



再結晶與熔點測定

2023/06/09 修訂

領取專用器材

- 毛細管
- 熔點測定裝置
- 濾紙及標籤紙
- 橡膠套環

準備個人器材

- 溫度計
- 2個錐形瓶 (50 mL)
- 中空長玻璃管 (~60 cm)
- 玻棒
- 滴管
- 布氏漏斗
- 抽氣過濾瓶
- 水流抽氣機
- 電磁加熱攪拌器





實驗目的與技能

- **目的**：以再結晶純化物質並測其熔點
- **技能**
 - 再結晶
 - 抽氣過濾
 - 熔點測定
 - 電子天平與秤量
 - 電磁加熱攪拌器
- **流程**
 - 純物質熔點測定：苯甲酸、乙醯胺苯、苯甲酸/乙醯胺苯
 - 苯甲酸再結晶
 - 苯甲酸粗產物、再結晶產物熔點測定



原理 - 熔點

■ 熔點

- 固態物質緩慢受熱，由固體完全轉變成液體的溫度範圍
- 相同的物質在定壓下應具有相同的熔點
- 具有相同的熔點之物質，不一定是同一物質
- 純物質初熔至全熔溫度範圍應不超過 1°C
- 不純物質其熔點較低且熔點範圍較大
- 熔點測定重要性：
 - 若化合物為已知，利用熔點以確定結構
 - 若化合物為未知，熔點測定有助將來他人合成同一化合物之鑑定
 - 利用測定熔點範圍判斷物質純度
 - 利用混熔法，可鑑定未知物



原理-再結晶

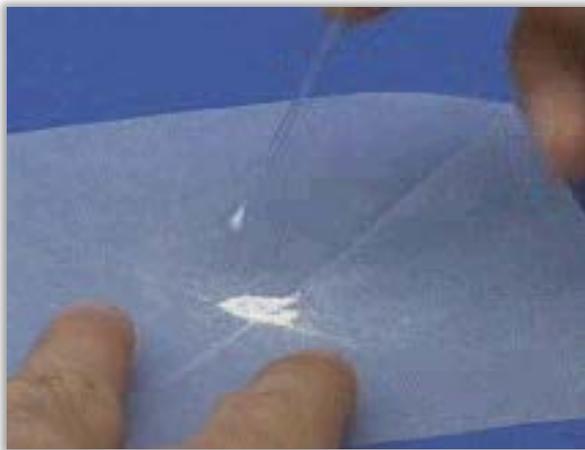
■ 再結晶

- 以適當熱溶劑將固體試樣溶解，溶液冷卻溶解度降低，成過飽和溶液，過量溶質晶析出
- 結晶過程，試樣附著晶格整齊長晶，而將其他異物排斥在晶格外，達分離純化目的
- 再結晶純化操作，選擇溶劑的參考
 - 溶劑必須不與試樣發生反應
 - 高溫時對試樣溶解度高，但低溫時溶解度低
 - 溶劑應對雜質不溶，或對雜質溶解度很高，如此該雜質才不易與試樣同時結晶出來
 - 不易燃、無毒、便宜、揮發性高而易與晶體分離者



步驟1：填充毛細管以測定熔點

- 各裝填2支毛細管
 - (1) 苯甲酸 (122°C)
 - (2) 乙醯胺苯 (113°C)
 - (3) 苯甲酸/乙醯胺苯 (1 : 1) 混合物



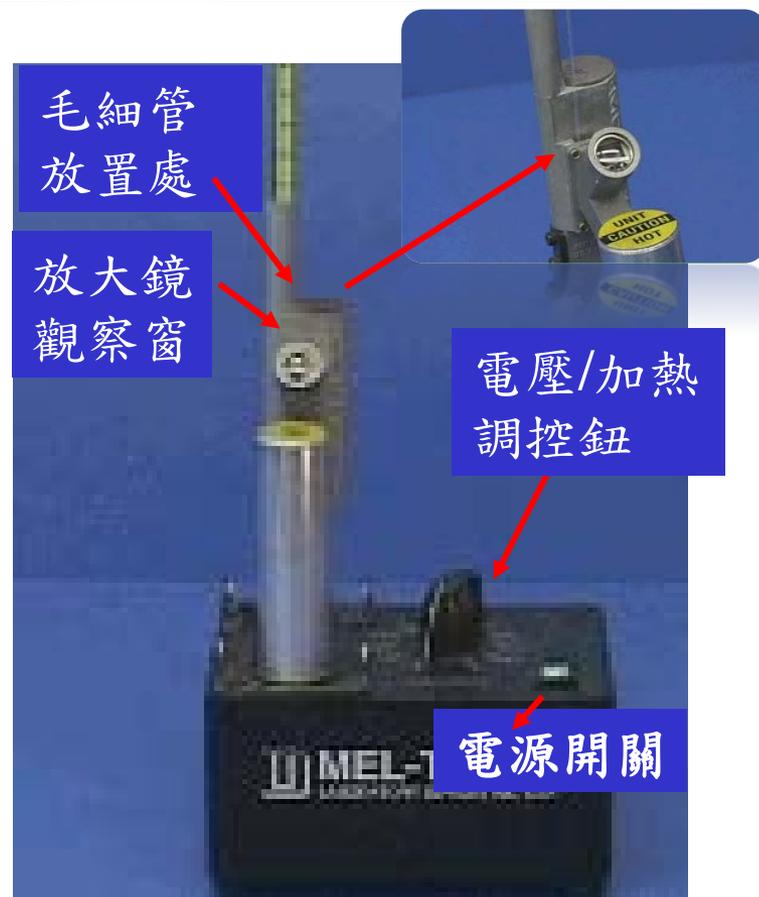
毛細管內樣品 2 mm高即可

- 用稱藥紙將固體試樣包夾在中間，以原子筆桿將試樣壓磨成細粉末
- 以毛細管開口端沾取固體試樣
- 毛細管開口端朝上封口端朝下，於中空長玻璃管彈震
- 重複彈震 3-4次使填充密實



步驟2：加熱觀測熔點

- 檢查試樣槽及溫度計槽是乾淨且沒有雜物
- 電壓調控鈕歸零後，再開啟電源
- 以較快的加熱速度，預測量3支毛細管試樣熔點粗略範圍
- 熔點測定儀冷卻降溫至低於粗估熔點 15°C （可以吹風機吹冷風降溫）
- 更換3支毛細管，以較慢加熱速率，精確測量熔點範圍

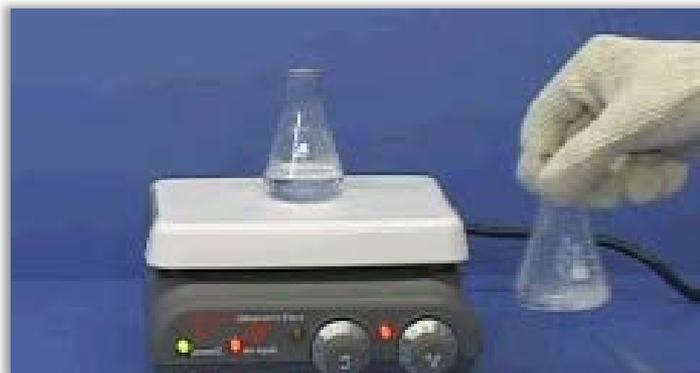


✓ 毛細管可由熔點低者排列至熔點高者

- 起始加熱速度： $10\sim 15^{\circ}\text{C}/\text{min}$
- 低於熔點 $10\sim 20^{\circ}\text{C}$ ： $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$
- 低於熔點 $2\sim 4^{\circ}\text{C}$ ： $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$



步驟3：苯甲酸再結晶

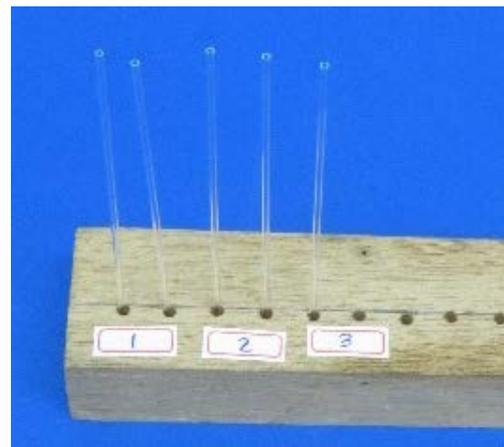


- 使用一個錐形瓶先將適量去離子水加熱煮沸
- 將前次實驗苯甲酸粗產物裝填2支毛細管
- 剩餘粗產物稱重後，倒入另一個50 mL錐形瓶
- 以滴管緩慢滴加少量熱水
- 微加熱並搖晃錐形瓶使固體溶解，可酌加熱水直到全部溶解
- 靜置放冷15~20分鐘，慢慢長晶

- ✓ 可依苯甲酸溶解度估算熱水使用量
- ✓ 此處以水為溶劑，故省略隔水加熱



步驟4：收集苯甲酸結晶並測熔點



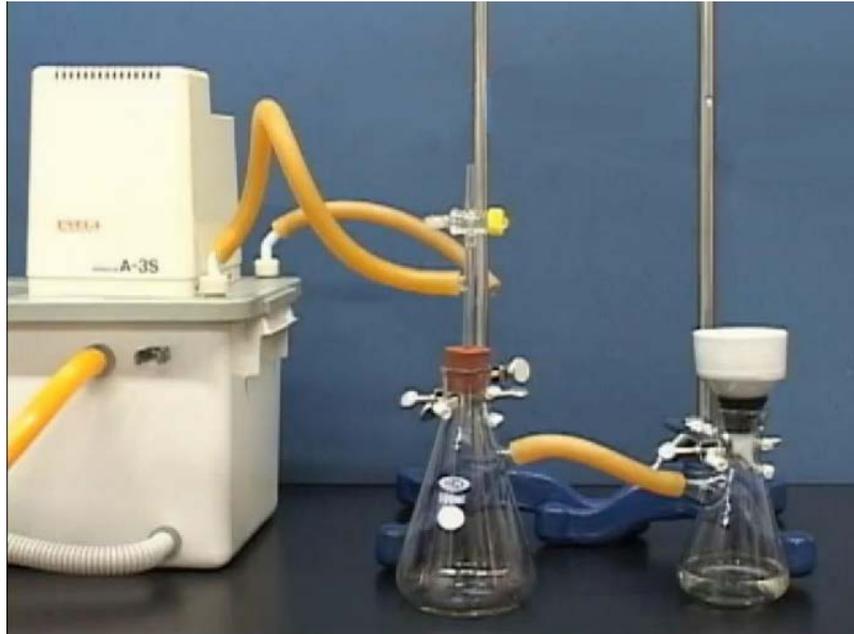
✓ 標籤標示各試樣

- 將錐形瓶放入冰水浴中使結晶完全
- 抽氣過濾收集再結晶產物
- 以少量冰水潤洗錐形瓶及結晶
- 抽氣乾燥產物10分鐘
- 產物刮於濾紙上壓乾及風乾10分鐘
- 秤量再結晶產物重，計算產率

- 測定熔點範圍
 - (1) 苯甲酸粗產物
 - (2) 苯甲酸再結晶產物
 - (3) 乙醯胺苯粗產物



抽氣過濾注意事項



- 水流抽氣機水箱由下方進水上方排水，裝滿水後進水調小
- 以廣用夾固定抽氣過濾瓶及緩衝安全瓶
- 以橡膠套環緊密接合布氏漏斗與抽氣過濾瓶
- 以直徑55 mm濾紙遮住布氏漏斗平板上所有孔洞
- 以少量去離子水潤濕濾紙，關閉緩衝安全瓶上二方活栓抽氣吸緊濾紙
- 溶液與固體攪拌混合均勻後，迅速倒入布氏漏斗中
- 過濾完畢，先解除真空再關水流抽氣機電源以免水倒流



實驗注意事項

精簡報告

- 毛細管填充試樣約2 mm，不宜裝填過多
- 彈震用的中空長玻璃管要保持乾淨乾燥，實驗後洗淨烘乾
- 記錄初熔至全熔溫度範圍
- 第二次精確測量熔點溫度範圍時，需更換新的試樣毛細管
- 熔點測定儀需自然冷卻，可用吹風機冷風降溫
- 以錐形瓶進行再結晶操作，若使用有機溶劑需隔水加熱
- 以最少量熱溶劑將固體試樣溶解，以提高產率
- 結晶過程應靜置放冷到室溫，慢慢養晶，以提高純度
- 水流抽氣機由下進水上方排水，用畢先解除真空再關電源
- 苯甲酸再結晶產物，回收於兩側抽氣櫃回收瓶
- 廢棄毛細管回收至講桌前回收杯，勿丟入垃圾桶
- 完成清潔整理、器材清點與值日生工作