



萃取

領取專用器材

- 濾紙及標籤紙
- 橡膠套環

2023/06/08 修訂

準備個人器材

- 錐形瓶 (50 mL, 2-3個)
- 圓底瓶 (100 mL)
- 分液漏斗
- 鐵架與鐵環
- 漏斗
- 布氏漏斗
- 抽氣過濾瓶
- 水流抽氣機





實驗目的與技能

■ **目的**：學習以酸鹼反應萃取分離純物質

■ **技能**

- 萃取
- 抽氣過濾
- 重力過濾
- 旋轉蒸發器

■ **流程**

- 酸鹼反應萃取分離
- 分離苯甲酸
- 分離乙醯胺苯



旋轉蒸發器 Rotary evaporator

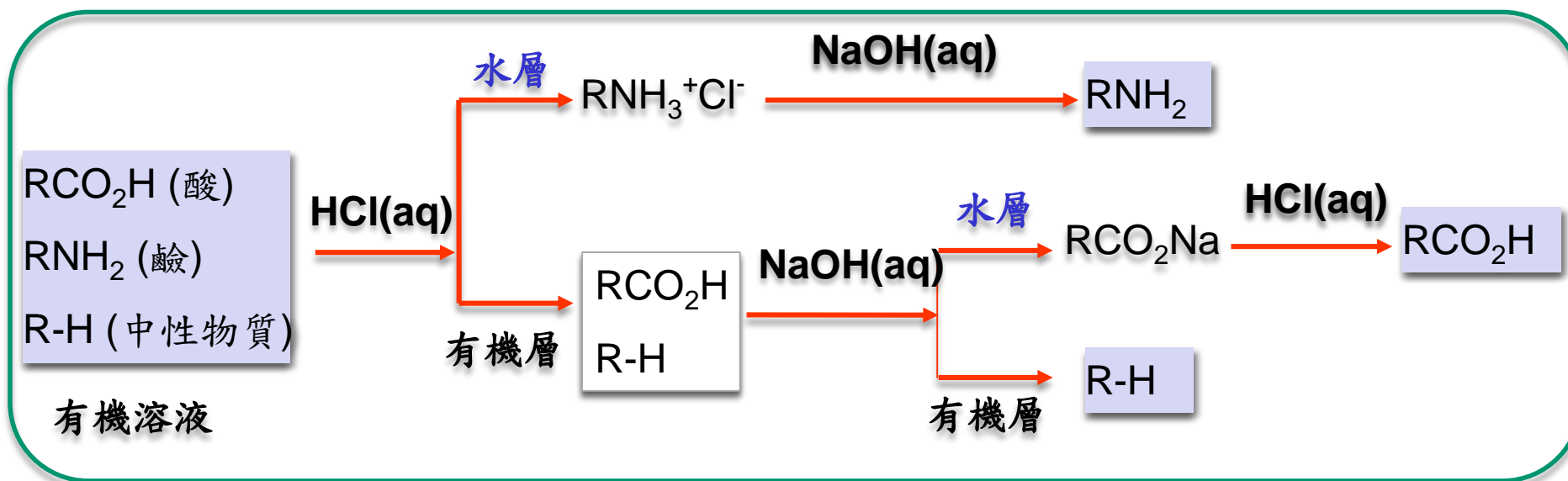


實驗原理

■ 萃取

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，達到分離目的

■ 酸鹼反應萃取流程

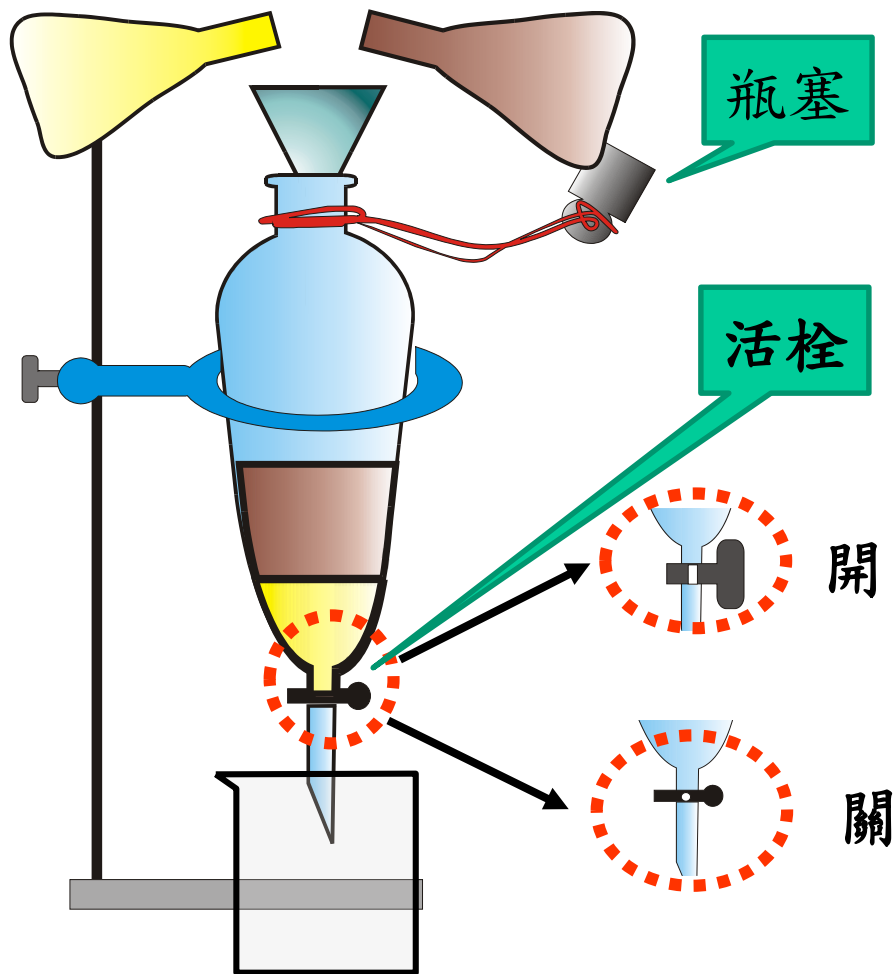




分液漏斗操作－準備試樣

萃取溶液

試樣溶液



- 檢查分液漏斗下方活栓與上方瓶塞密合不滴漏
- 置分液漏斗於鐵環上
- 下方放1個燒杯盛接洩漏液體
- 關閉下方特夫綸活栓
- 經漏斗加入試樣溶液
- 潤洗試樣溶液瓶2次
- 加入萃取溶劑使分層
- 分辨二層溶液
- 蓋上瓶塞



分液漏斗操作—搖振萃取



注意：應戴手套進行萃取操作

■ 放氣

- 右手頂住瓶塞
- 倒置分液漏斗
- 以左手打開活栓先放氣一次

■ 搖振萃取及放氣

- 關閉活栓
- 上下或前後搖振分液漏斗
- 使兩不互溶溶液充分混合
- 約搖振 5 次放氣一次
- 反覆操作到放氣時無明顯氣體放出聲

■ 注意

- 在排煙櫃內進行萃取操作
- 放氣時分液漏斗開口須朝向排煙櫃內
- 開口不可朝向其他人或自己，避免噴出物造成危險



分液漏斗操作—靜置分層分離



靜置分層



下層由下管流出



上層由上端瓶口倒出

■ 靜置分層

- 置分液漏斗於鐵環上，**盡速取下瓶塞以與大氣相通**
- 靜置以使混合溶液分離分層
- 密度大的沉於下層，密度小的溶液在上層

■ 分層分離

- 下層液體由分液漏斗下管流出
- 上層溶液由上端倒出



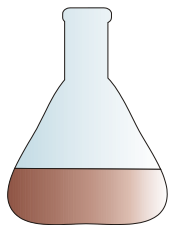
乳化現象處理

- 乳化產生的原因
 - 含有兩液均不溶之微粒
 - 溶質使兩液間的表面張力減小
 - 兩液密度很接近
 - 振盪太猛烈
- 解決方法
 - 旋轉方式搖晃
 - 靜置
 - 加入飽和食鹽水改變水層的密度

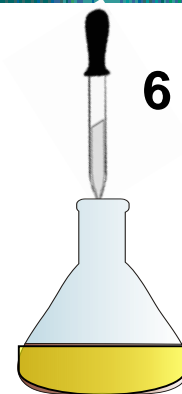
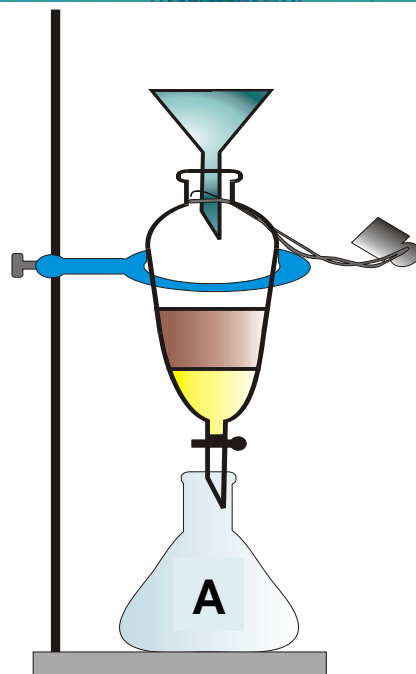




步驟1：酸鹼反應萃取苯甲酸



- 秤記苯甲酸及乙醯胺苯各0.5 g
- 置於50 mL 乾淨錐形瓶
- 以10 mL 乙酸乙酯(EA)溶解
- 經漏斗將混合液加入分液漏斗中
- 再以2 mL EA潤洗錐形瓶兩次



6 M HCl(aq)

A瓶

- A瓶置於冰水浴中
- 逐滴加入 6 M HCl 至沒有更多白色固體產生且 $\text{pH} < 3$

- 加 5 mL 5% NaOH於分液漏斗中進行第1次萃取
- 下層水層自下方流放至A瓶，保留EA有機層在分液漏斗中
- 加 5 mL去離子水至漏斗中進行第2次萃取
- 下層水層流併入 A 瓶
- 上方EA有機層自瓶口倒入另一B瓶



步驟2：分離苯甲酸



- 抽氣過濾收集苯甲酸
- 抽氣乾燥約10分鐘
- 以藥杓及鑷子取出苯甲酸於乾淨濾紙上
- 用濾紙壓乾產物，靜置風乾10分鐘



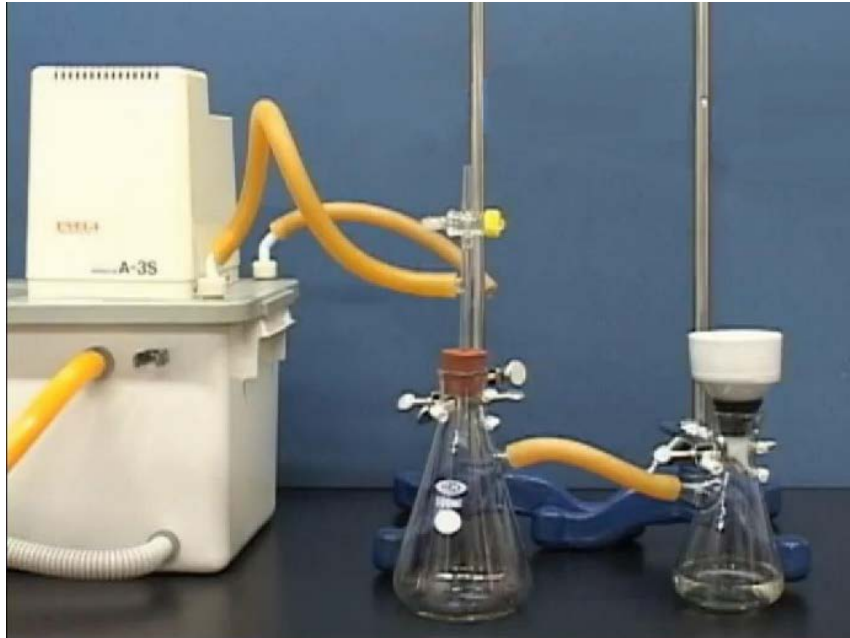
- 大試管貼標籤並秤量空重
- 苯甲酸粗產物轉置入大試管中再次稱重
- 計算苯甲酸粗產率



- 以鋁箔紙封住大試管口
- 以鉛筆戳幾個小洞以利風乾
- 保留至下次實驗使用



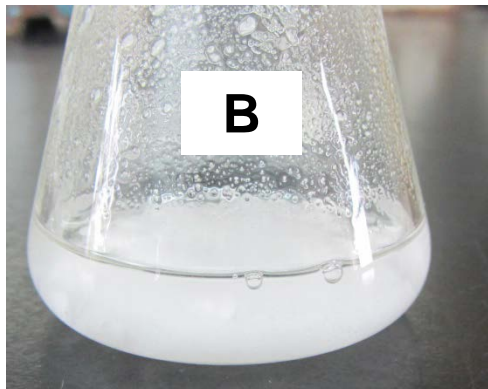
抽氣過濾注意事項



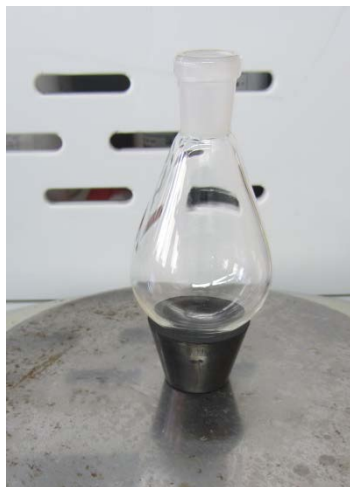
- 水流抽氣機水箱由下方進水上方排水，裝滿水後進水調小
- 以廣用夾固定抽氣過濾瓶及緩衝安全瓶
- 布氏漏斗與抽氣過濾瓶間以橡膠套環緊密接合
- 以直徑55 mm濾紙遮住布氏漏斗平板上所有孔洞
- 以少量去離子水潤濕濾紙，關閉緩衝安全瓶上二方活栓抽氣吸緊濾紙
- 溶液與固體攪拌混合均勻後，迅速倒入布氏漏斗中
- 過濾完畢，先解除真空再關水流抽氣機電源以免水倒流



步驟3：分離乙醯胺苯



B瓶 EA有機層



- 加入足量無水硫酸鎂（約2 g）至B瓶EA溶液中
- 水平旋轉搖動B瓶至溶液澄清，硫酸鎂可懸浮於溶液中

- 秤量乾淨且乾燥之100 mL圓底瓶空重
- 重力過濾B瓶EA溶液至圓底瓶以去除硫酸鎂
- 以2 mL之EA潤洗B瓶中硫酸鎂，洗液經過濾併於圓底瓶

- 以旋轉蒸發器除去圓底瓶中EA，得乙醯胺苯固體
- 秤圓底瓶及產物重，計算產率
- 以藥杓刮下產物，置於已秤過空重之小試管中
- 再次秤量小試管與乙醯胺苯重，以鋁箔紙封口，下次實驗使用



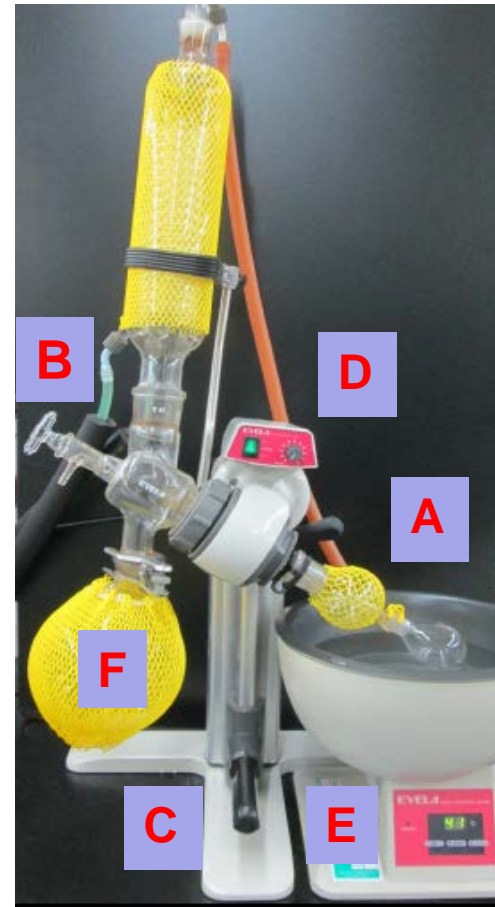
旋轉蒸發器 (Rotavapor)

使用操作

1. 開啟冷凍循環冷卻水槽
2. 開啟水浴加熱 (E)，將水浴加熱至所需溫度
3. 裝上圓底瓶 (A)，並扣上磨口夾
4. 確認氣閥 (B) 旋至開放與室壓平衡狀態
5. 開啟真空抽氣系統
6. 調降升降閥 (C)，使圓底瓶底部部分浸入水浴中
7. 啟動旋轉開關 (D)，並調整旋轉速度
8. 逐步調整氣閥 (B) 至封閉狀態，開始減壓，如有暴衝，立刻打開氣閥，再慢慢關閉氣閥，直至溶液沒有暴衝方可完全關閉，開始旋轉濃縮，收集溶劑於瓶中 (F)

結束操作

1. 旋開氣閥 (B) 洩壓，以與室壓平衡
2. 關閉旋轉開關 (D)，停止旋轉
3. 調高升降閥 (C)
4. 關閉抽氣機，停止抽氣
5. 取下圓底瓶 (A)
6. 關閉水浴加熱 (E)
7. 關閉冷凍循環冷卻水



注意：磨口夾方向 12



實驗注意事項

精簡報告

- 戴NBR手套，以免碰觸到化學藥品
- 在排煙櫃中進行有機溶劑之萃取
- 有機溶劑通常易燃，操作時要注意附近不可以有火源
- 加液及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
- 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
- 有機層萃取液，須以乾燥劑脫水
- 上下兩層液體都應該保留到實驗結束，以免意外丟棄需要的部分，於實驗結束後一併回收清理
- 使用旋轉蒸發器時應小心操作，若有疑問，應請教助教
- 保存萃取之苯甲酸及乙醯胺苯產物，下周實驗續用
- 本實驗之有機廢液需倒入指定回收桶
- 完成清潔整理、器材清點與值日生工作