

苏州大学实验报告

院、系 材化部 年级专业 08高分子 姓名 邱翔 学号 0809408041
课程名称 有机化学实验 成绩 _____
指导教师 葛健峰 同组实验者 _____ 实验日期 2010.9.19

实验名称 乙酰苯胺的重结晶

一. 实验目的

1. 学习重结晶法提纯固体有机化合物的原理和实验方法.
2. 掌握趁热过滤、减压过滤及剪、折叠滤纸的实验操作.

二. 实验原理

若把固体溶解在热的溶剂中达到饱和, 冷却时由于溶解度降低, 溶液变成过饱和而析出晶体. 利用溶剂对被提纯物质及杂质的溶解度不同, 通过加热溶解又冷却结晶的形成, 将杂质除去以达到分离纯化固体物质的目的, 整个操作过程称为重结晶.

主要步骤:

1. 选择溶剂

① 不与被提纯物反应 ② 较高温时, 溶剂能溶解被提纯物, 室温或低温时溶解度小 ③ 杂质在该溶剂中溶解度要么很小, 要么很大 ④ 溶剂的沸点适中 ⑤ 被提纯物在该溶剂中能析出较好晶体 ⑥ 价廉易得, 毒性低, 回收率高, 操作安全.

2. 溶解粗产品

加入比需要量略少的溶剂, 加热至沸腾至物质完全溶解, 记录溶利用量. 加沸石, 烧瓶上安装回流冷凝管, 选择适当热浴, 加溶剂时, 应移火源.

3. 脱色

加吸附剂: 活性炭, 极性溶剂(水、乙醇) 1~5%, 稍冷后加入 Al_2O_3 非极性溶剂(苯、石油醚)

4. 热过滤

除去不溶性杂质.

5. 冷却结晶

快速冷却, 放在冰水中搅拌和自然冷却.

6. 抽滤洗涤

布氏漏斗斜口要远离抽气口, 布氏漏斗中铺的圆形滤纸应较漏斗的内径略小, 紧贴于漏斗的底壁, 抽滤前先用少量溶剂把滤纸润湿, 然后抽滤.

7. 干燥

使用的溶剂沸点, 比较低时, 可在室温下使溶剂自然挥发而达到干燥的目的. 当使用的溶剂沸点, 比较高而产品又不易分解和升华, 可用红外灯烘干.

三. 仪器与药品

1. 仪器: 台称、量筒、烧杯、锥形瓶、玻璃棒、漏斗、安全瓶、表面皿、酒精灯.

趁热过滤装置.

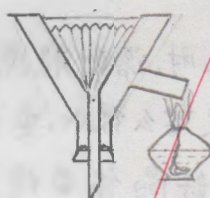
2. 药品: 乙酰苯胺、活性炭.

四. 实验步骤

1. 装置图



加热装置



趁热过滤装置



减压抽滤装置

2. 流程图

称乙酰苯胺 $2g$ \rightarrow 锥形瓶 $\xrightarrow{36ml H_2O}$ 加热煮沸至全溶 $\xrightarrow{格去热源}$ 稍冷却 $\xrightarrow{活性炭 \frac{1}{5}}$ 振荡 $\xrightarrow{煮沸 5min}$ 准备好过滤装置 $\xrightarrow{引流}$ 趁热过滤 $\xrightarrow{盖表面皿}$ 冷却结晶 \rightarrow 抽滤 \rightarrow 得晶体 \rightarrow 晾干 \rightarrow 称量

五. 实验数据处理

样品: $2g$ 产量: $0.8016g$

产率: 40.08%

苏州大学实验报告

院、系 _____ 年级专业 _____ 姓名 _____ 学号 _____
课程名称 _____ 成绩 _____
指导教师 _____ 同组实验者 _____ 实验日期 _____

实验名称 乙酰苯胺的重结晶

六. 思考题

1. 如何选择重结晶溶剂? 加热溶解样品时, 为什么先加入比计算量少的溶剂, 而渐添加至完全溶解后却还要多加少量的溶剂?

答: 重结晶溶剂的选择: ①溶剂不与被提纯物起化学反应 ②较高温度时溶剂能溶解被提纯物, 而在室温或更低温度时被提纯物的溶解量很少 ③杂质在溶剂中的溶解度要么很大要么很小 ④溶剂的沸点适中 ⑤被提纯物在该溶剂中能析出较好的晶 ⑥价廉易得, 毒性低, 回收率高, 操作安全.

先加入比计算量少的溶剂: 待重结晶样品中含有少量杂质

完全溶解后却还要多加少量的溶剂: 在热过滤时溶剂的挥发, 温度的降低会引起晶体过早地在滤纸上析出而造成产品损失.

2. 为什么活性炭要在固体物质全部溶解后加入? 为什么不能在溶液沸腾时加活性炭.

①活性炭的作用是除去不溶性杂质, 若固体未全部溶解, 则会被活性炭吸附, 影响实验结果.

②活性炭不能加到已沸腾的溶液中, 防止液体暴沸, 甚至冲出容器

3. 抽滤时如何防止滤纸被穿破?

抽滤过程中将液体转入布氏漏斗时, 要保证漏斗中有一定的液体量, 若等到漏斗中的液体已被抽干后, 再加料, 料液容易冲破滤纸, 易发生穿孔现象. 此时, 应暂缓抽气, 待加料后再继续抽气过滤.

4. 如果溶剂量过多造成晶体析出太少或根本不析出, 应如何处理?

(1) 用玻璃棒摩擦容器内壁 (2) 用冰水或其他制冷剂溶液冷却

(3) 投入“晶种”

5. 停止抽滤时如不先打开安全瓶上的活塞就关闭水泵, 可能会产生什么后果? 为什么?

水泵中的废液有可能会倒吸进抽滤瓶内污染母液。因为抽滤瓶内接近真空状态, 压强极低。

6. 用有机溶剂和以水为溶剂进行重结晶时, 在仪器装置和操作上有什么不同?

(1) 有机溶剂易挥发, 故加热溶解时应加上冷凝回流装置。

(2) 有机溶剂易燃烧, 故热过滤时应将酒精灯熄灭, 停止加热, 漏斗。

7. 重结晶操作过程中, 固体用溶剂加热溶解后, 若溶液呈无色透明、无不溶性杂质, 此后应如何操作?

应省去脱色和热过滤的步骤, 直接进行冷却结晶。

A⁺ 10.27
了