_0V_1$$

15

15

$$W_1(DV_2 + V)_1 = W_0V_1$$

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

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

16

16

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

n: จำนวนครั้งที่สกัด

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

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

17

17

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

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

ถ้า $V_1 = V_2$

$$\%E = \frac{100D}{1 + D} \qquad D = \frac{\%E}{100 - \%E}$$

18

18

%E ในการสกัด n ครั้ง

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

ตัวอย่างที่ 7

ถ้าต้องการสกัดสาร X ออกจากน้ำ 100 mL ด้วยตัวทำละลายอินทรีย์ 50 mL ที่มีค่า K = 2.0 ระหว่างตัวทำละลายอินทรีย์กับน้ำ สาร X จะถูกสกัดออกได้กี่เปอร์เซ็นต์

19

19

ตัวอย่างที่ 8

มีการสกัดสาร A ที่ละลายอยู่ในน้ำ 100 mL โดยใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ 30 mL สกัด 2 ครั้ง (แบ่งเป็นครั้งละ 30 mL) โดยสาร A มีค่า K = 4.0 จะสามารถสกัดสาร A ออกไปได้ทั้งหมดกี่เปอร์เซ็นต์หลังจาก 2 ครั้ง

ตัวอย่างที่ 9

สาร B มีค่า K = 5.0
ต้องการสกัดจากน้ำ 200 mL โดยมีตัวเลือก 2 วิธี:
- **วิธีที่ 1:** สกัดครั้งเดียวด้วยตัวทำละลายอินทรีย์ 100 mL
- **วิธีที่ 2:** สกัด 2 ครั้ง ครั้งละ 50 mL

วิธีใดสามารถสกัดสาร B ได้มากกว่ากัน และแต่ละวิธีได้กี่เปอร์เซ็นต์

20

20

2.การสกัดแบบต่อเนื่อง

i) Extracting solvent lighter than the sample solution

ii) Extracting solvent heavier than the sample solution

Dr. Archana Naik, Saraswathi Vidya Bhavan's College of Pharmacy

https://www.slideshare.net/slideshow/liquid-liquid-extraction-sy-2014/144598101#26

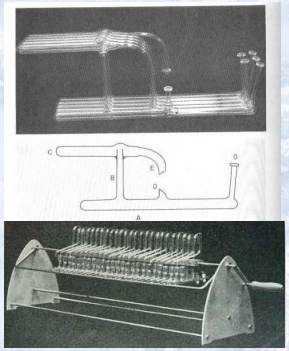
21

21

3.การสกัดแบบ Countercurrent

START OF CYCLE

Craig



http://people.rit.edu/lprsch/scha312ext_a.html

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

22

22

Solid/Liquid Extraction

1. Continuous Infusion
2. Discontinuous Infusion

   or Soxhlet extraction

23

23

การสกัดแบบ Continuous Infusion

A: sintered-glass plate

B: extractor

C: flask

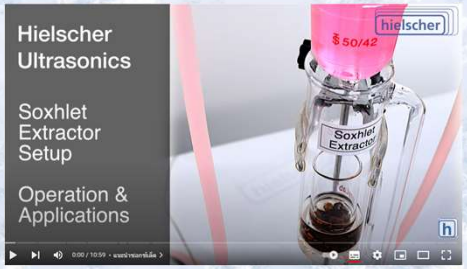
D: condenser

24

24

การสกัดแบบ discontinuous Infusion

Soxhlet extractor



https://www.hielscher.com/soxhlet-extraction-setup-and-function.htm

https://youtu.be/fzHkaygtOWw

25

25

Solid phase extraction; SPE

https://www.youtube.com/watch?v=sKLmlqUOUsE

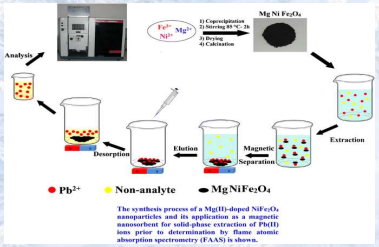
https://www.youtube.com/watch?v=VBhfCiB-kPU

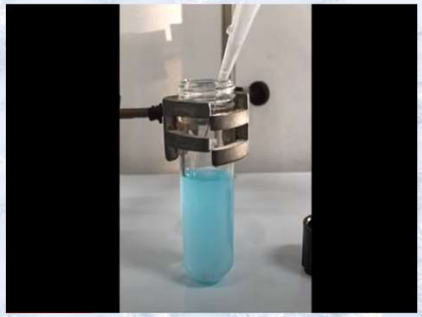
26

26

27

Magnetic-assisted dispersive micro-solid-phase extraction





https://bestgoriov.best/product_details/45160316.html

https://www.youtube.com/watch?v=6WICfZrAJVI

28

28

การวิเคราะห์ปริมาณฟีนอลิกรวมและคุณสมบัติการต้านอนุมูลอิสระ
ของสารสกัดใบกระท่อมด้วยเทคนิคสเปกโตรโฟโตเมตริก
The Spectrotomertric Analysis of Total Phenolic Content
and Antioxidant Properties of *Mitragyna Speciosa* Korth.
(KRATOM)

นางสาว ไอริณ สุวรรณรักษ์
รหัสนักศึกษา 6304103326 สาขาวิชาเคมี

Copyright www.pharmacy.mju.ac.th 2006 All rights reserved

29

29

Experimental

Plant Materials

30

30

Determination of pesticide residues in fruits and vegetables by LC-MS/MS with QuEChERS extraction

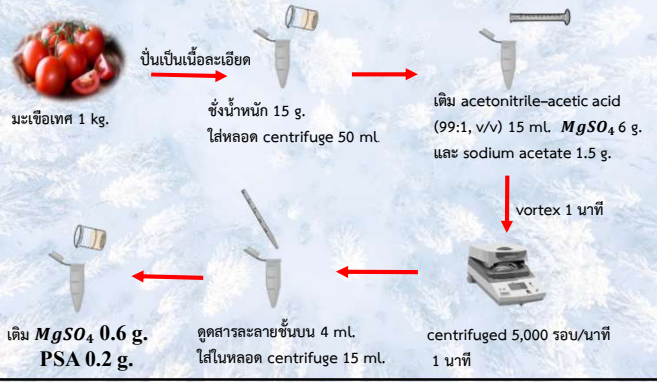
Miss Sureewan Saengsrichan Code.6004103344

31

31

EXPERIMENTAL 20

- Sample preparation



32

32

Application of PSA and ZrO_2-based sorbents for SPE clean-up of QuEChERS for determination of pesticide residue in cabbage by GC

Present By Miss.Kornkarn Radchakornpan
Student code 6104103303

Advisor of the project
Asst. Prof. Dr.Sirirat Phaisansuthichol
Mr.Naruephon Watthanaphap

Copyright www.themegallery.com 2006 All Rights Reserved

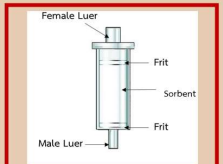
33

33

Experiments

Clean-up

ดูดสารละลายส่วนใส 6.00 ml ลงใน dispersive SPE



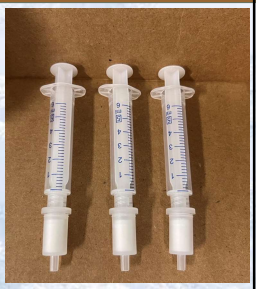
Reversible SPE Tube

34

34

Experiments

ใส่ sorbents



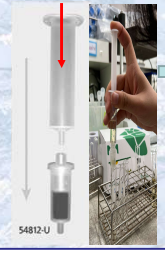
SPE Cartridges ประกอบเข้ากับ Syringe

35

35

Experiments

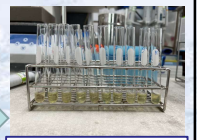
Clean-up



ดูดสารละลายใส 6 มิลลิลิตร กรองผ่าน Reversible SPE Tube ที่มีการพัฒนาขึ้น

ดูดสารละลายส่วนใส 4 มิลลิลิตร ใส่ลงใน tube

นำไประเหยด้วย Nitrogen ที่อุณหภูมิ 50 °C จนแห้ง



เติม 1 มิลลิลิตร ของสารละลายผสม 5 ppm TPP ISTD: Acetone

เขย่า/vortex mixer 1 นาที แล้วดูดใส่ลงในขวด vial

36

36