

实验五 重结晶提纯法

一、实验目的

1. 了解重结晶原理，初步学会用重结晶方法提纯固体有机化合物。
2. 掌握抽滤、热滤操作和折叠滤纸的折法等基本操作；
3. 学习用水或混合溶剂，对乙酰苯胺重结晶、热水过滤、抽滤。

二、实验原理

1. 重结晶：把固体有机物溶解在热的溶剂中使之饱和，冷却时由于溶解度降低，有机物又重新析出晶体。

2. 应用：利用溶剂对被提纯物质及杂质的溶解度不同，使被提纯物质从过饱和溶液中析出，让杂质全部或大部分留在溶液中，从而达到提纯的目的。

注意——重结晶只适宜杂质含量在 5% 以下的固体有机混合物的提纯。从反应粗产物直接重结晶是不适宜的，必须先采取其他方法初步提纯，然后再重结晶提纯。

3. 选择的溶剂需符合以下条件：

- ① 与被提纯物质不起化学反应；
- ② 对被提纯物质应易溶于热溶剂而难溶于冷溶剂中；
- ③ 对杂质溶解度应很大（杂质留在母液）或很小（可热过滤除去）；
- ④ 溶剂的沸点适中（太低，则溶解度改变不大且难分离，太高，则溶剂不易除去）。

三、实验仪器和试剂

仪器：吸滤瓶（1 个）；布氏漏斗（1 个）；热漏斗（1 个）；无颈漏斗（1 个）；酒精灯（1 个），电炉、石棉网。

试剂：乙酰苯胺；活性炭。

【物理常数】

化合物名称	分子量	性状	比重(d)	熔点(°C)	沸点(°C)	折光率(n)	乙酰苯胺在水中的溶解度(g/100mL)			
							20°C	50°C	80°C	100°C
乙酰苯胺	135.16	斜方晶体	1.21 ⁴	133—4	305	—	0.46	0.84	3.45	5.5

四、实验步骤

1. 溶剂的选择

2. 制饱和溶液

称取 2g 粗乙酰苯胺放于 150 mL 锥形瓶中加入 70 mL 水, 在石棉网上加热使固体溶解, 将被提纯物制成饱和溶液。(水过多会损失, 过少则会析出乙酰苯胺。有机溶剂需要水浴加热并安装回流装置)。

若溶液含有色杂质, 要加活性炭脱色。(用量为粗产品质量的 1%~5%) ——待溶液稍冷后加活性炭! 然后煮沸 5~10 分钟。

3. 热过滤

方法一: 用热水漏斗趁热过滤, 见装置。(预先加热漏斗, 叠菊花滤纸 P71, 准备锥形瓶接收滤液, 减少溶剂挥发用的表面皿)。在过滤时, 应先用溶剂润湿滤纸, 以免结晶析出而阻塞滤纸孔。

方法二: 可把布氏漏斗和吸滤瓶在水浴中充分预热(切忌将吸滤瓶放在石棉网或电热套上加热), 然后便可趁热过滤。可避免晶体析出而损失。热过滤时, 要用优质滤纸或双层普通滤纸, 以防活性炭透过。

4. 结晶: 滤液放置冷却, 析出结晶, 静大动小。

5. 抽滤: 介绍循环水泵, 安全瓶, 滤纸的直径应小于布氏漏斗内径! 抽滤后, 打开安全伐停止抽滤。用少量溶剂润湿晶体, 继续抽滤, 干燥。

6. 收集晶体: 用刮刀将晶体转移到表面皿上。

7. 干燥晶体: 在空气中干燥, 或在干燥器中干燥, 或在红外灯下干燥(注意距离, 以防乙酰苯胺熔化)。

8. 称量、计算收率。

五、实验记录及数据处理

1. 重结晶操作记录:

时 间	实 验 步 骤	实 验 现 象

--	--	--

实验结果：

产物外观：

产量：

产率：

六、实验注意事项

1. 活性炭的加入与过滤：

- ① 用活性炭脱色，要待固体物质完全溶解后才能加入；不能在沸腾状态下加入活性炭。
- ② 过滤时要趁热过滤，并用少量热水洗涤；过滤后的母液要重新加热溶解，再静置、冷却、结晶。

2. 抽滤操作：

- ① 抽滤前要将滤纸吸紧。
- ② 抽滤结束时应先通气然后在关水（防止倒吸）。

七、思考题

1. 为什么活性炭要在固体物质完全溶解后加入？为什么不能在溶液沸腾的时加入？
2. 使用有机溶剂重结晶时，哪些操作容易着火？如何防范？