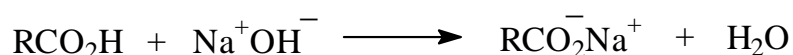


萃 取

一、實驗目的：

利用對溶劑溶解度不同將液體組成份從混合物中分離，並熟悉分液漏斗的操作。

二、實驗方程式：



三、實驗原理：

萃取是從一溶液中提出一有機化合物的方法，無法以蒸餾方式純化的情況下，萃取是較合適的方法。一般它與再結晶或蒸餾的目的相同，但其中最大的區別就是**萃取法並不能獲得極純淨的產物**，故由萃取所得之初產物通常仍須進一步純化精製。一般常見有下列三種方法：

1、液、液萃取法：

萃取是利用有機化合物在兩種不互溶（或微溶）的溶劑中的溶解度或分配比不同而得到分離。加入溶劑再經過充分混合後，原溶液中的溶質轉移而溶於所加的溶劑內，分離後，即溶質被所加的溶劑萃取而出，再經過蒸餾的方法趕去加入的溶劑，就可以得到溶質了。我們可以用與水不互溶的有機溶劑從水溶液中萃取有機化合物來說明。在一定的溫度下，有機物在有機相中和在水相中濃度比為一常數（分配係數）。由於有機物在有機溶劑中溶解度比水中大，因此可以用有機溶劑將有機物從水中萃取出來。用一定量的溶劑一次或分幾次從水中萃取有機物，並比較其萃取效率。

C_1 ：有機物在有機相的濃度（g/ml）

C_0 ：有機物在水相中的濃度（g/ml）

$C_0/C_1 = k$ (分配係數)

S_0 : 水溶液的毫升數

S : 每次所用的萃取劑的毫升數

X_0 : 溶解於水中的有機物質克數

X_1 : 萃取一次後殘留在水中的有機物質克數

根據 k 的定義進行推導：

$$\text{一次萃取：} k = C_0/C_1 = \frac{X_1/S_0}{(X_0 - X_1)S} \quad X_1 = X_0 \frac{kS_0}{kS_0 + S}$$

$$\text{二次萃取：} k = \frac{X_2/S_0}{(X_1 - X_2)/S} \quad X_2 = X_0 \left(\frac{kS_0}{kS_0 + S} \right)^2$$

$$\text{n 次萃取：} X_n = X_0 \left(\frac{kS_0}{kS_0 + S} \right)^n$$

式中 $\frac{kS_0}{kS_0 + S}$ 質恆小於 1，當 n 愈大時， X_n 則愈小，所以由此我們知道

- ① 萃取次數愈多，則殘留在水溶液中的有機物質愈少。
- ② **少量多次遠比一次大量效果來得佳。**
- ③ 在考慮成本及產率下求得平衡，通常萃取以三次為佳。

Ex : 6 克 i 溶在 100 毫升水中以 100 毫升乙醚進行萃取

物質 i 對乙醚的溶解度：12 克/100 毫升

物質 i 對水的溶解度：6 克/100 毫升

$$k = (6/100) / (12/100) = 1/2$$

假設 X 克 i 被萃取至乙醚層；則在水層中殘留為 $(6-X)$ 克

$$\therefore k = \left[\frac{(6-x)}{100} \right] / (X/100) = 1/2$$

$$\therefore X = 4 \text{ 克 (被萃取至乙醚層);}$$

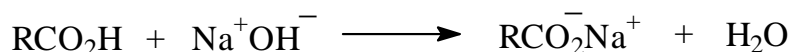
$$2 \text{ 克 (殘留在水層中)}$$

2、固、液萃取法：

固體物質得萃取通常藉助於 Soxhlet (索氏萃取器)，是利用溶劑迴流及虹吸原理，使固體有機物連續多次被純溶劑萃取，它具有萃取效率較高的特點及節省溶劑的優點。

3、酸鹼萃取：

酸鹼中和是最快的化學反應。所以我們可以利用可逆性的酸鹼反應來達到萃取分離的效果。例如，在有機酸中加入稀氫氧化鈉溶液，可將酸轉變成鈉鹽：



雖然某一酸性化合物本身可能不溶於水，但其鈉鹽因極性較大而可溶於水中。將含有中性化合物與酸性化合物的有機混合物溶於有機溶劑中，再加入稀氫氧化鈉溶液，然後加以搖晃。其酸性化合物經酸鹼中和反應後轉變成鈉鹽而溶於水層，而中性物質仍留在有機層內。再利用分液漏斗將有機層及水層分離，收集水層後用強酸酸化水層而回收酸性化合物。如此便達到分離的效果了！

因此，欲將酸性化合物從中性（或鹼性）不純物中分離出來，可用鹼性水溶液加以萃取。同理欲將鹼性化合物從不純物中分離出來，可用酸性水溶液加以萃取。一般酸鹼萃取常用的萃取溶劑為氫氧化鈉、碳酸鈉、碳酸氫鈉、鹽酸、硫酸等。

4、昇華：

(1) 固體經加熱變成液體，再受熱變成氣體。物質三態：固體—液體—氣體。若**物質直接由固體變成氣體就稱為昇華**。昇華是提純某些蒸氣壓較高的固體有機化合物的方法之一。昇華往往會得到很純的化合物。其基本原理是利用固體的不同蒸汽壓，將不純的物質在其熔點溫度以下加熱，不經過液態而直接將固體變成氣態，經冷卻而得到固體，也就是說只有具相當高的蒸汽壓的物質，才可以應用昇華來純

化。例如樟腦在 160°C 時的蒸汽壓為 218.8 mm Hg，也就是說在未達到其熔點（179°C）以前就有很高的蒸汽壓。這時只要慢慢加熱，使溫度不超過其熔點而在熔點以下，樟腦丸就可以不經過熔化而直接變成蒸汽，蒸汽遇到冷的表面就凝結成固體，這樣的蒸汽壓可以長期維持在 370 mm Hg 以下，直至樟腦蒸發完為止，這就是樟腦的昇華。

(2) 利用昇華的方法來精製固體化合物時，應該具備下列兩個必要的條件：

① 被純化的固體要有較高的蒸汽壓。

② 固體中雜質的蒸汽壓與被純化固體的蒸汽壓有比較明顯的差異。

四、實驗步驟：

1、從茶葉中萃取咖啡因：

取 20 克茶葉放在絲襪裡

↓

將裝有茶葉的絲襪放入內盛 100 毫升水的 250 毫升燒杯內

↓

加熱至沸騰 7 分鐘

↓

過濾取茶汁—①

↓

再加水 25 毫升，重複煮沸茶葉

↓

過濾取茶汁—②

↓

將①②所得之茶汁合起來（約 100 毫升），分兩等分放入分液漏斗

↓

每等分以 5 毫升二氯甲烷萃取 2 次 (5ml×2)，並收集有機層

↓ (輕輕搖晃)

將每次萃取所得之有機層合併

↓

加入無水硫酸鎂去水

↓

過濾收集濾液 (棉花過濾法)

↓

進行濃縮直到變成固體為止 (若無法形成固體則表示去水尚未完成，則需再加入無水硫酸鎂去水)

↓

收集瓶內固體 (此為茶葉萃取之粗產物)

↓

將此固體置入試管內

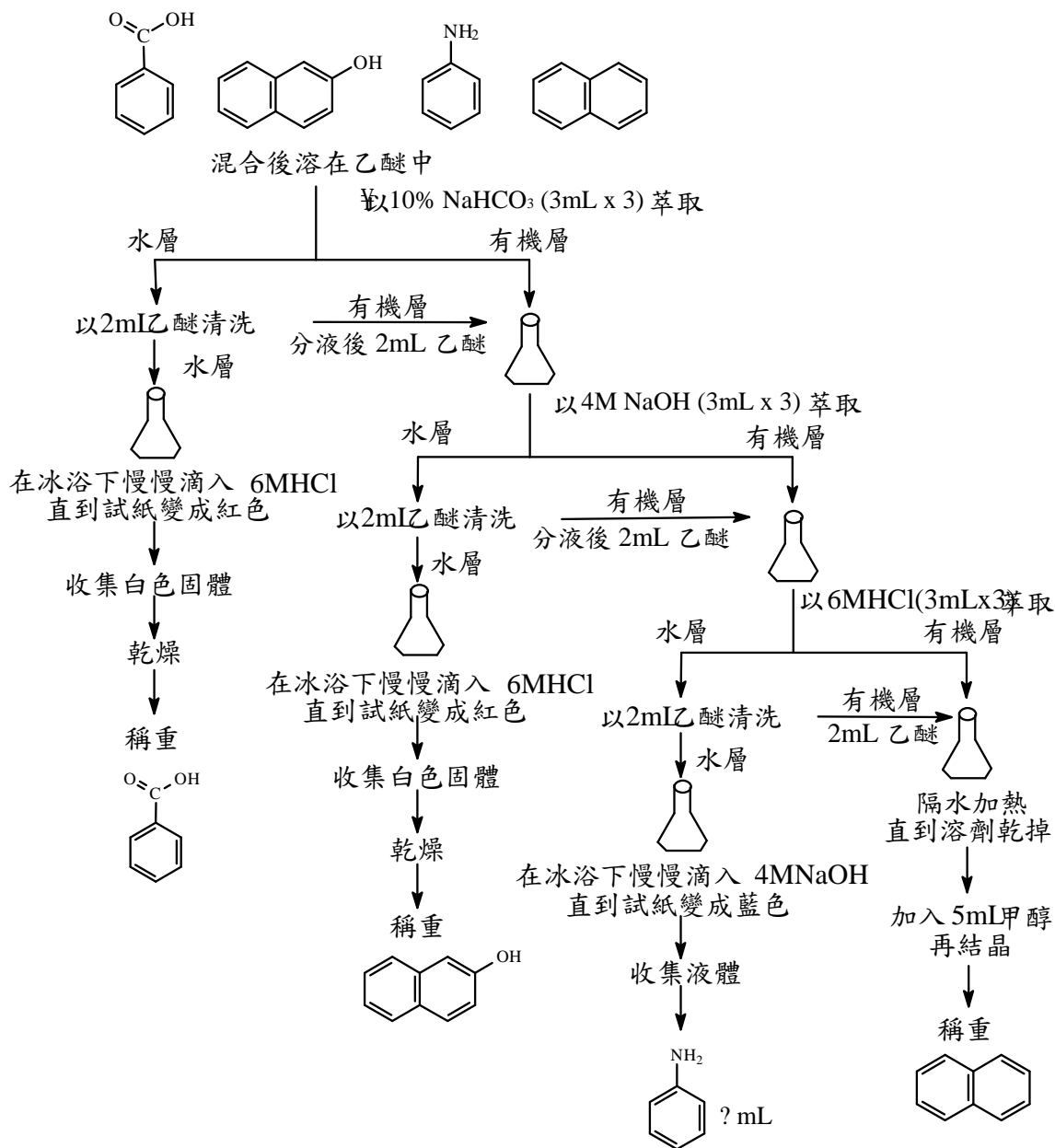
↓

以小火直接加熱試管 (管口朝下，以衛生紙塞住管口)，此時試管內會有煙霧產生，當試管內產生大量煙霧時，迅速移開火源，靜置冷卻試管 (管口一律朝下)

↓

在試管閉口頂端出現之透明無色針狀結晶——— 咖啡因

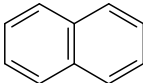
2、酸鹼萃取：6mL 有機層混合液內含有：苯甲酸、2-萘酚、萘各 0.2g，
 苯胺 1mL 與 5mL 乙醚(溶劑)。



五、實驗儀器：

旋轉濃縮機、水流幫浦、分液漏斗、量筒、加熱攪拌器等

六、實驗藥品：

<p>Dichloromethane 二氯甲烷 CH₂Cl₂</p>	<p>無色透明易揮發液體，有刺激性芳香氣味，有毒，對肝與神經系統有一定毒性，高濃度時，對人有麻醉作用，蒸氣不燃燒，與空氣的混合物無爆炸性，比重 1.33，沸點 39.75℃，略溶於水。主要用於代替易燃易爆的石油醚與乙醚，可作為脂肪和油的萃取劑，醋酸纖維塗料，有機合成反應溶劑，密閉儲存。</p>
<p>Magnesium Sulfate 硫酸鎂 MgSO₄</p>	<p>分子量 120.38。有無水鹽及其他多種含水鹽的存在。一般所稱的硫酸鎂為七水鹽。在天然界中是和鹼金屬一起生成的複鹽形態產生。為白色粉末。比重 2.66，熔點 1185℃。常用來當作乾燥劑使用，遇水會凝結成塊。</p>
<p>Naphthalene 萘 C₁₀H₈</p> 	<p>分子量 128.16，大量存在於煤瘴奈餾出液的碳化氫。石油原油以及重組油中也有微量存在。從煤瘴的奈油（沸點 200~250℃）萃取酸性及鹼性物質而排除之，將其精餾，或予以冷卻而析出晶體，藉離心分離去除油分，可得粗奈。這是一種有強烈煤臭味的白色晶體，容易昇華，熔點 80.3℃，沸點 218℃，比重 1.162。不溶於水，但可溶於乙醇、乙醚、苯等許多有機溶劑。可用於製造可塑劑或合成樹脂，也常用來當成偶氮染料中間物使用。</p>
<p>Ethyl Ether 乙醚 C₂H₅OC₂H₅</p>	<p>一般比較穩定，不與水、氧化劑、還原劑、鹼或烯酸起反應，但濃而熱的強酸會導致醚鍵的斷裂。其中乙醚是最重要的代表物。</p>

<p>Benzoic Acid 苯甲酸 C_6H_5COOH</p> 	<p>又稱香息安酸。熔點為 $122^{\circ}C$，沸點 $250^{\circ}C$ 的白色晶體。可溶於熱水、醇、乙醚等。可生成各種金屬鹽、酯、醯胺等。可作為防腐劑及媒染劑。工業製法為將甲苯氧化，或將三氯甲苯水解進一步反應而得。</p>
<p>Aniline 苯胺 $C_6H_5NH_2$</p> 	<p>為芳香族第一胺的代表物。凝固點 $-6^{\circ}C$、沸點 $184^{\circ}C$、比重 1.0268 的液體。蒸餾精製過後無色液體，但於大氣中緩緩氧化而略帶黃色，最後變成黑色不透明微溶於水。易與醚、乙醚、苯等有機溶劑互溶。呈弱鹼性。對人體具有毒性，若吸入其蒸氣或從皮膚滲透體內會引發中毒現象。可作為染料橡膠藥品、醫藥品、合成樹脂等原料。</p>
<p>2-Naphthol 二萘酚 $C_{10}H_7OH$</p> 	<p>熔點為 $123^{\circ}C$，沸點 $286^{\circ}C$ 的晶體，具有昇華性。可溶於乙醇、乙醚、苯等有機溶劑。不溶於水但易溶於氫氧化鈉溶液成鹼金屬鹽，收光則變色。</p>
<p>1-Chlorobutane 正氯丁烷 C_4H_9Cl</p>	<p>無色液體，易燃，比重 0.88、沸點 $78.5^{\circ}C$。可溶於乙醇、乙醚，不溶於水。由正丁醇與鹽酸及氯化辛共熱而得。常作為有機合成之中間體。</p>

七、注意事項

- 1、使用分液漏斗需不斷洩氣，以防止搖晃後瓶蓋衝出。洩氣時請至窗口，**絕不可對人!!!**
- 2、二氯甲烷為無色透明易揮發液體，對肝與神經系統有相當毒性，高濃度時，對人有麻醉作用，實驗過程中盡量在通風櫃內處理。

3、在你確定何層為有機層之前，先將兩層（有機層及水層）均保留下來，以免一出錯便前功盡棄。

4、酸鹼萃取會放出高熱，需小心。

5、牢記旋轉濃縮機的操作方法！

①打開冷卻循環水開關(有兩個，冷卻跟循環)

②檢查抽氣機並打開水龍頭，開啟流動水，有水流即可，水不要開太大。

③接上圓底瓶，手要扶著，不可放開。

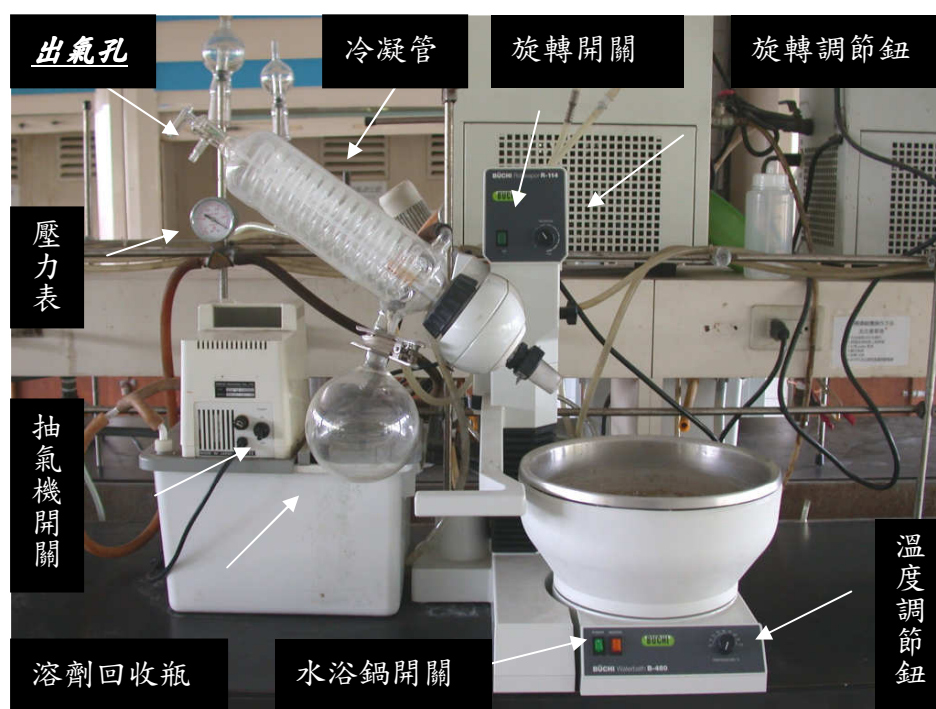
④開啟抽氣機開關。

⑤關上出氣孔。(此時扶著圓底瓶的手可以慢慢放開)

⑥打開旋轉開關，並調整旋轉速度，刻度不可超過「3」。

⑦(壓)握住把手，並緩慢下降，使圓底瓶約 1/2 泡在水中。

⑧視溶劑調節水溫至適當溫度；乙醚、二氯甲烷、不需加溫；其餘溶劑加熱至比沸點低 20°C。



***結束時——先步驟⑤待壓力表回復時，再步驟④**

八、實驗問題：

- 1、何謂溶解度？
- 2、在分液漏斗中如何辨別何層為有機層？
- 3、假設咖啡因在乙醚的溶解度為 12 克/100 毫升，咖啡因在水中的溶解度為 4 克/100 毫升，現有 2 克咖啡因溶在 100 毫升水中，若以每次 50 毫升之乙醚進行萃取兩次，請問兩次共可萃取出多少克咖啡因？
- 4、如何操作旋轉濃縮機？
- 5、加入無水硫酸鎂去水，如何判斷脫水完畢？

萃 取 實 驗 報 告

學系： 姓名： 學號： 組別： 日期：

數據及結果：

1、咖啡因萃取

①茶葉用量：_____

②擠出茶汁體積：_____

③昇華後咖啡因結晶：

晶型	顏色	重量	茶葉中含咖啡因百分比

2、酸鹼萃取：

化合物	藥品用量	回收量	回收率	顏色
苯甲酸	0.2g			
二萘酚	0.2g			
苯胺	1mL			
萘	0.2g			