

萃取

- 國立臺灣大學化學系，大學化學實驗一暨實驗二，第二版，國立臺灣大學出版中心：台北，民國九十五年。
- 版權所有，若需轉載請先徵得同意；疏漏之處，敬請指正。
- 臺大化學系普化教學組葉芝嵐助教、佘瑞琳講師，2009年3月20日。

一、目的：利用混合物中各成分之溶解度差異，以萃取法來分離。

二、實驗技能：學習藥品稱量、液體量取、萃取 (extraction)、酸鹼中和滴定、分液漏斗 (separatory funnel) 的使用及抽氣過濾等。

三、原理：

萃取是利用物質在不同溶劑中溶解度的差異，將混合物中的某一特定成分轉移到另一溶劑中，達到分離的目的。一般最常用的操作方式是使用分液漏斗進行液相萃取。所謂液相萃取是加入一種與試樣溶液不能互溶或僅微量互溶的溶劑或液態試劑，在分液漏斗中充分混合，利用這特定成分在兩種溶劑中的溶解度不同，將此成分萃取到溶解度較大的溶劑內，而從混合物中分開。通常一次萃取並無法完全將物質萃取完全，因此採用少量溶劑進行多次萃取，這比以大量溶劑萃取一次效率高得多。另外，也可利用萃取溶劑與被萃取物發生化學反應進行萃取。例如，以酸性水溶液，如 $\text{HCl}_{(\text{aq})}$ ，為萃取溶劑與鹼性有機物質，如 RNH_2 ，反應形成水溶性鹽類 (RNH^+Cl^-)，而從有機溶劑中萃取出，再將此酸性萃取水溶液鹼化後，就可以將此一鹼性有機物質回收。同樣的道理，也可以用鹼性水溶液將酸性物質自有機溶劑中萃取出，如圖 1 所示。

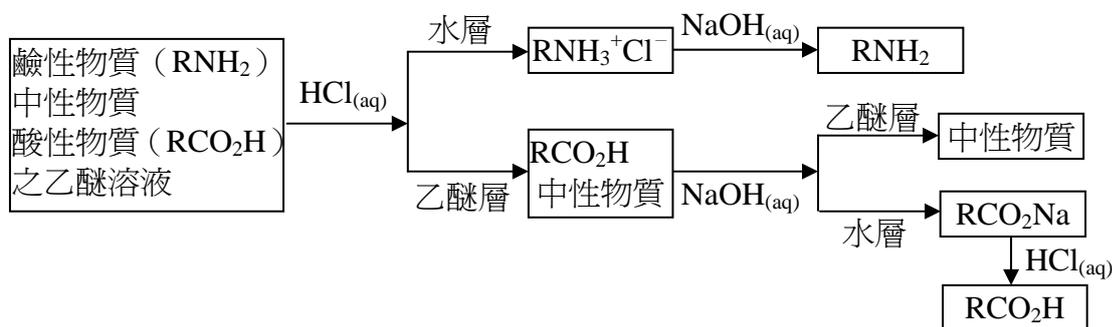


圖 1 利用酸、鹼水溶液萃取有機物

四、儀器與材料：錐形瓶 (125 mL, 6 個)、吸量管 (10 mL)、安全吸球、分液漏斗、滴管、滴定管、漏斗、赫氏漏斗、藍色石蕊試紙、水流抽氣機、剪刀、抽氣試管、濾紙、樣品瓶、鋁箔紙

五、藥品：正己烷 (C_6H_{14})、苯甲酸 (C_6H_5COOH)、氯苯 (C_6H_5Cl)、5% 碳酸氫鈉 ($NaHCO_3$)、5% 鹽酸 (HCl)、乙醚 ($CH_3CH_2OCH_2CH_3$)、0.020 M 氫氧化鈉溶液 ($NaOH$)、酚酞指示劑 (1% phenolphthalein)、苯甲酸水溶液 (C_6H_5COOH , 2.5 g/L)、廣用試紙、洗滌用丙酮 (公用)

六、實驗步驟：

實驗步驟		示範
(一) 水溶液中有機酸之定量		
1	以 10 mL 吸量管量取 10.0 mL 苯甲酸水溶液置於 125 mL 錐形瓶中。	
2	加入 2 滴酚酞指示劑，以 0.020 M NaOH 標準溶液滴定之 (滴至溶液變淡粉紅色且搖晃 15 秒後不褪色，即為滴定終點)，記錄滴定體積至 0.01 mL。 註：滴定管之使用方法請參考實驗技能與示範實驗。	
(二) 以定量有機溶劑一次萃取水溶液之苯甲酸		
3	<p>萃取操作：</p> <p>(1) 準備試樣溶液 將乾淨的分液漏斗置於鐵環上，關好活栓，漏斗下方放置一個空燒杯以接盛不慎洩漏的溶液，上方放置一漏斗，加入 10.0 mL 苯甲酸待萃取溶液及 30 mL 正己烷萃取溶劑。</p> <p>(2) 放氣 以瓶塞塞住分液漏斗瓶口、右手頂住瓶塞，將漏斗倒置過來。以左手打開活栓先放氣一次。</p> <p>(3) 搖振萃取及放氣 放氣之後關閉活栓，將分液漏斗劇烈搖晃，使兩個不</p>	 

互溶的溶液混合。大約每搖晃五次放氣一次，這樣反覆操作數次，直到放氣時沒有明顯氣體放出為止。

注意，放氣的時候，分液漏斗的開口必須朝向排氣櫃內，不可朝向其他人或者是自己，以避免噴出物造成危險。

(4) 靜置分層

分液漏斗置於鐵環上，盡速將瓶塞取下以與大氣相通。混合的溶液會分離為上下兩層，密度大的水層沉於下方，而密度小的正己烷溶液在上層。

(5) 分層分離

下層的液體由分液漏斗的下管慢慢流出到 125 mL 錐形瓶收集，上層溶液則由上端倒出於正己烷回收燒杯中。

(6) 滴加 2 滴酚酞於錐形瓶之苯甲酸水溶液中，重覆步驟 2，滴定水層中苯甲酸含量。



(三) 以定量有機溶劑分三次萃取水溶液中之苯甲酸

(1) 將分液漏斗沖洗乾淨，另取 10.0 mL 苯甲酸溶液置於其中，加入 10 mL 正己烷萃取之。

(2) 萃取後將水層由分液漏斗下方流至錐形瓶中；正己烷層由分液漏斗瓶口倒至正己烷廢液回收杯。

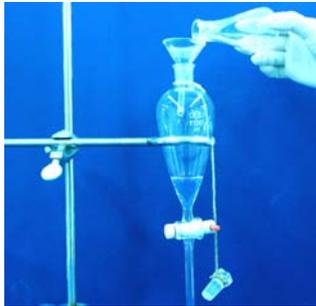
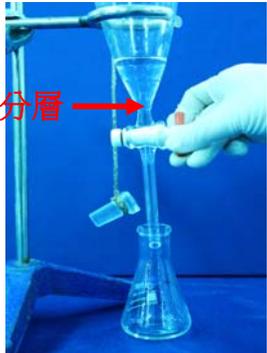
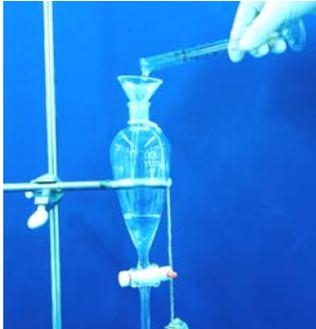
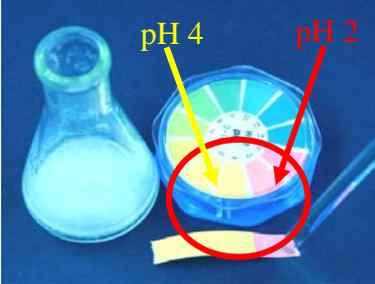
4 (3) 水層重新倒回分液漏斗，再加入 10 mL 正己烷萃取之，每次以 10 mL 正己烷萃取，共計萃取 3 次。

(4) 重覆步驟 2，滴定水層中苯甲酸含量。比較以定量溶劑一次萃取及分為三次萃取之萃取效率。

註：所有正己烷萃取液均棄置於指定廢液瓶中。



(四) 以酸、鹼水溶液萃取分離法

5	<p>稱取苯甲酸及氯苯各約 0.5 g 於 50 mL 錐形瓶中，記錄精確重量。</p> <p>加入 10 mL 乙醚將固體溶解配製成溶液。</p>	
6	<p>將混合溶液倒入分液漏斗中，再以 2 mL 乙醚分二次潤洗錐形瓶，溶液併入分液漏斗中。</p>	
7	<p>以 5 mL 之 5% $\text{NaHCO}_{3(\text{aq})}$ 萃取後，水層由下方流至 50 mL 錐形瓶中。</p>	
8	<p>分液漏斗中的乙醚層以 5 mL 之 5% $\text{NaHCO}_{3(\text{aq})}$ 再萃取一次，水層由下方流至錐形瓶中，乙醚層經由分液漏斗瓶塞口方向倒入廢液回收桶中。</p>	
9	<p>持續滴加 5% $\text{HCl}_{(\text{aq})}$ 至步驟 14 及 15 所收集的水層中，直到有大量白色固體產生，繼續滴至廣用試紙測試 pH 值小於 3。</p> <p>註：以玻棒沾取少量溶液點在廣用試紙上檢測之。</p>	
10	<p>以抽氣過濾法收集產物。</p> <p>以濾紙壓乾產物，靜置風乾 15 分鐘。</p> <p>註：抽氣過濾法請參考實驗技能與示範實驗。</p>	

11	將此粗產物置入樣品瓶中（空瓶先貼上標籤稱重），稱其精確重量，並計算粗產率。	
12	以鋁箔紙封住樣品瓶口，並以鉛筆戳幾個小洞以利進一步風乾，待下次實驗時再取回使用。 將風乾後的苯甲酸粗產物稱重，求其粗產率並比較長時間風乾是否有效，此粗產物將測其熔點並以再結晶方式純化（下次實驗）。	