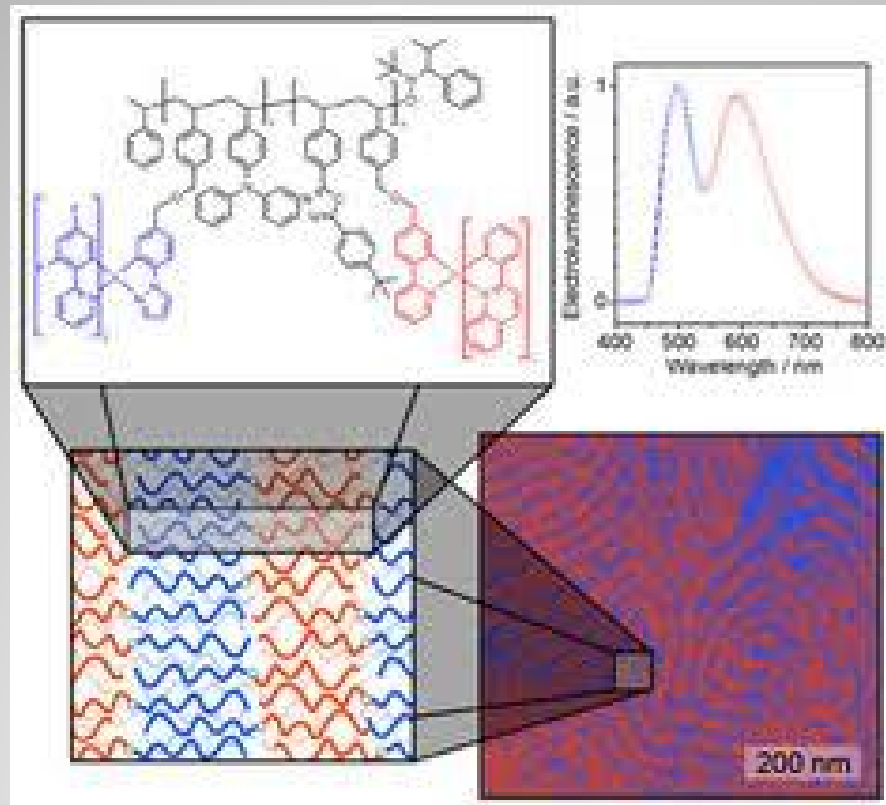


Εργαστήριο Φαρμακογνωσίας Ι

Δρ. Νικόλας Φωκιαλάκης

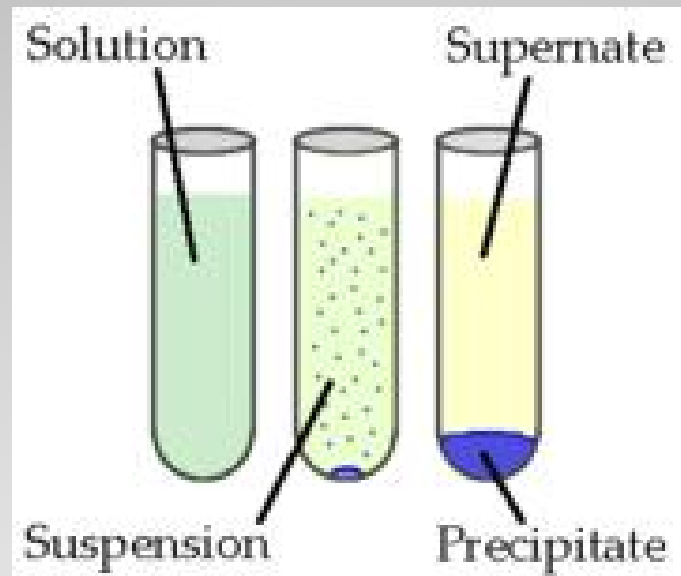
Επίκουρος Καθηγητής

Τομέα Φαρμακογνωσίας και Χημείας Φυσικών Προϊόντων



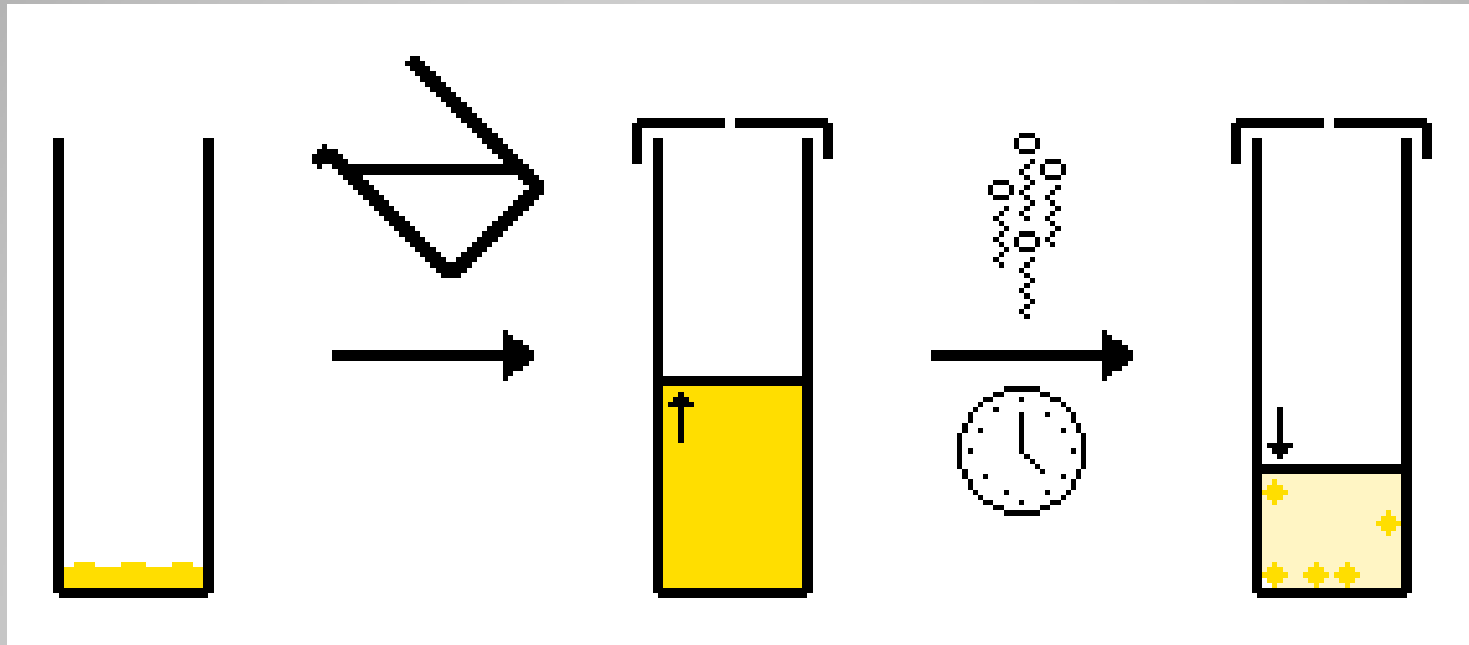
Διαδικασίες απομόνωσης ενώσεων

Καθίζηση



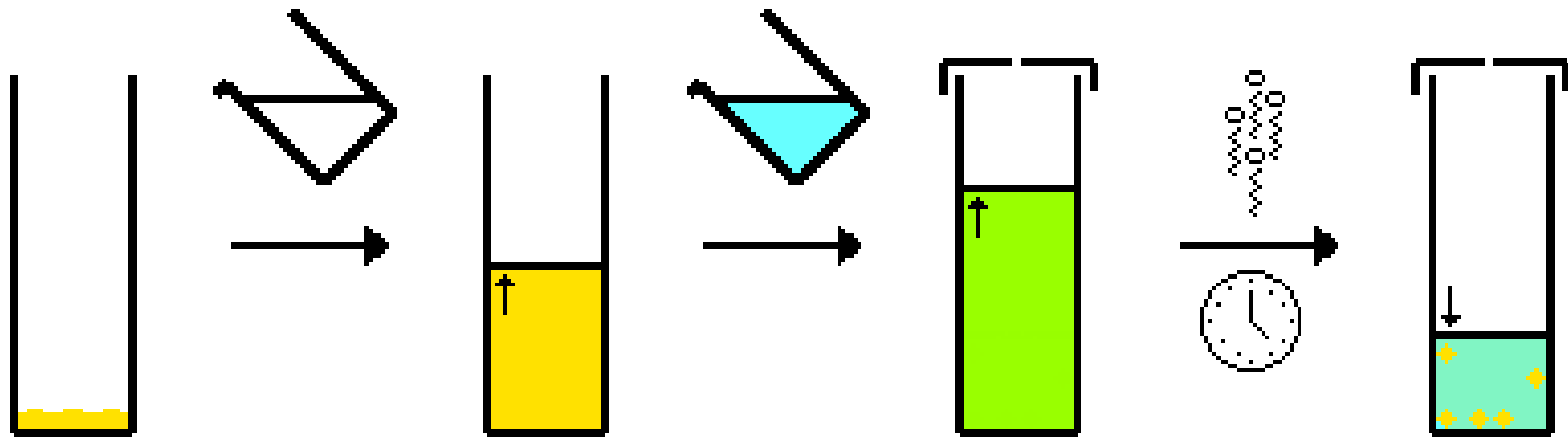


Ανακρυστάλωση



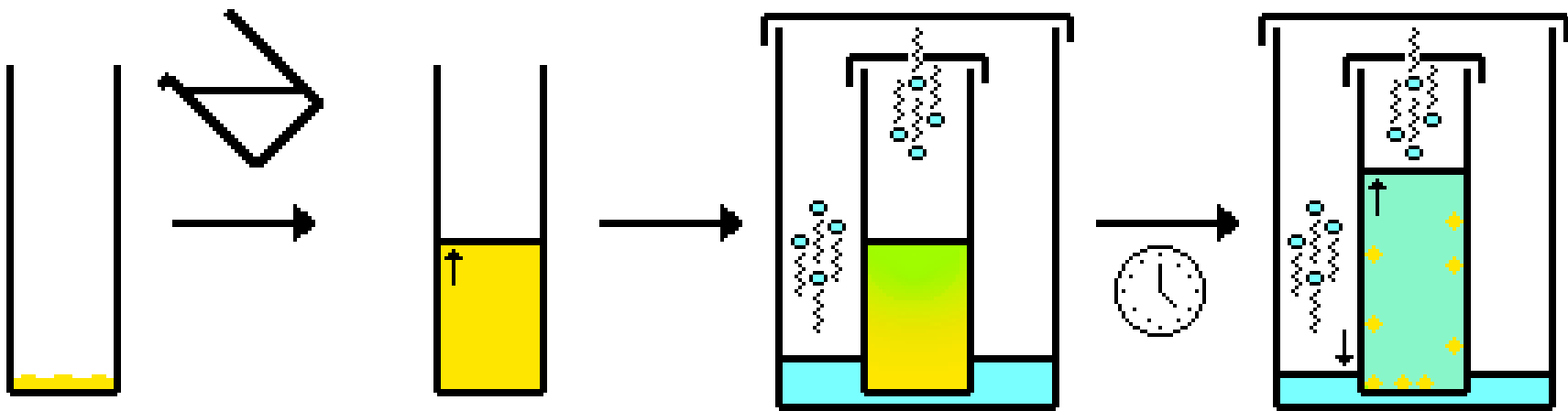
Μέθοδος Α

Ανακρυστάλωση

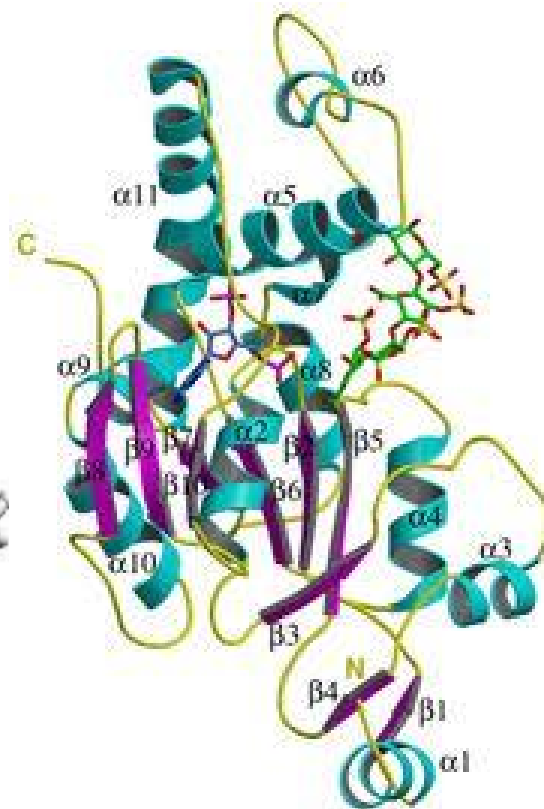
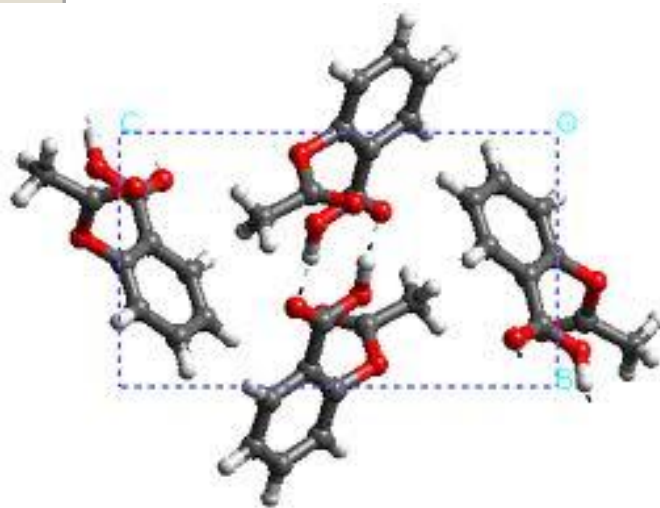


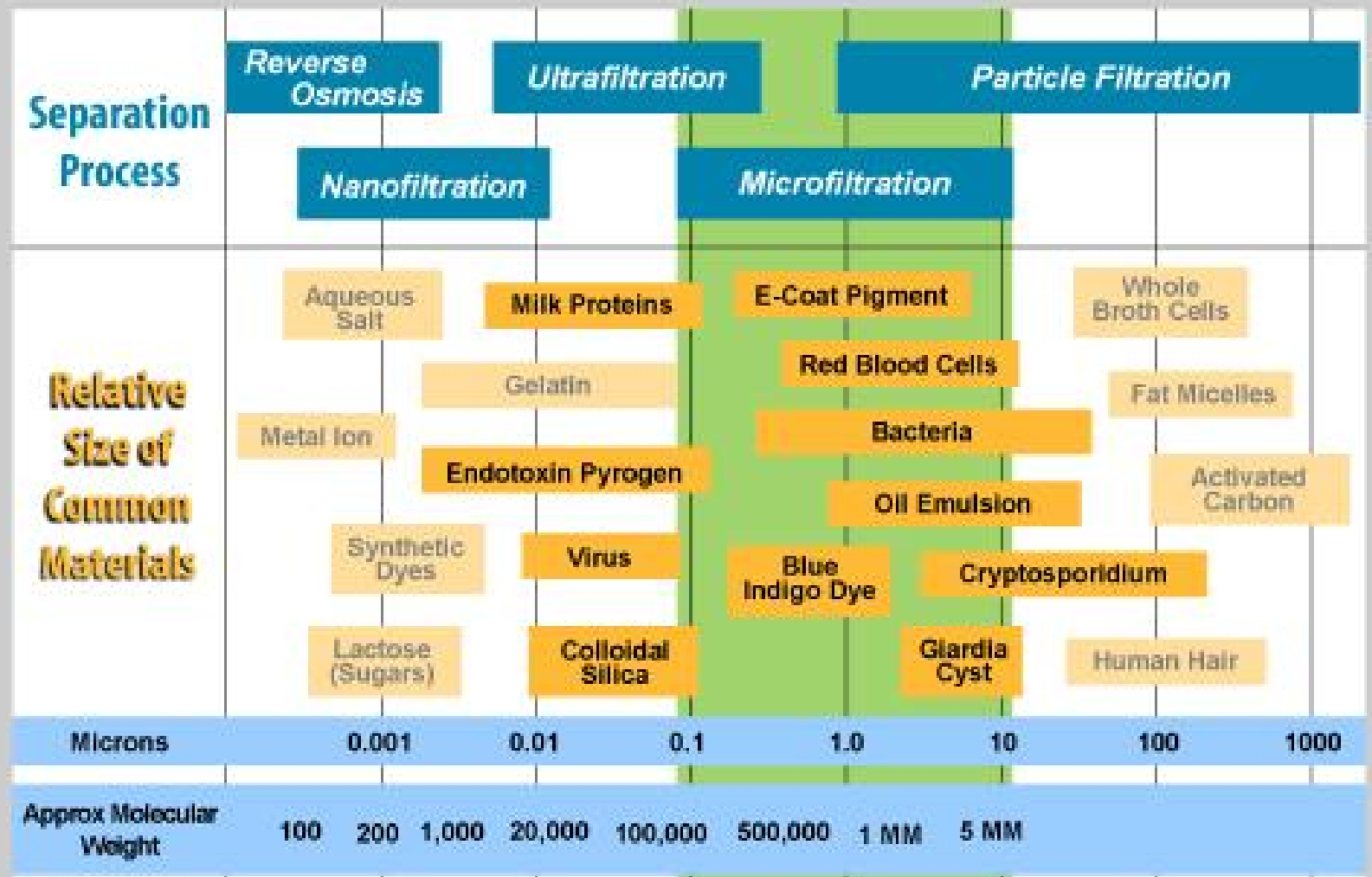
Μέθοδος Β

Ανακρυστάλωση



Μέθοδος Γ





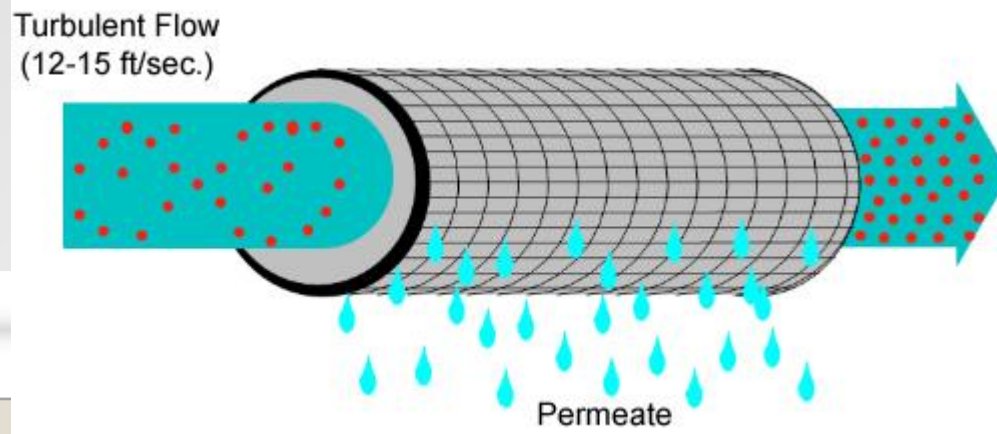
Note: 1 micron (micrometer) = 4 x 10⁻⁵ inches = 1 x 10⁴ Angstrom units

© 2004 - Koch Membrane Systems

Microfiltration

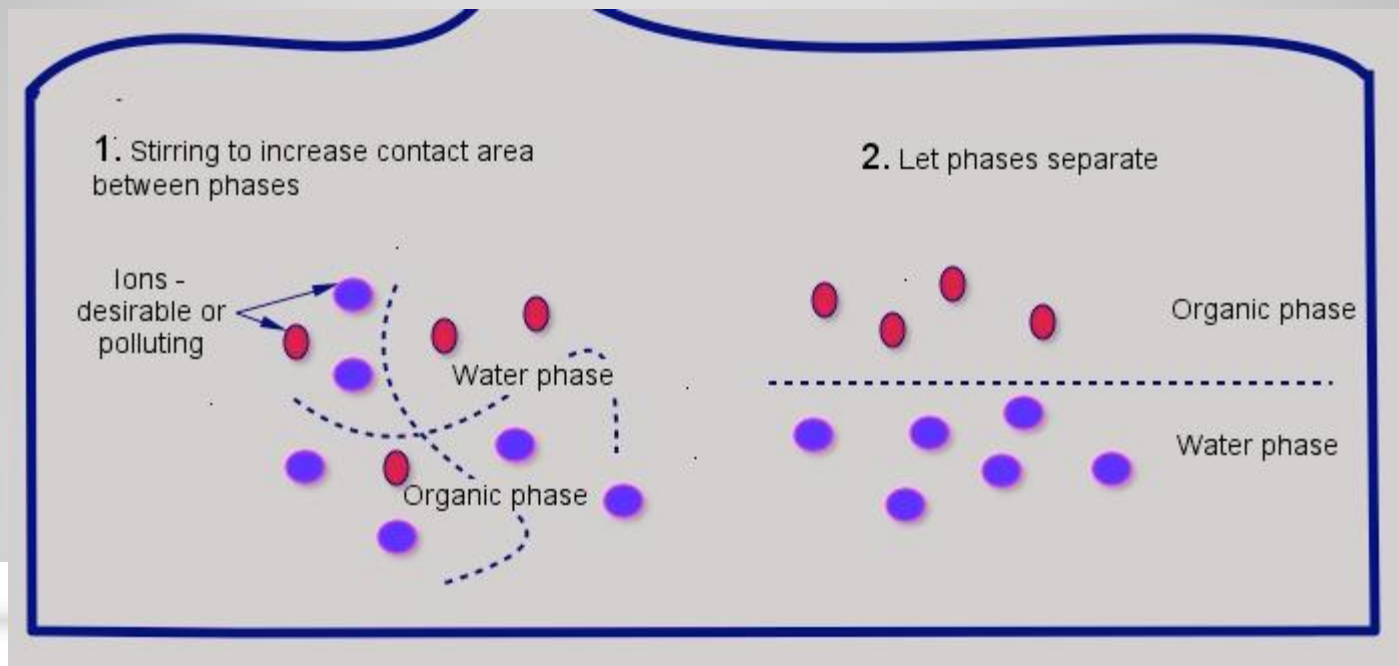
Microfiltration is a filtration process which removes contaminants from a fluid (liquid & gas) by passage through a microporous membrane. A typical microfiltration membrane pore size range is 0.1 to 10 micrometers (μm).

Microfiltration is not fundamentally different from reverse osmosis, ultrafiltration or nano filtration, except in terms of the size of the molecules it retains.



Εκχυλίσεις

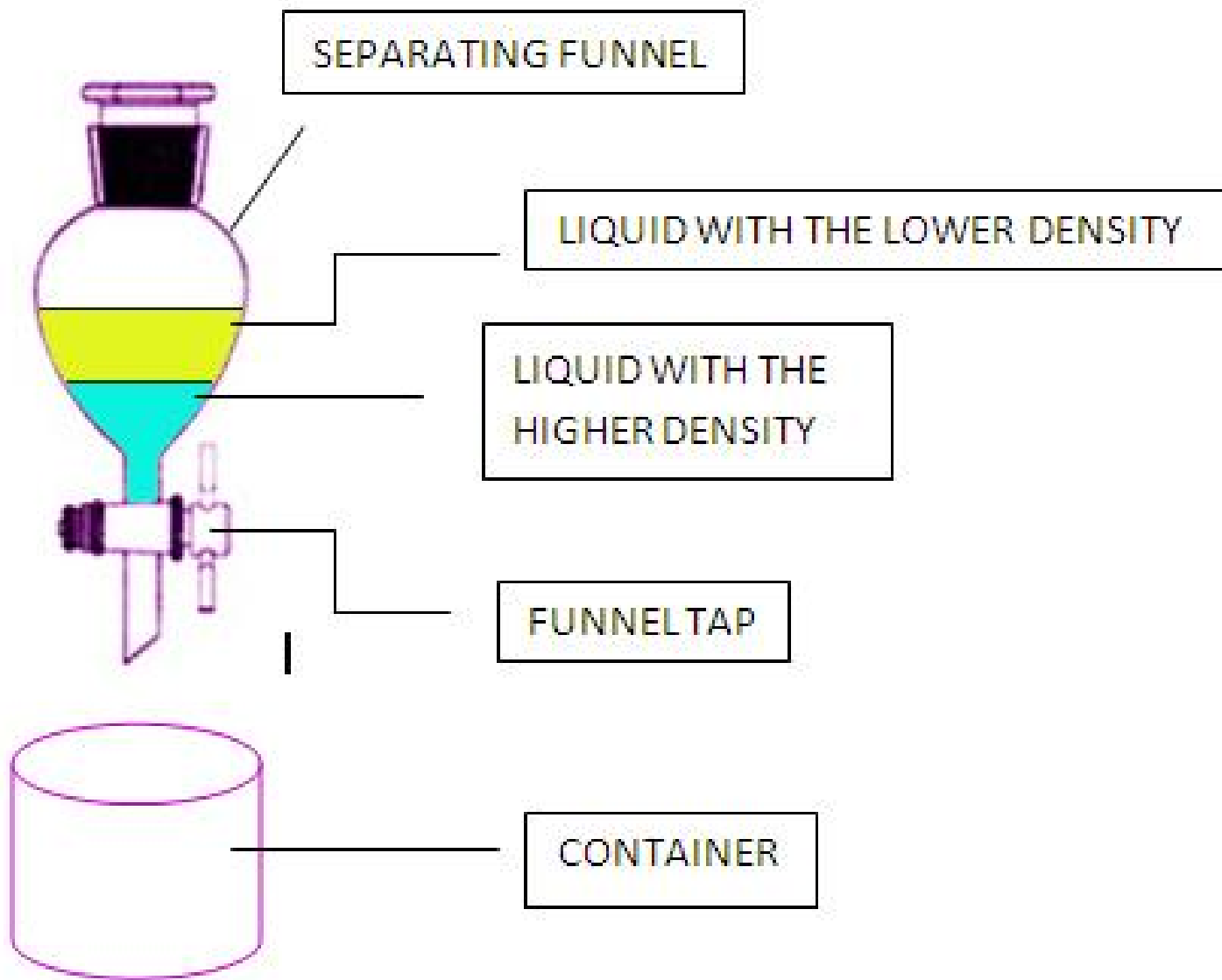
- Στερεό / υγρό
- Υγρό / υγρό



Εκχύλιση υγρό / υγρό

Επιλογή διαλύτη

- Να μην αντιδρά με την ουσία
- Να ανακτάται εύκολα
- Η αμοιβαία διαλυτότητα των διαλυτών να είναι αμελητέα
- Να μην σχηματίζουν γαλάκτωμα
- Να μην είναι τοξικός
- Μεγάλη η διαλυτότητα της ουσίας στο εκχυλιστικό μέσο.



Solvent Miscibility Table

In this table, comparison of commonly used solvents are given.

	Xylene	Water	Trichloroethylene	Toluene	Tetrahydrofuran	di-iso-Propyl Ether	iso-Propanol ⁶	n-Propanol	Pentane	Methyl Ethyl Ketone ⁴	Methyl-t-Butyl Ether ⁴	Methanol	Hexane	Heptane	di-Ethyl Ether	Ethyl Acetate	Ethanol	Dioxane	Dimethyl sulfoxide ³	Dimethylformamide	Dichloromethane ²	1,2-Dichloroethane ¹	Cyclohexane	Carbon tetrachloride	Butyl Acetate	n-Butanol	Benzene	Acetonitrile	Acetone	Acetic Acid						
Acetic Acid																																				
Acetone																																				
Acetonitrile																																				
Benzene																																				
n-Butanol																																				
Butyl Acetate																																				
Carbon tetrachloride																																				
Chloroform																																				
Cyclohexane																																				
1,2-Dichloroethane ¹																																				
Dichloromethane ²																																				
Dimethylformamide																																				
Dimethyl sulfoxide ³																																				
Dioxane																																				
Ethanol																																				
Ethyl Acetate																																				
di-Ethyl Ether																																				
Heptane																																				
Hexane																																				
Methanol																																				
Methyl-t-Butyl Ether ⁴																																				
Methyl Ethyl Ketone ⁵																																				
Pentane																																				
n-Propanol																																				
iso-Propanol ⁶																																				
di-iso-Propyl Ether																																				
Tetrahydrofuran																																				
Toluene																																				
Trichloroethylene																																				
Water																																				
Xylene																																				

Solvent Miscibility Table

Synonym Table:

¹ Ethylene Chloride

² Methylene Chloride

³ Methyl Sulfoxide

⁴ tert-Butyl Methyl Ether

⁵ 2-Butanon

⁶ 2-Propanol



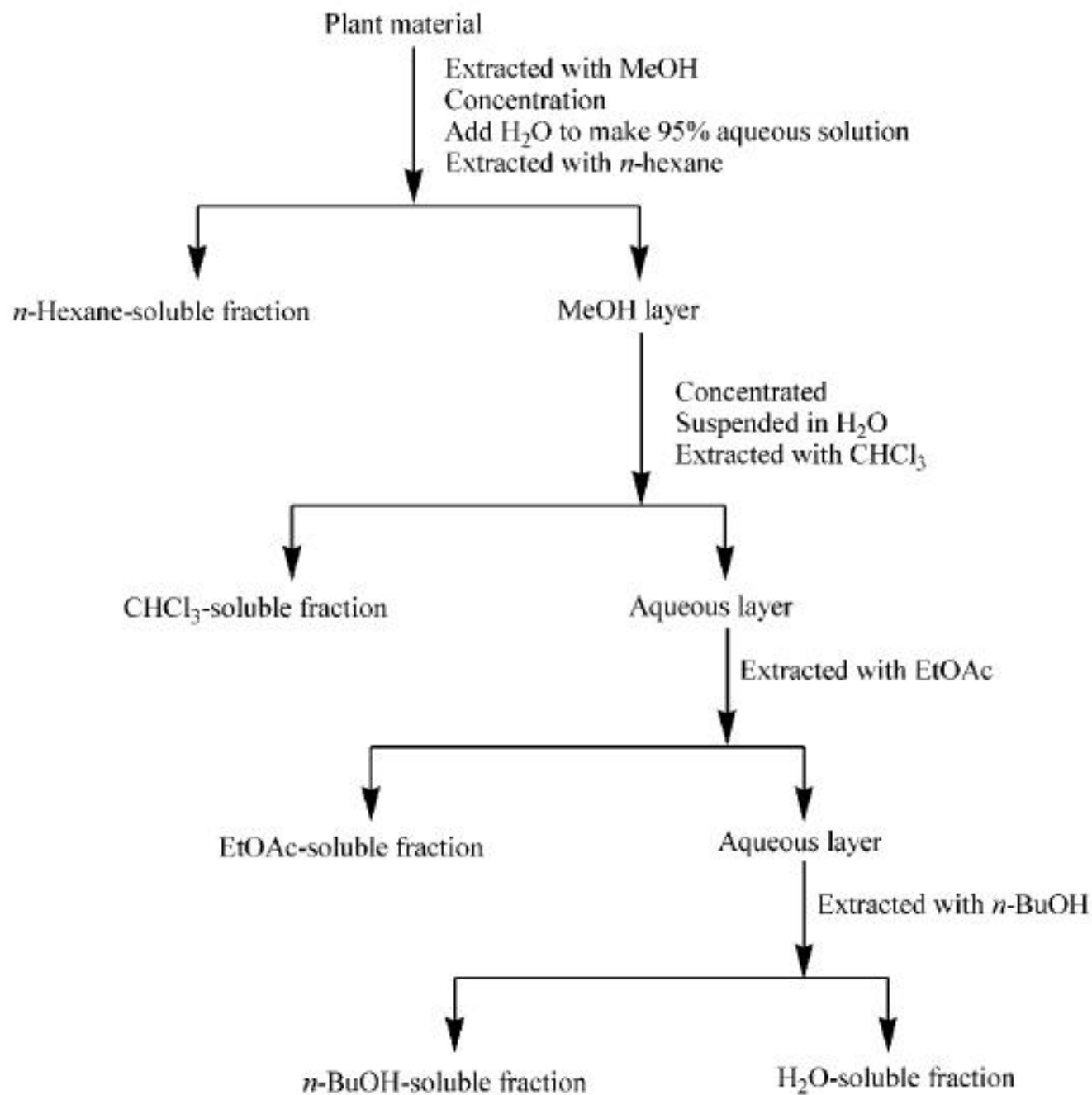
Immiscible
(that means
that in some
proportions
two phases
will be
produced)



Miscible

Εκχυλιστήρες βιομηχανικής κλίμακας





Συντελεστής κατανομής K_D

$$K_D = a_1/a_2$$

a_1 = ενεργότητα της ουσίας a στην φάση 1

a_2 = ενεργότητα της ουσίας a στην φάση 2

Για δεδομένο σύστημα διαλυτών εξαρτάται μόνο από την θερμοκρασία.

Ισχύει μόνο όταν η ουσία βρίσκεται στις δύο φάσεις με την ίδια ακριβώς μορφή

Λόγος Κατανομής D

$$D = C_2 / C_1$$

C_1 = Η ολική συγκέντρωση της ουσίας A στην φάση 1

C_2 = Η ολική συγκέντρωση της ουσίας A στην φάση 2

Πολλαπλές εκχυλίσεις

$$W_n = \left(\frac{V_1}{DV_2 + V_1} \right)^n W_0$$

W_n = η ποσότητα της ουσίας A που παραμένει στην στιβάδα 1 μετά από n εκχυλίσεις.

V_1 = διαλύτης 1

V_2 = διαλύτης 2 (όπου $V_2 = V_1$)

D = λόγος κατανομής

W_0 = η ποσότητα της ουσίας A που υπάρχει αρχικά στην στιβάδα 1

Countercurrent Extraction

Θεωρία

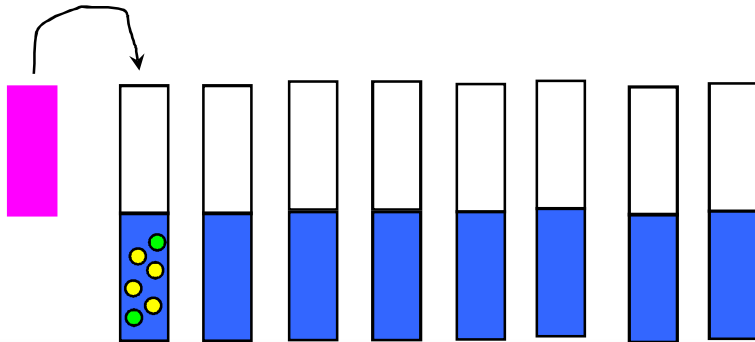
Η εκχύλιση κατ' αντιρροή (countercurrent extraction) αποτελεί μέθοδο πολλαπλών εκχυλίσεων υγρού-υγρού, με την οποία πετυχαίνεται ο διαχωρισμός ουσιών που διαφέρουν ως προς το λόγο κατανομής στο διφασικό σύστημα. Η εκχύλιση κατ' αντιρροή μπορεί να πραγματοποιηθεί εύκολα με μια έξυπνη κατασκευή, γνωστή ως συσκευή Craig.

Η συσκευή Craig αποτελείται από μια σειρά υάλινων σωλήνων συνδεδεμένων μεταξύ τους έτσι, ώστε να είναι δυνατή η μεταφορά της επάνω φάσης (ειδικώς ελαφρότερη φάση) από το ένα σωλήνα στον επόμενο. Όλες οι εκχυλίσεις και μεταφορές γίνονται συγχρόνως σε όλους τους σωλήνες, οι οποίοι εκτελούν είδος περιστροφικών κινήσεων συνήθως με ηλεκτρομηχανικά μέσα.

F. Craig Apparatus and Craig Countercurrent distribution

Η κάτω φάση με τον (ειδικώς) βαρύτερο διαλύτη (π.χ. νερό, με μπλε χρώμα στην εικόνα), αποτελεί τη "στατική φάση", ενώ η επάνω φάση με τον (ειδικώς) ελαφρύτερο διαλύτη (π.χ. εξάνιο, με κόκκινο χρώμα στην εικόνα) αποτελεί την "κινητή φάση".

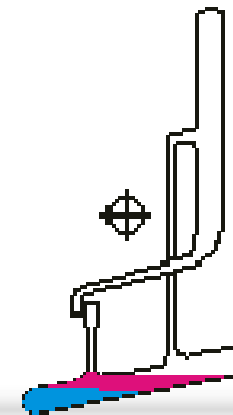
Προφανώς οι ουσίες με τους μεγαλύτερους λόγους κατανομής (δηλ. με μεγαλύτερη "προτίμηση" για τον ελαφρύτερο διαλύτη) κινούνται ταχύτερα από τον ένα σωλήνα στο άλλο, σε σχέση με τις ουσίες με μικρότερους λόγους κατανομής.

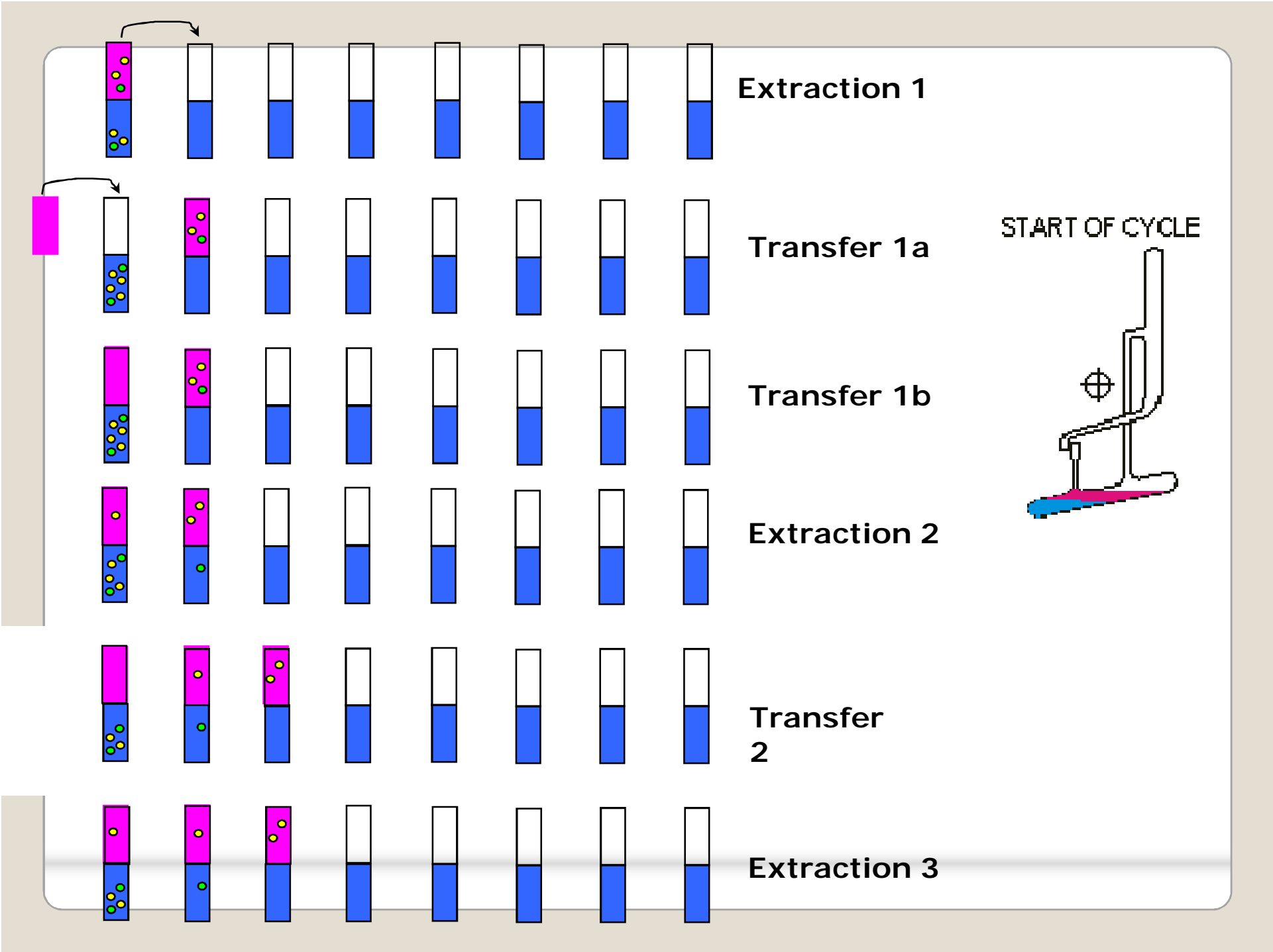


Lyman C. Craig, Ph.D.

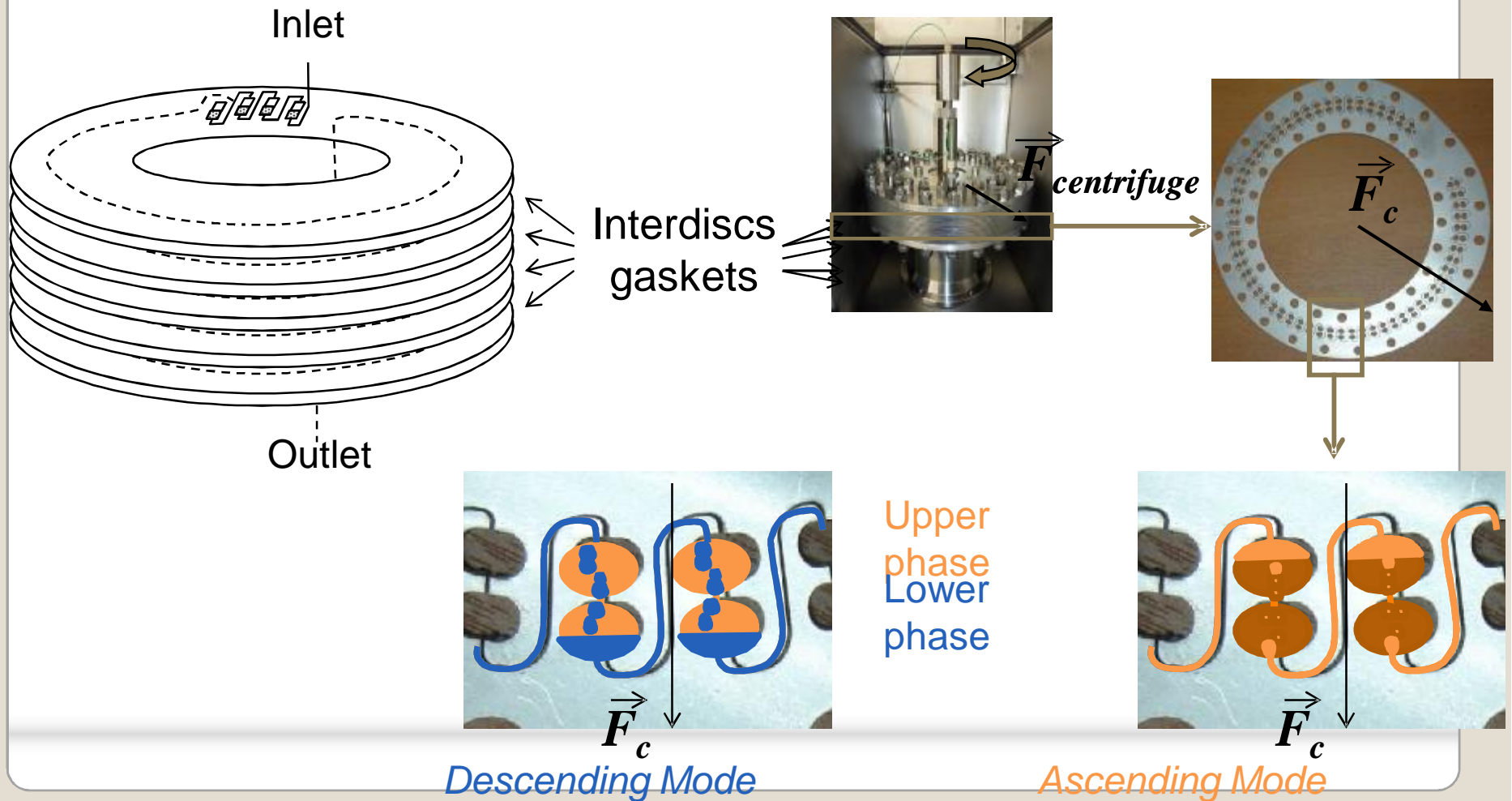
Albert Lasker Award

START OF CYCLE





CPC MECHANISM



Εκχύλιση κατ' αντιρροή- High speed Countercurrent Chromatography (HSCC)

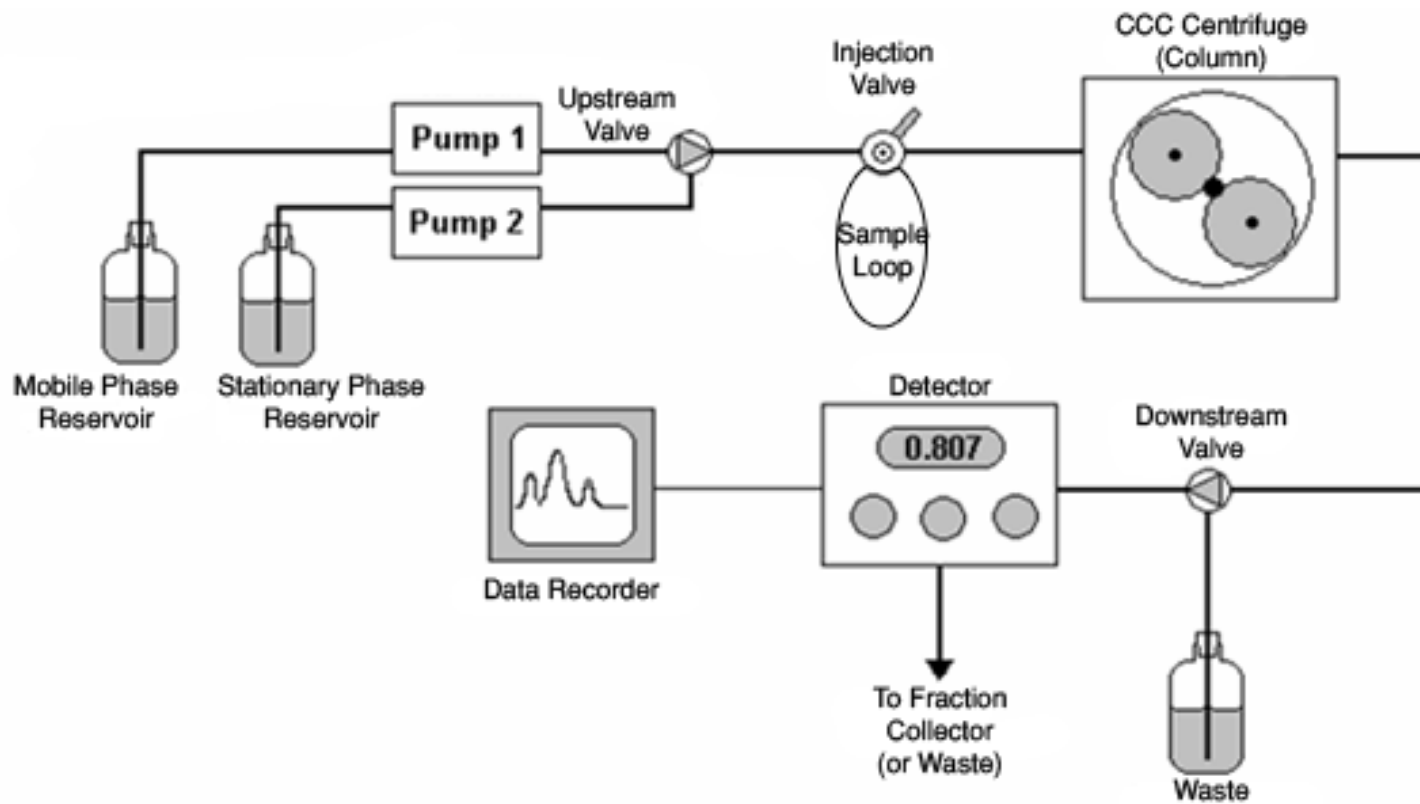


Table 1
Application of HSCC in Natural Product Isolation

Solvent system	Compounds	Reference
<i>n</i> -Hexane–EtOAc–MeOH–H ₂ O 70:30:15:6	Tirandamycins A and B (Fig. 5)	(10)
<i>n</i> -Hexane–EtOAc–MeOH–H ₂ O 1:1:1:1	Arizonins and concanamycins (Fig. 6)	(11,12)
<i>n</i> -Hexane–EtOAc–MeOH–H ₂ O (0.01 N H ₂ SO ₄) 5:6:5:6	Squalestatins	(13)
<i>n</i> -Hexane–EtOAc–MeOH–H ₂ O 2:3:3:2	Arizonins (Fig. 6)	(11)
<i>n</i> -Hexane–EtOAc–MeOH–H ₂ O 3:7:5:5	Auxins (Fig. 7)	(14)
<i>n</i> -Hexane–EtOAc–MeOH–H ₂ O (25 mM PO ₄ ³⁻ buffer pH 6.9) 7:3:5:5	Australifungins (Fig. 8)	(15)
<i>n</i> -Hexane–EtOAc–MeOH–H ₂ O 2:2:2:1	Phomopsolides (Fig. 8)	(16)
<i>n</i> -Hexane–EtOAc–MeOH–EtOH–H ₂ O 10:14:10:2:13	Taxol [®] and cephalomannine (Fig. 3)	(8)
<i>n</i> -Hexane–CHCl ₃ –MeOH–H ₂ O 1:1:1:1	Trichoverroids (Fig. 9)	(17)
<i>n</i> -Hexane–DCM–MeOH–H ₂ O 5:1:1:1	Bu2313 B (A tetramic acid) and 5- <i>N</i> -acetylardeemin (Fig. 10)	(10,18)
<i>n</i> -Hexane–DCM–MeOH–H ₂ O 10:40:17:8	Steroids	(19)
Heptane–EtOAc–MeOH–H ₂ O 1:1:1:1	Oxysporidinone (Fig. 19)	(20)
CHCl ₃ –EtOAc–MeOH–H ₂ O 12:8:15:10	Pristinamycins (Fig. 2)	(8)

Εκχύλιση κατ' αντιρροή- High speed Countercurrent Chromatography (HSCC)

- 100% παραλαβή του δείγματος
- σύντομη
- δεν αποικοδομούνται οι μεταβολίτες
- χαμηλό κόστος μικρή / κατανάλωση διαλυτών
- εκλεκτική
- δυνατότητα για πιλοτική κλίμακα

Εκχυλίσσεις στερεάς φάσης (solid phase extraction)

- Κανονικής Φάσης
- Αντίστροφης φάσης
- Ιοντοανταλλαγής

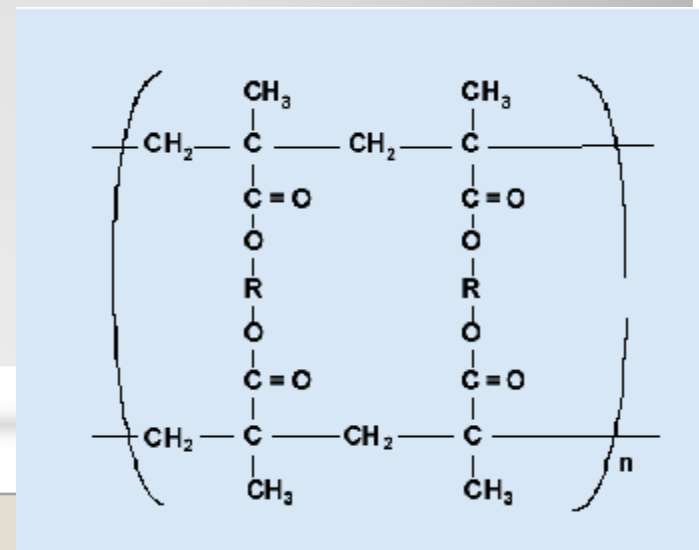
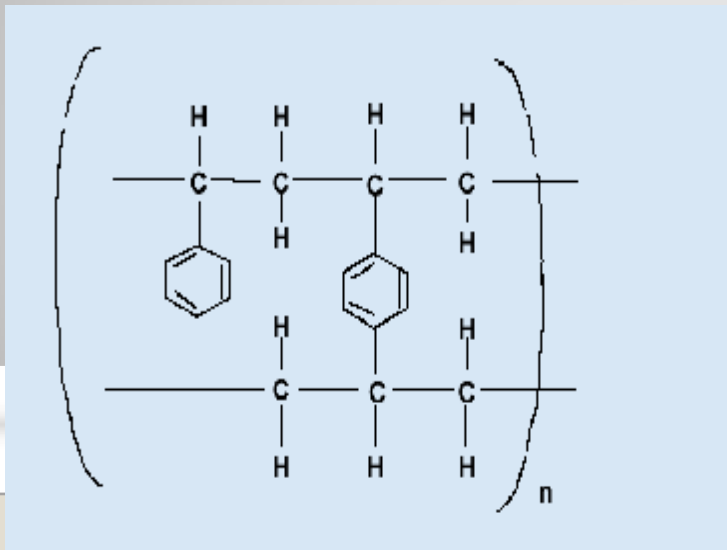
Διαδικασία εκχύλισης στερεάς φάσης

1. Εξισορρόπηση
2. Πρόσδεση
3. Έκπλυση
4. Εκλεκτική έκλυση



ADSORPTION RESINS

- Polymeric adsorbents are highly porous structures, mainly of styrenic or acrylic type, whose internal surfaces can adsorb mainly by π - π interactions and then desorb a wide variety of different chemical substances depending on the solvent with which they are used.



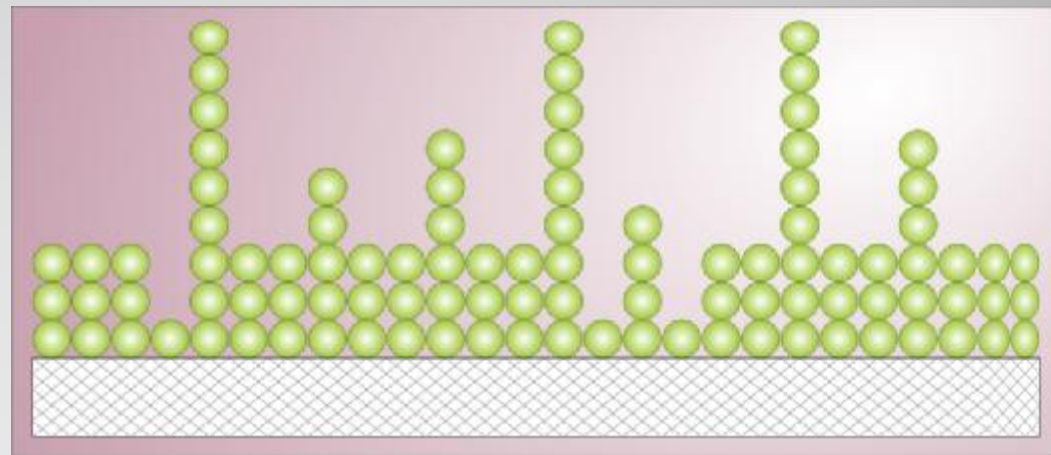
ADSORPTION RESINS

– Adsorbtion ≠ Absorbtion

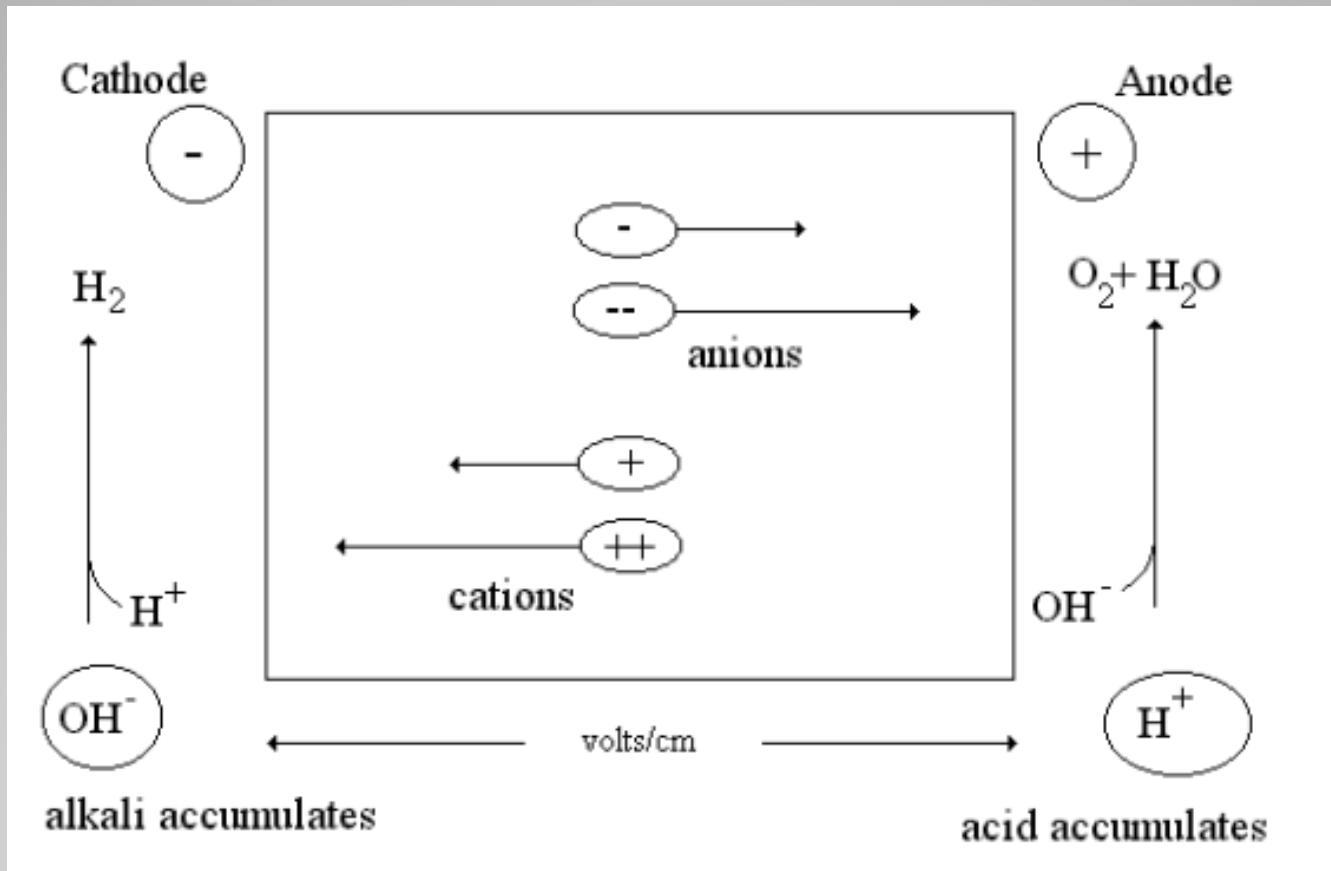
– Αναγεννήσιμες

Στάδια

1. Εξισορρόπηση
2. Πρόσδεση
3. Έκπλυση
4. Εκλεκτική έκλυση

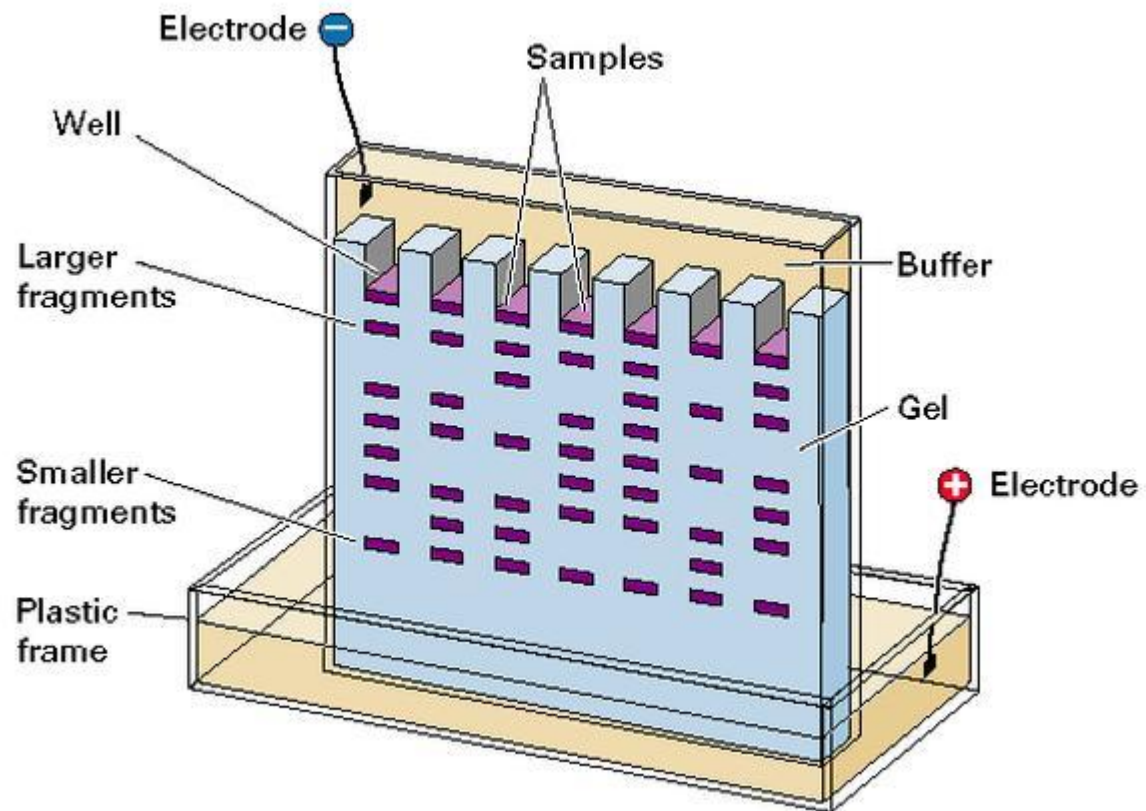


Ηλεκτροφόρηση

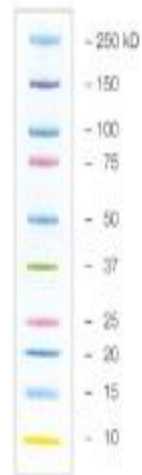
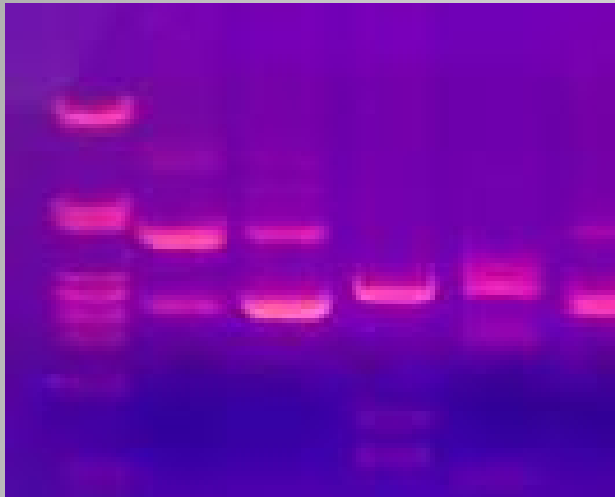


Ηλεκτροφόρηση

Διαχωρισμός Πρωτεϊνών



Ηλεκτροφόρηση



Τεχνική

- Εκχύλιση
- Κρυστάλλωση
- Προσρόφηση
- Ηλεκτροφόρηση
- Καθίζηση
- Μικροδιήθηση

Αρχή τεχνικής

- Διαφορές στη διαλυτότητα σε δύο μη μειγνιόμενους διαλύτες
- Απόθεση κρυστάλλων σε χαμηλότερη θερμοκρασία
- Προσρόφηση μορίων σε στερεή φάση
- Διαχωρισμός με την βοήθεια Ηλεκτρικού πεδίου
- Διαφορές στην διαλυτότητα
- Διαφορές στο μέγεθος των ουσιών σε σύγκριση προς τους πόρους του ηθμού

<http://www.youtube.com/watch?v=Q47hTa1KvN0&feature=relmfu>

YouTube - Lec 9 | MIT 5.301 Chemistry Laboratory Techniques, IAP 2004 - Mozilla Firefox

File Edit View History Bookmarks Tools Help

YouTube - Lec 9 | MIT 5.301 Chemistry L... x >> Γ.Γ.Π.Σ. - Υψηλές προς Πολίτες << x Microbial transformation of alantolactone... x +


http://www.youtube.com/watch?v=Q47hTa1KvN0&feature=relmfu

alantolactone solubility Search 20°C E-mail Notifier [550] Music Games

YouTube Search Browse Upload fokalakis Sign Out

Lec 9 | MIT 5.301 Chemistry Laboratory Techniques, IAP 2004

MIT 1,726 videos Subscribe



00:48 / 19:34 CC 240p







Like Add to Share

29,981

Uploaded by MIT on 14 Feb 2008

Recrystallization 39 likes, 0 dislikes

Suggestions

-  **How to Purify by Recrystallization**
by NurdRage
40,293 views Featured Video
-  **MIT 5.301 Chemistry Laboratory Techniques**
by MIT
PLAYLIST 5 videos
-  **Lec 10 | MIT 5.301 Chemistry Laboratory Techniq...**
by MIT
64,525 views
-  **Lec 6 | MIT 5.301 Chemistry Laboratory Techniqu...**
by MIT
32,226 views
-  **Lec 5 | MIT 5.301 Chemistry Laboratory Techniqu...**
by MIT
29,992 views
-  **Lec 1 | MIT 5.111 Principles of Chemical Scienc...**
by MIT

x Find: solubility Next Previous Highlight all Match case Reached end of page, continued from top

start 2 Microsoft Office ... 8 Windows Explorer 5 Adobe Reader 3 Microsoft Office ... ΜΕΘΟΔΟΙ Φυτ. ανα... YouTube - Lec 9 | MI... EN 13:12