青島科技大学
Qingdao University of Science & Technology

有机化学实验



基础化学实验中心

山东省省级实验教学示范中心

重结晶

Recrystallization

实验内容

1.实验目的
2.实验原理
3.试剂及仪器
4.实验步骤
5.注意事项
6.思考题



1. 实验目的

01 掌握重结晶提纯固态有机化合物的原理及方法

02 掌握热过滤、抽滤操作

03 学会菊花滤纸的折叠方法

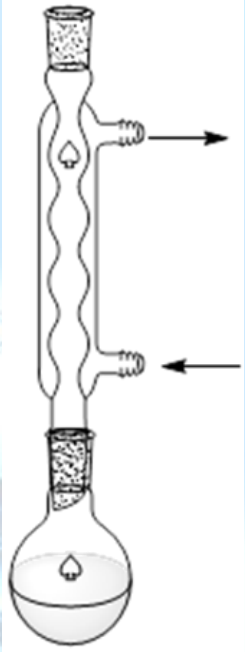
2. 实验原理

固体有机物在溶剂中的溶解度与温度有密切关系。利用溶剂对被提纯物质及杂质的溶解度不同，可以使被提纯物质从过饱和溶液中析出。而让杂质全部或大部分仍留在溶液中,从而达到提纯目的。

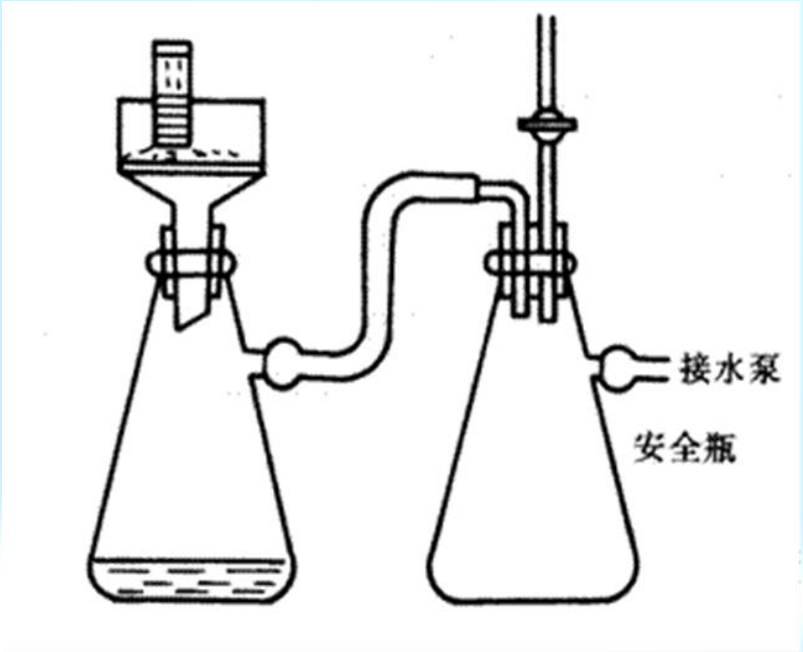
3.试剂及仪器

试剂：乙酰苯胺粗品、活性炭

仪器装置：



回流冷凝



抽滤



水泵

4. 实验步骤



01

选择合适溶剂

具体选择溶剂时，大部分化合物可先从查手册或**文献资料**查出溶解度数据，如无法查到，可通过实验，根据**“相似相溶”的原则**来选择溶剂。

若一种物质有两种或多种合适溶剂可用作重结晶，则应根据**理想溶剂的六要素**来选择。

t / ℃	20	25	50	80	100
溶解度/（g / 100 mL）	0.46	0.56	0.84	3.45	5.55

乙酰苯胺在水中的溶解度

02

制备热饱和溶液

通常将粗产品置于锥形瓶（或圆底烧瓶）中， 安装**回流冷凝装置**，加入较需要量少的适宜溶剂，加热到沸腾。若固体未完全溶解，可再分批添加溶剂，每次加入后均需再加热使溶液沸腾，直至物质恰好溶解，记录溶剂用量。最后再多加**20% 左右**的溶剂。



03

脱色

常用脱色剂：极性溶剂：活性炭；

非极性溶剂：氧化铝

用量：一般为粗产品质量的1-5%。

方法：待热饱和液稍冷后，加入适量的活性炭摇动，继续煮沸5-10min即可。

注意：不能在沸腾的溶液中加入活性炭，否则会引起暴沸，使溶液冲出容器而造成产品损失。



04

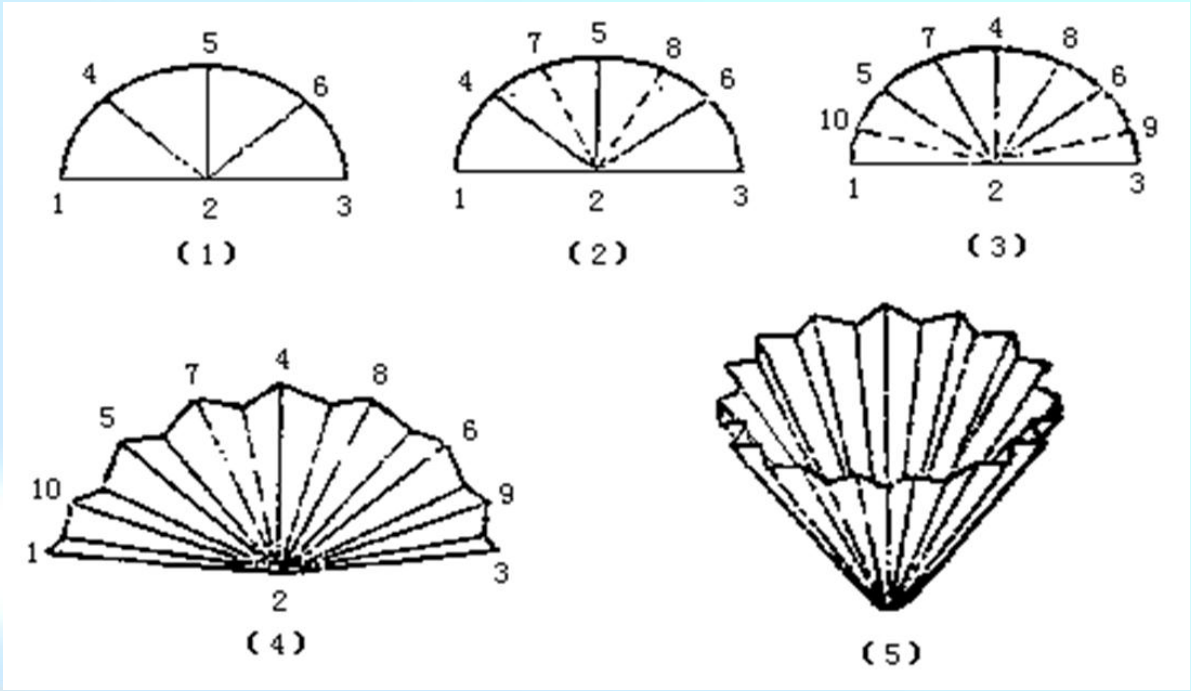
热过滤

目的：除去不溶性杂质（包括用作脱色的吸附剂）

为了防止热损失，要做到以下几点：

仪器热、溶液热 、 动作快

采取的措施：**热水漏斗和折叠滤纸**



05

冷却结晶

目的：热溶液冷却，使溶解的物质自过饱和溶液中析出，而可溶性杂质仍留在母液中。

冷却的方式：快速冷却和自然冷却。

冷却后无晶体析出，可采用以下两种方法：

①玻璃棒摩擦瓶壁

②将晶种加入溶液，促进溶液中晶体析出。



06 抽滤、洗涤

目的：彻底分离晶体和溶剂以及溶剂中的可溶性杂质。

优点：分离速度快，分离完全，晶体易干燥。

注意事项：

①残留晶体用母液转移至布氏漏斗，以防产品损失。转移次数2~3次，母液用量不能太多。

②若溶剂沸点高，原溶剂洗涤一次后，可用低沸点溶剂洗涤，利于干燥产品。



06

晶体的干燥

方法：固体干燥的方法很多，要根据重结晶所用溶剂及结晶的性质来选择。

(1) 在空气中晾干

(2) 红外线干燥

(3) 烘箱烘干

(4) 真空干燥箱干燥

(5) 干燥器干燥

(6) 冷冻干燥



思考题

01 如何选择重结晶溶剂？什么情况下使用混合溶剂？

02 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？

03 进行热过滤时，为什么要尽可能减少溶剂挥发？如何减少其挥发？

04 用有机溶剂和水进行重结晶时，在仪器装置和操作上有什么不同？

谢谢大家！

基础化学实验中心

山东省省级实验教学示范中心