

实验三 萃取

一、实验目的

1. 掌握萃取的基本操作技术；
2. 了解液-液萃取的原理。

二、实验原理

萃取是利用物质在两种不互溶（或微溶）溶剂中溶解度或分配比的不同来达到分离、提取或纯化目的一种操作。萃取是提取、分离或纯化有机化合物的常用操作之一。

按萃取两相的不同，萃取可分为液-液、液-固萃取。

液-液萃取是利用同一物质在两种互不相溶（或微溶）的溶剂中具有不同溶解度的性质，将其从一种溶剂转移到另一种溶剂中，从而达到分离或提纯的一种方法。

根据分配定律，一定量的溶剂分次提取比一次提取效率较高。因此，用同样体积的溶剂，分多次提取比一次提的效率高。

三、实验仪器与药品

分液漏斗、碱式滴定管、三角烧瓶、酚酞、NaOH、乙酸、乙醚。

【物理常数】

化合物名称	熔点 (°C)	沸点 (°C)	比重 (d_4^{20})	折光率 n	溶解度 (g/100g 水)
乙 醚	-116. 2	34. 6	0.7135g/m ³	1. 3497	不溶于水
乙 酸	16.6	118	1.049g/cm ³		溶于水、醇、醚。

四、实验步骤

(一) 分液漏斗的使用方法：检漏→装样→多次振荡—放气→静置→分液

(二) 本实验以乙醚从醋酸水溶液中萃取醋酸为例来说明实验步骤。

1.一次萃取法

① 用移液管准确量取 10ml 冰醋酸与水的混合液放入分液漏斗中，用 30ml 乙醚萃取。

② 用右手食指将漏斗上端玻塞顶住，用大拇指及食指中指握住漏斗，转动左手的食指和中指蜷握在活塞柄上，使正当过程中，玻塞和活塞均夹紧，上下轻轻正

当分液漏斗，每隔几秒钟放气。

③ 将分液漏斗置于铁圈，当溶液分成两层后，小心旋开活塞，放出下层水溶液于 50ml 三角烧瓶内。

④ 加入 3-4 滴酚酞作指示剂，用 0.2mol/LNaOH 溶液滴定，记录 NaOH 体积。

2.多次萃取法

① 准确量取 10ml 冰乙酸与水的混合液于分液漏斗中，用 10ml 乙醚如上法萃取，分去乙醚溶液。

② 将水溶液再用 10ml 乙醚萃取，分出乙醚溶液。

③ 将第二次剩余水溶液再用 10ml 乙醚萃取，如此共三次。

④ 用 0.2mol/LNaOH 溶液滴定水溶液。

五、实验结果与数据处理

$$c(\text{NaOH}) = \text{_____} \text{ mol.L}^{-1}$$

		一次萃取	多次萃取
滴定用去 NaOH 的体积(mL)			
留在水中的醋酸	物质的量 n(mol)		

比较萃取效果：

六、注意事项

1. 碱式滴定管及分液漏斗的正确使用
2. 分液漏斗使用后，应用水冲洗干净，玻璃塞和活塞用薄纸包裹后塞回去。
3. 分液时要准确判断萃取液与被萃取液的上下层关系。

七、思考题

P113 (2)、(3)

预习：液体化合物折光率的测定 P63-66