



青島科技大學

Qingdao University of Science & Technology

有机化学实验

基础化学实验中心

山东省省级实验教学示范中心



萃取和洗滌

Extraction and Wash



实验内容

1. 实验目的

2. 实验原理

3. 实验装置

4. 实验步骤

5. 思考题

1 实验目的

1. 掌握萃取的基本原理及其应用；

2. 掌握液-液萃取的基本操作技术；

3. 掌握分液漏斗的正确使用方法。

2 实验原理


2.1 引言

萃取是分离和提纯有机化合物的常用操作之一。可以从固体或液体混合物中提取所需物质或将其各组分逐一分离出来，也可以利用萃取方法洗去混合物中少量杂质。按照萃取两相的不同，萃取可分为液-液萃取和液-固萃取。本实验主要讲述液-液萃取。



2.2 原理

萃取是利用物质在**两种不互溶或微溶的溶剂**中溶解度或分配比的不同来达到分离、提取或纯化目的，其主要理论依据是分配定律。萃取和洗涤在原理上是一样的，只是目的不同。应用萃取可以从液体混合物中提取出所需物质，也可以用来洗去混合物中少量杂质。通常称前者为“**萃取**”，后者为“**洗涤**”。



分配比： $K = C_A/C_B$

其中， C_A 、 C_B 分别为某物质在有机相和在水相中的浓度。有机化合物在有机溶剂中的溶解度 C_A 一般远大于在水中的溶解度 C_B ，因此可以用有机溶剂将有机化合物从其水溶液中提取出来。萃取一般采用“少量多次”原则。

$$W_n = W_0 (KV/(KV+S))^n$$

由于 $KV/(KV+S)$ 总小于1， n 越大， W_n 就越小，萃取效果越好。但是，当 n 大于5时， n 和 S 的影响几乎抵消，再增加萃取次数时，萃取效果变化不大。故一般萃取3-5次即可。

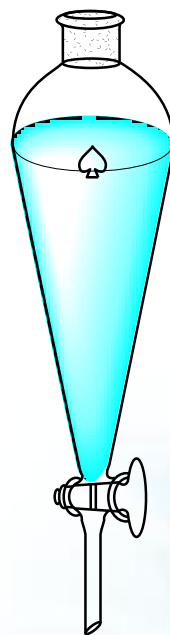
萃取

物理萃取：萃取溶剂的选择，应根据被萃取化合物的**溶解度**而定，同时要易于和溶质分开，所以最好用**低沸点溶剂**。一般难溶于水的物质用**石油醚**等萃取；较易溶者，用**苯或乙醚**萃取；易溶于水的物质用**乙酸乙酯**等萃取。

化学萃取：常用的萃取剂有：5%氢氧化钠溶液、5%或10%碳酸钠溶液或碳酸氢钠溶液等**碱性萃取剂**，可以从有机相中萃取出有机酸或从有机化合物中除去酸性杂质；稀盐酸、稀硫酸等**酸性萃取剂**可以从有机相中萃取出有机碱性物质或用于除去碱性杂质。

浓硫酸则可用于从饱和烃中除去不饱和烃，从卤代烷中除去醇及醚等。

3 实验装置



分液漏斗



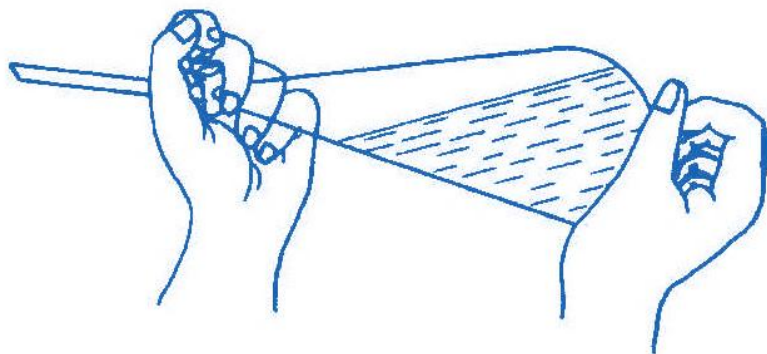
4 实验步骤

(1) **选择合适体积的分液漏斗**：每次使用萃取溶剂的体积一般是被萃取液体的 $1/5 \sim 1/3$ ，两者的总体积不应超过分液漏斗总体积的 $2/3$ 。把活塞擦干，在活塞上均匀涂上一层润滑脂（切勿涂得太厚或使润滑脂进入活塞孔中，以免污染萃取液）塞好后再把活塞旋转几圈，使润滑脂均匀分布，看上去透明即可。

(2) **检查活塞和顶塞及磨口是否匹配**；并在旋塞处涂抹少量凡士林，再用小橡皮圈套住活塞尾部的小槽，防止活塞滑脱。

(3) 确认不漏水后，将漏斗固定于铁圈中，关好活塞，将依次从上口倒入漏斗中装入**待萃取物和萃取溶剂**。

(4) 取下分液漏斗，用右手手掌顶住漏斗顶塞并握住漏斗颈，左手握住漏斗活塞处，大拇指压紧活塞，把分液漏斗口略朝上倾斜并**前后振荡**：开始振荡要慢，振荡后，使漏斗口仍保持原倾斜状态，上部支管口指向无人处，左手仍握在活塞支管处，用拇子和食指旋开活塞，释放出漏斗内的蒸气或产生的气体，使内外压力平衡，此操作也称“放气”。如此重复至放气时只有很小压力后，再剧烈振荡2-3min，然后再将漏斗放回**铁圈**中静置。



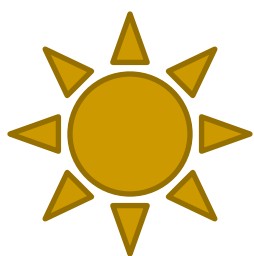
(5) 待两层液体完全分开后，打开顶塞，再将活塞缓缓旋开，下层液体自活塞放出至接收瓶。

乳化现象的解决方法：

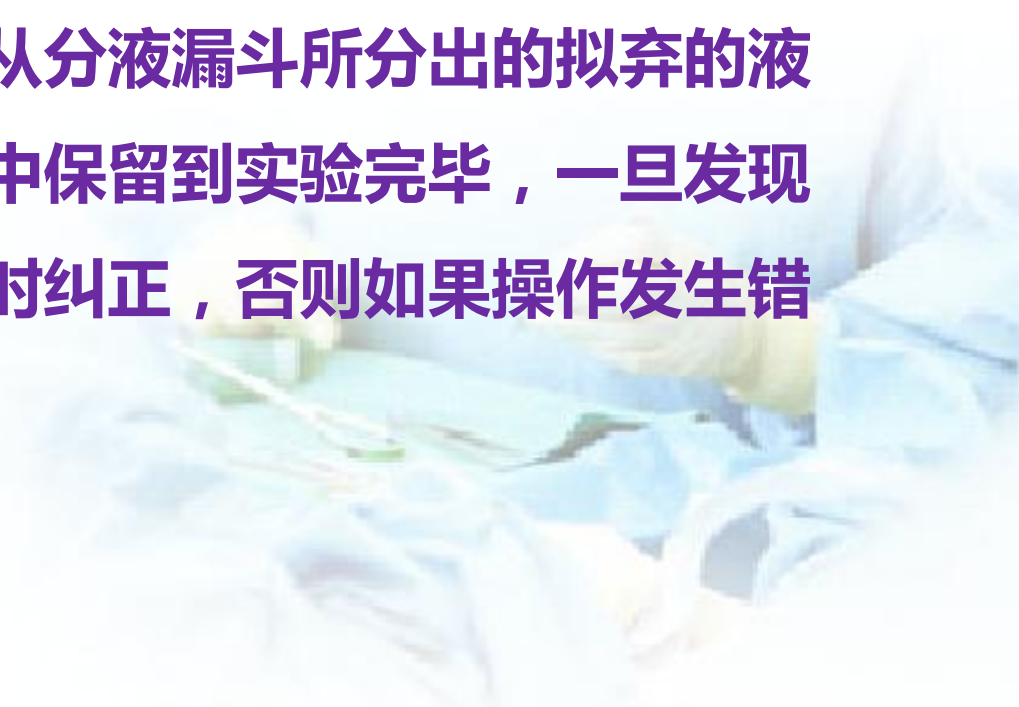
- ① 若是由于**两种溶剂能部分互溶**而发生乳化，可加入少量电解质如氯化钠等，利用盐析作用加以破坏。另外，加入食盐，可增加水相的比重，有利于两相比重相差很小的分离；较长时间静置；
- ② **加入几滴醇类溶剂**（乙醇、异丙醇、丁醇或辛醇）以破坏乳化；
- ③ 若因溶液碱性而产生乳化，常可加入**少量稀硫酸**破坏乳状液；
- ④ 通过**离心机离心或抽滤**以破坏乳化；
- ⑤ 在一般情况下，**长时间静置**分液漏斗，可达到乳浊液分层的目的。

(6) 将所有的萃取液合并后，加入适量的干燥剂干燥。

(7) 蒸去溶剂，根据化合物的性质利用蒸馏、重结晶等方法纯化。



在萃取或洗涤时，从分液漏斗所分出的拟弃的液体可收集在锥形瓶中保留到实验完毕，一旦发现取错液层，尚可及时纠正，否则如果操作发生错误，便无可补救。



5 思考题

1. 什么叫萃取？在什么条件下可以使用？
2. 什么叫分配系数？盐析效应同萃取有什么关系？
3. 乙醚是一种常用的萃取剂，其优缺点是什么？
4. 用乙醚等低沸点溶剂萃取，为什么需要放气？
5. 分液漏斗一般有哪些方面的作用？
6. 如用萃取法分离一种碱（对甲苯胺），一种酸（ β -萘酚）和一种中性物质（苯），需要利用什么性质，在萃取中各组分发生的变化是什么？
7. 若用下列溶剂萃取水溶液，它们将在上层还是下层？乙醚，氯仿，乙烷，苯。

A pair of glasses and a pen are visible on a blue background. The glasses are in the upper left, and the pen is in the lower left. The text "Thank You!" is centered in the middle of the image.

Thank You !

基础化学实验中心
山东省省级实验教学示范中心