

實驗與物質分離

沈威宇

2025 年 2 月 16 日

目錄

第一章 實驗與物質分離	1
第一節 化學實驗裝置與注意事項	1
一、 電子天平	1
二、 試管 (Test tube)	1
三、 容量瓶/定量瓶/量瓶 (Volumetric flask)	1
四、 吸量管 (Pipette) 與安全吸球 (Pipette filler)	1
五、 滴定管 (Burette/buret)	2
六、 試劑保存	2
七、 試劑轉移	3
八、 溶液配置	3
九、 酒精燈 (Alcohol burner)	4
十、 本生燈 (Bunsen burner)	4
十一、 加熱	4
十二、 錶玻璃 (Watch glass)	5
十三、 研鉢與杵/杵臼 (Mortar and pestle)	5
十四、 長頸漏斗/薊頭漏斗 (Thistle tube)	5
十五、 氣體收集方法	5
十六、 體積度量	5
十七、 實驗安全	6
十八、 廢棄藥品處理	6
第二節 實驗記錄與分析	6
一、 誤差 (Error)	6
二、 不確定度 (Measurement uncertainty)	6
三、 準確與精確	7
四、 數據	7

五、 有效數字 (Significant figures, significant digits, or sig figs)	7
六、 內插法/插值法	7
第三節 分離過程 (Separation process)	8
一、 根據密度的分離過程	8
(一) 傾析 (Decantation)	8
(二) 離心 (Centrifugation)	8
(三) 沉降 (Sedimentation)	8
二、 根據顆粒大小的分離過程	8
(一) 重力/常壓過濾 (Gravity filtration)	8
(二) 抽氣/減壓過濾 (抽濾) 法 (Suction/Vacuum filtration)	8
(三) 淘析 (Elutriation)	9
三、 色譜法/色譜分析法/層析法/色層分析法 (Chromatography)	9
(一) 固定相與流動相	9
(二) R_f 值 (Retention factor)	9
(三) 層析過程方程	9
(四) 薄層色譜法 (Thin-layer chromatography, TLC)	10
(五) 紙色譜法 (Paper chromatography)	10
(六) 管柱色譜法 (Column chromatography)	10
(七) 高效液相色譜法 (High-performance liquid chromatography, HPLC)	11
(八) 離子色譜法 (Ion chromatography/Ion-exchange chromatography)	11
四、 萃取 (Extraction)	11
(一) 浸出 (Leaching)	11
(二) 液-液萃取 (Liquid-liquid extraction)	11
(三) 固-液萃取 (Solid-liquid extraction)	11
(四) 超臨界流體萃取 (Supercritical fluid extraction, SFE)	11
(五) 固相萃取 (Solid-phase extraction, SPE)	12
五、 場流分離 (Field flow fractionation)	12
六、 根據沸點差異的分離過程	12
(一) 乾燥 (Drying) /蒸發 (Evaporation)	12
(二) 蒸餾 (Distillation)	12
第四節 蒸餾裝置與注意事項	12
(一) 分餾 (Fractional distillation)	13

一、 結晶 (Crystallization)	13
(一) 再/重結晶 (Recrystallization)	13
二、 絮凝 (Flocculation)	13
三、 利用選擇性通透的分離過程	13
(一) 逆滲透 (Reverse osmosis, RO)	13
(二) 透析 (Dialysis)	13
四、 電泳 (Electrophoresis)	14

第一章 實驗與物質分離

第一節 化學實驗裝置與注意事項

一、 電子天平

- 保持清潔、乾燥、平穩與水平放置，避免震動，風吹日曬。
- 稱重：將稱量紙（或容器）放在秤盤上，待顯示數值穩定後按「O/T」鍵歸零。加入待測物，待顯示數值穩定後即可得待測物之重量。
- 隨時保持清潔，遺落之試劑務必立即以毛刷掃除。

二、 試管 (Test tube)

- 在試管內混合藥品而需用加蓋時，選用大小適當且清潔之橡皮塞或軟木塞，勿使用手指。振盪時上下擺動。去蓋時需特別小心，振盪後壓力可能升高，試液可能噴出。若無加蓋時則輕輕繞轉試管而攪動管內溶液，亦可使用玻棒攪拌溶液，但小心勿將管底打破。
- 使用及加熱板加熱時可用攪拌子攪拌，加熱板提供變動的磁場，攪拌子具有磁性，可在使用加熱板時自行旋轉。
- 若部分固體附著於管壁，可輕敲管壁或吸取試管內的水沖下。
- 加熱時試管以試管夾斜持於火源上，試管口不可朝人，以免管內物質濺出傷人，液體不超過三分之一。

三、 容量瓶/定量瓶/量瓶 (Volumetric flask)

容量瓶是細頸梨型平底玻璃瓶，由無色或棕色玻璃製成，頸部刻有標線。帶有磨砂玻璃塞或塑膠塞，合適的瓶塞可用線繫在瓶頸上。使用前先檢查瓶塞是否吻合。

四、 吸量管 (Pipette) 與安全吸球 (Pipette filler)

- 分度吸量管/體積吸量管 (Volumetric pipet)：吸取固定體積的液體。
- 移液吸管/移液器/分度吸量管 (Graduated pipet)：管壁具有細刻度，可任取所需體積之液體。
- 安全吸球為橡膠製小球，其控制處分別有 A、S、E 的標示，內有小玻璃或鋼珠，按壓時能開啟管路讓空氣流通。其中 A 用於排氣，S 用於吸取溶液，E 用於釋放液體。E 旁有一小球，擠壓它可使殘留於管尖的殘留液流出。

使用步驟：

0. 吸量管使用前需先清洗乾淨至內壁無水珠附著，將下端內外的水拭去，並可用欲移取的溶液潤洗避免液體被殘留在管壁的水稀釋。
1. 將吸量管或移液管小心插入安全吸球的下端，必要時可沾少許蒸餾水潤滑。姆指及食指按壓 A，以其它手指擠出大球中空氣後，再放鬆 A。
2. 將吸量管尖端浸入欲取用溶液中，用姆指及食指按壓 S，小心控制使溶液被吸取至所要的刻度處，即停止按壓 S 之動作，若吸取過多可按壓 E 釋放溶液。取樣過程中，應避免溶液被吸入安全吸球內，若不慎吸入，需將液體擠出並洗淨，否則易造成汙染，並易可能因腐蝕或沾黏導致吸球損壞。
3. 將吸量管連同吸球移離溶液，放至欲加入之容器內。
4. 按壓控制 E，使吸量管釋放所要體積的溶液。擠壓 E 旁之小球，可使殘留於管尖的殘留液流出。
5. 安全吸球用完務必要放氣使吸球恢復原狀，避免吸球因彈性疲乏而損壞。

五、 滴定管 (Burette/buret)

- 檢查活栓有無故障並調整至適當鬆緊度。
- 洗淨後用少量（約滴定管容積的五分之一）滴定液潤洗 2-3 次，潤洗過之溶液不可回收用於滴定。
- 使用漏斗裝填滴定液，轉動活栓釋放少量液體以排除下端氣泡。
- 將待滴定之溶液置於錐形瓶中，加入指示劑並估計滴定劑的量。可在下方置一白紙或白瓷板便於觀察溶液顏色變化。
- 讀取滴定管最初讀數，如下圖以左手拇指，食指及中指控制活栓，調整滴定液流速。拿住錐形瓶頸，沿同一方向按圓周搖動錐形瓶。
- 開始滴定时無明顯變化，流速可快一些。隨後滴落點周圍可能出現暫時性的判斷滴定終點的性質（通常為顏色）的變化但隨溶液搖晃或攪拌很快消失，愈接近滴定終點，消失愈慢，此時應逐滴加入，至出現終點應有的性質 20 秒以上不改變時，即是滴定終點。
- 紀錄滴定管最後讀數，兩次讀數差便是使用滴定劑之容積數。使用完畢後，將滴定管內剩餘溶液棄去，並洗淨滴定管。

六、 試劑保存

- 固體試劑通常存放在廣口瓶內。
- 液體試劑通常存放在細口瓶或滴瓶內。
- 易發生光化學反應的試劑，如硝酸銀、硝酸、氯水、溴水、碘晶體、氧化劑（過錳酸鉀、雙氧水、二鉻酸鉀、氯酸鉀），應裝在深棕色瓶內。
- 鹼液應使用聚合物材質容器，避免長期儲放於玻璃瓶中。

- 白磷/黃磷 P_4 應存放於水中，以免自燃。
- 鹼金屬、Ca、Sr、Ba 應存放於煤油中，以免於與氧氣或水反應。
- 氫氧化鈉、氫氟酸應存放於塑膠容器中，以免侵蝕玻璃。
- 每一試劑瓶上貼標籤，標明試劑名稱和規格。
- 玻璃耐酸不耐鹼，不可將鹼性溶液長期存放於玻璃容器。

七、 試劑轉移

- 使用前拭乾瓶罐外表液體，以防滑溜。
- 固體試劑使用清潔之藥匙或刮勺挖取，須沿容器壁輕輕放入。
- 液體試劑應將標籤朝上沿玻棒傾倒至容器內。
- 將瓶蓋與試劑接觸一面朝上放置，不可使其接觸桌面或其他物品。
- 玻璃管上套橡皮管時先用水潤溼之。
- 傾倒藥品時，標籤應朝手心，以免汙染。
- 瓶口隨開隨蓋。
- 有手柄之細口瓶蓋可夾於食、中指間，並以該手持細口瓶倒出液體。
- 取藥過量時勿將過剩藥品倒回原瓶內。
- 從移液管、吸量管或滴管轉移溶液到其他容器內時，需在液面上洩出，勿在將管尖浸入液面。
- 避免藥品被汙染，最好一種溶液配用一組移液管、吸量管或滴管。若需重複使用，應先洗淨。
- 滴管不可倒置以免試劑汙染橡皮處。
- 要求準確地移取一定體積的液體時，可用安全吸球搭配使用各種不同容量的移液管或吸量管。移液管僅能吸取固定體積的液體；吸量管管壁具有細刻度，可任取所需體積之液體。
- 從燒杯或其他容器倒出液體時，持一玻棒抵住燒杯杯嘴，另一端靠在接收容器或漏斗的內壁上，玻棒應與內壁呈小角度。傾斜燒杯，使液體沿玻棒緩慢導入另一容器。傾出所需液量，即將燒杯扶正，並等待最後一滴流下。

八、 溶液配置

- 固體溶質應先在燒杯中完全溶解後，再利用玻棒或漏斗轉移到容量瓶，溶液倒盡後再用少量溶劑潤洗燒杯等用具數次，潤洗液按相同方法移入容量瓶中，而後以溶劑加入容量瓶，當溶液達三分之二容量時，將容量瓶沿水平方向輕輕擺動使溶液初步混勻，最後以溶劑加到標線，蓋緊瓶塞，一手食指按住瓶塞，另外四指拿住瓶頸，用另一手托住瓶底，將瓶倒轉使氣泡上昇到頂，如此反覆十餘次可讓溶液混合均勻。
- 熱溶液需冷卻至室溫後才能倒入量瓶中，否則溶液體積會有誤差。若實驗要求的準確度較高，容量瓶體積也應進行校正。
- 配置硫酸水溶液應將濃硫酸緩慢沿玻棒加入水中，不可將水加入濃硫酸中。

九、 酒精燈 (Alcohol burner)

- 新酒精燈需要配置燈芯，將燈芯修剪到浸入酒精 4 至 5 cm，可以調整露出陶瓷套管的燈芯長度，來控制火焰的高度，但不宜超過 3 mm，否則會使火焰不穩定。
- 對於舊燈，尤其是長時間沒有使用的酒精燈，應該取下燈帽並提起陶瓷套管，用洗耳球或嘴輕輕地向燈壺內吹氣，以趕走其中聚集的酒精蒸氣，接著再檢查燈芯，如果燈芯不整齊或者燒焦的話，應用剪刀修剪整齊。
- 使用前還應該檢查燈壺是否有破損。
- 酒精燈在使用之前需要檢查酒精儲量，酒精若少於容積的二分之一，就應該添加酒精，但酒精不能超過容積的三分之二。添加酒精應將陶瓷套管取出，用漏斗或者玻璃棒引流添加，以免漏撒，而點燃的酒精燈應先熄滅再添加，否則容易引起火災。添加酒精後還應該擦拭桌面，保持乾淨乾燥，以免點火時發生危險。
- 點燃酒精燈前要調整燈芯，使得燈芯浸滿酒精，否則容易將燈芯燒焦。點燃酒精燈必須使用火柴，不能用已經點燃的酒精燈來引燃另一個酒精燈，否則容易使酒精撒漏引起火災。
- 使用中的酒精燈，應放置在適當的高度，使用木塊墊高，不能使用書本。擋風可以使用專用擋板，也不能使用書本。使用中不可以傾斜拿取和放置，以免酒精撒出，謹防碰倒酒精燈。
- 如果需要穩定火焰以及提高火焰溫度，可以在火焰周圍增加一個金屬網罩。
- 若酒精燈不慎翻倒，造成小面積著火，可以使用溼抹布蓋滅，也可用水澆熄，因為甲醇可溶於水中。火熄滅後，不可立即移開抹布，否則可能引起復燃。
- 如果大面積著火，甚至發生火災，應使用滅火器滅火，並且報告消防部門。滅火後還應該打開門窗通風，使酒精蒸氣排散。

十、 本生燈 (Bunsen burner)

使用步驟：

1. 把實驗室的窗戶打開，保持空氣流通。
2. 把本生燈膠喉與煤氣管接上，並放在防火板上。
3. 先把燈座的空氣調節器（氣孔）關閉，並點燃火柴放在出氣口上。
4. 開啟煤氣掣，把燈點燃，這時火焰為橙色。
5. 打開空氣調節器（氣孔）讓新鮮空氣進入，火焰轉為藍色及溫度變高。
6. 使用完畢後，先把氣孔關上，然後關掉煤氣掣。
7. 把本生燈從煤氣管拔出。

十一、 加熱

- 直接加熱：加熱會產生水氣或液體的固體試藥或反應，應將試管口略微朝下，以免凝結的水滴倒流至試管底部造成破裂。

- 間接加熱：隔一片陶瓷纖維網可以使熱能均勻分散，可以避免容器的破裂。三角架下放置酒精燈，上放置陶瓷纖維網。加熱過程須隨時攪拌，以防止液體突沸。可加入沸石或毛細管以防止液體突沸。
- 水浴或油浴：指試藥置於試管中再將試管置於燒杯中，再講燒杯至於三角架上的陶瓷纖維網上加熱。溫度上升較均勻也較緩慢，適用於揮發性溶劑或易燃試藥，如酒精、丙酮、乙醚、苯等。
- 乾燥：燒瓶等應於烘箱內乾燥之，不可用酒精燈乾燥。

十二、 錶玻璃 (Watch glass)

通常是圓形、淺盤狀的玻璃器皿。用途包括作為溶液蒸發時的容器、樣品容器、稱量時的盛皿、或者作為燒杯的蓋子以防止塵土進入。

十三、 研鉢與杵/杵臼 (Mortar and pestle)

用來將固體磨成較細的粉末，也可以用來把不同的粉末混合。

十四、 長頸漏斗/薊頭漏斗 (Thistle tube)

管較長，常用於在會產生氣體的反應中添加液體，使用時須將末端置於液體中，避免漏斗中的溶液因氣體進入而噴出。

十五、 氣體收集方法

- 排水集氣法：適用於難溶於水的氣體。將氣體排入在水中倒置的廣口瓶，欲取出時以錶玻璃等再水下蓋住瓶口再取出。
- 向上集氣法：適用於比空氣（平均分子量 28.8）重且易溶於水的氣體。將氣體排入正置的廣口瓶，瓶口以錶玻璃等遮掩，僅流供氣體排入之縫隙。
- 向上集氣法：適用於比空氣輕且易溶於水的氣體。將氣體排入倒置的廣口瓶，瓶口以錶玻璃等遮掩，僅流供氣體排入之縫隙。
- 注射筒法：將反應容器蓋以橡皮塞，將集氣管插入其中，另一端接上注射筒，緩慢拉動活塞集氣。

十六、 體積度量

- 度量用儀器不可用於長期存放試劑，使用後應立即用清水沖洗乾淨，再用蒸餾水淋洗後，晾置滴乾。
- 量取液體時，若液體為無色或淺色，則讀取液面中央處高度之刻度，如水為中央低於四周、酒精為中央高於四周；若有顏色則讀取液面與管壁接觸之刻度；讀取時需以平視法。
- 度量儀器依製造時校正體積的方式，可略分為兩類：
 - TC/To Content/In/Inclusive：加液體到標線時，內含液體體積為容器上標註體積，常標為 In 或 TC。例如：量筒、容量瓶。

– TD/To Deliver/Ex/Exclusive：移轉放出的液體體積為標線刻度所指示的體積，常標為 Ex 或 TD。例如：滴定管、體積吸量管。

- 度量用儀器不可高溫烘烤，易導致玻璃材質受熱膨脹。
- 液體體積測量，吸量管與容量瓶最準，量筒次之，燒杯、錐形瓶不準且不可校正。

十七、 實驗安全

- 酸鹼濺出：皮膚上立刻用大量水沖洗後送醫；眼睛立刻以洗眼臺用大量水沖洗後送醫；衣服上脫去後清洗；桌面上以乾布擦去後以大量水沖洗。
- 若實驗會生成有毒或惡臭的氣體，如氯化氫、硫化氫、氯氣、二氧化氮、氨等，應於抽風櫥內操作。
- 煽聞法：嗅聞試藥的氣味時，必須將臉與容器隔出一段距離，再用手輕輕煽動，揮引氣體而嗅聞之。
- 不可用溫度計攪拌溶液，以免造成溫度計破裂。

十八、 廢棄藥品處理

- 重金屬：含鉻、錳、鉛、汞等重金屬離子之試藥、溶液，應回收。
- 汞：盡量回收，餘者灑上硫粉（硫黃粉），使生成 HgS 以降低毒性，再集中處理。
- 有機溶劑：應回收至有機溶劑的廢液筒中，集中處理。
- 濃酸鹼：先用水稀釋再用適當稀酸鹼中和之，再倒入排水管。
- 鈉：放入酒精中以生成乙醇鈉與氫氣，直到不再有氣泡（氫氣）生成，再以酸中和，再倒入排水管。
- 電石：緩緩加水，直到不再冒出乙炔氣泡為止，再倒入排水管。

第二節 實驗記錄與分析

一、 誤差 (Error)

- 隨機誤差：布朗運動為原子、分子的熱運動，會影響實驗測量的精密度，稱隨機誤差，服從常態分布。降低溫度可降低隨機誤差。
- 系統誤差：為固有的因素產生的，理論上可通過一定手段消除。

二、 不確定度 (Measurement uncertainty)

- A 類不確定度 u_A ：A 類不確定度為樣本標準差除以根號實驗次數。
- B 類不確定度 u_B ：B 類不確定度為儀器最小刻度除以 $2\sqrt{3}$ 。
- 組合不確定度 u ：A 類不確定度與 B 類不確定度的平方和的根號。

- 兩數據相加減，不確定度相加。
- 兩數據平均值 x 、 y 、不確定度 u_x 、 u_y ，兩數據相乘，不確定度 u_{xy} 為：

$$u_{xy} = |xy| \sqrt{\left(\frac{u_x}{x}\right)^2 + \left(\frac{u_y}{y}\right)^2} = \sqrt{(yu_x)^2 + (xu_y)^2}$$

- 兩數據平均值 x 、 y 、不確定度 u_x 、 u_y ，兩數據相除，不確定度 u_{xy} 為：

$$u_{xy} = \frac{|x|}{|y|} \sqrt{\left(\frac{u_x}{x}\right)^2 + \left(\frac{u_y}{y}\right)^2} = \frac{1}{y^2} \sqrt{(yu_x)^2 + (xu_y)^2}$$

- 不確定度取至與數據（含估計值）相同位數。

三、 準確與精確

- 精確（Precision）：不確定度愈小愈精確。
- 準確（Accuracy）：愈接近預測值（如有）愈準確。

四、 數據

在測量儀器最小刻度內稱準確值，後加一位目測估計的數字稱估計值，電子儀器顯示數字者無須估計值。

五、 有效數字（Significant figures, significant digits, or sig figs）

有效數字最小為某位又稱精確到某位。

規則：

- 所有非零數字都是有效的。
- 非零數字間的零都是有效的。
- 前綴零（最前一個非零數字前的零）始終無效。
- 對於需要小數點的數，後綴零（最後一個非零數字後的零）是有效的。
- 對於不需要小數點的數，後綴零可能有效也可能無效。需要根據額外的符號或者誤差訊息決定，一般用最後一位有效數字上或下畫線表示，對於精確到個位者或用加小數點表示。
- 對於科學記號，尾數均有效，或稱有效數。
- 兩數據相加減乘除，有效數字修約至少者。
- 數據記錄為數據 \pm 不確定度。

六、 內插法/插值法

需要之數據點未有實驗數據常用內插法。

第三節 分離過程 (Separation process)

分離過程是將物質的混合物轉化為兩種或多種不同的產品混合物或純物質，稱組分 (Fraction)。

一、 根據密度的分離過程

(一) 傾析 (Decantation)

當固體顆粒的比重或結晶顆粒較大，靜置或離心後能快速沉降至容器底部時，通過傾倒上層液體來分離沉澱物的方法。若固體顆粒細小、易隨液體流動或懸浮液體中，則需採用過濾法。

(二) 離心 (Centrifugation)

離心是利用高速旋轉產生的離心力，增加離心管的等效重力，使混合物中的成分按密度差異分層，固形物快速移動到管的底部，上方的液體稱為上清液 (Supernatant)。當固體顆粒量少但須回收，或是固體顆粒非常細小時，可使用離心分離。將盛有混合物的離心管置於離心機中高速旋轉一段時間，受離心作用影響，密度較高的固體顆粒會聚集於管底尖端，上面是澄清溶液。旋轉時若離心力不均會造成危險與機器損壞。離心管需對稱放置：兩離心管位置、離心機轉軸成一直線，且和轉軸距離相同，且相對的兩離心管內容物的重量需相等，若僅有一試樣，亦需對成擺放一裝有等重的水的離心管。放置好離心管並把離心機蓋子蓋妥後方能啟動。離心機仍在旋轉時不可打開蓋子。停止時應讓離心機自行停止，絕不可用手強制它停止轉。勿使用一般試管代替離心管，一般試管管壁較薄，且尺寸形狀不能和離心機完全吻合，離心時易破裂。

(三) 沉降 (Sedimentation)

沉降是顆粒向液體底部移動並形成沉積物的過程。受到重力或離心運動作用力的顆粒將傾向於沿著該力施加的方向以均勻的方式移動。

二、 根據顆粒大小的分離過程

(一) 重力/常壓過濾 (Gravity filtration)

過濾是利用濾材（如篩網、濾紙或濾膜）截留混合物中的固體顆粒的過程。過濾的速率會受到溫度、黏度、固體顆粒和濾材孔隙的大小、其他固體顆粒性質等因素影響。

- 濾紙 (Filter paper)：應按照正確的方式折疊。圓形濾紙折疊普通折法為對折再對折，並撕下一角。折好後應用少量溶劑或純水溼潤，以更緊貼漏斗內壁。
- 過濾漏斗 (Filter funnel)：相較於沒有毛細管的普通漏斗，過濾漏斗可以提高過濾效率。
- 濾紙支架：使用過濾漏斗應搭配濾紙支架，以防止濾紙滑動。
- 玻棒：將玻棒一端放在容器邊緣，另一端置於接收容器的內壁上。玻棒應與容器內壁呈小角度。緩慢傾倒溶液，使其沿著玻棒流下。

(二) 抽氣/減壓過濾 (抽濾) 法 (Suction/Vacuum filtration)

抽氣過濾是利用抽氣器產生的負壓，通過過濾介質加速過濾過程的技術。抽氣裝置以厚壁的橡皮管和抽濾瓶連接。水流通過抽氣器，將真空瓶和布氏燒瓶 (Büchner flask) 中的空氣吸出，使布氏燒瓶

的外部 and 內部之間存在壓力差，使布氏漏斗（Büchner funnel）的內容物被吸向布氏燒瓶內。過濾器（燒結玻璃盤或濾紙）位於布氏漏斗底部上。橡膠錐形密封件確保設備密封，防止空氣通過，並避免物理應力點破壞玻璃。抽濾的速度比簡單過濾快，過濾物也比簡單過濾乾燥。

布氏漏斗：傳統上由白色瓷製成的。漏斗形部分的頂部有一個圓柱體，圓柱體上有一個燒結玻璃盤或多孔板，將其與漏斗分開。帶有燒結玻璃盤的漏斗可以直接用於過濾。帶有多孔板的漏斗，需將濾紙形式的過濾材料放置在板上，濾紙需選用或裁切為能遮蓋漏斗圓形平板上的所有小孔，但不可大於圓形平板，否則濾紙無法平貼，會造成減壓時漏氣、過濾速度緩慢、固體漏至濾液。開始抽氣前濾紙可先潤溼以利平貼於漏斗。過濾完成後，先拆卸橡皮管再關閉抽氣裝置，否則使用水流抽氣幫浦時可能導致幫浦內的水被抽至仍處於低壓的抽濾瓶。

(三) 淘析 (Elutriation)

淘析是一種根據顆粒的大小、形狀和密度來分離顆粒的過程，使用與沉降方向相反的方向流動的氣體或液體流，較小或較輕的顆粒上升到頂部並溢出，因為它們的最終沉降速度低於上升流體的速度。主要用於小於 $1\ \mu\text{m}$ 的顆粒。

三、 色譜法/色譜分析法/層析法/色層分析法 (Chromatography)

層析利用不同物質對流動相與固定相的附著力不同，以流動相對固定相中的混合物進行洗脫，不同組分沿固定相移動的速率不同，最終達到分離的效果。

(一) 固定相與流動相

1. **固定相** (Stationary Phase)：這是層析柱中不動的部分，通常是固體或黏附在固體支撐上的液體。
2. **流動相** (Mobile Phase)：又稱洗脫相、移動相。這是與樣品混合並通過固定相的部分，通常是氣體或液體。流動相的作用是攜帶樣品通過固定相，幫助樣品中的組分移動和分離。

(二) R_f 值 (Retention factor)

R_f 值指樣品爬升高度與流動相爬升高度的比值。 R_f 值愈大，對移動相相對於對固定相的吸附力愈大。

(三) 層析過程方程

$$t_R = t_0 \left(1 + K \frac{V_s}{V_m} \right)$$

式中：

- t_R 表示某樣品的保留時間，即樣品從進入層析柱到流出層析柱所需要的時間，不同的物質在不同的固定相上以不同的流動相洗脫會有不同的保留時間，因此保留時間是層析法的重要參數之一。
- t_0 是層析系統的死時間，即流動相進入層析柱到流出層析柱的時間，這個時間由層析柱的性質、流動相的流速等因素決定。
- K 為分配係數。

- V_s 和 V_m 分別表示固定相和流動相的體積。

(四) 薄層色譜法 (Thin-layer chromatography, TLC)

薄層色譜法是在薄層色譜片/TLC 片/層析板上進行的分離技術，利用樣品中各成分在固定相和流動相間的不同移動速度進行分離的技術。

TLC 片的組成：

1. **支撐底物**：通常是一個堅固的板或片，常見的材料有玻璃、鋁箔或塑膠。
2. **固定相層**：這是塗覆在支撐底物上的色譜材料，常見的固定相包括：
 - **矽膠 (Silica Gel)**：廣泛用於極性分離。
 - **氟化矽 (Fluorinated Silica)**
 - **鋁土土 (Alumina)**：用於不同極性的分離。
 - **纖維素**：用於分析較大分子的分離。
3. **黏合劑**：在某些情況下，固定相層會與支撐底物透過黏合劑結合。

薄層色譜法的步驟：

1. **點樣**：可事先以鉛筆（不可用墨水筆）繪製起始線和停止線。將試樣溶液用毛細管在層析板上距離板底部約 1.5 公分的起始線上點若干下（次數根據樣品濃度而定），每次在前一次點的色素乾了時才能再點，不可連續點。接著靜置或加熱以使溶劑完全蒸發。若溶劑難以揮發，可在點樣後將板放於真空容器中乾燥後再使用。若溶劑未蒸發，殘留的溶劑會與流動相/展開液作用，降低流動相的均一性，導致分離效果變差。
2. 將少量流動相溶劑倒於展缸/展開槽（玻璃器皿）中，讓流動相高度不超過 1 厘米，並在上面放上表面皿或錶玻璃使流動相蒸氣在展缸中飽和。展缸和表面皿或錶玻璃應密封。可在展缸底部放上一張濾紙，讓濾紙底部浸沒於流動相中並靠在展缸內壁，靜置數分鐘讓流動相蒸發以達飽和蒸氣壓。
3. 將層析板置於展缸內（樣品點不可觸碰流動相溶劑表面），蓋上表面皿或錶玻璃，讓溶劑通過毛細現象緩慢爬升。溶劑遇到樣品混合點時，會帶著樣品上升（即洗脫樣品）。當溶劑快到層析板頂端時，將板拿出，迅速記錄溶劑到達的高度（液前/停止線）並晾乾。不要讓溶劑爬升到達層析板的頂部。

(五) 紙色譜法 (Paper chromatography)

與薄層色譜法相似，惟以紙代替 TLC 片，現以幾乎被薄層色譜法取代。

(六) 管柱色譜法 (Column chromatography)

管柱色譜法是利用樣品中各成分在固定相（通常為填充在柱中的顆粒）和流動相間的不同移動速度進行分離的技術。

(七) 高效液相色譜法 (High-performance liquid chromatography, HPLC)

高效液相色譜法是一種利用高壓液體作為流動相，樣品在固定相和流動相間的不同分配平衡進行分離的技術。

(八) 離子色譜法 (Ion chromatography/ion-exchange chromatography)

離子色譜法是利用離子交換樹脂作為固定相，樣品中離子在固定相和流動相間的不同交換速率進行分離的技術。

四、 萃取 (Extraction)

萃取是利用系統中組分在溶劑中有不同的溶解度來分離混合物的過程。

(一) 浸出 (Leaching)

浸出是利用溶劑將固體混合物中的一種或多種成分溶解出來的過程。

(二) 液-液萃取 (Liquid-liquid extraction)

液-液萃取是利用兩種互不相溶的液體，將溶質從一相轉移到另一相的過程。例如用有機溶劑從水中萃取碘。

分液漏斗 (Separatory funnel) 頂部有塞 (一般為玻璃栓塞)，底部有閥門，分為梨形 (圓錐形) 與圓柱形等，梨形最常用。

步驟：

- 加入：使用分液漏斗時，先關閉底部的閥門，透過頂部添加兩相和待分離的溶液混合物。
- 搖晃：關閉頂部塞並按住之，多次翻轉漏斗與輕輕搖晃，使兩相混合。如果兩種溶液混合得太劇烈，會形成乳液與氣泡，應避免之。
- 洩氣：接著將漏斗倒置並小心地打開閥門以釋放多餘的蒸氣壓。
- 將分液漏斗靜置以待各相完全分離。然後打開頂部塞和底部閥門，透過重力釋放下部相。打開頂部是為了使漏斗內部和大氣之間的壓力平衡。當下部相被移除時，關閉閥門，將上部相透過頂部倒入另一個容器中。

可用不溶於水的有機溶劑從水中萃取碘，如正己烷、環己烷、氯仿 (CHCl_3)、四氯甲烷、苯；但丙酮、甲醇、乙醇溶於水不可；其中，正己烷、環己烷、戊烷、苯密度比水小；氯仿 (CHCl_3)、四氯甲烷密度比水大。

(三) 固-液萃取 (Solid-liquid extraction)

固-液萃取是利用溶劑分離固態混合物中的成分，將其溶劑與溶劑中。

(四) 超臨界流體萃取 (Supercritical fluid extraction, SFE)

超臨界流體萃取是利用超臨界流體 (如超臨界二氧化碳) 作為溶劑，從固體或液體中萃取特定成分的技術。其優點為氣體在常溫常壓下易揮發，毋須另外分離溶劑。例如以超臨界二氧化碳萃取咖啡因。

(五) 固相萃取 (Solid-phase extraction, SPE)

與色譜法原理與方法類似，利用流動相中的樣品通過的固定相，依樣品不同組分的親和力不同將混合物依 R_f 值分離。

五、 場流分離 (Field flow fractionation)

場流分離是利用外加場（如電場、磁場或重力場）對液體樣品中不同組分根據其與不同場的不同相互作用程度進行分離的技術。

六、 根據沸點差異的分離過程

(一) 乾燥 (Drying) / 蒸發 (Evaporation)

通過蒸發除去樣品中的液態溶劑的過程。

(二) 蒸餾 (Distillation)

蒸餾是利用液體混合物中各成分的沸點差異，通過加熱蒸發和冷凝分離各成分的过程。通常適用於沸點相差大於攝氏 30 度且不形成共沸物的兩種物質的混合物。一般收集沸點低者。

共沸物 (Azeotrope)：指兩組分或多組分的液體混合物以特定比例組成時，在定壓下沸騰，此時蒸氣組成比例與溶液相同。無法以常規的蒸餾或分餾分離。

第四節 蒸餾裝置與注意事項

- 圓底燒瓶：進行蒸餾時，需要選用容積約為試樣溶液體積兩倍大小的圓底蒸餾瓶。若蒸餾瓶過小，所裝入的試樣溶液超過蒸餾瓶容量的 $\frac{2}{3}$ ，則沸騰時容易溢入收集瓶中。若是蒸餾瓶過大，所裝入的試樣溶液低於蒸餾瓶容量的 $\frac{1}{3}$ ，則殘留在蒸餾瓶中所損失的物質比率較多。
- 三叉管：用來銜接蒸餾瓶、溫度計及冷凝管的一種連接管。
- 溫度計：插在橡皮塞中套在三叉管的上端。溫度計須沾抹少許的水或潤滑油，以方便裝入。水銀球的上端位置與三叉管的側管開口下端在同一個水平面上，以使於正確測定汽化蒸汽的溫度。如果溫度計位置過高，所量得的溫度會偏低，反之亦然。
- 冷凝管：冷凝管是一支外部可讓冷水通過的玻璃套管。使用時冷凝管的內管應乾燥無異物，冷卻水自外管下端流入，將內管的蒸汽冷卻凝結成液體後變成溫水由外管的上端流出。連接冷卻水的橡皮管需套接緊密，且水壓不需太高。如果蒸物的沸點高於 100°C 或在常溫下為固體，可能將冷凝管的內阻塞，可用空氣冷卻的方式，不需通入冷水。冷凝管之橡皮管可先接好後再與三叉管連接；橡皮管裝接深度要足夠，以避免脫落。
- 連接彎管：連接彎管是用於連接冷凝管與收集瓶的器具。其側邊有一開口處，以平衡蒸餾系統的內外氣壓，不可封住以免爆炸。減壓蒸餾時，可將抽氣減壓的橡皮管連接於此開口，逐漸降低蒸餾系統的壓力，在低壓下緩慢加熱，讓蒸物在較低溫度下沸騰。
- 收集瓶 (蒸餾瓶)：收集冷凝得到的蒸餾液。應事先洗淨、烘乾、稱重，以計算產率。不應使用廣口容器，以免蒸餾液揮發。一般貌似錐形吸濾瓶，但有磨砂口。

- 磨砂口或橡皮塞：整個蒸餾裝置的各個接頭可以使用橡皮塞或磨砂口相連接，具有磨砂口的玻璃器皿尤佳，因為磨砂口的密合度高。常壓蒸餾時，磨砂口不需要塗抹凡士林，只要確認接合緊密即可；但減壓蒸餾則需要塗抹凡士林，以避免真空度不佳。
- 熱源：有機溶劑多為易燃性，依溶液的沸點高低，可選擇使用水浴（Water bath）、油浴（Oil bath）、蒸汽浴（Steam bath）或加熱包作為熱源。加熱包是包覆著絕緣物的電阻加熱器，一般可達到攝氏 450 度，需要配合變壓器一起使用。
- 沸石（Zeolite）或毛細管：沸石為多孔性材質，如矽石（Silica）。在溶液中加入 2-3 顆沸石，加熱時可吸附受熱產生的氣體，使氣泡結構受到破壞，產生小氣泡，小氣泡上升可達到對流效果，進而防止突沸（Bumping）。沸石或毛細管可防止突沸，需在溶液開始加熱前就先加入，不可在加熱過程中加入，因為蒸餾液的溫度若已達沸點，加入會引起突沸。使用過的沸石不能重複使用，重新加熱時，需要加入新的沸石。
- 加熱時應攪拌，以免與熱源接觸的部分過熱產生突沸。
- 加熱溫度要適當，使餾出液以約每秒 1 滴的速度滴出。
- 蒸餾完成後，須立即移除熱源；蒸餾瓶中殘餘液不可完全蒸乾。先關熱源，後關水流。

(一) 分餾 (Fractional distillation)

分餾是蒸餾的一種改進方法，通過分餾塔多次蒸發和冷凝，使混合物中各成分按沸點差異逐步分離。如煉油時加熱原油以分離出汽油、柴油、瓦斯等。

一、 結晶 (Crystallization)

結晶是將溶質從溶液中結晶析出的過程。

(一) 再/重結晶 (Recrystallization)

再結晶是通過控制溶劑和溶質的溫度和濃度，從而獲得更高純度晶體的過程。例如，在溫度 A 時溶質甲全部溶解，溶質乙不完全溶解，則可將一溶有溶質甲和乙的溶液調整至溫度 A，取得溶質乙結晶。

二、 絮凝 (Flocculation)

絮凝是利用絮凝劑將細小膠體顆粒聚集成大顆粒，使其容易沉降或過濾的過程。

三、 利用選擇性通透的分離過程

(一) 逆滲透 (Reverse osmosis, RO)

逆滲透是利用半透膜在壓力作用下，將水中的溶質截留，使水分子通過膜的過程。

(二) 透析 (Dialysis)

透析是利用半透膜將小分子或離子從大分子或顆粒中分離出來的過程，常用於醫學和生物化學領域。

四、 電泳 (Electrophoresis)

電泳是利用電場作用使帶電粒子在介質中移動，從而實現分離的技術，常用於生物大分子的分離和分析。