

萃取

- 國立臺灣大學化學系，大學化學實驗一暨實驗二第 5 版，國立臺灣大學化學系：台北，民國 111 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（2017.03）、余瑞琳講師（2024.09）。

一、目的：利用混合物中各成分物溶解度或對化學試劑反應性（如酸鹼性）之差異，以萃取法（extraction）分離之。

二、實驗技能：學習藥品稱量、液體量取、萃取、抽氣過濾及旋轉蒸發等實驗技能。

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 HCl(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 1 所示。

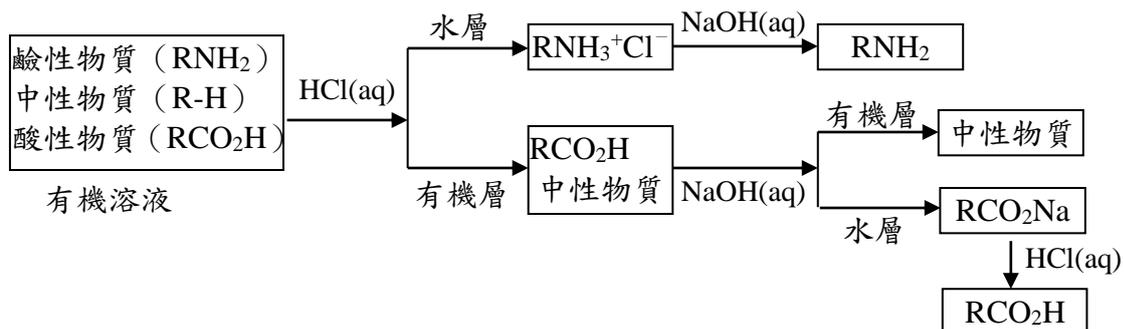


圖 1 利用酸、鹼水溶液萃取有機物

四、儀器與材料：

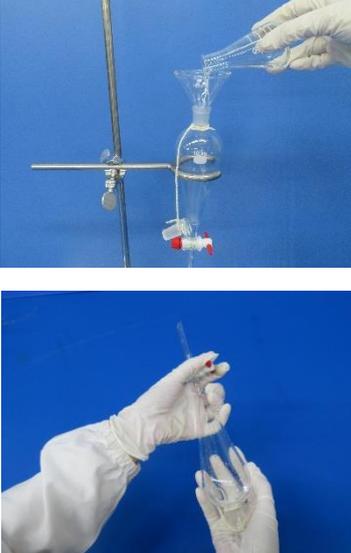
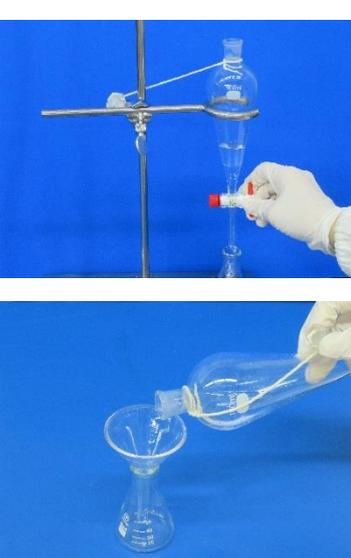
分液漏斗、圓底瓶（100 mL）、錐形瓶（50 mL，2 個）、漏斗、鐵環、滴管、玻棒、三叉夾、抽氣過濾瓶、橡膠套環、赫氏漏斗、濾紙、試管（大、小各一）、廣用試紙、鋁箔紙、標籤紙。
共用：剪刀、水流抽氣機、旋轉蒸發器（rotary evaporator）。

五、藥品：

苯甲酸（benzoic acid, $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$ ），乙醯胺苯（acetanilide, $\text{C}_6\text{H}_5\text{NHCOCH}_3$ ），乙酸乙酯（ethyl

acetate, $\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$), 5% 氫氧化鈉溶液 (sodium hydroxide, NaOH), 6 M 鹽酸 (hydrochloric acid, $\text{HCl}(\text{aq})$), 無水硫酸鎂 (anhydrous magnesium sulfate, MgSO_4)。

六、實驗步驟：

步驟	圖例
(一) 酸、鹼水溶液萃取分離法	
<p>1. (1) 稱取各約 0.5 g 之苯甲酸及乙醯胺苯, 轉置於 50 mL 錐形瓶中, 記錄精確重量。</p> <p>(2) 加入約 10 mL 乙酸乙酯將固體溶解, 配製成試樣溶液。</p>	
<p>2. (1) 將分液漏斗置於鐵環上, 關好活栓, 漏斗下方放置一錐形瓶以接盛可能洩漏的溶液。</p> <p>(2) 經上方之漏斗, 將混合溶液由漏斗倒入分液漏斗中, 再以 2 mL 乙酸乙酯潤洗錐形瓶 2 次, 以盡量將試樣溶液併入分液漏斗中。</p>	
<p>3. 加約 5 mL 之 5% NaOH 於分液漏斗進行萃取。</p> <p>(1) 放氣：以瓶塞塞住分液漏斗瓶口、右手掌頂住瓶塞, 將分液漏斗倒置過來, 以左手打開活栓先放氣一次。</p> <p>(2) 搖振萃取及放氣：放氣之後關閉活栓, 將分液漏斗劇烈搖晃, 使兩個不互溶的溶液充分混合。大約每搖晃五次放氣一次, 反覆操作數次, 直到放氣時沒有明顯氣體放出為止。</p> <p>注意：放氣的時候, 分液漏斗的開口必須朝向排煙櫃內, 不可朝向其他人或者是自己, 以避免噴出物造成危險。</p>	
<p>4. (1) 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。混合溶液會分離為上下兩層, 密度大的水層沉於下方, 密度小的乙酸乙酯溶液在上層。</p> <p>(2) 分層分離：待分層完全後, 下層的液體由分液漏斗的下管慢慢流出到 50 mL 錐形瓶 (水層收集瓶, 標記為 A) 收集。</p> <p>(3) 留於分液漏斗中的乙酸乙酯層以 5 mL 去離子水再萃取一次。水層由下方流至水層收集瓶 A。上方乙酸乙酯層經由分液漏斗瓶塞口倒入另一乾燥 50 mL 錐形瓶 (標記為 B)。</p>	

(二) 分離苯甲酸

5.	<p>將 A 瓶氫氧化鈉水溶液置於冰水浴中冷卻，逐滴加入 6 M HCl，每次滴加均以玻璃棒攪拌混合均勻，直到有大量白色固體產生後，繼續滴至廣用試紙測試 pH 值小於 3 不再有更多固體產生。</p> <p>註：以玻璃棒沾取溶液點在廣用試紙上檢測。</p>	
6.	<p>以抽氣過濾法收集產物，並以少量冰水潤洗錐形瓶、清洗產物。</p> <p>注意：以廣用夾固定抽氣過濾瓶，用橡膠套環連接赫氏漏斗。以濾紙遮住漏斗底板所有孔洞但不大於底板，再以少量溶劑潤濕濾紙並抽氣吸緊，再將混合均勻的溶液快速倒入漏斗中。</p>	
7.	<p>以藥杓及鑷子取出漏斗中之苯甲酸置於乾淨濾紙上，用濾紙壓乾產物，靜置風乾 15 分鐘。</p>	
8.	<p>(1) 秤量乾淨的大試管空重，再將苯甲酸粗產物轉置於大試管中稱精確重量並計算粗產率。</p> <p>(2) 以鋁箔紙封住試管口，並戳幾個小洞以利風乾。交給助教收存，待下次實驗時再取回。</p>	

(三) 分離乙醯胺苯

9.	<p>於有機層收集瓶 B 中，逐次加入無水硫酸鎂(約需 2 g) 並水平旋轉搖動錐形瓶，直到所加硫酸鎂不再結塊沉於瓶底，而有少許粉末懸浮於溶液時，完成除水。</p>	
10.	<p>(1) 洗淨烘乾一個 100 mL 圓底瓶，放冷後秤其空重。</p> <p>(2) 以重力過濾去除 B 瓶乙酸乙酯溶液中之乾燥劑，收集濾液於圓底瓶中。再以約 2 mL 乙酸乙酯洗滌 B 瓶中吸附於硫酸鎂上的殘餘產物。洗液經重力過濾收集於同一瓶中。</p>	

11.	<p>(1) 以旋轉蒸發器移除圓底瓶中的乙酸乙酯溶劑以得到乙醯胺苯固體，秤重及計算產率。</p> <p>(2) 取些許乙醯胺苯產物存於小試管中，交給助教，待下次實驗時再取回以測定熔點。</p> <p>註：為移除乙酸乙酯溶劑，旋轉蒸發器之水浴溫度設定為 40°C。</p>	
12.	<p>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。</p>	