

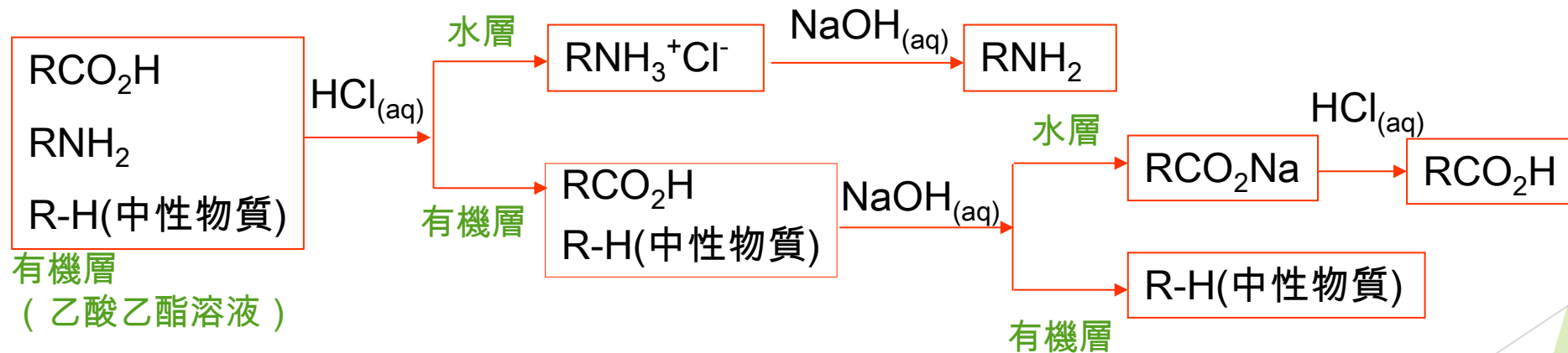
E4 萃取

實驗目的及原理

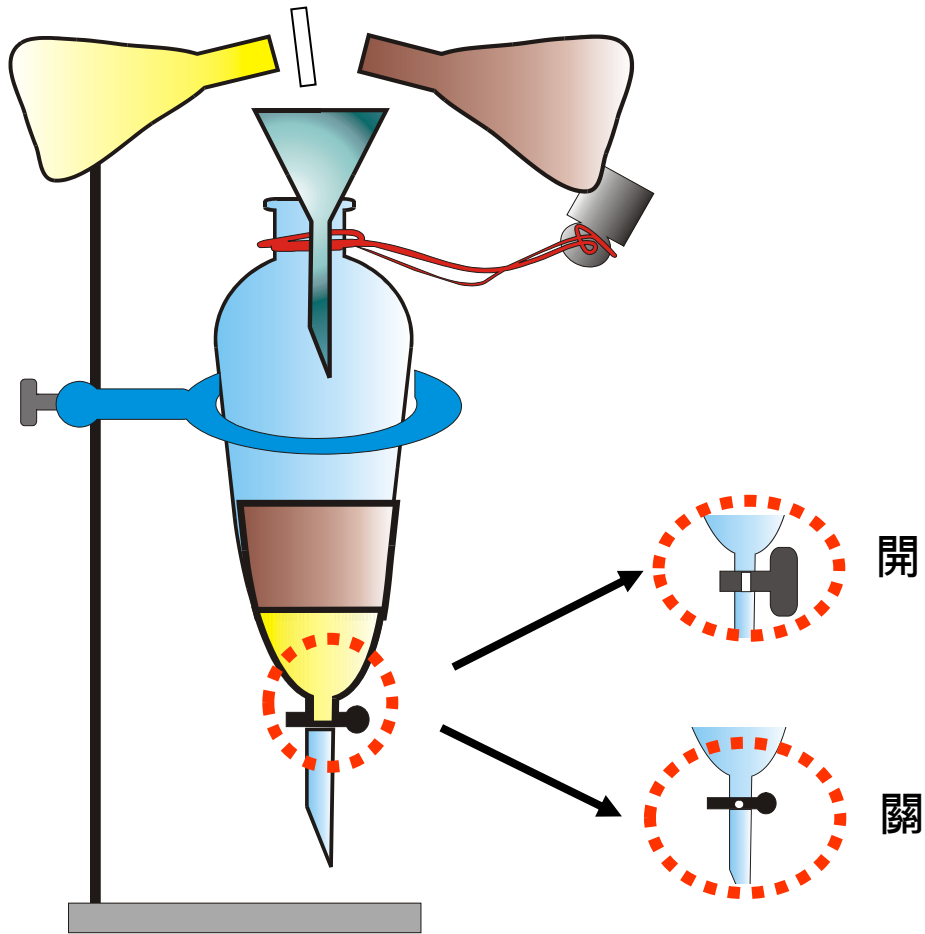
▶ 實驗目的：

- ▶ 本實驗利用酸鹼反應，將原本溶於有機溶劑的化合物轉變成水溶性鹽類，而後與有機溶劑分離。

▶ 實驗原理：



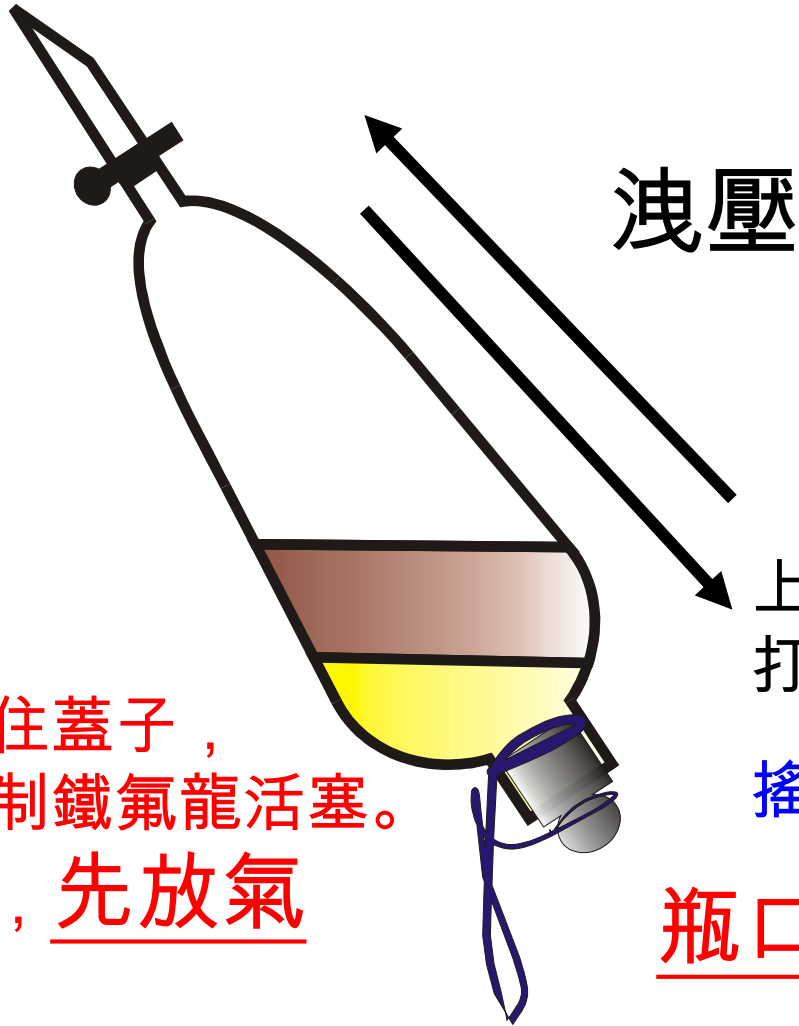
分液漏斗使用方法



1. **關上** 鐵氟龍開關，放置於鐵環上
2. 加入有機層
3. 加入**酸**或**鹼**性溶液，分水層/有機層
4. 蓋上上蓋。

※分液漏斗的**蓋子不要重壓**，可
用水稍微潤濕。

分液漏斗使用方法



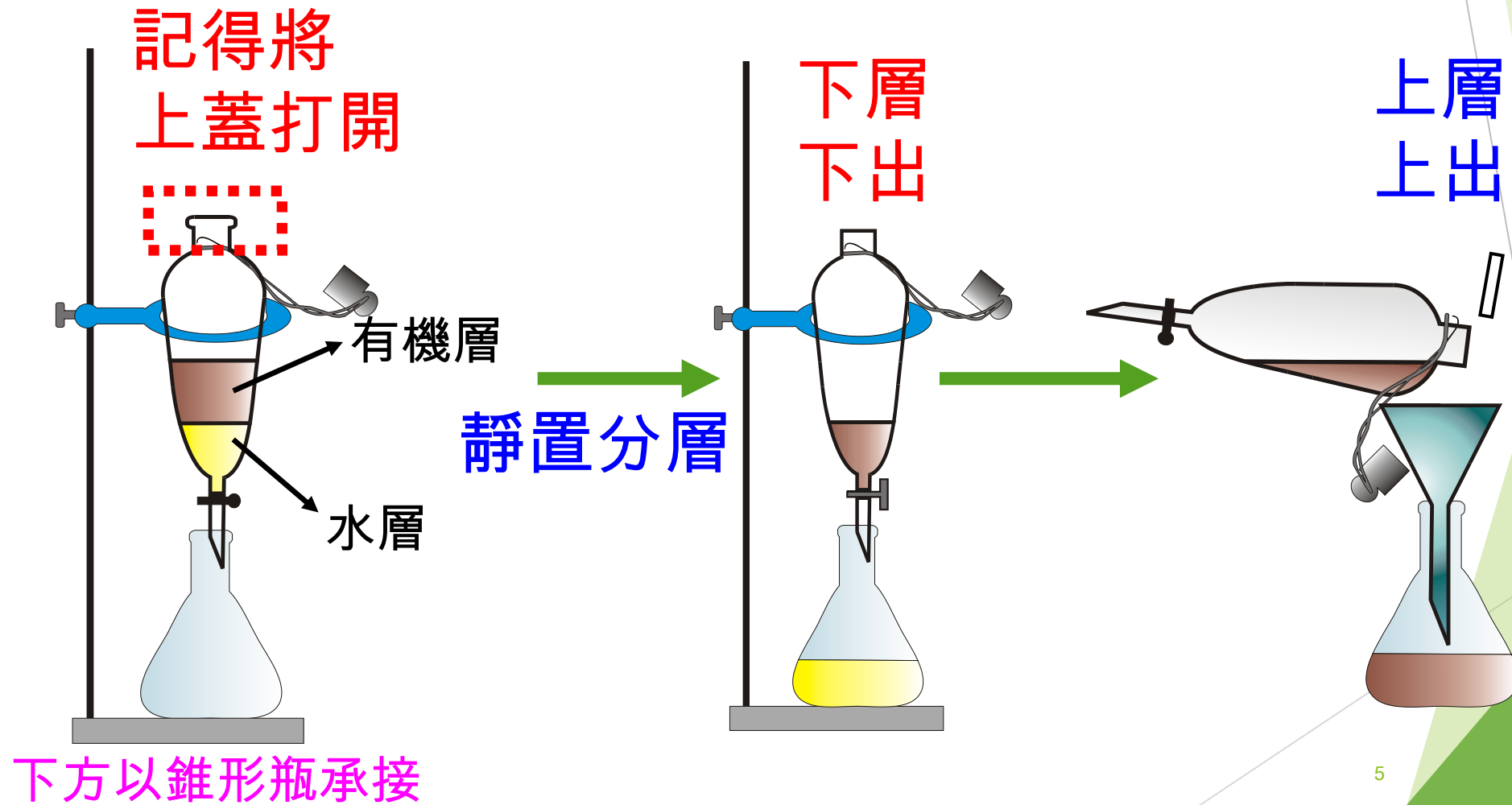
一手頂住蓋子，
一手控制鐵氟龍活塞。
傾斜後，先放氣

洩壓
上下搖動使充分混合，約搖晃4~5次即
打開活塞放氣一次，使內外壓力平衡

搖晃終點：不再有氣體產生

瓶口需朝抽氣櫃中，不可以對人

分液漏斗使用方法



實驗步驟

混合物的分離

1. 將**0.5 g 苯甲酸(Benzoic acid)** + **0.5 g 乙醯苯胺(Acetanilide)**，倒入**50 mL 錐形瓶**中，用**25 mL 乙酸乙酯(EA)**溶解，利用**漏斗**將此溶液倒入分液漏斗中。
2. 用**5 mL 乙酸乙酯(EA)**洗滌錐形瓶並倒入分液漏斗中(控制溶劑用量，避免藥品浪費與汙染)。
3. 將分液漏斗中的乙酸乙酯溶液，先用**20 mL 5% NaOH_(aq)**萃取一次。

靜置分層(打開上蓋)

水層(下出)
125 mL 錐形瓶
標籤(A)

靜置分層
(打開上蓋)

有機層用
10 mL 蒸餾水
再萃取一次

有機層(上出)
乾燥 50 mL 錐形瓶
標籤(B)

實驗步驟

回收苯甲酸

水層 標籤(A)錐形瓶125 mL

置入冰水浴中，緩慢滴入3~5 mL conc. HCl並輕微搖晃錐形瓶，至固體**苯甲酸**產生

小心! conc. HCl發煙，遠離口鼻以免嗆傷!

使用廣用試紙測試溶液呈**酸性**，pH < 3

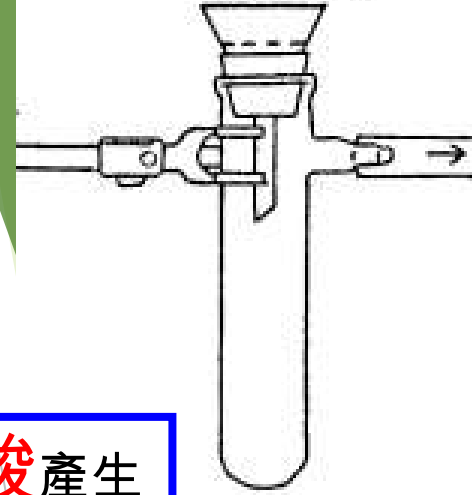
使用玻棒沾取部份溶液輕點在廣用試紙上，**不要直接丟入試紙**

以**抽氣過濾**方式收集晶體

抽氣**10 mins**以上，盡量移除溶劑

抽乾、壓乾。秤重，測熔點

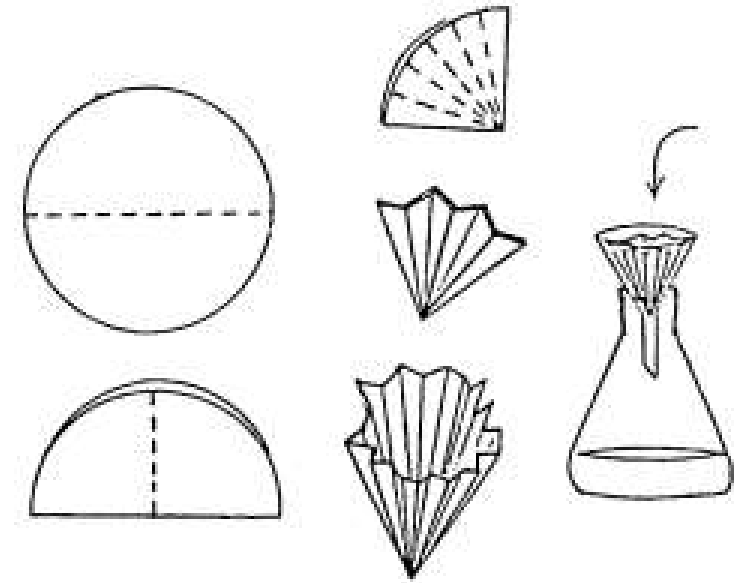
赫氏漏斗



實驗步驟

回收乙醯苯胺

有機層 標籤(B) 錐形瓶50 mL



加入**適量**無水硫酸鎂，將乙酸乙酯溶液除水

加至搖晃時，澄清無混濁，
有些許無水硫酸鎂漂浮於溶液中

重力過濾至**乾燥100 mL圓底瓶**中，硫酸鎂用**1~2 mL乙酸乙酯**
洗滌，洗液再**重力過濾**到**同一圓底瓶**

100 mL圓底瓶先秤重

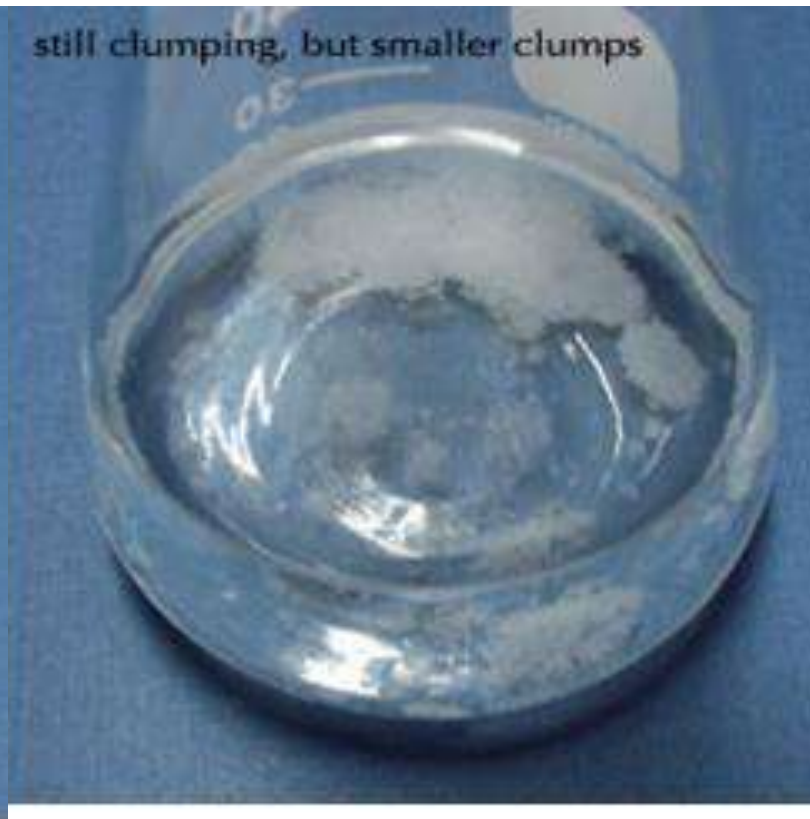
使用Rota-Vapor(減壓濃縮系統)移除乙酸乙酯

示範減壓濃縮系統

秤重，測熔點

分別拿到乾燥AB固體後再同時測熔點

硫酸鎂除水判斷



實驗器材

迴旋濃縮儀



實驗器材



洩壓開關



轉速調整鈕



高度鎖



水浴鍋

實驗流程

► 使用前

1. 放上裝有sample之圓底瓶，用磨口夾固定
2. 打開water pump
3. 打開轉速調整鈕並調整轉速
4. 關閉洩壓處開關

► 使用後

1. 打開洩壓處開關
2. 關閉轉速調整鈕並調整轉速
3. 關閉water pump
4. 卸下圓底瓶



注意事項

- ▶ 注意此實驗操作是加入**5% NaOH**，不是HCl。
- ▶ 可先用**水**測試分液漏斗會不會漏。
- ▶ 乙酸乙酯搖動後要注意放氣。**放氣開口嚴格禁止朝向任何人**。請在抽氣櫃中操作。
- ▶ 搖動分液漏斗務必使兩相充分混合，**小心勿打斷分液漏斗**。
- ▶ 放流前記得**打開上蓋**。下方以容器承接。下層溶液由下管流出，上層溶液由上端倒出。
- ▶ 在**冰水浴**下加入濃鹽酸。
- ▶ **使用減壓濃縮機時，務必有助教在旁指導。**
- ▶ 注意**無水硫酸鎂**的用量。
- ▶ 注意廢液回收分類，並清洗器材。
- ▶ **有機層廢液：有機不含鹵廢液**；**水層廢液：酸性廢液**；硫酸鎂：**廢固體**；
廢手套、滴管**(先洗過)**：垃圾桶；毛細管：**毛細管回收桶**。

實驗數據

1. 苯甲酸重量與熔點。
2. 乙醯苯胺重量與熔點。

結果討論

觀察現象討論。

- 有機層：有機不含鹵
- 硫酸鎂：丙酮溶解，倒有機不含鹵
- 水層：酸性廢液

數據分析

計算產率。

誤差討論

熔點文獻值。