

再結晶

一、實驗目的：

利用再結晶來達到分離或純化有機化合物的目的。

二、實驗原理：

固體有機化合物對溶劑的溶解度，大部分隨溫度的升高而增加，所以將一個有機化合物溶在溶劑中，在較高溫度時製成飽和溶液（過飽和現象），使其冷卻至室溫或降至室溫以下，此時會有一部份形成結晶而析出。利用溶劑與被純化物與雜質的溶解度不同，盡量讓雜質全部或大部分留在溶液中，同種類的原子或分子，則重新排列成晶體，進而達到純化分離的目的。

再結晶七大步驟：

1、溶劑的選擇：

（1）被純化的化合物，在不同溶劑中的溶解度與化合物本身性質和溶劑性質有關，通常是極性化合物易溶於極性溶劑，反之非極性化合物則易溶於非極性溶劑，或者具相同官能基亦能互溶，即所謂的"同類互溶"（like dissolves like）。在尋找一合適的溶劑時，吾人可利用參考書籍及資料可以了解已知化合物在某溶劑中的溶解度。但有時找不到單一合適的溶劑，此時便可以使用混合溶劑（溶劑對 solvent pairs）。溶劑對即是由兩種或兩種以上不同的溶劑混合而達到溶解有機化合物的目的。但無論如何，**溶劑的選擇最主要還是得由實驗來證明。**

（2）溶劑選擇的條件：

①不與待純化之固體起化學反應。

②溫度高時，化合物在溶劑中溶解度大，室溫或低溫下溶解度很小；而雜質的溶解度應該非常大或非常小（這樣可使雜質留在母液

中，不隨純化物析出，或使雜質在過濾時濾出)。

③溶劑沸點低，易揮發，易與待純化物分離除去。

④價格便宜、毒性小，回收容易，操作安全。

(3) 混合溶劑的選擇：有些有機化合物，在許多溶劑中，不是溶解度太大，就是很小，很難選擇一種合適的溶劑。那可使用混合溶劑一選一對能互相溶解的溶劑，樣品易於溶於其中之一，而難溶於或不溶於另一。先將樣品溶於沸騰的易溶溶劑中，趁熱滴入難溶的溶劑，至溶液變混濁，再加熱使之變澄清，放置冷卻，使結晶析出。如冷後析出油狀物，則需調整兩溶劑的比例，再進行實驗，或另換一對溶劑。常用的混合溶劑如下：

水—乙醇、水—甲醇、水—乙酸、甲醇—乙醚；

甲醇—二氯甲烷、乙醚—丙酮。

(4) 具體的方法是：取約 0.1 克（或更少）的待再結晶的樣品，放入一小試管中，滴入約 1 毫升溶劑，震盪下，觀察是否溶解。若很快溶解，則此溶劑並不適合做再結晶的溶劑；若不溶加熱後觀察是否全溶，如仍不溶，可小心加熱加入溶劑至 3~4 毫升，若沸騰下仍不溶解，則此溶劑也不適合。若能使樣品溶在 1~4 毫升沸騰溶劑中，室溫下或冷卻卻能自行析出較多結晶，則此溶劑適合。這是一般最常用的方法，實際實驗時通常同時選擇好幾個溶劑，用同樣的方法比較回收率，再選擇其中最優者。

2、待純化的有機化合物溶解在選好的溶劑中，加熱直至溶解。

3、有色物質則以活性碳加熱去色（利用其吸附的能力）：當樣品帶有顏色時，可加入適量的活性碳脫色。活性碳脫色效果和溶液的極性、雜質的多少有關，活性碳在水溶液及極性有機溶劑中脫色效果較好，而在非極性溶劑中效果則較不顯著。**活性碳用量一般為待結晶物的 1~5% 左右**，不可過多。若用非極性溶劑時，可加入適量的氧化鋁去色。加活性碳時應待溶液冷卻後再加入，以免突沸發生危險。

4、趁熱過濾不溶解的雜質：因為溶液為熱的飽和溶液，遇冷即會析出結晶，因此需要趁熱過濾。

5、讓熱溶液慢慢冷卻，使晶體析出。長晶的方法通常有下列幾種：

- ①靜置：讓分子與分子自然尋求最佳結合之位向，即產生結晶。
- ②加入晶種
- ③輕刮杯壁
- ④冰浴

6、過濾

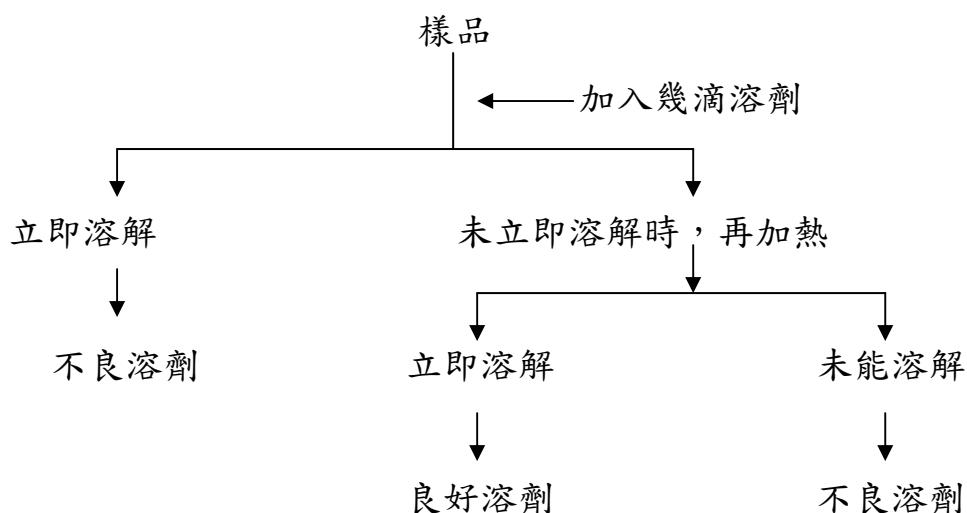
- ①抽氣過濾法：處理量較多 (>2g) 或收集固體。
- ②重力過濾法：收集濾液。
- ③棉花過濾法：處理微量或揮發性溶劑時使用。

7、烘乾：避免烘箱溫度過高，只需將溫度控制在溶劑沸點即可。

三、實驗步驟：

1、溶解度的測試：

取 10 毫克未知化合物並加入 0.25 毫升溶劑，若是立刻溶解則不是好的再結晶溶劑；如果不溶可利用加熱方式來幫助溶解。加熱後若無法溶解則不是好的再結晶溶劑；加熱後若溶解則是好的再結晶溶劑。



2、不純樟腦丸（萘）的再結晶：

取一個乾淨 50 毫升的三角錐形瓶，加入 10 毫升甲醇

↓

置入 0.5 克不純的樟腦丸

↓

隔水加熱（溫度不可過高以免甲醇沸騰；甲醇 bp=64°C）

↓

一邊加熱一邊再慢慢滴加甲醇一邊搖動錐形瓶直至結晶完全溶解

↓

加入 0.03 克活性炭，**加熱至 60°C**（脫色）

↓

以**重力過濾法**，過濾掉活性炭，濾液過濾至 50 毫升**燒杯**

↓（漏斗必須先預熱，且需趁熱過濾）

將濾液加熱去除溶劑使溶液體積減至約 7.5~10 毫升

↓

靜置至室溫（不可晃動）

↓

待結晶完成後，以抽氣過濾法過濾，收集固體

↓（濾液需倒入“**不含鹵素有機廢液桶**”）

以冰的甲醇/水=1.5/3.5 洗結晶

↓

進烘箱烘乾

↓

秤重，計算回收率

3、苯甲酸的再結晶：

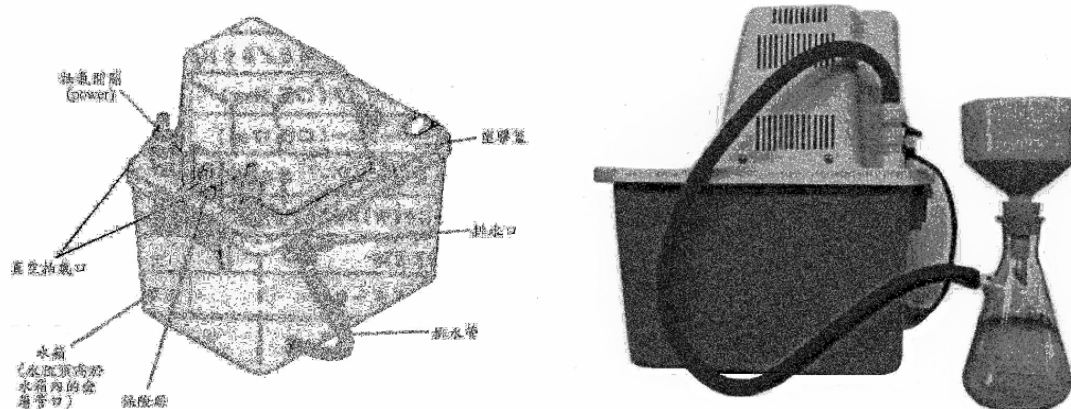
苯甲酸（C₆H₅COOH）：0.5 克

再結晶溶劑：水 (可直接用加熱攪拌器加熱，不必隔水加熱)

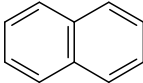
步驟參考荼的再結晶步驟；清洗結晶表面：可用冰浴過的蒸餾水洗

四、實驗儀器：

抽氣過濾裝置



五、實驗藥品：

<p>Naphthalene 荼 $C_{10}H_8$</p> 	<p>分子量 128.16，大量存在於煤瘴荼餾出液的碳化氫。石油原油以及重組油中也有微量存在。從煤瘴的荼油（沸點 200~250°C）萃取酸性及鹼性物質而排除之，將其精餾，或予以冷卻而析出晶體，藉離心分離去除油分，可得粗荼。這是一種有強烈煤臭味的白色晶體，容易昇華，熔點 80.3°C，沸點 218°C，比重 1.162。不溶於水，但可溶於乙醇、乙醚、苯等許多有機溶劑。可用於製造可塑劑或合成樹脂，也常用來當成偶氮染料中間物使用。</p>
<p>Benzoic acid 苯甲酸 C_6H_5COOH</p>	<p>苯甲酸又稱安息香酸，分子式為 C_6H_5COOH，是苯環上的一個氫被羧基（-COOH）取代形成的化合物。苯甲酸一般常作為藥物或防腐劑使用，有抑制真菌、細菌、黴菌生長的作用，藥用時通常塗在皮膚上，</p>

	用以治療癬類的皮膚疾病。用於合成纖維、樹脂、塗料、橡膠、煙草工業。
Methanol 甲醇 CH ₃ OH	分子量 32.04，最簡單的脂族醇。存在於木材的乾餾液中，故亦稱為木精。過去是由木材乾餾液精製而得，目前合成法，使一氧化碳與氫在加壓下經觸媒反應，製造而得。無色、透明、具流動性、揮發性、可燃性、刺激及有毒性的液體。凝固點-97.68℃，沸點 64.51℃，比重 0.78。易溶於水、乙醇及乙醚。可供製造甲醛及有機合成原料及一般溶劑使用。
Active Charcoal 活性碳	乾餾木材，餾去其揮發性成份，而剩碳為主要成份之黑色固體是為木炭。一種非晶形的碳，具有很強的吸附性。內部的表面積平均為每克為 10000 平方呎。

六、注意事項：

- 1、茶丸易引發蠱豆症，需小心使用。
- 2、使用水流幫浦時，需先通入循環水，以免馬達過熱；使用完畢先拔開抽氣管再關電源。
- 3、甲醇為無色、透明、揮發性、可燃性、刺激及有毒性的液體，吸入過多造成眼睛酸痛，容易導致失明。

七、實驗問題：

- 1、如何選擇好的再結晶的溶劑？
- 2、本實驗中使用活性碳的原因為何？又使用的量應為多少較適合？過多或太少會有何影響？
- 3、過濾懸浮液時為何需趁熱過濾？且須以重力過濾法過濾？
- 4、過濾結晶時利用抽氣過濾法為何不使用重力過濾法？

再結晶 實驗報告

學系： 姓名： 學號： 組別： 日期：

數據及結果：

荼的再結晶	苯甲酸的再結晶
1.荼的結構式：_____	1.苯甲酸的結構式：_____
2.不純奈：_____克	2.未結晶苯甲酸：_____克
3.活性碳：_____克	3.活性碳：_____克
4.濾紙重：_____克	4.濾紙重：_____克
5.濾紙+產物：_____克	5.濾紙+產物：_____克
6.產物：_____克	6.產物：_____克
7.回收率：_____%	7.回收率：_____%
8.結晶前後顏色變化：	8.結晶前後顏色變化：
9.結晶前後晶型變化：	9.結晶前後晶型變化：

$$\text{回收率} = (\text{再結晶後晶體重}) \div (\text{原固體重}) \times 100\%$$