

ενώ εάν είναι το μίγμα εκχύλισης τότε επαναφέρεται στην χοάνη μετά απομάκρυνση του διαλύτη εκχύλισης.

7) Επαναλαμβάνεται η εκχύλιση για 3–4 φορές ακόμη, όπως περιγράφηκε στα προηγούμενα Στάδια (5) – (6) και οι διαλύτες εκχύλισης που συλλέχθηκαν κάθε φορά αναμιγνύονται στην ίδια κων. φιάλη.

8) Εάν το εκχυλισμένο συστατικό έχει μεγάλη διαφορά Σ.Ζ. με τον διαλύτη εκχύλισης τότε το σύνολο των διαλυτών εκχύλισης απομακρύνονται συνήθως σε συσκευή εξάτμισης υπό ελαττωμένη πίεση (rotary evaporator) και το εκχυλισμένο συστατικό που παραμένει στην φιάλη απόσταξης παραλαμβάνεται με διάλυσή του με μικρή ποσότητα κατάλληλου διαλύτη.

Στην βιομηχανία εφαρμόζεται συνήθως η εκχύλιση στερεών, π.χ. ελαίων από ελαιούχους σπόρους, και γίνεται σε λέβητες όπου ο διαλύτης σε ανακυκλούμενη ροή εκχυλίζει το ακινητοποιημένο στερεό.

3Α'.5. Επαναλαμβανόμενη απόσταξη και εκχύλιση

Η μέθοδος της **επαναλαμβανόμενης απόσταξης–εκχύλισης (Μέθοδος Soxhlet)** γίνεται με τη συσκευή Soxhlet και χρησιμοποιείται και για την παραλαβή ενός στερεού συστατικού από ένα μίγμα στερεών ουσιών (συνήθως τροφίμου π.χ. η παραλαβή της καφεΐνης από τον καφέ, του λίπους κακάο από την σοκολάτα, του λίπους βουτύρου από την κρέμα κ.λπ.). Η εκχύλιση γίνεται με οργανικό διαλύτη (π.χ. χλωροφόρμιο ή αιθέρα).

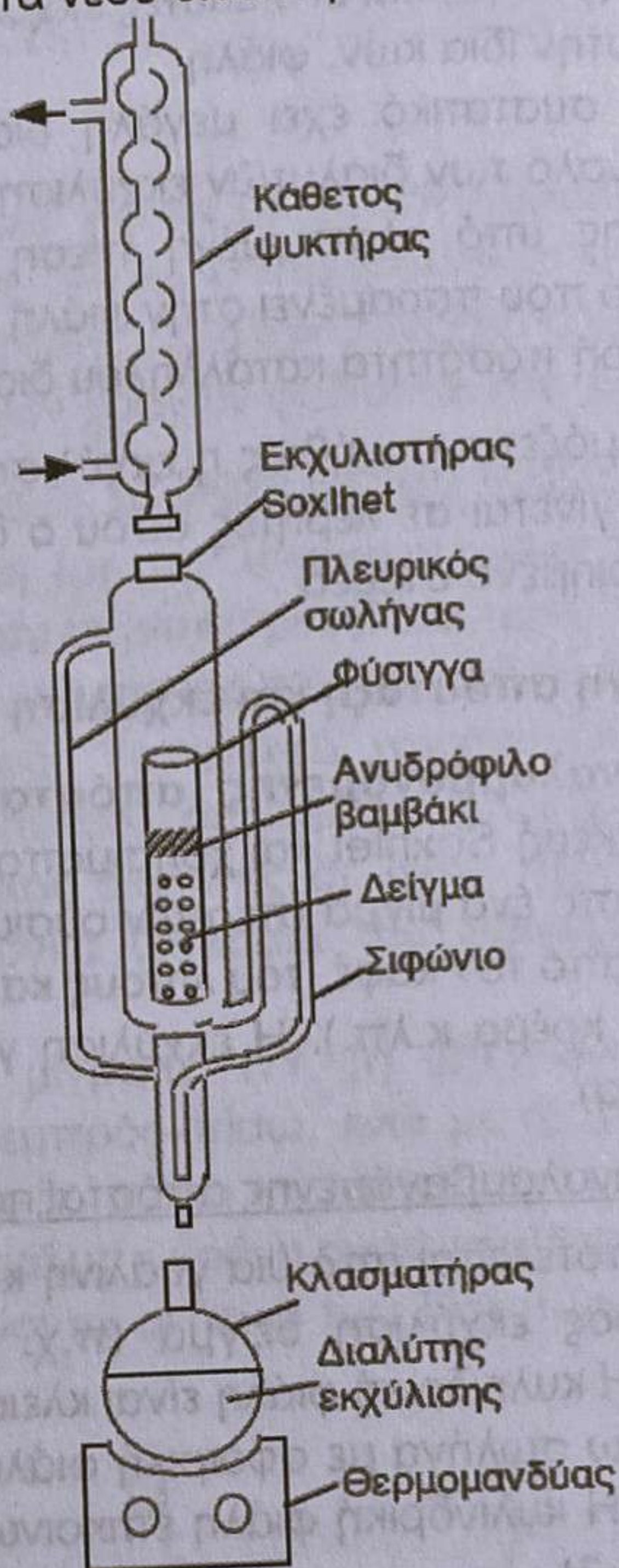
3Α'.5.1. Διαδικασία της επαναλαμβανόμενης απόσταξης–εκχύλισης

Η **συσκευή Soxhlet** αποτελείται από μια γυάλινη κυλινδρική φιάλη μέσα στην οποία τοποθετείται το προς εκχύλιση δείγμα (π.χ. τρόφιμο) μέσα σε ειδικό κυλινδρικό σκληρό φίλτρο. Η κυλινδρική φιάλη είναι κλειστή στο κάτω μέρος της και επικοινωνεί με πλευρικό άνω σωλήνα με σφαιρική φιάλη ζέσης που βρίσκεται στο κάτω μέρος της συσκευής. Η κυλινδρική φιάλη επικοινωνεί στο άνω μέρος της με κάθετο ψυκτήρα (Σχήμα 3Α'.3).

Στην κάτω σφαιρική φιάλη τοποθετείται ο διαλύτης (π.χ. αιθέρας) που θα χρησιμοποιηθεί για την εκχύλιση και η φιάλη θερμαίνεται με θερμομανδύα (όχι με γυμνή φλόγα) μέχρι βρασμού του διαλύτη. Οι ατμοί του διαλύτη μέσω του πλευρικού σωλήνα, αφού υγροποιηθούν στον ψυκτήρα, γεμίζουν σαν υγρό τον κυλινδρικό σωλήνα με φίλτρο και το δείγμα και έτσι γίνεται η 1η εκχύλιση του δείγματος. Όταν ο υγρός διαλύτης ξεπεράσει το ύψος του φίλτρου επανέρχεται αυτόματα στην υποκείμενη σφαιρική φιάλη ζέσης μέσω δεύτερου πλευρικού σωλήνα σιφωνισμού. Με τον τρόπο αυτό το εκχύλισμα από το δείγμα (π.χ. το λίπος κακάο από σπόρους κακάο) μεταφέρεται στην υποκείμενη σφαιρική φιάλη.

Η 2η εκχύλιση του δείγματος γίνεται αυτόματα, εάν δεν διακοπεί η λειτουργία της συσκευής, γιατί ο διαλύτης επαναθερμαίνεται μέχρι βρασμού και οι ατμοί του ανέρχονται μέσω του πρώτου πλευρικού σωλήνα στον ψυκτήρα και αφού ψυχθούν ξαναγεμίζουν την κυλινδρική φιάλη και έτσι γίνεται η 2η εκχύλιση κ.ο.κ. Με τον τρόπο αυτό γίνονται επαναλαμβανόμενες εκχυλίσεις (20–30) επί 2–4 ώρες μέχρι πλήρους παραλαβής του συστατικού του τροφίμου (π.χ. λίπος) από το τρόφιμο (σοκολάτα ή σπόροι κακάο ή σπόροι φυτών κ.ά.).

Μετά το τέλος της εκχύλισης η υποκείμενη σφαιρική φιάλη μεταφέρεται σε περιστρεφόμενο εξατμιστήρα (rotary evaporator) και αφού απομακρυνθεί ο διαλύτης παραλαμβάνεται το συστατικό (το λίπος) από την σφαιρική φιάλη με διάλυσή του με μικρή ποσότητα νέου διαλύτη.



Σχήμα 3Α'.3: Συσκευή Soxhlet επαναλαμβανόμενης απόσταξης-εκχύλισης

3Α'.6. Εκχύλιση ολικών λιποειδών με μονοφασικό/διφασικό σύστημα

Με την μέθοδο αυτή (**Μέθοδος Bligh-Dyer**) (παρ.3Β'.3) εκχυλίζεται και παραλαμβάνεται το σύνολο των λιποειδών, ουδετέρων και πολικών, από όλα τα είδη των φυσικών προϊόντων, σε αναλογία 1–10 g φυσικού προϊόντος προς 60–100 mL τελικού μίγματος διαλυτών.

Το σύστημα διαλυτών που χρησιμοποιείται είναι το μίγμα χλωροφόρμιου μεθανόλης – νερού ($\text{CHCl}_3 - \text{CH}_3\text{OH} - \text{H}_2\text{O}$ ή C:M:W) σε αναλογία 1:2:0.8 (V/V/M) το οποίο συνιστά **μονοφασικό σύστημα**. Το χλωροφόρμιο και η μεθανόλη διαλύουν το σύνολο των λιποειδών και επί πλέον η μεθανόλη ως πολικός διαλύτης αποδεσμεύει τα λιποειδή από τις λιποπρωτεΐνες στις οποίες είναι δεσμευμένες με δυνάμεις Van der Waals ή με δεσμούς υδρογόνου και με ηλεκτροστατικές δυνάμεις. Το περιεχόμενο νερό στο σύστημα εκχύλισης διαλύει τα υδατοδιαλυτά συστατικά του φυσικού προϊόντος και έτσι στο μονοφασικό σύστημα περιέχονται και τα λιποειδή και τα υδατοδιαλυτά συστατικά μαζί.

νερό και παραμένουν στην φάση μεθανόλης–νερού. (Το εξάνιο δεν αναμιγνύεται με την φάση μεθανόλης–νερού)

Εκτέλεση (Εφαρμόζεται και η διαδικασία της παρ.3Α'.4.1)

- 1) Ζυγίζονται περίπου 5 g σπανάκι και αφού κοπούν με ψαλίδι σε μικρά κομματάκια τοποθετούνται μαζί με μια μικρή κουταλιά στεγνής άμμου σε γουδί πορσελάνης. Προστίθενται 10 mL μεθανόλης και το όλο λειοτριβείται καλά με το γουδοχέρι.
- 2) Το όλο μεταφέρεται σε κωνική φιάλη 150 mL με την βοήθεια άλλων 5 mL μεθανόλης και αφού αναταραχθεί καλά διηθείται με κοινό ηθμό απ' ευθείας μέσα σε διαχωριστική χοάνη των 150 mL.
- 3) Στην διαχωριστική χοάνη προστίθενται 20 mL εξανίου και το όλο αναταράσσεται 10–20 φορές και μετά από παραμονή διαχωρίζεται και απομακρύνεται η κάτω μεθανολική στοιβάδα.
- 4) Στην διαχωριστική χοάνη η στοιβάδα του εξανίου πλένεται (δυο φορές) με αναταράξεις με 20 mL απ. νερό και μετά από παραμονή για να διαχωριστούν οι στοιβάδες διαχωρίζεται και απομακρύνεται η κάτω υδατική στοιβάδα μαζί με την μικρή ποσότητα γαλακτώματος που πιθανόν να υπάρχει στο ενδιάμεσο των δυο στοιβάδων.
- 5) Η στοιβάδα του εξανίου μεταφέρεται σε μικρή κωνική φιάλη 100 mL και προστίθενται ~2 g ανύδρου θειικού νατρίου για απορρόφηση των ιχνών της υγρασίας και μετά από παραμονή, υπό περιοδική ανάδευση, επί ~10 min, μεταγγίζεται το υπερκείμενο σε μικρό ποτήρι ζέσης των 100 mL.
- 6) Το εξάνιο με τις χρωστικές εξατμίζεται σε ρεύμα αζώτου μέχρις όγκου 2–3 mL και φυλάσσεται σε δοκ. σωλήνα με πώμα για επόμενο πείραμα.

Άσκηση:

Να σχεδιασθεί η πορεία της εκχύλισης.

3B'.5. Εκχύλιση ασαπωνοποιήτων και μη–σαπωνοποιησίμων από λιπαρές ύλες. Μέθοδος Kates (Παραπομπή)

Στην παρ.9B'.3γ περιγράφεται πειραματικά η εκχύλιση Kates.

3B'.6. Πείραμα 4ο: Εκχύλιση φυτικών σπόρων και προσδιορισμός των ολικών λιπαρών, με επαναλαμβανόμενη απόσταξη–εκχύλιση. Μέθοδος Soxhlet

Σκοπός

Η παραλαβή των λιπαρών υλών από ελαιούχους σπόρους, όπως είναι οι σπόροι σουσαμιού, με επαναλαμβανόμενη εκχύλισή τους σε συσκευή Soxhlet και ο προσδιορισμός της % περιεκτικότητάς τους στους σπόρους.

Περιγραφή: Όπως αναφέρεται στην παρ.3Α'.5.

Εκτέλεση (Εφαρμόζεται και η διαδικασία της παρ.3Α'.5.1)

- 1) Ζυγίζονται με ακρίβεια περίπου 10 g (αφυγραθέντων στους 110°C επί 2 h σε πυριαντήριο) σπόρων σουσαμιού (έστω α g, π.χ. $\alpha=10.035$ g) και τοποθετούνται σε φύσιγγα της συσκευής Soxhlet. Η φύσιγγα πωματίζεται με ανυδρόφιλο (απολιπασμένο) βαμβάκι και τοποθετείται μέσα σε εκχυλιστήρα 250 mL της

- συσκευής Soxhlet.
- 2) Στον προζυγισμένο κλασματήρα 1L της συσκευής (έστω W_1 g) φέρονται ~500 mL πετρ. αιθέρα (Σ.Ζ. 50–60°C) (με πέτρα βρασμού) και αφού συναρμολογηθεί και σταθεροποιηθεί η συσκευή διοχετεύεται νερό ψύξης από την βρύση στον ψυκτήρα. Ο κλασματήρας θερμαίνεται με θερμομανδύα σε χαμηλή ένταση και η συσκευή παρακολουθείται μέχρις ότου γίνουν οι δυο πρώτες αποστάξεις, εκχυλίσεις και επαναρροές Reflux του διαλύτη.
 - 3) Η συσκευή παραμένει επί ~2 h σε λειτουργία με περιοδική παρακολούθηση και μετά διακόπτεται η θέρμανση και παραμένει να κρυώσει επί ~30 min και μετά διακόπτεται η παροχή νερού ψύξης.
 - 4) Η συσκευή αποσυνδέεται και ο διαλύτης που έχει παραμείνει στον εκχυλιστήρα Soxhlet μεταγγίζεται στον κλασματήρα.
 - 5) Ο κλασματήρας συνδέεται σε συσκευή rotary–evaporator και ο διαλύτης αποστάζεται στους 30°C.
 - 6) Ο κλασματήρας αποσυνδέεται από την συσκευή rotary–evaporator και τα υπολείμματα του διαλύτη εξατμίζονται με ρεύμα αζώτου από φιάλη αζώτου.
 - 7) Ο κλασματήρας ζυγίζεται (έστω W_2 g) στον ίδιο ζυγό που προζυγίστηκε και από την διαφορά βάρους ($W_2 - W_1$) υπολογίζεται η περιεκτικότητα των λιπαρών στο δείγμα.

Υπολογισμοί και Αποτελέσματα

Η % περιεκτικότητα σε λιπαρά του δείγματος δίνεται από την σχέση:

$$\% \Lambda = \frac{100}{\alpha} \times (W_2 - W_1)$$

όπου Λ = τα περιεχόμενα λιπαρά στο δείγμα

α = βάρος του δείγματος σε g

W_1 και W_2 = τα αντίστοιχα βάρη, σε g, του κλασματήρα πριν και μετά το πείραμα

3B'.7. Πείραμα 5ο: Εκχύλιση κρέμας και προσδιορισμός % των λιπαρών, με απλή εκχύλιση. Μέθοδος Gottlieb–Rose

Σκοπός: Η εκχύλιση και ο ποσοτικός προσδιορισμός των λιπαρών υλών, κρέμας παγωτού, σακχαρούχου γάλατος κ.ά.

Περιγραφή: Όπως αναφέρεται στην παρ.3Α'.8.

Εκτέλεση

- 1) Σε κάψα πορσελάνης ζυγίζονται 10 g κρέμα με ακρίβεια 0.001 g, έστω W_1 g, και προστίθενται με σιφώνιο 1.25 mL πυκνής αμμωνίας (για οξινισμένο γάλα προστίθενται 2 mL) και η κρέμα διαλύεται με 10 mL αλκοόλης υπό ανάδευση με γυάλινη ράβδο.
- 2) Το διάλυμα μεταφέρεται σε σωλήνα Gottlieb–Rose και η κάψα ξεπλένεται με 25 mL αιθέρα κατά μικρές δόσεις οι οποίες προστίθενται στον σωλήνα.
- 3) Μετά τον διαχωρισμό της στοιβάδας του αιθέρα μέσα στον σωλήνα η κάψα ξεπλένεται με 25 mL πετρελαϊκού αιθέρα κατά μικρές δόσεις οι οποίες προστίθενται και αυτές στον σωλήνα.