

实验三 重结晶（固体有机化合物的分离纯化）

- 实验目的：**
1. 了解常用固体有机物的精制方法。
 2. 掌握重结晶法精制固体有机物的基本原理。
 3. 掌握重结晶的操作过程，包括溶剂的选择、热饱和溶液的配制、脱色及减压过滤等操作。
 4. 掌握用水、有机溶剂重结晶有机物的操作方法。

实验药品： 含杂质乙酰苯胺 1.0 g，乙醇 10-20 mL

仪器设备： 循环水泵，电热套及标准玻璃仪器

实验原理： 利用溶剂对被提纯物质和杂质的溶解度的不同，使杂质在热滤时被除去或冷却后被留在母液中，从而达到提纯的目的。

重结晶提纯一般过程：

- 1、溶剂的选择，选择条件见书 p61
- 2、固体物质的溶解——用有机溶剂作溶剂，常用圆底烧瓶或锥型瓶，上接球型冷凝管，防止溶剂蒸发；用水做溶剂时，也可考虑在烧杯中完成加热溶解过程。
- 3、杂质的除去——（1）趁热过滤：短颈径粗漏斗、折叠滤纸、热水漏斗、抽滤
（2）如果溶液颜色较深，需要用活性炭脱色处理：用量约是被提纯物的 5%；注意不能加到沸腾的溶液中。
- 4、冷却析出结晶——静置、缓慢冷却；难析出结晶时可加晶种或磨擦引导。
- 5、抽滤收集结晶——布氏漏斗、抽滤瓶、滤纸；用母液把固体全部转移到布氏漏斗，使固体与母液分离。
- 6、洗涤——加入少量新鲜溶剂（停止抽气）洗涤固体，除净固体表面的母液（二次）。
- 7、干燥——空气晾干、加热烘干（温度低于固体熔点 10℃ 以上）、干燥器干燥等。

实验操作：

称取 1g 乙酰苯胺粗品，加入 100mL 圆底烧瓶中，加入 15% 的乙醇水约 15mL，投入 1~2 粒沸石，安上回流冷凝管，慢慢加热至溶剂沸腾，并保持回流数分钟，**观察固体是否完全溶解**。若有不溶固体或油状物，从冷凝管上口补加 5mL 溶剂，再加热回流数分钟，逐次补加溶剂，直至固体或油状物不再溶解，制得热的饱和溶液。再过量 3~5mL 溶剂。移去水浴，**溶液稍冷后，加入适量活性炭，继续水浴加热，回流煮沸 10~15min。期间将布氏漏斗和吸滤瓶预热**。安装好预热的抽滤装置，将热溶液趁热过滤，并尽快将滤液倒入一只洁净的烧杯中。让滤液慢慢冷却至室温，晶体析出，抽滤，用少量水洗涤晶体，抽干得白色片状结晶。产品晾干、称重，计算重结晶收率。**精制产物留待下次实验测熔点。**

注意事项：

- 1、加活性炭时，一定不能加到正在沸腾的溶液中。
- 2、抽滤完毕，先打开缓冲瓶阀门，以免倒吸。
- 3、洗涤溶剂不宜过多，避免溶解部分产品，导致产率下降。

思考题： P66，T 1，2，3，6。