

苏州大学实验报告

院、系 材化部 年级专业 08高分子 姓名 邱钊 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 萘的重结晶

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式, 将杂质除去以达到分离提纯固体物质的目的, 整个过程称为重结晶。

主要操作步骤

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的晶体 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, 记录溶剂用量, 加沸石, 烧瓶上安装回流冷凝管, 选择适当热浴, 加溶剂时, 应移开火源。

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, 放在冰水中搅拌或自然冷却。

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时且产品又不易分解和升华, 可用红外灯烘干。

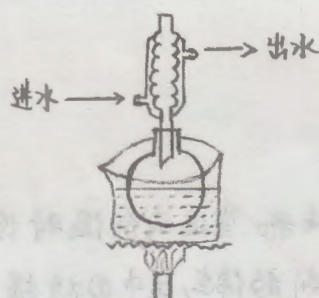
三. 仪器与药品

1. 仪器: 台称, 量筒, 烧杯, 锥形瓶, 玻璃棒, 漏斗, 表面皿, 酒精灯, 圆形冷凝管, 圆底烧瓶, 趁热过滤装置。

2. 药品: 萘, 活性炭, 乙醇 70%。

四. 实验步骤

1. 装置图



溶剂加热装置



趁热过滤装置



减压抽滤装置

2. 实验流程

称 2g 萘 \rightarrow 圆底烧瓶 $\xrightarrow[沸石]{15\text{ml } 70\% \text{ 乙醇}}$ 通冷凝管 \rightarrow 水浴 \rightarrow 加热至沸腾 \rightarrow 振荡 \rightarrow 熄火, 稍冷却 \rightarrow 活性炭 \rightarrow 振荡 $\xrightarrow[5\text{min}]{\text{水浴加热}}$ 趁热过滤 \rightarrow 用塞子塞好滤液 \rightarrow 自然冷却 \rightarrow 抽滤 \rightarrow 干燥 \rightarrow 称量

五. 实验数据处理

样品: 2g 产量: 0.1036g

产率: — 原因: 升华损失

提示: 乙醇作溶剂, 大剂溶剂对产品的溶解