

常量及微量操作的比較

一以香蕉油的製備為例

陳如華
Centennial College
加拿大魁北克省蒙特利市

一、緒 言

有機化學的實驗器皿，經歷幾次的改革，以整套的磨砂接頭代替了橡皮塞與軟木塞時，使用更為方便，且減低漏氣的可能。當十幾年前微量有機實驗剛開始時，很多器皿要自己製做，雖然可以節省花費，但操作困難，而麻煩也多，因此未能被普遍採用。然而近幾年來，技術不斷改進，困難一一被克服，進而有整套有機實驗器皿出品，採用的大專院校也劇增。在試用了不同廠牌的器皿後，本校於二年前開始採用 Chemglass 的 MINUM-WARE (*1) 於實驗教學。本文比較傳統式的常量操作及改革後的微量實驗，其利弊及可行性，可供國內高職化工或高中化學課外活動（科展研究）之參考。

二、香蕉油的製備

(a) 常量實驗

本實驗依據 Pavia 等的有機化學實驗者(2)，其主要步驟如下：

在 100 毫升圓底瓶內，加入 12.2 克（15 毫升）異戊醇、21 克（20 毫升）冰醋酸，小心加入 4 毫升濃硫酸，搖盪混合之。加幾粒沸石，迴流一小時。

移開熱源，冷卻至室溫後，拆散裝置，將混合物倒入 125 毫升的分液漏斗中，慢慢加 50 毫升的冷水。另有 10 毫升的冷水，淋洗反應瓶，將洗液一起加入漏斗中，輕搖漏斗，不時讓氣體逸出，棄除下層水液後，用 25 毫升、5% 碳酸氫鈉溶液中和殘留的酸。要常常打開活塞，讓中和時產生的二氧化碳跑出。重覆用 25 毫升的碳酸氫鈉溶液萃取，直到水層呈鹼性為止。再以 25 毫升的蒸餾水萃取，加 5 毫升的飽和氯化鈉溶液，以助有機液的分離。

將有機液倒入 50 毫升錐形瓶，加入 2 克無水硫酸鈉，加蓋，偶而搖盪之，靜置約 15 分鐘以充分去水。此時有機液應是澄清，且硫酸鈉不呈塊狀。

註 * 1：此器皿亦可用於無機分析實驗，Wiley. 1991 出版(1)。

將有機液倒入乾燥的蒸餾裝置中（如圖一），加幾粒沸石，加熱蒸餾。用秤過的試管置冰浴中（*1），以收集 134–143℃ 的餾出液。計算產率，交產物。

測異戊醇及香蕉油的 IR。

(b) 微量實驗

本實驗主要依據 Pavia 等的有機化學實驗微量法(3)，其實驗步驟如下：

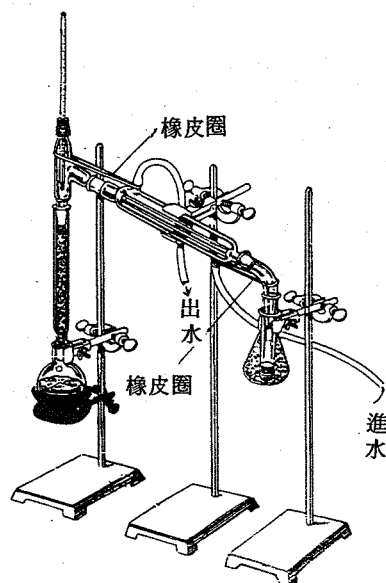
將 5 毫升反應瓶置於 50 毫升燒杯中，置天平上，秤入 0.57 克（0.7 毫升）異戊醇，1.48 克（1.4 毫升）冰醋酸。用 berol 吸管小心慢加 0.35 克（0.2 毫升）濃硫酸，加入攪拌子，長端向下，迴流一小時。

移去熱源，冷卻至室溫，用鉗子取出攪拌子，用 2 毫升冷水淋洗攪拌子及冷凝管，讓洗液流入反應瓶中。用吸管吸取下層水液，將管尖置有機液中擠出水液，以充分混合萃取。棄除下層水液，加 2 毫升飽和碳酸氫鈉以萃取，並中和多餘酸，小心二氧化碳氣體產生。洗液若仍呈酸性，得再次進行萃取，直到呈鹼性為止。

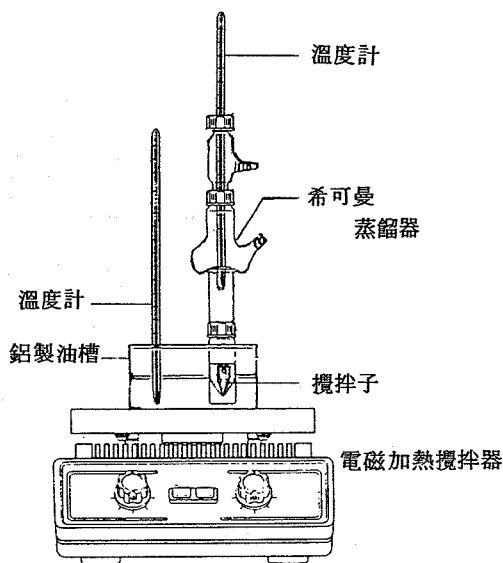
將上層有機液留在錐形反應瓶內，加 0.5 g 的無水硫酸鈉，加蓋，偶而搖盪之。需 10～15 分的接觸時間，以充分去水。此時，有機液應是澄清，而且硫酸鈉不呈塊狀。

用有棉塞尖端的吸管，將有機液吸入乾燥的蒸餾裝置中（如圖二），加攪拌子，蒸餾存化，收集 134～143℃ 的餾出液。算產率，交產物。

測純化後的香蕉油及異戊醇的 IR。



圖一



圖二

註解 * 1：此酯類逸入室內太多時，會造成頭暈現象。

三、環己烯的製備 (陳如華, 1992) (4)

本實驗依據作者的方法, 詳情請參考資料(4), 在此不重複, 僅將結果列表比較。

四、結 果

表一及表二概括用常量及微量實驗製備香蕉油及環己烯的結果。由兩個表中可看出, 在大多數的步驟, 微量較常量省時。表一之迴流、乾燥及表二之萃取, 常量及微量需時相同。然而, 有些步驟, 微量只需常量時間的一半, 例如製備香蕉油之組合裝置及蒸餾, 製備環己烯之蒸餾步驟。以總需時而言, 微量方法省了一小時以上。

在產率而言, 微量方法在二種實驗中, 都較常量低。

[表一] 製備香蕉油用常量及微量實驗操作所需時間與產率的比較

項 目	常 量	微 量
組合迴流裝置與秤重	15 ~ 18 分	7 ~ 9 分
迴流前, 加熱到沸點 與 迴流後, 冷卻到室溫	35 ~ 42 分	22 ~ 25 分
迴 流	60 分	60 分
萃 取	25 ~ 35 分	16 ~ 22 分
乾 燥	15 分	10 ~ 15 分
蒸餾步驟: (a) 組合	23 ~ 32 分	8 ~ 15 分
(b) 蒸餾	30 ~ 48 分	15 ~ 20 分
清 洗、歸 位	15 ~ 23 分	10 ~ 15 分
總 需 時	3 時 40 分 ~ 4 時 30 分	2 時 30 分 ~ 3 時
產 率	40 ~ 58 %	33 ~ 42 %

[表二] 製備環己烯用常量及微量實驗操作所需時間與產率的比較

項 目	常 量	微 量
組合蒸餾+秤重	45 ~ 75 分	43 ~ 48 分
蒸 餾	25 ~ 50 分	15 ~ 20 分
萃 取	15 ~ 25 分	13 ~ 24 分
乾 燥	20 分	5 ~ 10 分
第二次組合蒸餾	25 ~ 32 分	12 ~ 15 分
蒸 餾 純 化	30 ~ 48 分	15 ~ 18 分
清 洗、歸 位	15 ~ 25 分	10 ~ 15 分
總 需 時	3 時 ~ 4 時 30 分	2 時 ~ 2 時 30 分
產 率	52 ~ 68 %	46 ~ 60 %

五、討 論

微量方法較省時，可歸因於：第一、器皿小而堅固，由於特殊設計，蒸餾時不需鐵架、鐵夾(4)，組合及拆開歸位，都較容易。第二、有些步驟，如加溫、冷卻、蒸餾等，所需時間與用量成正比。當然反應時間，如香蕉油的迴流需時，是不因用量減少而改變。

至於微量方法，產率偏低，可能是因量少，操作時相對損失較大，實驗誤差亦大。

六、結 論

以上兩個不同的實驗，指向同一結論，常量及微量各有利弊，常量產率高，但需時長。而依本人之經驗，如此程度的產率降低並不影響理論及實驗技能之學習。省下來時間，可讓學生多做幾個實驗，或進而做些較具激發性的實驗。如此學生可學習些一般採用常量所學不到的教材，而且改為微量後，藥品用量、化學廢物均減少甚多，器皿破損率亦降低，這些顯示微量實驗，利多於弊，而且可行性甚高。

七、參考資料

1. Szafram, Z., Pike, R. M., Singh, M. M., MICROSCALE INORGANIC CHEMISTRY, A COMPREHENSIVE LABORATORY EXPERIENCE, Wiley : New York, 1991.
2. Pavia, D. L., Lampman, G. M., Kriz, G. S., Engel, R. G., ORGANIC LABORATORY TECHNIQUES: A Contemporary Approach 3rd. Ed., Saunders: Philadelphia, 1988.
3. Pavia, D. L., Lampman, G. M., Kriz, G. S., Engel, R. G., ORGANIC LABORATORY TECHNIQUES, MICROSCALE APPROACH, 1st. Ed., Saunders: Philadelphia, 1990.
4. 陳如華，中華民國第八屆科學教育學術研討會展示，並將於1993年「化學」雜誌發表。

謝 辭

承蒙蕭次融教授的指導及王澄霞教授的鼓勵，本人在此表示十二萬分的謝意。