

三、萃取

一、原理：

萃取 (extraction) 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 (separatory funnel) 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 ($\text{RNH}_3^+\text{Cl}^-$)，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 3-1 所示。

二、器材：

實驗器材包括：試樣溶液、萃取溶劑、分液漏斗、漏斗、錐形瓶、鐵架及鐵環。

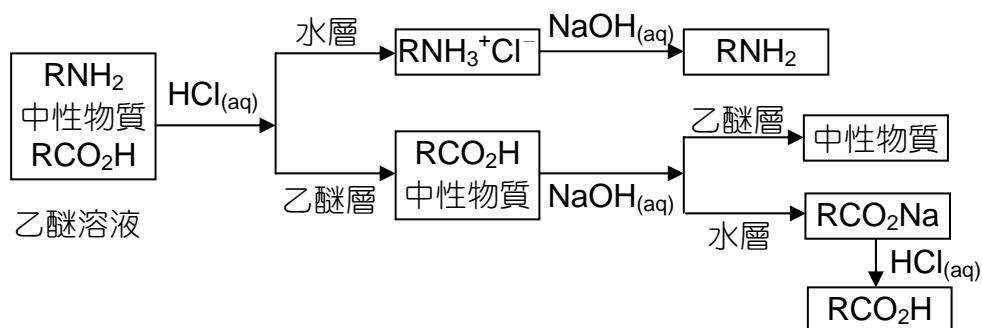


圖 3-1 利用酸、鹼水溶液萃取有機物

(一) 萃取溶劑

萃取溶劑是用來將試樣溶液中的某一個特定組成分選擇性的溶解分離。選擇萃取溶劑時，須要考慮下面幾項因素：(1) 選擇對被萃取物質有較大溶解能力的溶劑。(2) 萃取溶劑與原來的溶劑必需不互溶。(3) 選用沸點較低的溶劑，以便萃取後較容易與所萃取的物質分開且較為容易回收。(4) 萃取溶劑不可與被萃取物質發生不可逆的化學變化。此外，價格便宜、操作簡便、不可燃、以及無毒性等，也是選擇溶劑應該考量的因素。

(二) 分液漏斗

分液漏斗是萃取時所使用的容器，它的下端有一個單孔活栓，在上端則有一瓶塞可封住瓶口。使用之前先檢查瓶塞和活栓是否緊密接合。加入水以測試是否會洩漏，如果有洩漏，通常只需將活栓鎖緊一些，假若仍有洩漏問題則需更換裝置。另有一型分液漏斗，它的活栓是磨砂玻璃接口，磨砂接口需要塗抹適量的凡士林，並且旋轉均勻之後，保持緊密接合不洩漏。瓶塞通常使用磨砂玻璃，有些玻璃塞會設計一個缺口，配合分液漏斗上方的氣孔，以方便漏斗內的液體排放。瓶塞不需塗抹凡士林，以免污染溶液，可以用水稍微潤濕一下磨砂的部分即可取代凡士林的功能。在進行萃取的搖晃之前，要先確認此一磨砂缺口與氣孔是錯開的，處於關閉的狀態。但是在打開下方活栓讓液體排放時，這一個缺口須和氣孔對合以連通大氣，否則溶液無法排出。沒有這一項設計的分液漏斗在排放液體時需要將瓶塞打開。分液漏斗的容積必須足夠容納所有的試樣溶液和萃取溶劑，還需要有剩餘的空間以便於萃取時的搖動，通常溶液的體積不要超過分液漏斗四分之三的容積。

三、實驗操作：

(一) 萃取

1. 準備試樣溶液

進行萃取操作時，首先將一支乾淨的分液漏斗置於具有防撞護套之鐵環上，關好底部的活栓，於分液漏斗下方放置一個空燒杯以接盛不慎洩漏

的溶液，瓶上方放置一漏斗。將溶有待萃取物的溶液及萃取溶劑透過漏斗依次分別加入於分液漏斗中。

2. 放氣

以瓶塞塞住分液漏斗瓶口，但切忌以旋轉方式企圖向內旋緊，這可能導致瓶塞無法拔出。右手頂住瓶塞，將漏斗倒置過來。以左手控制活栓，將活栓打開先放氣一次，旋開活栓前，可以輕拍瓶身數下，讓附著在活栓處的液體順利流下。

3. 搖振萃取

放氣之後關閉活栓，在密閉狀態下將分液漏斗劇烈搖晃，使兩個不互溶的溶液混合。兩種溶劑在分液漏斗中混合時，密閉漏斗內的氣壓因為兩種溶劑的飽和蒸氣壓加成使得氣壓增高。為了使漏斗內的壓力回復到大氣壓，以避免內部壓力的增高而造成洩漏的可能，必須不時旋開活栓放出揮發的蒸氣，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

接著將分液漏斗置於鐵環上，並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，密度大的溶液沉於下方，而密度小的溶液浮在上層。萃取水溶液的過程中，如果不確定哪一層為有機層，可以在分液漏斗中滴入幾滴水，觀察其沉降至那一層以判斷；或少量取出任何一層溶劑於小試管中，加入幾滴水即可判別。

5. 分層分離

旋開分液漏斗下方之活栓，使下層的液體由分液漏斗的下管慢慢流出到收集瓶中，剩餘的上層溶液則由上端倒出。當進行少量溶劑多次萃取時，須將含有待萃取物的原始溶液再加入於分液漏斗中，加入新鮮的萃取溶劑，重覆進行操作，並且將多次萃取液合併一起。分液漏斗重複使用時不需重新洗淨。

(二) 乳化現象處理

萃取過程中有時兩個液面間會產生乳化現象而不易分離。乳化產生的可

能原因為：(1) 含有兩溶劑均不溶的微粒，(2) 溶質改變了溶液的表面張力，(3) 兩個液體的密度很接近，(4) 猛烈的振盪。如果已知會發生乳化現象，則應該以旋轉方式搖晃，不要大力的上下搖振，但是這樣的做法要搖晃久一些才能達到萃取的效果。此外，靜置、加入飽和食鹽水、或更多萃取劑，也可消除乳化現象。

(三) 萃取液處理

1. 以乾燥劑脫水

當使用有機溶劑萃取水溶液中的溶質時，分離之後通常仍有少許水存在於有機萃取液中，因此，必須用乾燥劑脫水。理想的乾燥劑是吸水能力強，不會吸附任何溶劑或溶質，並且不與溶劑或溶質作用而又便宜的物質。例如無水硫酸鎂 (MgSO_4)、無水硫酸鈉 (Na_2SO_4) 等。加入適量的乾燥劑於錐形瓶的有機萃取液中，使平鋪於瓶底約 1 mm 的厚度，靜置約 15 分鐘。搖動一下錐形瓶，若乾燥劑可自由漂移不黏著於瓶底，溶液保持澄清而不混濁，表示溶劑已乾燥完全，否則應加入更多的乾燥劑。

2. 去除乾燥劑

使用重力過濾法將澄清之濾液移轉於另一個乾淨且已稱重的圓底瓶中，與乾燥劑分離。

3. 去除溶劑

經過乾燥劑脫水後的溶液，使用常壓蒸餾或是減壓濃縮去除溶劑，即可分離得到萃取物。

4. 稱量與記錄

稱量記錄萃取物重量，計算回收率。

(四) 實驗結束處理

實驗結束後，廢液及廢棄物倒入指定的回收桶中，並且將實驗器具及桌面清理乾淨，完成實驗。

(五) 實驗注意事項

1. 分液漏斗要大小適合、活栓與瓶塞均密合不滴漏。
2. 萃取時應每次使用少量的溶劑萃取多次，以提高萃取率。

3. 使用有機溶劑萃取，應在排氣櫃中進行。
4. 萃取過程中要時常放氣洩壓，並且開口不要朝著人。
5. 分層時須將分液漏斗靜置於鐵環上，並且立即將瓶塞取下，以便與大氣相通。
6. 正確判斷兩層溶液，下層液體由分液漏斗的下管流出，上層溶液則由上端瓶口倒出。
7. 上下兩層液體都應該保留到實驗結束，以避免意外丟棄需要的部分，但是實驗結束時要記得清理。
8. 有機溶劑通常易燃，操作時要注意附近不可以有火源。
9. 有機萃取液須以乾燥劑脫水。

四、參考資料：

1. 國立台灣大學化學系有機教研小組，*大學有機化學實驗*，第七版，國立台灣大學出版中心：台北市，**2004**。
2. Pavia, D. L.; Lampman, G. M.; Kriz, G. S. *Introduction to Organic Laboratory Techniques: a Contemporary Approach*; Saunders College Publishing: New York, **1976**.
3. Shugar, G. J.; Shugar, R. A.; Bauman, L.; Bauman, R. S. *Chemical Technicians' Ready Reference Handbook*; 2nd. ed.; McGraw-Hill Book Co.: New York, **1981**.