

บทที่ 5 การสกัด

5.1 ความหมาย

การสกัดเป็นการแยกเอาสารที่ต้องการออกจากของผสมโดยการใช้ของเหลวเป็นตัวสกัด

ของผสมที่นำมาสกัดอาจเป็นของแข็งหรือของเหลวก็ได้ ตัวอย่างของผสมที่เป็นของเหลวคือสารละลายขั้นสุดท้ายของการสังเคราะห์สารอินทรีย์ซึ่งประกอบด้วยสารผลิตภัณฑ์ ตัวทำละลาย (มักจะเป็นน้ำ) สารตั้งต้นที่เหลือจากปฏิกิริยาและสารผลิตภัณฑ์พลอยได้ (byproduct) อื่น ๆ เมื่อใส่ตัวทำละลายสกัดที่ไม่ผสมเป็นเนื้อเดียวกับตัวทำละลายในสารละลายข้างต้นแล้ว เขย่า จะทำให้สารผลิตภัณฑ์เท่านั้นที่ละลายได้ในตัวทำละลายสกัด เมื่อแยกเอาชั้นของตัวทำละลายสกัดออกและระเหยตัวทำละลายสกัดออกไปหมดแล้ว สิ่งที่เหลืออยู่ก็คือสารผลิตภัณฑ์ที่ต้องการ ตัวอย่างของผสมที่เป็นของแข็ง เช่น ดอกไม้ ใบไม้ เปลือกไม้ และลำต้นของพืชชนิดต่าง ๆ เป็นต้น ซึ่งจะมีน้ำมันหอมหรือสารธรรมชาติที่จะสกัดออกมาได้ การต้มกาแฟในหม้อกาแฟก็เป็นการสกัดของแข็งอย่างหนึ่งที่พบเห็นในชีวิตประจำวัน

5.2 ชนิดของการสกัด

การเลือกใช้วิธีสกัดขึ้นอยู่กับสมบัติและสถานะของสารที่ต้องการสกัด การสกัดมีหลายวิธีดังต่อไปนี้

1. การสกัดด้วยตัวทำละลาย (liquid-liquid extraction)
2. การสกัดด้วยกรดหรือเบส (acid-base extraction)
3. การสกัดต่อเนื่อง (continuous extraction)

5.2.1 การสกัดด้วยตัวทำละลาย การสกัดด้วยตัวทำละลายเป็นวิธีสกัดที่ใช้กันมากใน

การแยกเอาสารที่ต้องการออกจากของผสมโดยเลือกใช้ตัวทำละลายที่เหมาะสมเป็นตัวสกัด โดยทั่วไปแล้วสารที่ต้องการสกัดจะเป็นสารอินทรีย์ที่ละลายอยู่ในน้ำ แล้วใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ที่ไม่ละลายเป็นเนื้อเดียวกับน้ำเป็นตัวสกัด

5.2.1.1 ทฤษฎีของการสกัดด้วยตัวทำละลาย ถ้ามีสาร X ที่ต้องการสกัดละลายอยู่ในชั้นของตัวทำละลายสองชนิดที่ไม่ละลายเป็นเนื้อเดียวกัน จากทฤษฎีการกระจาย (Distribution Law) พบว่า อัตราส่วนของความเข้มข้นของสารชนิดเดียวกันในชั้นของตัวทำละลายทั้งสองจะมีค่าคงที่สำหรับแต่ละอุณหภูมิ ดังสมการ 5.1

$$K = \frac{\text{ความเข้มข้นของ X ในชั้นของตัวทำละลายอินทรีย์ (กรัม/มล.)}}{\text{ความเข้มข้นของ X ในชั้นน้ำ (กรัม/มล.)}} \quad (5.1)$$

ค่า K เรียกว่า สัมประสิทธิ์การกระจาย (distribution coefficient) ของ X ในตัวทำละลายทั้งสองนั้น

ตัวอย่างเช่น สัมประสิทธิ์การกระจายของกรด 2-เมทิลโพรพาโนอิก (2-methyl propanoic acid) ในชั้นอีเทอร์และชั้นน้ำมีค่าเท่ากับ 3 ที่อุณหภูมิ 25 °ซ ถ้ามีกรดนี้ 4 กรัมในน้ำ 100 มล. แล้วสกัดด้วยอีเทอร์ 100 มล. ที่อุณหภูมิ 25 °ซ จะคำนวณปริมาณของกรดนี้ที่สกัดออกจากชั้นน้ำได้โดยเริ่มการคำนวณดังสมการ 5.2

$$K = 3 = \frac{\text{น้ำหนักของกรดในชั้นอีเทอร์}/100 \text{ มล.}}{\text{น้ำหนักของกรดในชั้นน้ำ}/100 \text{ มล.}} \quad (5.2)$$

เนื่องจากน้ำหนักทั้งหมดของกรด = 4 กรัม

$$\therefore \text{น้ำหนักของกรดในชั้นน้ำ} = 4 - \text{น้ำหนักของกรดในชั้นอีเทอร์} \quad (5.3)$$

เมื่อแทนค่าสมการ 5.3 ลงในสมการ 5.2 จะได้ว่า

$$3 = \frac{\text{น้ำหนักของกรดในชั้นอีเทอร์}/100 \text{ มล.}}{(4 - \text{น้ำหนักของกรดในชั้นอีเทอร์})/100 \text{ มล.}} \quad (5.4)$$

จากสมการ 5.4 จะคำนวณหาน้ำหนักของกรดในอีเทอร์ได้เท่ากับ 3 กรัม ดังนั้น น้ำหนักของกรดในชั้นน้ำจะเท่ากับ 1 กรัม แสดงว่าเราสามารถสกัดกรดดังกล่าวจำนวน 3 กรัม (75%) ออกจากชั้นน้ำได้โดยการสกัดเพียงครั้งเดียว

ถ้าหากเราสกัดกรดดังกล่าวด้วยอีเทอร์จำนวนเท่ากันคือ 100 มล. แต่แบ่งการสกัดเป็นสองครั้ง ๆ ละ 50 มล. ดังนั้นในการสกัดครั้งแรกด้วยอีเทอร์จำนวน 50 มล. จะคำนวณหาน้ำหนักของกรดที่สกัดได้ ดังสมการ 5.5

$$3 = \frac{\text{น้ำหนักของกรดในอีเทอร์}/50 \text{ มล.}}{(4 - \text{น้ำหนักของกรดในอีเทอร์})/100 \text{ มล.}} \quad (5.5)$$

จากสมการ 5.5 จะหาค่าน้ำหนักของกรดในตัวสกัดอีเทอร์ได้เท่ากับ 2.4 กรัม ดังนั้นจะมีกรดเหลือในชั้นน้ำเท่ากับ 1.6 กรัม ซึ่งจะสกัดต่อไปด้วยอีเทอร์อีก 50 มล. ดังสมการ 5.6

$$3 = \frac{\text{น้ำหนักของกรดในอีเทอร์}/50 \text{ มล.}}{(1.6 - \text{น้ำหนักของกรดในอีเทอร์})/100 \text{ มล.}} \quad (5.6)$$

จากสมการ 5.6 จะคำนวณหาน้ำหนักของกรดในชั้นอีเทอร์ได้เท่ากับ 0.96 กรัม และมีกรดเหลืออยู่ในชั้นน้ำเท่ากับ 0.64 กรัม ดังนั้นน้ำหนักทั้งหมดของกรดที่สกัดด้วยอีเทอร์เท่ากับ 2.4+0.96 กรัม หรือเท่ากับ 3.36 กรัม ซึ่งคิดเป็นน้ำหนักร้อยละได้เท่ากับ 84% ของกรดทั้งหมด ฉะนั้นปริมาณของตัวทำละลายที่เป็นตัวสกัดที่เท่ากัน ถ้าแบ่งการสกัดเป็นหลาย ๆ ครั้ง จะสกัดสารได้มากขึ้น โดยทั่วไปแล้วปริมาตรของตัวทำละลายสกัดที่ใส่ในกรวยแยกจะใช้ประมาณหนึ่งในสามของปริมาตรของสารละลายที่ต้องการสกัด

ถ้าสัมประสิทธิ์การกระจายมีค่าน้อยกว่า 5 ควรใช้ตัวทำละลายสกัดในปริมาณมากขึ้นจึงจะสกัดได้อย่างมีประสิทธิภาพ ถ้าสัมประสิทธิ์การกระจายมีน้อยกว่าหรือเท่ากับ 1 การสกัดโดยเขย่าในกรวยแยกมักจะได้ไม่ผล ควรใช้วิธีสกัดต่อเนื่อง (หัวข้อ 5.2.3) แทน

5.2.1.2 คุณสมบัติของตัวทำละลายที่เป็นตัวสกัด ตัวทำละลายที่ใช้เป็นตัวสกัดควรมีคุณสมบัติดังต่อไปนี้

1. จะต้องไม่ละลายเป็นเนื้อเดียวกันกับสารละลายที่ถูกสกัด
2. ให้สัมประสิทธิ์การกระจายของสารที่ต้องการมีค่าสูง และให้สัมประสิทธิ์การ

กระจายของสารที่ไม่ต้องการมีค่าต่ำ

3. ต้องไม่ทำปฏิกิริยากับสารที่ต้องการสกัดหรือสารอื่น ๆ ในสารละลายนั้นหรือแม้กระทั่งตัวทำละลายที่จะถูกสกัด

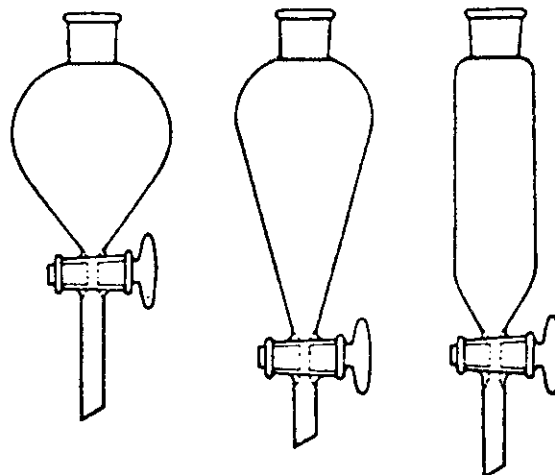
4. ควรมีจุดเดือดต่ำเพื่อสะดวกที่จะกำจัดได้ง่ายภายหลังสกัด

5. ควรเป็นสารที่ไม่มีอันตรายและมีราคาถูก

ตัวทำละลายซึ่งเป็นตัวสกัดที่มีคุณสมบัติดังกล่าวข้างต้น คือ อีเทอร์ ปีโตรเลียมอีเทอร์ (พวกอัลเคนที่มีน้ำหนักโมเลกุลน้อย ๆ) แอซีโตน โทลูอิน แอลกอฮอล์ เอทิลแอซีเตต และน้ำ

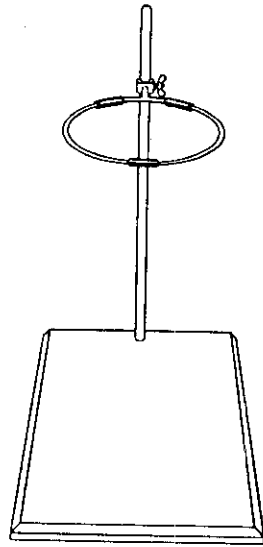
เนื่องจากอีเทอร์เป็นตัวทำละลายที่ดีของสารอินทรีย์ส่วนมากและมีจุดเดือดต่ำด้วย จึงนิยมใช้เป็นตัวสกัด แต่ต้องระวังเพราะอีเทอร์เป็นสารไวไฟมาก จึงไม่ควรใช้อีเทอร์ในบริเวณที่มีเปลวไฟเป็นอันขาด

5.2.1.3 เครื่องมือสำหรับสกัด เครื่องมือที่ใช้ในการสกัดคือกรวยแยก (separatory funnel) กรวยแยกมีหลายแบบซึ่งต่างกันตรงส่วนที่บรรจุของเหลว คือมีตั้งแต่แบบทรงกลมจนกระทั่งยาวรีออกไป ดังภาพ 5.1 กรวยแยกยิ่งยาวรีมากเท่าใด เวลาที่สารละลายจะแยกเป็นสองชั้นก็มากขึ้นเท่านั้น ในกรณีที่ตัวทำละลายทั้งสองชนิดในกรวยแยกมีความหนาแน่นพอ ๆ กัน กรวยแยกแบบกลมจะมีประสิทธิภาพดีกว่า เพราะใช้เวลาน้อยกว่าในการรอให้สารละลายแยกเป็นสองชั้น



ภาพ 5.1 กรวยแยกแบบต่าง ๆ

เมื่อต้องการใส่สารละลายลงในกรวยแยกหรือต้องการถ่ายสารละลายออกจากก๊อกปิดเปิด ควรตั้งกรวยแยกในห่วงเหล็ก (iron ring) ซึ่งยึดอยู่กับฐานตั้งเสียก่อน ห่วงเหล็กที่ใช้อาจหุ้มด้วยสายยางเพื่อป้องกันกรวยแยกถูกกระแทก วิธีทำก็คือ ตัดสายยางเป็นท่อนสั้น ๆ ยาวประมาณ $1 - \frac{1}{2}$ นิ้ว จำนวน 3 ท่อน ฝาสายยางแต่ละท่อนออกด้านหนึ่ง แล้วนำไปสวมกับห่วงเหล็ก ดังภาพ 5.2



ภาพ 5.2 ห่วงเหล็กมีสายยางหุ้มและยึดอยู่กับฐานตั้ง

ของเหลวที่บรรจุในกรวยแยกควรมีปริมาณไม่เกินสามในสี่ของความสูงของกรวยแยก ก่อนที่จะใช้กรวยแยกควรล้างกรวยแยกให้สะอาดเสียก่อน แล้วทาไขมันบาง ๆ ที่ก๊อกปิดเปิด เพื่อป้องกันการรั่วซึมรอบก๊อกปิดเปิดและช่วยให้ก๊อกปิดเปิดหมุนได้สะดวกด้วย ถ้าก๊อกปิดเปิดทำด้วยพลาสติกก็ไม่ต้องทาด้วยไขมัน อย่าทาไขมันอุดรูของก๊อกปิดเปิดเพราะสารละลายจะไหลออกไม่ได้และไขมันจะละลายปนลงไปในสารละลายด้วย

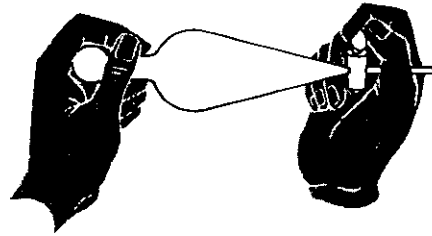
บางครั้งนักศึกษาอาจเปิดจุกไม่ออกหรือหมุนก๊อกปิดเปิดของกรวยแยกไม่ได้ การลนจุกหรือก๊อกปิดเปิดด้วยไอน้ำสักครู่ แล้วจึงค่อย ๆ เปิดจุกหรือหมุนก๊อกปิดเปิดโดยมีผ้าหุ้ม

มือไว้ด้วย อย่าใช้กำลังในการเปิดจุกหรือหมุนก๊อกปิดเปิดเพราะแก้วอาจแตกบาดมือได้

5.2.1.4 เทคนิคและขั้นตอนในการสกัด

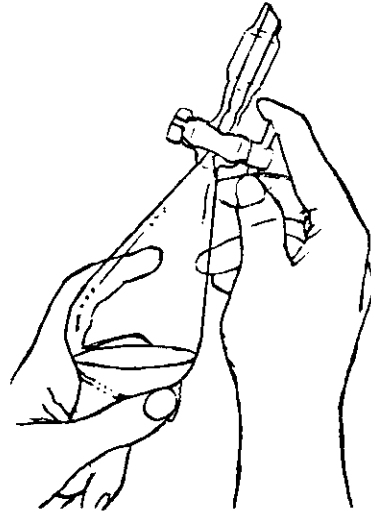
1. ก่อนการสกัดต้องตรวจดูไม่ให้มีเปลวไฟในบริเวณที่จะทำการสกัดเพราะจะทำให้ตัวทำละลายติดไฟได้ ปิดก๊อกปิดเปิดให้เรียบร้อยด้วย รินสารละลายที่ต้องการสกัดประมาณ 2-3 มล. ลงทางปากกรวยแยกโดยใช้กรวยกรองช่วย แล้วเขย่าเพื่อตรวจดูให้แน่ใจว่าไม่มีการรั่วซึมแต่อย่างใดเสียก่อนจึงรินสารละลายที่เหลือลงในกรวยแยกจนหมด แล้วเติมตัวทำละลายที่เป็นตัวสกัดตามลงไป อย่าใส่สารละลายทั้งหมดเกินสามในสี่ของความสูงของกรวยแยก ทั้งนี้เพื่อจะได้เขย่าสารละลายให้ผสมกันได้ทั่วถึงดี

2. ปิดจุก สำหรับผู้ที่ถนัดขวา การที่จะถือหรือเขย่ากรวยแยกได้ถนัดมือนั้นควรใช้มือซ้ายจับทางปากกรวยโดยใช้โคนนิ้วชี้และโคนนิ้วกลางดันจุกไว้ไม่ให้หลุด ใช้มือขวาจับบริเวณก้านกรวยโดยใช้หัวแม่มือ นิ้วชี้ และนิ้วกลางจับก๊อกปิดเปิดไว้



ภาพ 5.3 การจับกรวยแยก

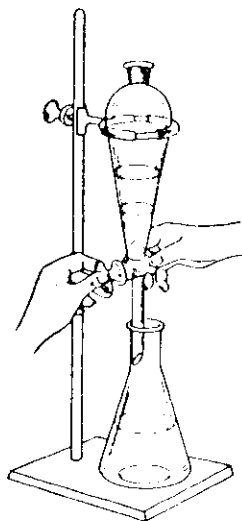
3. หายกรวยแยกโดยยกทางก้านกรวยขึ้นออกนอกตัวและคนข้างเคียง เปิดก๊อกปิดเปิดเพื่อระบายความดัน ดังภาพ 5.4



ภาพ 5.4 การระบายความดันในกรวยแยก

4. ปิดก๊อปปิดเปิด เขย่ากรวยแยกเบา ๆ แล้วระบายความดันในกรวยแยก ถ้าความดันในกรวยแยกมีไม่มากนักก็ให้ทำต่อไปในข้อ 5. ได้เลย แต่ถ้ายังมีความดันมากในกรวยแยก ให้ทำข้อ 4 ซ้ำอีกจนความดันลดน้อยลง

5. ปิดก๊อปปิดเปิด แล้วเขย่ากรวยแยกแรง ๆ โดยใช้เวลาเขย่าทั้งหมดประมาณ 1-2 นาที เพื่อให้สารละลายทั้งสองชั้นสัมผัสกันได้ทั่วถึง ในระหว่างที่เขย่าต้องระบายความดันทุก ๆ 2-3 วินาทีด้วย ต่อจากนั้นจึงวางกรวยแยกในห้วงเหล็กที่ยึดไว้กับฐานตั้ง แยกออกปล่อยให้สารละลายแยกเป็นสองชั้น ไชสารละลายชั้นล่างออกก่อนทางก๊อปปิดเปิดลงสู่ขวดรูปกรวยโดยให้ก้านกรวยแยกตะข่างขวดเพื่อไม่ให้เกิดการกระเด็น ดังแสดงในภาพ 5.5 เมื่อใกล้จะถึงรอยต่อของชั้นสารละลายให้ไชสารละลายไหลออกอย่างช้า ๆ สารละลายชั้นบนควรเทออกทางปากกรวยเพื่อไม่ให้ปะปนกับสารละลายชั้นล่างที่ค้างอยู่ที่ก้านกรวย



ภาพ 5.5 การไขสารละลายลงในขวดรองรับ

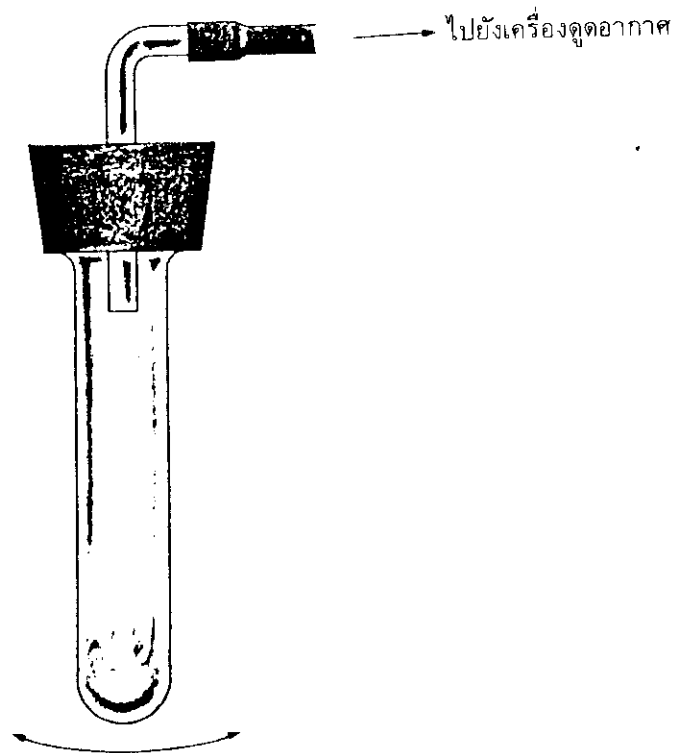
6. ในบางครั้งนักศึกษาอาจพบว่าสารละลายไม่ยอมแยกเป็นสองชั้น แต่จะเกิดเป็นสารละลายขุ่น ๆ ที่เรียกว่า อิมัลชัน (emulsion) อิมัลชันเกิดจากการแทรกของตัวทำละลายซึ่งมักจะเป็นตัวทำละลายอินทรีย์ในตัวทำละลายอีกชนิดหนึ่งซึ่งมักจะเป็นน้ำ ถ้าตั้งทิ้งไว้นาน ๆ หรือใช้แท่งแก้วตีสารละลายเร็ว ๆ อิมัลชันอาจจะหายไปได้สารละลายแยกเป็นสองชั้น แต่ถ้ายังคงเป็นอิมัลชันอยู่ก็ให้ทดลองปฏิบัติตามขั้นตอนต่อไปนี้คือ เติมน้ำสะอาดประมาณ 2-3 มล. แล้วเขย่า ถ้ายังเป็นอิมัลชันอยู่ก็เติมน้ำสะอาดอีก 2-3 มล. อาจทำให้สารละลายแยกเป็นสองชั้นได้ วิธีนี้โซเดียมคลอไรด์ไปทำหน้าที่เปลี่ยนจากการห่อหุ้มล้อม (solvate) ตัวทำละลายอินทรีย์เป็นการห่อหุ้มล้อมไอออนของโซเดียมคลอไรด์แทน เพราะตัวทำละลายอินทรีย์มีความเป็นขั้วน้อยกว่าโซเดียมคลอไรด์มาก จึงทำให้ตัวทำละลายอินทรีย์แยกออกเป็นชั้นอิสระได้ ถ้าสารละลายยังเป็นอิมัลชันอยู่ให้กรองสารละลายทั้งหมดในกรวยแยกด้วยกระดาษกรอง แล้วเทสารละลายที่กรองได้กลับลงไปนกรวยแยกดังเดิม ถ้าหากสารละลายแยกเป็นสองชั้นก็แสดงว่าอิมัลชันมีสาเหตุมาจากสารอินทรีย์ประเภทยางเหนียว (gummy organic material) ซึ่งแขวนลอยอยู่ในสารละลาย ถ้าวิธีดังกล่าวข้างต้นใช้ไม่ได้ผล ควรเลือกใช้ตัวทำละลายชนิดอื่นเป็นตัวสกัด

7. ของเหลวที่มีความหนาแน่น (density) มากกว่าจะอยู่ชั้นล่าง ดังนั้นการรู้ค่าความหนาแน่นของตัวทำละลายที่ใช้จึงมีประโยชน์ทำให้ทราบว่าตัวทำละลายชนิดไหนจะอยู่ชั้นบนหรือชั้นล่าง แต่มีตัวละลาย (solute) บางชนิดที่มีน้ำหนักโมเลกุลมาก ๆ เมื่อเป็นสารละลายที่มีความเข้มข้นมากอาจทำให้การคาดคะเนชั้นของตัวทำละลายผิดไปได้ ดังนั้นจึงต้องมีวิธีพิสูจน์ที่แน่ชัดว่าชั้นไหนเป็นชั้นของตัวทำละลายอะไร เนื่องจากการสกัดมักมีชั้นน้ำอยู่ด้วย จึงมักใช้น้ำเป็นตัวพิสูจน์โดยการดูดสารละลายชั้นบนประมาณ 2-3 หยดใส่ในหลอดทดลองแล้วหยดน้ำลงไปประมาณ 0.5 มล. ถ้าหากชั้นบนเป็นชั้นของตัวทำละลายอินทรีย์ น้ำที่หยดลงไปจะไม่ผสมเป็นเนื้อเดียวกัน แต่ถ้าชั้นบนเป็นสารละลายของน้ำ น้ำที่หยดลงไปจะผสมเป็นเนื้อเดียวกัน ถึงแม้จะมีวิธีพิสูจน์ว่าชั้นไหนเป็นชั้นของตัวทำละลายอะไรก็ตาม วิธีที่ดีที่สุดที่จะป้องกันความผิดพลาดก็คือเก็บสารละลายอีกชั้นหนึ่งไว้จนกว่าการทดลองจะเสร็จสิ้น

8. เนื่องจากน้ำละลายอยู่ในตัวทำละลายอินทรีย์ได้บ้าง เช่น อีเทอร์ 73 กรัม สามารถละลายน้ำได้หนึ่งกรัม เป็นต้น ดังนั้นเมื่อแยกตัวสกัดที่เป็นตัวทำละลายอินทรีย์ได้แล้ว จึงต้องกำจัดน้ำออกโดยใส่สารดูดน้ำลงไป ซึ่งมักเป็นเกลืออนินทรีย์ที่ปราศจากน้ำผลึก (anhydrous inorganic salt) น้ำที่เกลือเหล่านี้ดูดไว้จะกลายเป็นน้ำผลึก (hydrate) ของเกลือเหล่านี้ เกลืออนินทรีย์ที่ใช้เป็นสารดูดน้ำควรมีคุณสมบัติไม่ทำปฏิกิริยากับสารอินทรีย์ที่สกัดได้ และควรจะรักษาสถานะของแข็งไว้ได้หลังจากดูดน้ำไว้แล้วเพื่อจะได้กำจัดออกได้โดยการรินเอาสารละลายออก (decantation) หรือโดยการกรองเอาสารดูดน้ำออก สารดูดน้ำที่นิยมใช้กันมากคือ แมกนีเซียมซัลเฟต โซเดียมซัลเฟต แคลเซียมคลอไรด์ แคลเซียมซัลเฟต โพแทสเซียมคาร์บอเนต และโมเลกุลซีฟ (molecular sieve) ปริมาณของสารดูดน้ำควรใช้ประมาณหนึ่งในสิบของปริมาตรของสารละลาย หลังจากใส่สารดูดน้ำแล้วควรแกว่งขวดเป็นวงวน ๆ ครั้ง ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 10-20 นาทีจึงกรองสารดูดน้ำทิ้ง ล้างตะกอนบนกระดาษกรองด้วยตัวทำละลายเล็กน้อย

9. เมื่อสกัดได้สารที่ต้องการในตัวทำละลายอินทรีย์ที่ปราศจากน้ำแล้วก็ต้องระเหยเอาตัวทำละลายอินทรีย์ออกให้เหลือแต่สารที่สกัดได้ ตัวทำละลายอินทรีย์ที่มักใช้เป็นตัวสกัดคือ อีเทอร์ เมทิลีนคลอไรด์ และสารไฮโดรคาร์บอน ซึ่งเป็นสารที่ไวไฟและเป็นพิษต่อร่างกาย ฉะนั้นเมื่อมีปริมาณที่ต้องการกำจัดออกมากกว่า 2-3 มล.แล้ว ต้องมีวิธีการที่รัดกุมเพื่อไม่ให้ไอของตัวทำละลายเหล่านี้ฟุ้งกระจายอยู่เต็มห้อง

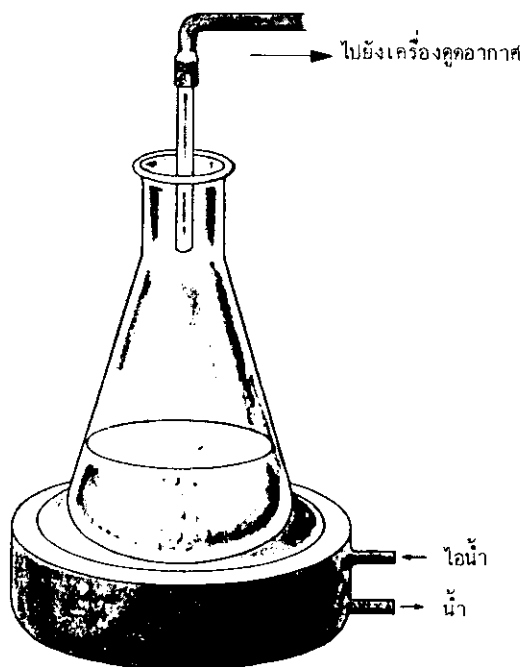
ในกรณีที่มีสารละลายประมาณ 10-15% ของปริมาตรของหลอดทดลอง ใช้วิธีกำจัด โดยแรงดูดจากน้ำก๊อก วิธีนี้ไอของตัวทำละลายจะถูกดูดไปตามหลอดแก้วซึ่งเสียบในจุกยาง และสวมต่อกับสายยางจากก๊อกน้ำ ดังภาพ 5.6 ควรเขย่าหลอดทดลองไปมาตลอดเวลาและควบคุม ความดันในหลอดทดลองโดยใช้นิ้วหัวแม่มือกดตรงหลอดแก้วเพื่อไม่ให้เกิดการกระเด็น หรือเป็นฟองล้นขึ้นมา



ภาพ 5.6 การกำจัดตัวทำละลายที่มีปริมาณน้อย

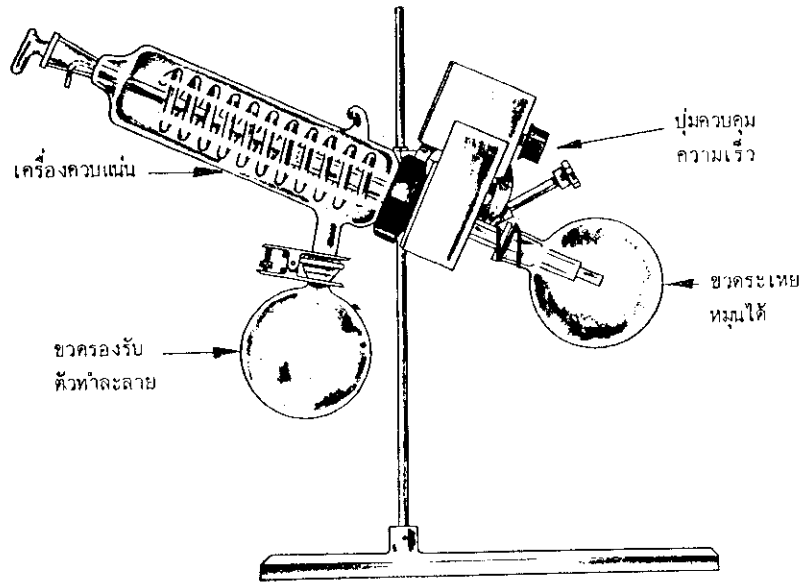
ถ้ามีตัวทำละลายมากเกินไปกว่าที่จะใส่ในหลอดทดลองแต่ไม่มากพอที่จะกำจัดโดยวิธี กลับ ให้กำจัดตัวทำละลายโดยแรงดูดจากน้ำก๊อกเช่นเดียวกันแต่ใช้ความร้อนช่วยด้วย โดย

ใส่สารละลายในขวดรูปกรวยแล้วตั้งบนเครื่องอังไอน้ำ ดังภาพ 5.7 ไอของตัวทำละลายจะถูกดูดเข้าไปโดยแรงน้ำไหลและละลายปนไปกับน้ำ



ภาพ 5.7 การกำจัดตัวทำละลายโดยใช้เครื่องอังไอน้ำช่วย

วิธีที่รวดเร็วและสามารถกำจัดตัวทำละลายปริมาณมาก ๆ ได้คือการใช้เครื่องมือหมุนระเหยในสุญญากาศ (vacuum rotary evaporator) ดังภาพ 5.8 ตัวทำละลายที่ต้องการระเหยออกจะบรรจุอยู่ในขวดระเหยที่ติดตั้งเอียง ๆ และจุ่มอยู่ในเครื่องอังไอน้ำ ขณะที่ขวดบรรจุสารละลายหมุน สารละลายจะแผ่ออกตามผนังด้านในของขวดทำให้เพิ่มพื้นผิวหน้าของเหลวซึ่งมีผลทำให้การระเหยในสุญญากาศและมีความร้อนช่วยเป็นไปอย่างมีประสิทธิภาพรวดเร็วยิ่งขึ้น

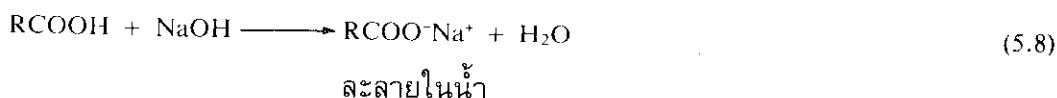
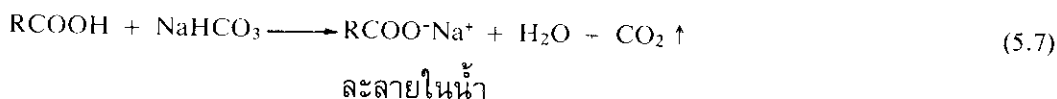


ภาพ 5.8 เครื่องมือหมุนระเหยในสุญญากาศ

ปริมาตรของสารละลายที่บรรจุในภาชนะสำหรับระเหยไม่ว่าจะเป็นวิธีใดไม่ควรเกินหนึ่งในสามของภาชนะที่บรรจุ ทั้งนี้เพื่อจะได้มีที่ว่างสำหรับการเดือดและการเขย่า การระเหยตัวทำละลายไม่ควรทำในบีกเกอร์ถึงแม้ว่าบีกเกอร์จะเป็นภาชนะที่มีปากกว้างก็ตาม เพราะการถ่ายตะกอนหรือเศษสารละลายออกจากบีกเกอร์จะกระทำไม่สะดวก ตัวทำละลายมักจะป็นขึ้นข้างบีกเกอร์และการชะล้างก็ไม่ค่อยมีประสิทธิภาพ บีกเกอร์เหมาะสมที่จะใช้เป็นภาชนะบรรจุสารสำหรับการชั่ง หรือเป็นเครื่องอ่างเท่านั้น สำหรับการใช้งานอย่างอื่น จึงควรใช้ขวดรูปกรวย ขวดก้นกลม หรือหลอดทดลองแทน

5.2.2 การสกัดด้วยกรดหรือเบส การสกัดโดยวิธีนี้ต้องใช้ปฏิกิริยาเคมีระหว่างตัวสกัดและสารที่ต้องการสกัด เช่น การสกัดกรดอินทรีย์ออกจากตัวทำละลายอินทรีย์โดยให้กรดอินทรีย์ทำปฏิกิริยากับเบสในน้ำ จะได้เกลือที่ละลายได้ในน้ำแต่ไม่ละลายในตัวทำละลายอินทรีย์เดิม

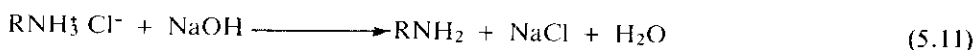
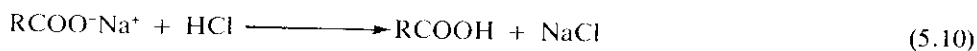
สารละลายของเบสในน้ำที่นิยมใช้สกัดกรดอินทรีย์ในตัวทำละลายอินทรีย์คือสารละลายโซเดียมไบคาร์บอเนตหรือสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 5-10% เบสจะทำปฏิกิริยากับกรดอินทรีย์ได้เกลือที่ละลายได้ในน้ำดังสมการ 5.7 และ 5.8 สำหรับสารอื่น ๆ ที่ไม่เป็นกรดจะยังคงอยู่ในชั้นของตัวทำละลายอินทรีย์ดังเดิม



สารละลายของกรดในน้ำที่นิยมใช้สกัดเบสอินทรีย์ในตัวทำละลายอินทรีย์คือสารละลายของกรดเกลือที่มีความเข้มข้น 5-10% กรดเกลือจะทำปฏิกิริยากับเบสอินทรีย์ได้เกลือคลอไรด์ซึ่งละลายในน้ำดังสมการ 5.9 ส่วนสิ่งเจือปนที่ไม่เป็นเบสจะยังคงอยู่ในชั้นของตัวทำละลายอินทรีย์ดังเดิม



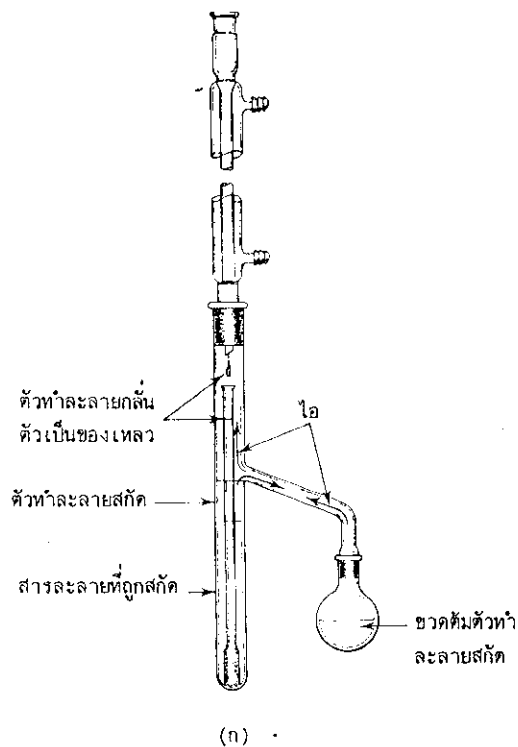
พวกเกลือของกรดอินทรีย์หรือเบสอินทรีย์จะถูกเปลี่ยนกลับมาเป็นกรดอินทรีย์หรือเบสอินทรีย์ดังเดิมได้โดยการเติมกรดเกลือ (สมการ 5.10) หรือโซเดียมไฮดรอกไซด์ (สมการ 5.11)

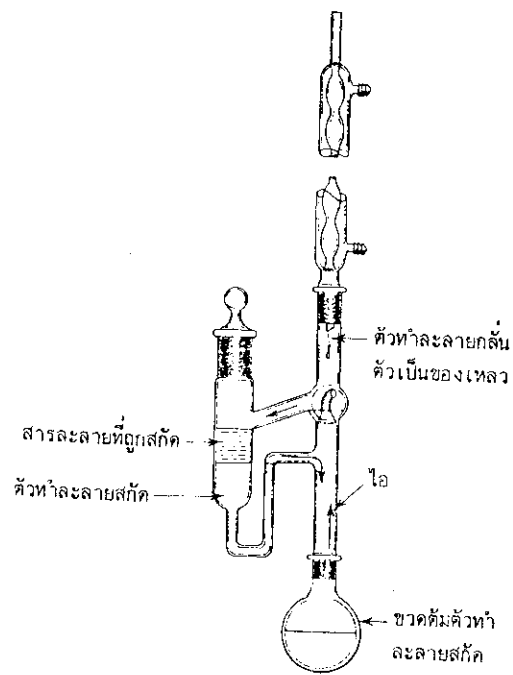


ตัวอย่างอื่น ๆ ที่เป็นการสกัดโดยปฏิกิริยาเคมีคือการสกัดสารไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัวออกจากสารไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัวด้วยกรดกำมะถันเข้มข้นและเป็น การสกัดแอลกอฮอล์อีเทอร์ และเอสเทอร์ออกจากสารไฮโดรคาร์บอนอิ่มตัวด้วยกรดซัลฟูริกที่เข้มข้นและเป็น การสกัดสารอินทรีย์ประเภทอัลดีไฮด์ออกจากสิ่งเจือปนที่ไม่ใช่สารประเภทอัลดีไฮด์ด้วย

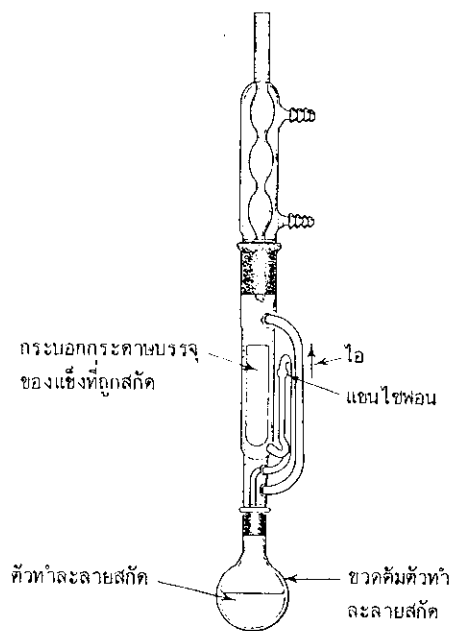
สารละลายโซเดียมไบซัลไฟต์ เป็นต้น

5.2.3 การสกัดต่อเนื่อง ในกรณีที่สารที่ต้องการสกัดละลายได้น้อยมากในตัวทำละลายที่ใช้สกัด เพื่อเป็นการหลีกเลี่ยงการใช้ตัวทำละลายเป็นจำนวนมากจึงใช้วิธีสกัดต่อเนื่อง เครื่องมือสำหรับสกัดโดยวิธีนี้ออกแบบให้ตัวทำละลายซึ่งบรรจุในขวดก้นกลมถูกทำให้ร้อนจนกลายเป็นไอแล้วกลั่นตัวเป็นของเหลวตกลงไปในกระบอกที่บรรจุสารที่ต้องการสกัดซึ่งอาจเป็นของเหลวหรือของแข็งก็ได้ ปริมาณของตัวทำละลายจะสะสมอยู่ในกระบอกสกัดมากขึ้นจนในที่สุดจะล้นออกแล้วไหลกลับสู่ขวดก้นกลมเดิมพร้อมกับพาสารที่สกัดได้ไปด้วย เฉพาะตัวทำละลายจะกลายเป็นไอกลับขึ้นไปและกลั่นตัวเป็นของเหลวทำหน้าที่สกัดสารต่อไปอีก เช่นนี้เรื่อยไปจนสกัดสารที่ต้องการได้หมดอยู่ในขวดก้นกลม ถ้าของผสมที่ต้องการสกัดเป็นของเหลวก็ใช้เครื่องมือดังภาพ 5.9 ก. หรือ ข. ถ้าของผสมเป็นของแข็งก็ใช้เครื่องมือดังภาพ 5.9 ค.





(ข)



(ค)

ภาพ 5.9 เครื่องมือสำหรับการสกัดต่อเนื่อง (ก) เมื่อตัวทำละลายที่เป็นตัวสกัดเบากว่าตัวทำละลายที่ต้องการสกัด (ข) เมื่อตัวทำละลายที่เป็นตัวสกัดหนักกว่าตัวทำละลายที่ต้องการสกัด (ค) เมื่อของผสมที่ต้องการสกัดเป็นของแข็ง

5.3 จุดประสงค์ของการทดลอง

การทดลองในบทนี้มีจุดประสงค์ที่จะให้นักศึกษาเข้าใจและมีความสามารถในเทคนิคต่อไปนี

1. วิธีสกัดด้วยตัวทำละลาย
2. วิธีหาค่าสัมประสิทธิ์การกระจาย
3. ประสิทธิภาพของการสกัดหลายครั้งด้วยตัวทำละลาย
4. การใช้เบสสกัดกรดอินทรีย์

5.4 การทดลอง

การทดลองที่ 1 การหาสัมประสิทธิ์การกระจายของกรดเบนโซอิก

ขั้นแรก: การหาความเข้มข้นของกรดเบนโซอิกในน้ำก่อนการสกัด ก่อนจะสกัดสารละลายของกรดเบนโซอิกในน้ำที่เตรียมไว้ด้วยเมทิลีนคลอไรด์ ให้นักศึกษาหาความเข้มข้นของกรดเบนโซอิกก่อน โดยใช้ปิเปตดูดสารละลายของกรดจำนวน 50 มล. ใส่ในขวดรูปกรวยขนาด 250 มล. ใช้ฟีนอลทาลิน 1-2 หยดเป็นอินดิเคเตอร์ (indicator) แล้วไทเทรต (titrate) กับสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 0.025 N จนได้สารละลายสีชมพูอ่อนอย่างถาวร จดปริมาตรโซเดียมไฮดรอกไซด์ไว้แล้วคำนวณโดยใช้สูตรดังสมการ 5.12

$$N_1V_1 = N_2V_2 \quad (5.12)$$

โดยที่ N คือ ความเข้มข้นเป็นนอร์แมลิตีหรือจำนวนกรัม-สมมูลย์ในสารละลาย 1000 มล.

V คือ ปริมาตรเป็นมิลลิลิตร

ขั้นที่สอง: การสกัดกรดเบนโซอิกในน้ำด้วยเมทิลีนคลอไรด์ ใช้ปิเปตดูดสารละลายของกรดเบนโซอิก 50 มล. ใส่ในกรวยแยก แล้วใช้ปิเปตดูดเมทิลีนคลอไรด์จำนวน 10 มล. เติมนลงในกรวยแยก ปิดจุก เขย่าประมาณหนึ่งนาที เอาจุกออก ปล่อยให้สารละลายแยกชั้น แล้วไขเอาชั้นล่างซึ่งเป็นเมทิลีนคลอไรด์ออก รออีก 1-2 นาทีที่จะเห็นชั้นของเมทิลีนคลอไรด์ปรากฏขึ้นอีกในกรวยแยก ไขชั้นของเมทิลีนคลอไรด์ออก เทเมทิลีนคลอไรด์ที่ใช้แล้วลงในขวดกำจัดของเสียที่วางอยู่ในตู้ควัน เทชั้นน้ำที่ค้างอยู่ในกรวยแยกลงในขวดรูปกรวยขนาด 250 มล.

ล้างกรวยแยกด้วยน้ำประมาณ 2-3 มล. แล้วเทน้ำล้างรวมลงในขวดรูปกรวย หยดฟีนอลทาลีน 1-2 หยดลงในสารละลายของน้ำ แล้วไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานของโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 0.025 N จดปริมาตรของโซเดียมไฮดรอกไซด์ไว้ จากผลที่ได้นำไปคำนวณหาปริมาณของกรดในชั้นน้ำและชั้นของเมทิลีนคลอไรด์ ซึ่งจะคำนวณหาสัมประสิทธิ์การกระจายได้

การทดลองที่ 2 การสกัดกรดเบนโซอิกในน้ำด้วยเมทิลีนคลอไรด์สองครั้ง

วิธีทำ ใช้ปิเปตดูดสารละลายของกรดเบนโซอิกที่เตรียมไว้จำนวน 50 มล. ใส่ในกรวยแยก แล้วสกัดด้วยเมทิลีนคลอไรด์จำนวน 5 มล. โขสารละลายชั้นล่างที่เป็นเมทิลีนคลอไรด์ออก แล้วสกัดครั้งที่สองด้วยเมทิลีนคลอไรด์อีก 5 มล. หลังจากโขสารละลายชั้นล่างของเมทิลีนคลอไรด์ออกไปแล้ว เทสารละลายของน้ำที่เป็นชั้นบนลงในขวดรูปกรวย แล้วไทเทรตสารละลายของน้ำด้วยสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 0.025 N โดยมีฟีนอลทาลีนเป็นอินดิเคเตอร์ จดปริมาตรของโซเดียมไฮดรอกไซด์ไว้ นำผลการไทเทรตไปคำนวณหาปริมาณของกรดที่เหลือในชั้นน้ำ และเปรียบเทียบประสิทธิภาพของการสกัดโดยใช้เมทิลีนคลอไรด์ครั้งเดียว 10 มล. และแบ่งสกัดสองครั้ง ๆ ละ 5 มล.

การทดลองที่ 3 การสกัดกรดเบนโซอิกออกจากสารละลายในโทลูอีนด้วยเบส

วิธีทำ ใช้กระบอกตวงวัดปริมาตรของสารละลายของกรดเบนโซอิกในโทลูอีนจำนวน 30 มล. เทลงในกรวยแยก เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 10% จำนวน 15 มล. ลงในกรวยแยก เขย่า โขสารละลายชั้นล่างลงในขวดรูปกรวยใบที่หนึ่ง ใส่สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 10% อีก 15 มล. ลงในกรวยแยกใบเดิม เขย่ากรวยแยก โขสารละลายชั้นน้ำลงในขวดรูปกรวยใบที่สอง ส่วนชั้นของโทลูอีนให้เทใส่ขวดกำจัดของเสียที่วางอยู่ในตู้ควัน ใส่สารละลายของกรดเกลือที่มีความเข้มข้น 10% ลงในขวดรูปกรวยทั้งสองที่บรรจุสารละลายชั้นน้ำขวดละ 15 มล. ขณะที่เทกรดเกลือลงไปจะเกิดตะกอนขาวขึ้น ทดสอบดูว่าตะกอนเกิดขึ้นหมดแล้วหรือยังโดยค่อย ๆ เติมสารละลายของกรดเกลืออีกเล็กน้อยลงข้าง ๆ ขวดรูปกรวย ถ้าไม่มีตะกอนเกิดขึ้นแสดงว่าตะกอนเกิดขึ้นหมดแล้ว ถ้ามีตะกอนเกิดขึ้นอีกก็ให้เติมสารละลายของกรดเกลือลงไปอีกจนสารละลายไม่ขุ่นอีกต่อไป กรองตะกอนของกรดเบนโซอิกที่ได้โดยวิธีกรองดูด ล้างตะกอนด้วยน้ำเย็นเล็กน้อย ทำให้ตะกอนแห้งโดยวางบน

เครื่องอังน้ำซึ่งตั้งบนแผ่นให้ความร้อน (ห้ามใช้ตะเกียงบนเส้น) ชั่งกรดที่สกัดได้ในการสกัดแต่ละครั้ง แล้วเปรียบเทียบการสกัดครั้งที่หนึ่งและครั้งที่สองว่ามีประสิทธิภาพต่างกันอย่างไรหรือไม่ และจากน้ำหนักของกรดเบนโซอิกที่สกัดได้ทั้งหมด ให้คำนวณหาน้ำหนักของกรดเบนโซอิกในหนึ่งมิลลิลิตรของโทลูอีน

หมายเหตุ ให้นักศึกษาทำการทดลองที่ 3 ก่อน เพื่อจะได้มีเวลาทำให้ตะกอนแห้ง

คำถามบทที่ 5

- 5.1 คุณสมบัติของตัวทำละลายที่เป็นตัวสกัดมีอะไรบ้าง ?
- 5.2 ทำไมจึงไม่นิยมใช้ตัวทำละลายที่มีความหนาแน่นเท่า ๆ กับน้ำเป็นตัวสกัด ?
- 5.3 ในการสกัดสารละลายของน้ำด้วยตัวทำละลายอินทรีย์ ถ้าไม่แน่ใจว่าชั้นไหนเป็นตัวทำละลายอินทรีย์ ควรจะทดสอบอย่างไร ?
- 5.4 ทำไมจึงต้องเปิดจุกกรวยก่อนที่จะไซสารละลายไหลออกจากกรวย ?
- 5.5 จงเขียนแผนภาพแสดงการแยกกรดเบนโซอิก โซเดียมคลอไรด์ และทราย ออกจากกัน
- 5.6 สารอินทรีย์ชนิดหนึ่งละลายได้ 8.0 กรัมในน้ำ 100 มล. และละลายได้ 40 กรัมในอีเทอร์ 100 มล. ถ้าละลายสารอินทรีย์ชนิดนี้ 8 กรัมในน้ำ 100 มล. จะเลือกการสกัดในข้อใดจึงจะสกัดสารอินทรีย์ได้มากกว่า ? จงให้เหตุผลโดยวิธีคำนวณ
- ก. สกัดครั้งเดียวโดยใช้อีเทอร์ 100 มล.
 - ข. สกัดสองครั้งโดยใช้อีเทอร์ครั้งละ 50 มล.
- 5.7 สารละลายซึ่งประกอบด้วยสารอินทรีย์ 5 กรัมในน้ำ 100 มล. นำมาสกัดด้วยอีเทอร์ 2 ครั้ง ๆ ละ 25 มล. จงหาปริมาณที่สกัดได้ของสารอินทรีย์แต่ละชนิดต่อไปนี้
- ก. ค่าสัมประสิทธิ์การกระจาย = 0.1
 - ข. ค่าสัมประสิทธิ์การกระจาย = 1.0
- 5.8 จงหาความเข้มข้นของกรดเบนโซอิกในสารละลาย 20 มล. ซึ่งเมื่อไทเทรตกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 0.1 N จำนวน 28 มล. จะเปลี่ยนฟีนอลทาลินอินดิเคเตอร์เป็นสีชมพูอ่อนอย่างถาวร

แบบรายงานการทดลองบทที่ 5

การสกัด

ผู้เขียนรายงาน..... รหัส.....

ผู้ร่วมงาน..... รหัส.....

วันที่ทำการทดลอง..... กลุ่มที่.....

การทดลองที่ 1 การหาค่าสัมประสิทธิ์การกระจายของกรดเบนโซอิก

ขั้นแรก : การหาความเข้มข้นของกรดเบนโซอิกในน้ำก่อนการสกัด

ปริมาตรของ 0.025 N NaOH ที่ใช้ =มล.

ปริมาณของกรดในน้ำก่อนสกัด = $\frac{\text{มล.ของ NaOH} \times 0.025 \text{ N}}{1000}$

= × กรัมสมมูลย์

= น.น.สมมูลย์ของกรด × กรัมสมมูลย์ของกรด

= × กรัม

∴ ในน้ำ 50 มล.มีกรดเบนโซอิก =กรัม

หมายเหตุ น.น.สมมูลย์ของกรด = น.น.โมเลกุลของกรด ÷ จำนวนโปรตอนที่แสดงความเป็นกรด

ขั้นที่สอง : การสกัดกรดเบนโซอิกในน้ำด้วยเมทิลีนคลอไรด์

ปริมาตรของ 0.025 N NaOH ที่ใช้ =มล.

ปริมาณของกรดในน้ำหลังสกัด = $\frac{\text{มล.ของ NaOH} \times 0.025 \text{ N}}{1000}$

= × กรัมสมมูลย์

= กรัมสมมูลย์

= น.น.สมมูลย์ของกรด × กรัมสมมูลย์ของกรด

= × กรัม

∴ มีกรดเหลืออยู่ในชั้นน้ำหลังการสกัด = กรัม

∴ มีกรดที่สกัดได้ในชั้นเมทิลีนคลอไรด์ = - = กรัม

ความเข้มข้นของกรดในชั้นน้ำหลังสกัด = $\frac{\text{จำนวนกรัมของกรดในชั้นน้ำหลังสกัด}}{\text{ปริมาตรของน้ำ}}$

=กรัม/มล.

=กรัม/มล.

ความเข้มข้นของกรดที่สกัดได้ในชั้นของเมทิลีนคลอไรด์

$$= \frac{\text{จำนวนกรัมของกรดในชั้นของเมทิลีนคลอไรด์}}{\text{ปริมาตรของเมทิลีนคลอไรด์}}$$

$$= \frac{\quad}{10} \text{ กรัม / มล.}$$

$$= \dots\dots\dots \text{ กรัม/มล.}$$

∴ สัมประสิทธิ์การกระจายของกรดเบนโซอิกในชั้นของเมทิลีนคลอไรด์และในชั้นน้ำ

$$= \frac{\text{ความเข้มข้นของกรดในชั้นของเมทิลีนคลอไรด์}}{\text{ความเข้มข้นของกรดในชั้นน้ำ}}$$

$$= \dots\dots\dots$$

$$= \dots\dots\dots$$

การทดลองที่ 2 การสกัดกรดเบนโซอิกในน้ำด้วยเมทิลีนคลอไรด์สองครั้ง

ปริมาตรของ 0.025 N NaOH ที่ใช้ = $\dots\dots\dots$ มล.

ปริมาณของกรดในน้ำหลังจากสกัดสองครั้ง = $\frac{\text{มล.ของ NaOH} \times 0.025 \text{ N}}{1000}$

$$= \frac{\quad}{1000} \times 0.025 \text{ กรัมสมมูลย์}$$

$$= \dots\dots\dots \text{ กรัมสมมูลย์}$$

$$= \text{น.น. สมมูลย์ของกรด} \times \text{กรัมสมมูลย์}$$

$$= \dots\dots\dots \times \dots\dots\dots \text{ กรัม}$$

$$= \dots\dots\dots \text{ กรัม}$$

น้ำหนักทั้งหมดของกรดที่สกัดได้สองครั้ง = น.น. กรดก่อนสกัด - น.น. กรดในชั้นน้ำ

$$= \dots\dots\dots \text{ กรัม}$$

$$= \dots\dots\dots \text{ กรัม}$$

การสกัดเพียงครั้งเดียวจะสกัดกรดได้ = $\frac{\text{น.น.ของกรดที่สกัดได้}}{\text{น.น.กรดก่อนสกัด}} \times 100$

$$= \dots\dots\dots \times 100$$

$$= \dots\dots\dots \%$$

การสกัดสองครั้งจะสกัดกรดได้ = $\frac{\text{น.น.ของกรดที่สกัดได้}}{\text{น.น.ของกรดก่อนสกัด}} \times 100$

$$= \dots\dots\dots \times 100$$

$$= \dots\dots\dots \%$$

เปรียบเทียบประสิทธิภาพของการสกัดครั้งเดียวและสองครั้ง.....

.....

การทดลองที่ 3 การสกัดกรดเบนโซอิกออกจากสารละลายในโทลูอีนด้วยเบส

น้ำหนักของกรดในขวดใบที่หนึ่ง = กรัม

น้ำหนักของกรดในขวดใบที่สอง = กรัม

เปรียบเทียบประสิทธิภาพของการสกัดครั้งที่หนึ่งและครั้งที่สอง.....

.....

น้ำหนักทั้งหมดของกรดที่สกัดได้ = น.น.ของกรดในขวดใบที่หนึ่ง + น.น.ของกรดในขวดใบที่สอง

= + กรัม

= กรัม

น้ำหนักของกรดที่สกัดได้ใน 1 มล.ของโทลูอีน = $\frac{\text{น.น.ทั้งหมดของกรดที่สกัดได้}}{\text{ปริมาตรของโทลูอีน}}$

= $\frac{\text{.....}}{30}$ กรัม/มล.

=กรัม/มล

ตอบคำถาม

.....

.....

.....