



การสกัด (Extraction)

By Supaporn Sangsrichan



1



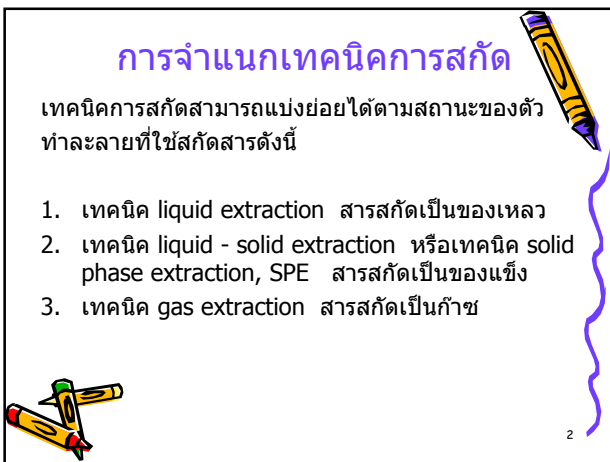
1. การสกัดอย่างง่าย

- สกัดอย่างง่าย เหมาะสำหรับแยกสาร ซึ่งมีค่า $D > 5$ อุปกรณ์ที่ใช้ในการสกัดคือ **กรวยแยก** เป็นเทคนิคที่ทำงานง่าย สะดวกและรวดเร็ว



กรวยแยก Separating funnel


4



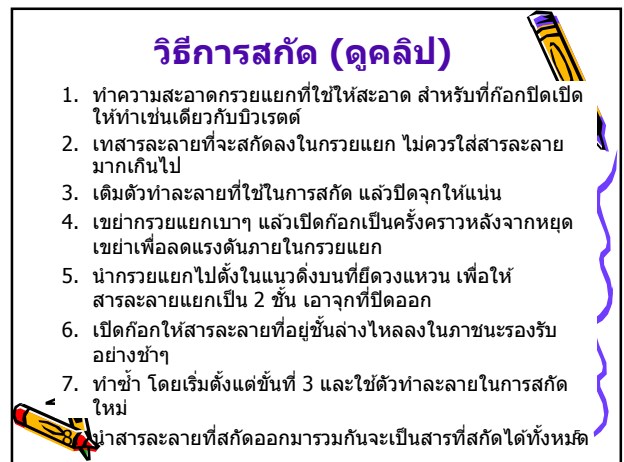
การจำแนกเทคนิคการสกัด

เทคนิคการสกัดสามารถแบ่งย่อยได้ตามสถานะของตัวทำละลายที่ใช้สกัดสารดังนี้

1. เทคนิค liquid extraction สารสกัดเป็นของเหลว
2. เทคนิค liquid - solid extraction หรือเทคนิค solid phase extraction, SPE สารสกัดเป็นของแข็ง
3. เทคนิค gas extraction สารสกัดเป็นก๊าซ



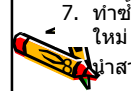
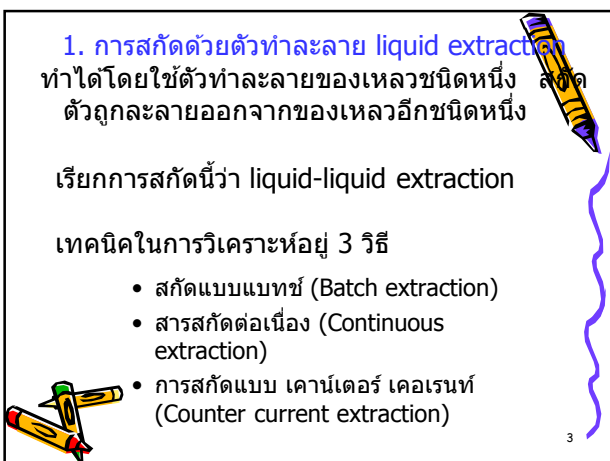
2



วิธีการสกัด (ดูคลิป)

1. ทำความสะอาดกรวยแยกที่ใช้ให้สะอาด สำหรับที่ก๊อกปิดเปิดให้ทำเช่นเดียวกับบิวเรตต์
2. เทสารละลายที่จะสกัดลงในกรวยแยก ไม่ควรใส่สารละลายมากเกินไป
3. เติมตัวทำละลายที่ใช้ในการสกัด แล้วปิดจุกให้แน่น
4. เขย่ากรวยแยกเบาๆ แล้วเปิดก๊อกเป็นครั้งคราวหลังจากหยุดเขย่าเพื่อลดแรงดันภายในกรวยแยก
5. นำกรวยแยกไปตั้งในแนวตั้งบนที่ยึดวงแหวน เพื่อให้สารละลายแยกเป็น 2 ชั้น เอาจุกที่เปิดออก
6. เปิดก๊อกให้สารละลายที่อยู่ชั้นล่างไหลลงในภาชนะรองรับอย่างช้าๆ
7. ทำซ้ำ โดยเริ่มตั้งแต่ขั้นที่ 3 และใช้ตัวทำละลายในการสกัดใหม่

▶ สารละลายที่สกัดออกมารวมกันจะเป็นสารที่สกัดได้ทั้งหมด


1. การสกัดด้วยตัวทำละลาย liquid extraction

ทำได้โดยใช้ตัวทำละลายของเหลวชนิดหนึ่ง สกัดตัวถูกละลายออกจากของเหลวอีกชนิดหนึ่ง

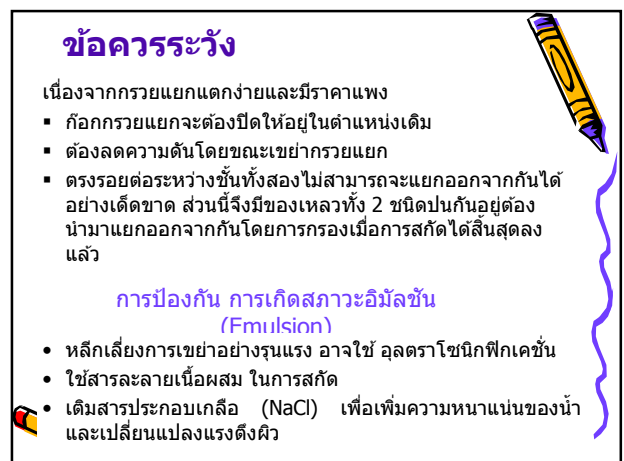
เรียกการสกัดนี้ว่า liquid-liquid extraction

เทคนิคในการวิเคราะห์อยู่ 3 วิธี

- สกัดแบบแบทช์ (Batch extraction)
- สารสกัดต่อเนื่อง (Continuous extraction)
- การสกัดแบบ เคาน์เตอร์ เคอเรนซ์ (Counter current extraction)



3



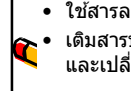
ข้อควรระวัง

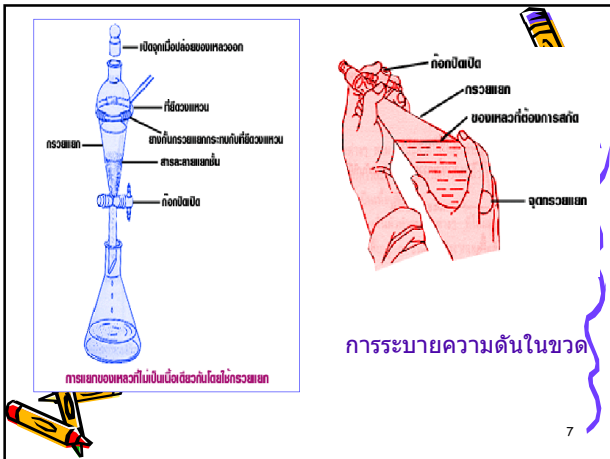
เนื่องจากกรวยแยกแตกง่ายและมีราคาแพง

- ก๊อกกรวยแยกจะต้องปิดให้อยู่ในตำแหน่งเดิม
- ต้องลดความดันโดยขณะเขย่ากรวยแยก
- ตรวจสอบรอยต่อระหว่างชั้นทั้งสองไม่สามารถจะแยกออกจากกันได้ อย่างเด็ดขาด ส่วนนี้จึงมีของเหลวทั้ง 2 ชนิดปนกันอยู่ต้องนำมาแยกออกจากกันโดยการกรองเมื่อการสกัดได้สิ้นสุดลงแล้ว

การป้องกัน การเกิดสถานะอิมัลชัน (Emulsion)

- หลีกเลี่ยงการเขย่าอย่างรุนแรง อาจใช้ อัลตราโซนิคฟิเคชัน
- ใช้สารละลายเนื้อผสม ในการสกัด
- เติมสารประกอบเกลือ (NaCl) เพื่อเพิ่มความหนาแน่นของน้ำ และเปลี่ยนแปลงแรงตึงผิว





2. อันตรกิริยาแบบมีขั้ว (polar interaction) และ แบบพันธะ (bond phase partition mode)

กลไกการเกิดอันตรกิริยาแบบมีขั้ว จะเกิดระหว่างตัวดูดซับชนิดต่างๆ ได้แก่ ซิลิกาธรรมชาติที่ไม่ได้แปลงสมบัติทางเคมีและซิลิกาซึ่งผิวหน้าถูกเปลี่ยนแปลง สมบัติทางเคมี

แบ่งได้ 2 ชนิด คือ

- นอมอล เฟส (normal phase) สารชนิดมีขั้วจะเกิดอันตรกิริยากับตัวดูดซับจะเป็นชนิดมีขั้ว โดยมีเมตริกซ์ในตัวอย่างเป็นสารชนิดไม่มีขั้วและสารละลายที่ไขชะ เป็นชนิดมีขั้ว
- รีเวอร์ส เฟส (reverse phase) สารชนิดไม่มีขั้วจะเกิดอันตรกิริยากับตัวดูดซับชนิดไม่มีขั้ว โดยมีเมตริกซ์ในตัวอย่างเป็นสารชนิดมีขั้วและสารละลาย ที่ไขชะจะเป็นชนิดมีขั้ว

2. กลไกการแยกสาร โดยใช้ของแข็งสกัด

กลไกการแยกสารโดยใช้ของแข็งสกัด ที่นิยมใช้มี 3 แบบ คือ

1. อันตรกิริยาแบบไม่มีขั้ว (nonpolar interaction)
2. อันตรกิริยาแบบมีขั้ว (polar interaction) และ แบบ พันธะ (bond phase partition mode)
3. อันตรกิริยาแบบไอออน (ionic interaction)

3. อันตรกิริยาแบบไอออน (ionic interaction)

- ตัวดูดซับจะมีหมู่ฟังก์ชันที่สามารถกลายเป็นไอออนได้ (ionization) เช่น เคมีชนิดปฐมภูมิ ทุติยภูมิ ตติยภูมิ หรือไอออน + ต่างๆ
- แบ่งกลไกการแยกได้ 2 แบบ คือ แบบแลกเปลี่ยนไอออนบวก (cation exchange) และแบบแลกเปลี่ยนไอออนลบ (anion exchange)

1. อันตรกิริยาแบบไม่มีขั้ว (nonpolar interaction)

อันตรกิริยาแบบไม่มีขั้ว เกิดขึ้นระหว่างหมู่ ฟังก์ชันของตัวดูดซับที่เป็นของแข็งชนิดไม่มีขั้ว กับ สารละลายชนิดไม่มีขั้ว สารจะเกิดอันตรกิริยา โดยการดูดซับ (adsorption) ซึ่งกันและกันด้วยแรง แวนเดอร์วาลส์ (Van der Waals)

Liquid-Liquid Extraction (LLE)

- นิยมใช้มาก
- สำหรับสกัดสารอินทรีย์ที่สามารถระเหยได้บ้าง
- เกิดการกระจายตัวระหว่างเฟส 2 เฟส ที่ไม่ละลายเป็นเนื้อเดียวกันเฟส 2 เฟส ได้แก่
 - เฟสน้ำ : มีสารตัวอย่างที่ต้องการสกัดอยู่
 - เฟสสารละลายอินทรีย์ : ตัวทำละลายอินทรีย์
- Like dissolves like

Distribution Coefficient (Kd), $K_d = \text{ค่าคงที่ของการกระจายตัว}$

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

[A] org = ความเข้มข้นของ A ในชั้นสารละลายอินทรีย์
[A] aq = ความเข้มข้นของ A ในชั้นน้ำ


Distribution D,

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

$[C_A]_{org}$ = ความเข้มข้นของ A ทุกสปีชีส์ในชั้นสารละลายอินทรีย์

$[C_A]_{aq}$ = ความเข้มข้นของ A ทุกสปีชีส์ในชั้นน้ำ

การสกัดกรดเบนโซอิก HB จากชั้นน้ำสู่ชั้นอีเทอร์ ที่ pH ต่ำๆ HB ไม่เกิดการแตกตัว


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


13

$$D = \frac{K_d}{1 + \frac{K_a}{[H_3O^+]_{aq}}}$$

พิจารณาที่ pH ↓ ↓ $D = K_d$ เนื่องจาก $\frac{K_a}{[H_3O^+]_{aq}} \ll 1$

พิจารณาที่ pH ↑ ↑ $\frac{K_a}{[H_3O^+]_{aq}} \gg 1$

$$D = \frac{K_d}{\frac{K_a}{[H_3O^+]_{aq}}}$$



16

1. กรณีที่ pH ↑ HB แตกตัวในชั้นน้ำได้

$$HB + H_2O \rightleftharpoons B^- + H_3O^+$$

$$K_a = \frac{[B^-][H_3O^+]}{[HB]} \quad \text{จัดรูป} \quad [B^-] = \frac{K_a[HB]}{[H_3O^+]}$$


$$K_d = \frac{[HB]_{eth}}{[HB]_{aq}}$$

$$D = \frac{[HB]_{eth}}{[HB]_{aq} + [B^-]_{aq}}$$


14

$$D = \frac{K_d}{\frac{K_a}{[H_3O^+]_{aq}}}$$

$$\text{Log } D = \text{Log } K_d - \text{Log } K_a + \text{Log } [H_3O^+]_{aq}$$


$$\text{Log } D = \text{Log } K^* - \text{pH}$$


17

$$D = \frac{[HB]_{eth}}{[HB]_{aq} + \frac{K_a[HB]_{aq}}{[H_3O^+]_{aq}}}$$

เอา $[HB]_{aq}$ ทหารทั้งเศษ และส่วน

$$D = \frac{[HB]_{eth}}{[HB]_{aq}} \cdot \frac{1}{1 + \frac{K_a}{[H_3O^+]_{aq}}}$$

$$D = \frac{K_d}{1 + \frac{K_a}{[H_3O^+]_{aq}}}$$


15


ในชั้นเบนซีน

$$2 HB \rightleftharpoons HB \cdot HB$$

$$K_{di} = \frac{[HB \cdot HB]}{[HB]^2}$$

$$D = \frac{[HB]_{ben} + [HB \cdot HB]_{ben}}{[HB]_{aq} + [B^-]_{aq}}$$

$$D = \frac{[HB]_{ben} + [HB \cdot HB]_{ben}}{[HB]_{aq} + [B^-]_{aq}}$$


$$D = \frac{[HB]_{ben} + K_{di} [HB]_{ben}^2}{[HB]_{aq} + \frac{K_a [HB]_{aq}}{[H_3O^+]}}$$


18

$$D = \frac{[\text{HB}]_{\text{ben}}}{[\text{HB}]_{\text{aq}}} \left(\frac{1 + K_{di} [\text{HB}]_{\text{ben}}}{1 + \frac{K_a}{[\text{H}_3\text{O}^+]}} \right)$$

$$D = Kd \left(\frac{1 + K_{di} [\text{HB}]_{\text{ben}}}{1 + \frac{K_a}{[\text{H}_3\text{O}^+]}} \right)$$

D ขึ้นกับ pH และ [HB]



19

กรดบิวทีริก เหลือโมล ในน้ำ 400 cm³
 กรดบิวทีริกในชั้นอีเทอร์โมล =%



22

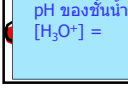
1. กรดเบนโซอิก 2.30 g ละลายในน้ำ 100 mL ถูกสกัดด้วย ether 100 mL
 ค่าสัมประสิทธิ์ของการกระจายเท่ากับ 100 และ $K_a = 6.5 \times 10^{-5}$
 จงหาอัตราส่วนการกระจาย D ที่ pH ของชั้นน้ำเป็น 3, 5, 9

$$D = \frac{Kd}{1 + \frac{K_a}{[\text{H}_3\text{O}^+]_{\text{aq}}}}$$


pH ของชั้นน้ำเป็น 3
 $[\text{H}_3\text{O}^+] =$

pH ของชั้นน้ำเป็น 5
 $[\text{H}_3\text{O}^+] =$


pH ของชั้นน้ำเป็น 9
 $[\text{H}_3\text{O}^+] =$



3. สกัดกรดบิวทีริก 5 โมล ละลายในน้ำ 400 cm³
 นำมาสกัดด้วยอีเทอร์ 2 ครั้งๆละ 250 cm³ ค่า $K_d = 3$ ที่ 25 °C
 จงหาบิวทีริกที่สกัดได้

$$K_d = \frac{[\text{HB}]_{\text{eth}}}{[\text{HB}]_{\text{aq}}}$$



2. สกัดกรดบิวทีริก 5 โมล ละลายในน้ำ 400 cm³
 นำมาสกัดด้วยอีเทอร์ 500 cm³ ค่า $K_d = 3$ ที่ 25 °C จง
 หาบิวทีริกที่สกัดได้

$$K_d = \frac{[\text{HB}]_{\text{eth}}}{[\text{HB}]_{\text{aq}}}$$


21

สกัดครั้งที่ 2

หลังสกัด 1 ครั้ง ด้วย อีเทอร์ 500 cm³ ได้กรด = โมล =%
 หลังสกัด 2 ครั้ง ด้วยอีเทอร์ครั้งละ 250 cm³ ได้กรด = โมล =%



ประสิทธิภาพของการสกัด %E, %extraction

คือเปอร์เซ็นต์ของตัวถูกละลายที่ถูกสกัดออกไปได้

สกัดครั้งที่ 1

กำหนดให้ V_1 = ปริมาตรของน้ำ
 V_2 = ปริมาตรของตัวทำละลายอินทรีย์
 W_0 = ปริมาณของตัวถูกละลายในชั้นน้ำ
 W_1 = ปริมาณของตัวถูกละลายที่เหลือในน้ำ
 เมื่อสกัดครั้งที่ 1

$$D = \frac{[C_A]_2}{[C_A]_1} \quad [C_A]_1 = \frac{w_1}{V_1} \quad [C_A]_2 = \frac{w_0 - w_1}{V_2}$$

$$D = \frac{(w_0 - w_1)/V_2}{w_1/V_1}$$

$$D = \frac{(w_0 - w_1)V_1}{w_1 V_2}$$

25

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

$$100 \times E = 100 \times \frac{D}{D+1} \quad \%E = \frac{100D}{D+1}$$

$$100E + 100ED = 100D$$

$$100E = 100D - 100ED$$

$$100E = D(100 - 100E)$$

$$D = \frac{100E}{100 - 100E} \quad D = \frac{\%E}{100 - \%E}$$

28

$$Dw_1 V_2 = (w_0 - w_1)V_1$$

$$Dw_1 V_2 = w_0 V_1 - w_1 V_1$$

$$Dw_1 V_2 + w_1 V_1 = w_0 V_1$$

$$w_1 (DV_2 + V_1) = w_0 V_1$$

$$w_1 = \frac{w_0 V_1}{(DV_2 + V_1)}$$

$$\frac{w_1}{w_0} = \frac{V_1}{V_1 + DV_2}$$

เริ่มต้น เศษส่วนของตัวถูกละลาย $w_0/w_0 = 1$

หลังสกัด เศษส่วนของตัวถูกละลาย = w_1/w_0

26

pH กับ การสกัด

จากสมการ $D = \frac{\%E}{100 - \%E}$

$$\log D = \log K^* - pH, K^* = K_d/K_a$$

$$\log D = \log \left(\frac{\%E}{100 - \%E} \right) = \log K^* - pH$$

ที่การสกัดได้ 50%, %E=50

$$\log \left(\frac{50}{100 - 50} \right) = \log K^* - pH$$

$$\log 1 = \log K^* - pH$$

$$0 = \log K^* - pH$$

$$\log K^* = pH$$

pH ที่การสกัด 50%, % E=50 $pH_{1/2}$

29

$$\text{สารถูกสกัดไป} = 1 - w_1/w_0 = E$$

$$1 - \frac{w_1}{w_0} = 1 - \frac{V_1}{(DV_2 + V_1)}$$

$$E = 1 - \frac{w_1}{w_0} = 1 - \frac{V_1}{(DV_2 + V_1)}$$

$$E = \frac{DV_2 + V_1 - V_1}{DV_2 + V_1}$$

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

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

27

สกัดครั้งที่ n

กำหนดให้ V_1 = ปริมาตรของน้ำ
 V_2 = ปริมาตรของตัวทำละลายอินทรีย์
 W_0 = ปริมาณของตัวถูกละลายในชั้นน้ำ
 W_1 = ปริมาณของตัวถูกละลายที่เหลือในน้ำ
 เมื่อสกัดครั้งที่ 1
 W_2 = ปริมาณของตัวถูกละลายที่เหลือในน้ำ
 เมื่อสกัดครั้งที่ 2
 W_3 = ปริมาณของตัวถูกละลายที่เหลือในน้ำ
 เมื่อสกัดครั้งที่ 3

W_n = ปริมาณของตัวถูกละลายที่เหลือในน้ำ
 เมื่อสกัดครั้งที่ n

30

การสกัดครั้งที่ 2

การสกัดครั้งที่ 2 ความเข้มข้นของตัวถูกละลายในชั้นน้ำ w_2/V_1

ความเข้มข้นของตัวถูกละลายในชั้นตัวทำละลายอินทรีย์ $(w_1-w_2)/V_2$

$$D = \frac{(w_1 - w_2)/V_2}{w_2/V_1}$$

$$D = \frac{(w_1 - w_2)V_1}{w_2 V_2}$$

จัดรูปสมการจะได้

$$w_2 = w_1 \left(\frac{V_1}{V_1 + DV_2} \right)$$

จากการสกัดครั้งที่ 1

$$w_1 = w_0 \left(\frac{V_1}{V_1 + DV_2} \right)$$

31

4. ให้ Kd ของ I_2 ระหว่างสารอินทรีย์กับน้ำ = 85 จงหา $[I_2]$ ที่เหลืออยู่เมื่อทำการสกัด I_2 จากชั้นน้ำ 50.0 mL เข้มข้น $1.00 \times 10^{-3} M$ ด้วยตัวทำละลาย ก) 50.0 mL ข) 2×25.0 mL ค) 5×10.0 mL

$$w_n = w_0 \left(\frac{V_1}{V_1 + DV_2} \right)^n$$

34

สกัดครั้งที่ 2 ปริมาณตัวถูกละลายที่เหลือในชั้นน้ำ

$$w_2 = w_0 \left(\frac{V_1}{V_1 + DV_2} \right)^2$$

สกัดครั้งที่ n คำนวณหาปริมาณตัวถูกละลายที่เหลือในชั้นน้ำได้

$$w_n = w_0 \left(\frac{V_1}{V_1 + DV_2} \right)^n$$

32

$$w_n = w_0 \left(\frac{V_1}{V_1 + DV_2} \right)^n$$

35

$$w_n = w_0 \left(\frac{V_1}{V_1 + DV_2} \right)^n$$

$$\frac{w_n}{w_0} = \frac{w_0}{w_0} \left(\frac{V_1}{V_1 + DV_2} \right)^n$$

$$1 - \frac{w_n}{w_0} = 1 - \left(\frac{V_1}{V_1 + DV_2} \right)^n$$

$$E = 1 - \left(\frac{V_1}{V_1 + DV_2} \right)^n$$

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

33

5. จงคำนวณหาปริมาณลิกรัมที่เหลือของ Fe^{3+} ในสารละลายที่มี HCl 6M จำนวน 100 cm^3 สกัดด้วย ethyl ether $3 \times 25 \text{ cm}^3$ (Fe^{3+} เริ่มต้น 0.2g) ค่าสัดส่วนของการกระจาย (D) ประมาณ 100 และถ้าสกัดด้วย ethylether $1 \times 75 \text{ cm}^3$ จะเหลือ Fe^{3+} เท่าไร



6. ต้องทำการสกัดกี่ครั้งจึงจะทำให้ประสิทธิภาพการสกัดเป็น 99.9% ถ้ามี ethyl ether เพียง 150 cm³ ในการสกัด Fe³⁺ ในสารละลายที่มี HCl 6M จำนวน 100 cm³ (Fe³⁺ เริ่มต้น 0.2g) ค่าสัดส่วนของการกระจาย (D) ประมาณ 100

37

การปรับปรุงตัวทำละลายอินทรีย์

สามารถเพิ่มความจำเพาะเจาะจงโดยการเติมสารชนิดต่างๆ ที่มีผลต่อสถานะสมดุล

- ปรับ pH
- เติม ion pair
- เติม Chelating agent
- เติมเกลือ salting out

} เพิ่ม Kd

40

ปริมาณของสารที่สกัดได้ขึ้นอยู่กับ

- ค่า Kd
- สัดส่วนของ Vorg / V_{aq}
- การสกัดหลายครั้งดีกว่าการสกัดครั้งเดียวเมื่อใช้ปริมาตรสารสกัดเท่ากัน
- ร้อยละของการสกัด (%recovery) ไม่ขึ้นกับความเข้มข้นเริ่มต้นของสาร

38

ตัวทำละลายที่นิยมใช้ในการสกัดแบบ LLE

ตัวทำละลายชั้นน้ำ

- Pure water
- Acidic solution
- Basic solution
- High salt (Salting out)
- Complexing agents (ion -pairing, chelating, chelating and chiral agents)
- สารละลายผสมของสารข้างต้นตั้งแต่สองชนิดขึ้นไป

ตัวทำละลายชั้นอินทรีย์

- Diethyl ether
- Methylene chloride
- Chloroform
- Ethyl acetate
- Aliphatic ketones (C6+)
- Aliphatic alcohol (C6+)
- Toluene and xylenes
- สารละลายผสมของสารข้างต้นตั้งแต่สองชนิดขึ้นไป

41

การเลือกชนิดของตัวทำละลายอินทรีย์

- ไม่ละลายเป็นเนื้อเดียวกันกับน้ำ (Immiscible with water (Low solubility))
- มีขั้วและมีพันธะไฮโดรเจน
- ระเหยได้ง่ายเพื่อง่ายต่อการเพิ่มความเข้มข้นของสารสกัด
- เหมาะสม (compatible) กับเทคนิคการวิเคราะห์ในขั้นต่อไป เช่น GC, RP-HPLC

39

ต้องสกัดกี่ครั้งดี?

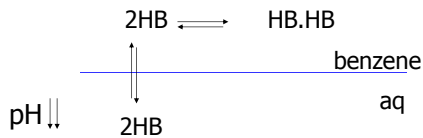
$$V = V_{org} / V_{aq}$$

Kd = 10 V = 10 #1 E = 99.0%	Kd = 10 V = 1 #1 E = 90.9% #2 E = 99.2%	Kd = 10 V = 0.1 #1 E = 50.0% #2 E = 75.0% #3 E = 87.5% #4 E = 93.8% #5 E = 96.9% #6 E = 98.4% #7 E = 99.2%
Kd = 100 V = 1 #1 E = 99.0%	Kd = 1000 V = 0.1 #1 E = 99.0%	

42

เทคนิคการสกัดเพื่อให้ได้ผลดี

1 การทำให้เกิดปฏิกิริยาข้างเคียงในชั้นอินทรีย์ เพื่อให้สารที่สนใจกระจายตัวเข้าไปในชั้นอินทรีย์ให้ได้ผลดีขึ้น



43

ประสิทธิภาพของการแยกตัวถูกละลายจากสารผสม

พิจารณาจาก separating factor (α)

$$\alpha = \frac{D_1}{D_2}$$

ถ้าต้องการแยกสาร 1 ออกจากสาร 2 = 99.995

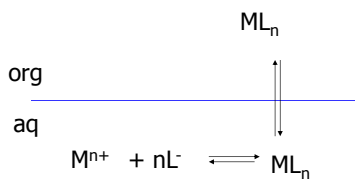
$$D_1 = 99.995$$

$$D_2 = 0.005$$

$$\alpha = \frac{99.995}{0.005} = 19999$$

46

2 การทำให้เกิดปฏิกิริยาข้างเคียงในชั้นน้ำ เช่น การเติม Complexing reagent ทำให้เกิดสารประกอบที่สามารถกระจายตัวเข้าสู่ชั้นอินทรีย์ได้



ใช้ในการสกัดโลหะ ต้องควบคุม pH เพื่อให้ลิแกนด์แตกตัวได้มากขึ้น

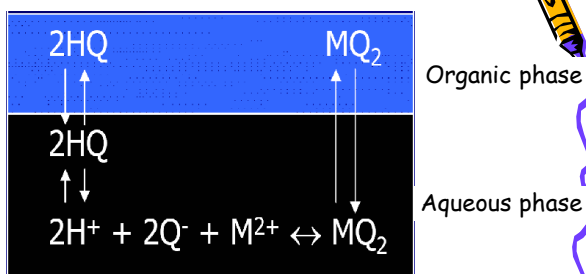
44

ข้อเสียของกาสกัดแบบ LLE

- ใช้เวลานาน
- การสกัดต้องทำหลายครั้งเพื่อให้การสกัดสมบูรณ์
- ใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ที่เป็นอันตรายปริมาณค่อนข้างสูง
- เกิด emulsion และยากต่อการแก้ไข
- ใช้อุปกรณ์ที่ไม่ค่อยสะดวก
- ใช้แรงงานมาก
- ส่วนใหญ่ต้องทำสารสกัดให้เข้มข้นมากขึ้นหลังการสกัด
- ทำการวิเคราะห์แบบอัตโนมัติไม่ได้

47

กาสกัดสารอินทรีย์



Q = 8-hydroxyquinoline

45

2 สารสกัดต่อเนื่อง (continuous liquid-liquid extraction)

- เหมาะสำหรับแยกสาร ที่มีอัตราส่วนการกระจายตัว หรือมีค่าเข้าใกล้ศูนย์ ($0 < D < 1$)
- เครื่องมือ 2 แบบ
 - เครื่องมือต่อเนื่องสำหรับสารละลายอินทรีย์ที่มีความหนาแน่น มากกว่า น้ำ (คลอโรฟอร์ม คาร์บอนเตตระคลอไรด์ ไดคลอโรมีเทน)
 - เครื่องมือต่อเนื่องสำหรับสารละลายอินทรีย์ที่มีความหนาแน่น น้อยกว่า น้ำ (ไดเอทิล อีเธอร์ โทลูอีน เฮกเซน)

สารละลายอินทรีย์เกิดการกลั่น และ ควบแน่นตัวอย่างต่อเนื่อง ทำให้สารถูกสกัดด้วยสารละลายอินทรีย์ที่ควบแน่นจากระบบซ้ำไปซ้ำมา เหมือนสารถูกสกัดซ้ำๆ หลายครั้ง

เครื่องมือการสกัดแบบต่อเนื่อง

ตัวทำละลายมากกว่าน้ำ **ตัวทำละลายหนักกว่าน้ำ**

G. LeBlanc, LC-GC, 19(11), 1120-1130 (2001)

49

3. การสกัดแบบ เคาน์เตอร์ เคอเรนท์ (counter current extraction)

อุปกรณ์ที่ใช้ถูกออกแบบ มีลักษณะ เป็น หลอดแก้ว 2 หลอด เรียกว่า หลอดแก้ว แครกซ์ (Craig)

6 2 2008

การสกัดแบบต่อเนื่อง (Continuous LLE)

ข้อดี

- ไม่ต้องเฝ้าดูขณะทำการสกัด
- สกัดสารที่มีค่า K_d ต่ำได้
- ใช้ปริมาณสารละลายอินทรีย์น้อย
- การสกัดมีประสิทธิภาพดีกว่า

ข้อเสีย

- ใช้เวลาการสกัดนาน (18-24 ชม)
- สารที่ระเหยได้ง่ายอาจสูญเสียระหว่างการสกัด
- สารที่ไม่เสถียรอาจสลายตัวเนื่องจากความร้อนที่ใช้

50

เทคนิคโซลิต – ลิควิดเอ็กซ์แทรกชัน

- เป็นเทคนิคสกัดตัวอย่างที่เป็นของแข็ง โดยใช้สารละลาย
- อุปกรณ์สกัด ที่เรียกว่า "ขวด ซอล์กเลต (Soxhlet flask) " ประดิษฐ์และคิดค้นโดย **Franz Von Soxhlet** นักเคมีการเกษตร (agricultural chemist)

53

Figure 2 Laboratory glassware for performing (A) Soxhlet extraction, (B) liquid-liquid extraction with extracting solvents more dense than the liquid solvent, and (C) liquid-liquid extraction with extracting solvents less dense than the liquid sample.

54

Soxhlet apparatus

54

Extraction from Solids

1. Soxhlet extraction
2. Accelerated solvent extraction (ASE) (also called pressurized Fluid extraction)
3. Microwave-assisted extractions
4. Supercritical Fluid extraction (SFE)
5. purge-and-trap technique



55

Further Reading

1. Barton AFM (ed.) (1990) *Handbook of Polymer-Liquid Interaction Parameters and Solubility Parameters*. Boca Raton: CRC Press.
2. Dean JR (1990) *Extraction Methods for Environmental Analysis*. New York: John Wiley & Sons.
3. Giddings JC (1991) *Unified Separation Science*. New York: John Wiley & Sons.
4. Handley AJ (ed.) (1999) *Extraction Methods in Organic Analysis*. Sheffield: Sheffield Academic Press.
5. Karger BL, Snyder LR and Horvath C (1973) *An Introduction to Separation Science*. New York: John Wiley & Sons.
6. Lide DR (ed.) (1994) *Handbook of Organic Solvents*. Boca Raton: CRC Press.
7. Morrison GH and Freiser H (1957) *Solvent Extraction in Analytical Chemistry*. New York: John Wiley & Sons.
8. Perry RH and Green DW (eds) (1997) *Perry's Chemical Engineer's Handbook*, 7th edn. New York: McGraw-Hill.
9. Rydberg J, Musikas C and Choppin GR (eds) (1992) *Principles and Practice of Solvent Extraction*. New York: Marcel-Dekker.



56