

1. 實驗名稱：再結晶 (9%)

2. 實驗方程式：無 (本實驗不涉及化學反應)

3. 實驗原理：固體有機化合物對溶劑的溶解度多因溫度的上升而增加，因此將一有機化合物溶於溶劑中，在較高溫度下製成飽和溶液(過飽和現象)，使其冷卻至室溫或降於室溫以下，此時會有一部分化合物形成結晶析出。利用被純化物和雜質對溶劑的溶解度不同，盡量讓雜質全部或大部分留在溶劑中，同種類原子或分子則重新排列成晶體，進而達成純化分離的目的。

再結晶之七大步驟：

一. 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，或有相同官能基亦能互溶，即所謂“同類互溶”(like dissolves like)。在尋找合適的溶劑時可利用參考書籍及資料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，此時便可以利用混合溶劑(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；而雜質的溶解度應非常大或非常小(使得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：有些有機化合物難以找到合適的單一溶劑，則可使用混合溶劑，選一對能互溶的溶劑，樣品易溶於其中之一，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，如析出油狀物則需調整溶劑比例，再實驗或換一對溶劑。

常用組合：水+乙醇 水+甲醇 水+乙酸 甲醇+乙醚 甲醇+二氧甲烷 乙醚+丙酮

(4) 具體的方法：取 0.1g 樣品放入小試管中並滴入 1ml 溶劑，觀察溶解情形，若快速溶解則不合適，如不溶則可進一步加熱測試，並加入 3-4 ml 溶劑，假如加熱至沸騰也不溶則也不合適。最佳的選擇將是能使樣本於 1-4 ml 的沸騰情況下溶解，並在回歸室溫或低溫下自行析出結晶的溶劑。

二. 待純化物溶解在最好的溶劑中，加熱直至溶解。

三. 若含有有色物質，且選用水溶性或極性溶劑可加入活性碳脫色，活性碳一般建議不超過待純化物的 1-5%。假若是非極性溶劑則可使用氧化鋁。加入時機為冷卻後，避免突沸發生。

四. 趁熱濾除不溶解物質。

五. 冷卻，使晶體析出，有下列方法：①靜置，自然結晶 ②加入晶種 ③輕刮杯壁 ④冰浴

六. 過濾以收集化合物，有下列作法：①抽氣過濾法：處理量較多(>2%)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。

七. 烘乾：避免烘箱溫度過高，只需將溫度控制於溶劑沸點。

4. 注意事項：

一. 茶丸易引發蠶豆症需小心使用。

二. 使用水流幫浦時需先通入循環水以免馬達過熱，使用完畢後先拔開抽氣管再關電源。

三. 甲醇無色、透明，具有揮發性、可燃性，且對人體有刺激和毒性，吸入過多將導致眼睛酸痛甚至失明。

5. 實驗步驟 & 實驗觀察

不純苯甲酸 (benzoic acid) 的再結晶:

① 取一乾淨 50 ml 燒杯, 秤量並加入 0.3 g 不純苯甲酸

↓ 由於本次實驗不參與化學反應, 不用太精確, 0.28 g ~ 0.33 g 之間都行
(使用電子秤最小可測量 0.01 g)

② 以量筒裝取 15 ml 蒸餾水, 並倒入裝有不純苯甲酸的燒杯

③ 使用加熱攪拌器進行加熱, 直到沸騰, 加熱期間可輕輕搖燒杯幫助

溶解

· 本實驗不使用攪拌子, 因此不須開啟攪拌功能。是否

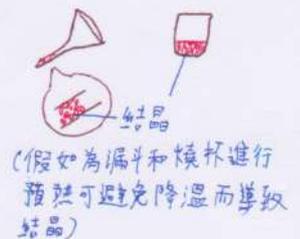
· 使用加熱器時, 由於沒有明火須特別小心, 如需確認開啟, 可將手懸空於加熱板上方 10 cm 以上的地方
感受熱氣。

· 一般而言會加入沸石 (boiling chip) 來避免突沸, 不過由於摻入的雜質中包含活性炭, 活性炭具有沸石的功能, 因此不須添加。

④ 沸騰後持續沸騰約 30 sec, 隨後進行過濾 (趁熱), 此過濾步驟採用 "重力過濾法"。

· 假如溶液含有色物質可在過濾前加入活性炭 (極性和水溶液) 或氧化鋁 (非極性溶液)

· 過濾後由於溫度下降, 結晶可能會在漏斗和裝取濾液的燒杯上發生, 可使用少量蒸餾水 (溶劑) 洗去, 裝入裝有濾液的燒杯, 需注意不要將結晶以外的東西落入。



⑤ 再加熱, 將裝有濾液和結晶的燒杯放回加熱攪拌器加熱至完全溶解。

· 將更多的溶劑蒸發

· 假如先前有進行沖洗則需蒸發掉更多溶劑

· 過度的將溶劑蒸發可能會導致溶質析出 (包含雜質和產物), 因此必須確保此階段沒有沉澱物的產生。

⑥ 靜置至室溫, 等待結晶

· 如果遲遲未結晶可輕輕搖晃、添加晶種, 或以刮勺輕刮杯壁。

· 當液面形成一層膜狀結晶時可傾斜燒杯、緩慢旋轉以促進結晶快速發生。

從液面開始結晶



⑦ 完成結晶後以刮勺將晶體刮至乾淨濾紙上, 之後進行 "抽氣過濾法", 收集固體

· 本次實驗未使用有機溶劑, 因此廢液不用特殊處理

· 濾紙須先秤重並記錄



⑧ 進烘箱烘乾, 之後進行秤重以計算回收率

· $[(\text{總重} - \text{濾紙重}) / \text{不純苯甲酸重}] \times 100\% = \text{回收率}$

6. 結果

原固體:

不純苯甲酸重: 0.323 g

再結晶後:

濾紙重 0.360 g } 產物: 0.258 g
總重 0.618 g }

回收率:

$\frac{0.258 \text{ g}}{0.323 \text{ g}} \times 100\% = 79.9\%$

7. 討論:

盡可能避免結晶發生

- 回收率的最大化: 產物損失的原因包含第④步時於漏斗和濾紙上的結晶、濾紙上的溶液殘留, 可進行充分的沖洗以避免, 並且事先為漏斗和濾紙預熱。第⑦步時抽走的濾液 (廢液) 中也有少量的苯甲酸以溶質的形式損失, 可以在第⑤步時盡可能的蒸發掉溶劑 (本組在第⑤步時將溶液蒸發至 10 ml)。判斷: 在第④步最終留下的濾液越少、結晶越多, 代表最終在第④步的損失越小。

2. 溶劑對回收率的影響：溶劑在常溫或低溫下對目標物的溶解度越低，越能最大化在第六步中析出的結晶量，並最小化在第七步中濾除的濾液中殘留的目標物含量。

3. 溶劑對產物品質的影響：除了會與待純化物發造成破壞或製造不必要之副產物的溶劑不被考慮之外，再結晶中溶劑的選擇基本上是基於其對於化合物在不同溫度下的溶解度的。假如溶解度太低則無法擔任溶劑的角色。

而在常溫或低溫下的溶解度極高則會使我們無法使雜質與化合物分離，因為此時（第⑥步）雜質與目標化合物都相同的溶解在溶劑之中。

溶解度略高的溶劑會造成回收率的大量減少，因為此時（第⑥步）還有很多化合物依然留存於溶液中而未結晶析出，最終遭抽氣過濾法的濾除。此外在高溫下溶解度越高，越能使化合物與雜質分離，因為能夠使化合物完全溶解，而雜質依然保持固體狀態，而在第④步時被重力過濾法濾掉。

因此高溫和低溫時高溶解度、降溫後低溶解度的溶劑無論在回收率和純度上都是最佳選擇。

再結晶 實驗報告

學系：食科 2B 姓名：董于澤 學號：S10620236 組別：五 日期：2022/9/21

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： <u>C_6H_5COOH</u>
2. 不純奈：_____克	2. 未結晶苯甲酸： <u>0.323</u> 克
3. 活性碳：_____克	3. 活性碳： <u>0</u> 克
4. 濾紙重：_____克	4. 濾紙重： <u>0.360</u> 克
5. 濾紙+產物：_____克	5. 濾紙+產物： <u>0.618</u> 克
6. 產物：_____克	6. 產物： <u>0.258</u> 克
7. 回收率：_____%	7. 回收率： <u>79.9</u> %
8. 結晶前後顏色變化：	8. 結晶前後顏色變化： 灰白色粉末，含黑色顆粒 → 透明、白色晶體
9. 結晶前後晶型變化：	9. 結晶前後晶型變化： 粉末 → 鱗片狀結晶

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