

七、減壓過濾

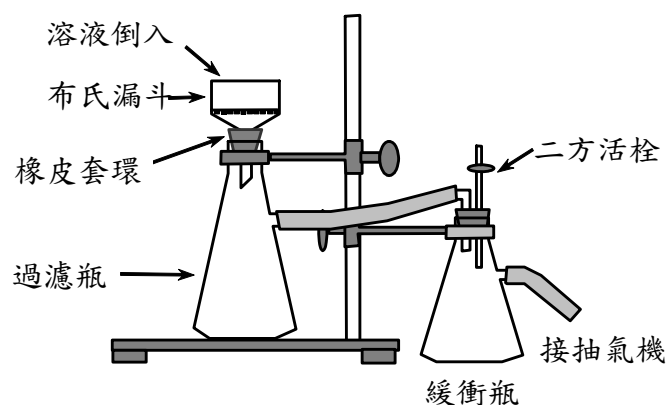


圖 T7-1 減壓過濾裝置

一、原理：

減壓過濾又稱真空過濾 (vacuum filtration) 或抽氣過濾 (suction filtration)，是利用抽氣減壓裝置將濾紙下方的空氣部分抽除，造成壓力差，使液體在重力與壓力差的雙重作用下加速過濾，以達到快速分離液體與固體沉澱物的目的。這項操作經常使用在收集所欲得到的固體物質。

二、器材：

減壓過濾裝置包括：水流抽氣幫浦 (water pump)、緩衝瓶 (safety trap)、抽氣過濾瓶 (suction flask，簡稱吸濾瓶)、橡膠套環以及漏斗四個部分。

(一) 水流抽氣幫浦

減壓過濾一般使用水流抽氣幫浦來抽氣減壓。水流抽氣幫浦是應用白努利效應 (Bernoulli effect)，當水快速流衝過抽氣主管時，空氣自垂直方向的側管抽入，造成側管所連接的系統內壓力降低，達到減壓的效果。由於水與水蒸氣之間會維持平衡的狀態，因此水幫浦的減壓效率最大僅能降低到當時水溫的飽和蒸氣壓。例如當溫度為 10°C 時，真空度約可達到 $9\sim 10\text{ mmHg}$ 。溫度

越高，水的飽和蒸氣壓越大，減壓的效率會比較差。水流抽氣幫浦在使用時，須將水箱裝滿水；要注意水是由下方進入，上方流出，切勿反向裝置。水箱裝滿水後，將進水關小，保持循環水的流動，如此可將抽入水箱的物質排放出去，並且可以冷卻馬達、降低水溫，以免高溫影響抽氣的真空度。循環水不要開得太大，以避免水來不及排放而溢出造成淹水；水箱的蓋子需要蓋好，避免馬達運轉時水花濺出，也避免雜物掉入。一台水流抽氣幫浦有兩支抽氣管，可提供兩組同學同時使用。而連接抽氣管所用的橡皮管必需是耐壓的厚壁管，不可以使用一般的橡皮管，以免減壓抽氣時，被抽扁而失效。水流抽氣幫浦在使用時，應該先接上電源，再打開開關。

(二) 緩衝瓶

緩衝瓶是一個具有支管的厚壁錐形瓶，它的功用是為了避免減壓過濾時瞬間斷電，或者操作不當、忘了洩壓就關閉電源，這可能導致水箱的水倒流入壓力較小的系統內，此時倒流的水會先留置在緩衝瓶中，使水不致於立刻流到抽氣過濾瓶的濾液中。如果緩衝瓶內有水，會使得緩衝空間變小，因此使用前，應該先將瓶內的水倒空。使用廣用夾 (universal clamp) 固定瓶子，以避免緩衝瓶傾倒。緩衝瓶瓶口上有一個二方活栓，當活栓的方向垂直桌面時，為洩氣釋壓，系統內壓力與大氣壓相同；當活栓的方向平行桌面時，為關閉氣閥，系統是在抽氣減壓的狀態。可以用手指壓按住緩衝瓶側管所連接的橡皮管口以測試抽氣的效果。

(三) 抽氣過濾瓶

抽氣過濾瓶是一個具有支管的厚壁錐形瓶，如果待過濾的溶液量小時，抽氣過濾瓶也可以改為使用抽氣過濾試管 (filtering tube)。無論是抽氣過濾瓶或是抽氣過濾試管，使用時均應該以廣用夾固定，不可用手拿持抽氣試管，或放在燒杯、錐形瓶中，以免傾倒。抽氣過濾瓶與緩衝瓶之間以耐壓橡皮管連接，操作時沾些水在支管器壁上，以幫助橡皮管的套入。

(四) 抽氣過濾漏斗

抽氣過濾漏斗一般有赫氏漏斗 (Hirsh funnel) 及布氏漏斗 (Büchner funnel) 兩種。若過濾少量的溶液或沉澱物，例如 10 mL 左右，可以使用容量較小

的赫氏漏斗。當大量的混合液要過濾時，則使用有各種不同直徑規格的布氏漏斗。布氏漏斗與赫氏漏斗均有一個多孔性的圓形底板，當使用時，需要選擇一張大小適合、恰可遮住所有孔洞的濾紙。例如，布氏漏斗的內徑若為 55 mm，則選用直徑為 55 mm 的濾紙恰好適合。濾紙不可過小，必須能將底板上的所有孔洞遮住；濾紙也不可比圓形底板大，過大的濾紙在邊緣部分會凹摺向上，造成氣密度喪失、混合液自綳褶處溢流使固體漏過，而導致過濾不完全；如果濾紙過大，可以用剪刀裁剪到適當的大小。還有一種不需要使用濾紙的燒結玻璃過濾器（sintered-glass filter）。這種過濾器是以多孔性的玻璃纖維濾片來過濾、阻隔固體，並且可以耐燒結到 500 °C 的高溫；常用在沉澱物的定量分析，或是再結晶時為達到充分淋洗效果可選用這種過濾器。

三、實驗操作：

1. 架設實驗器材

選用適當大小之橡皮套環組合漏斗和抽氣過濾瓶，使二者連接緊密、保持氣密狀態。漏斗下端長頸部之斜切面尖端要遠離抽氣側管，防止濾液濺入側管。以少量的溶劑將濾紙濕潤，關閉二方活栓，開始抽氣減壓，使濾紙緊吸在漏斗上。

2. 傾析與清洗沉澱

藉由玻璃棒的導引將溶液導入濾紙的中心位置。如果要收集的是固體結晶，可以將容器內的溶液與固體以玻璃棒攪均勻後，經旋轉、搖動容器，使固體與液體形成均勻懸浮液，快速傾倒入漏斗中。最後沉積在容器內的少量固體，利用少量冰冷的溶劑淋洗之後，將固體移轉到漏斗。這個淋洗操作應重覆 2~3 次。

3. 收集產物

過濾完成後，利用持續抽氣的方式，讓吸附在固體表面的溶劑加速揮發，使固體產物乾燥。然後開啟二方活栓、洩氣釋壓，將抽氣乾燥後的固體結晶倒置在一張乾淨的濾紙上，完成分離收集。如果要收集的是濾

液，則應該經由抽氣過濾瓶的瓶口倒出，不可經由抽氣支管倒出。

4. 實驗結束處理

實驗完成後，關閉水流抽氣幫浦電源、關閉循環冷卻水，將廢液回收，器具清洗乾淨，完成實驗。

四、注意事項：

1. 使用水流抽氣幫浦時水箱應裝滿水，並且打開適量循環冷卻水。
2. 緩衝瓶及抽氣過濾瓶等裝置均應該使用廣用夾固定。
3. 選用適當大小的抽氣過濾漏斗及濾紙；濾紙需恰能將所有濾板孔洞遮住，不可過小或過大。
4. 抽氣過濾漏斗與抽氣過濾瓶之間要加裝橡膠套環以保持氣密。
5. 濾紙需先潤濕、抽氣減壓吸緊後再將溶液倒入。
6. 過濾完成後要先洩氣釋壓，並且確認另一組同學也已完成實驗，再關閉抽氣馬達之電源，以避免水箱的水倒流。
7. 使用完畢，應關閉循環冷卻水，若長時間不使用時，則將水幫浦水箱中的水排空。

五、參考資料：

1. 國立台灣大學化學系普化教學小組 大學普通化學實驗；第十版；台大出版中心：台北，民國九十一年。
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.