

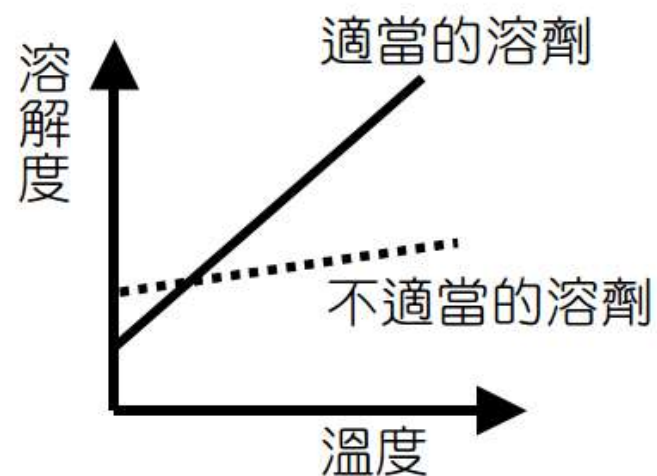
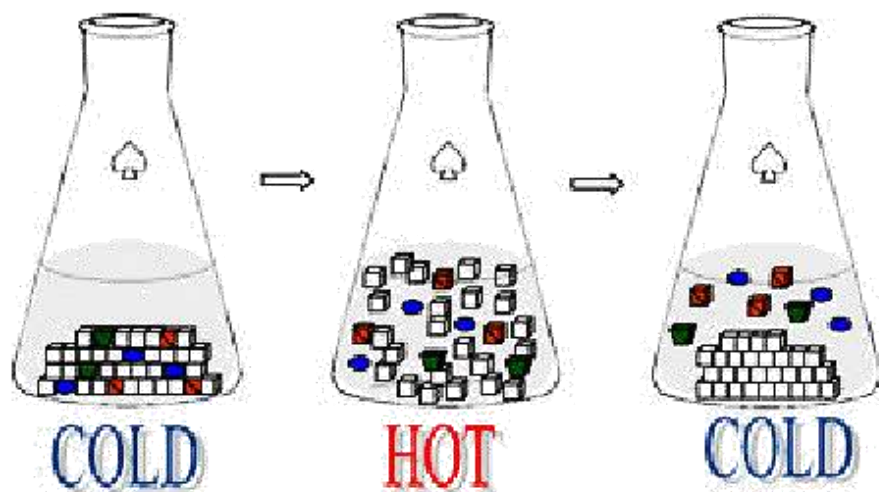
E1 再結晶與熔點測定

實驗目的及原理

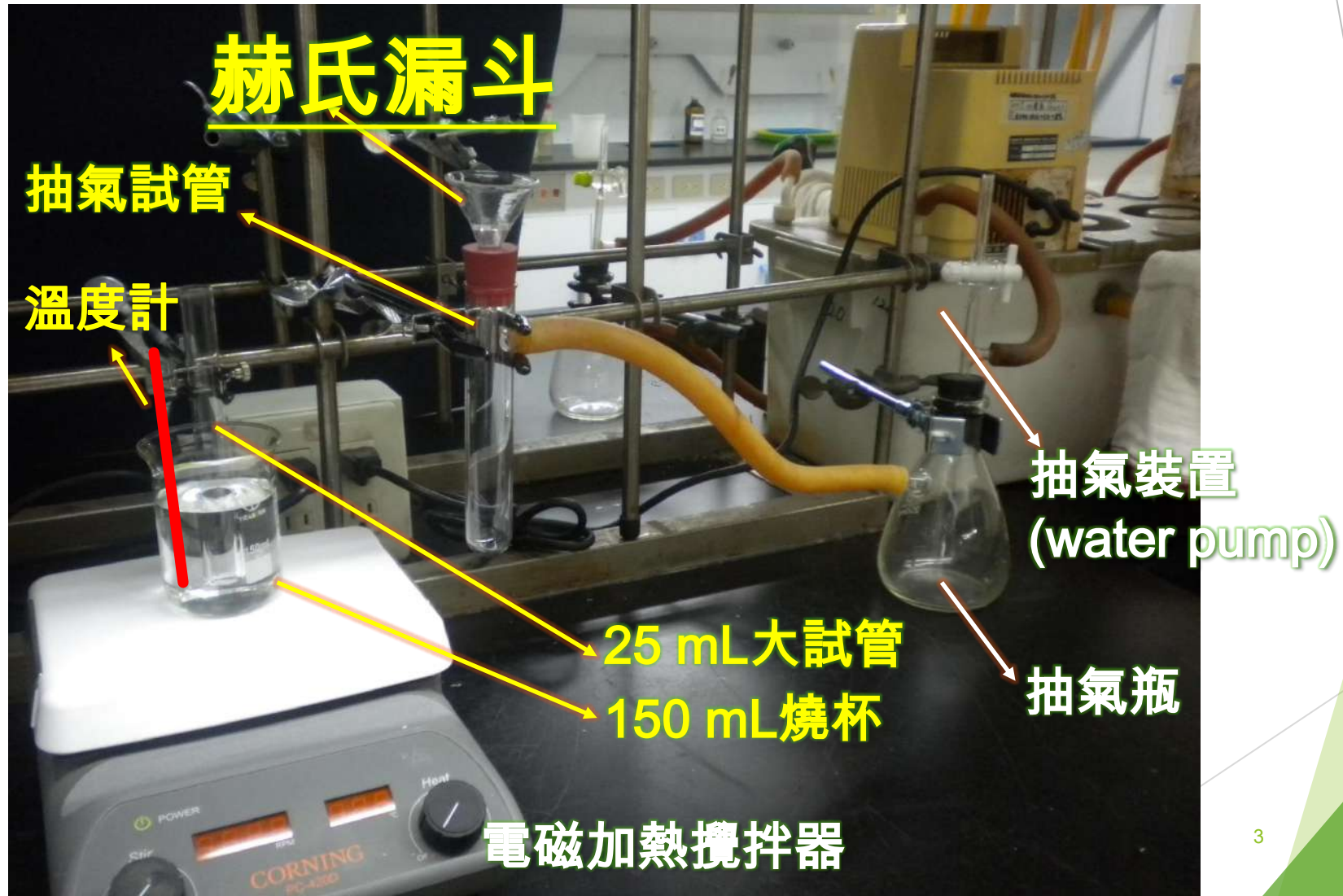
▶ 實驗目的：

- ▶ 學習再結晶的方法，利用再結晶純化乙醯苯胺(acetanilide)。

▶ 實驗原理：



實驗器材



實驗流程

1. 抽氣過濾裝置

注意：入水口和出水口不可接錯。記得開水，水量不要太大避免溢出。



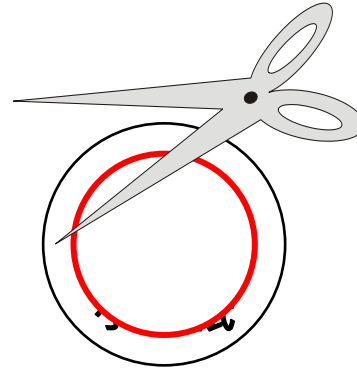
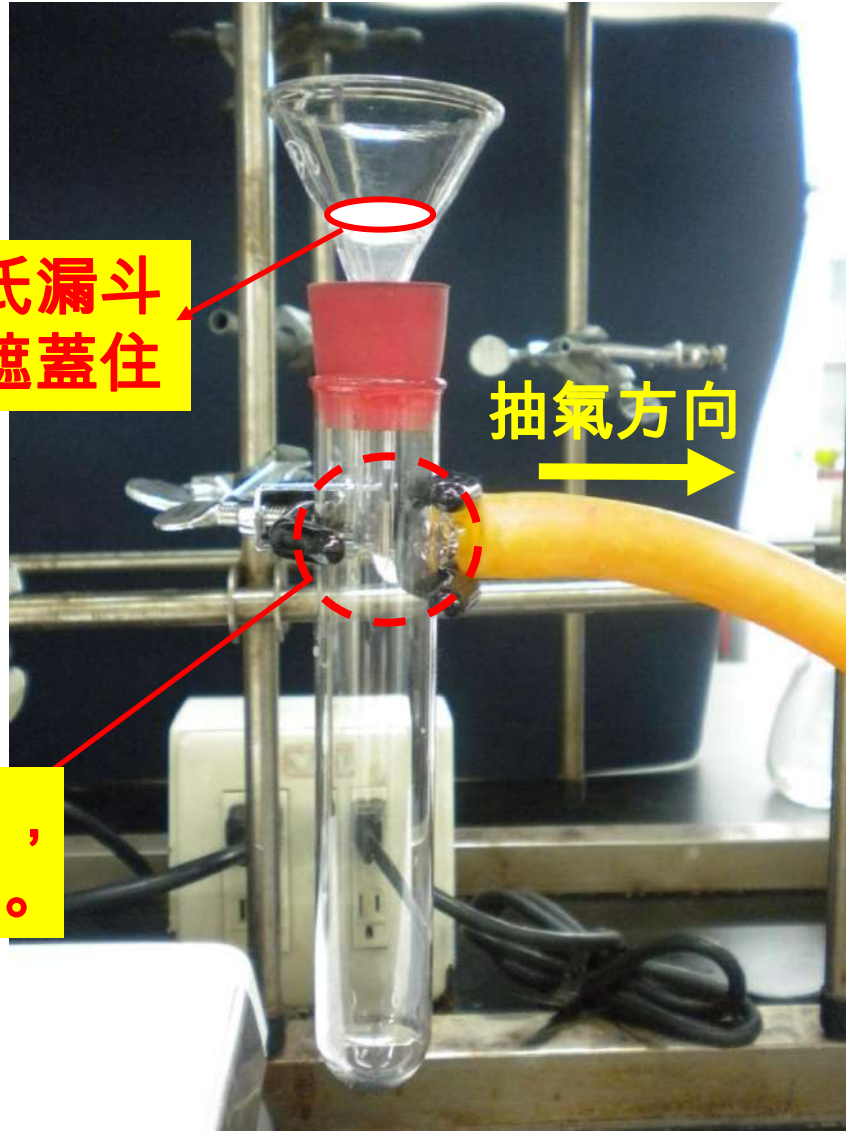
實驗流程

2. 過濾器材

濾紙須將赫氏漏斗的孔洞全部遮蓋住



注意漏斗位置，管尖低於側管。

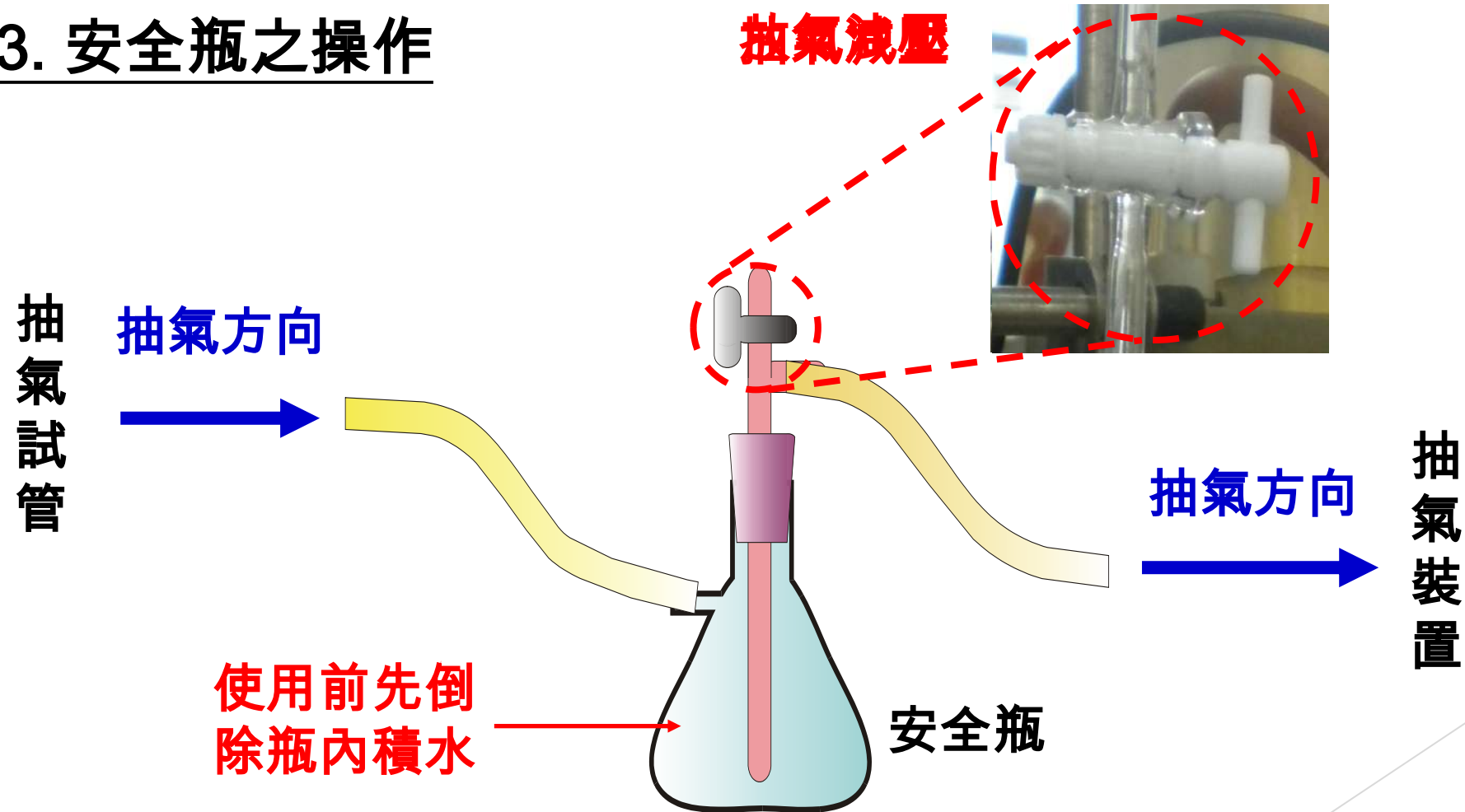


修剪成適當大小。
直徑須小於漏斗的
內徑、不翹起。

先以少量溶劑潤濕濾紙，打開抽氣機使濾紙與漏斗密合後再進行減壓過濾的步驟。

實驗流程

3. 安全瓶之操作

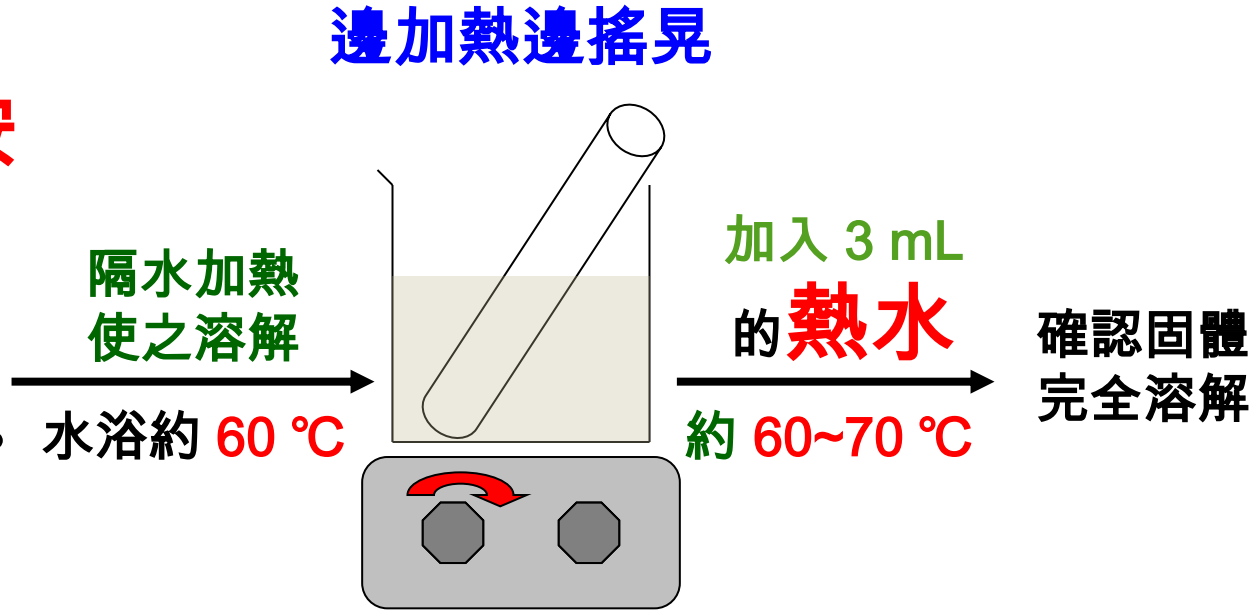


完成抽氣過濾後，要先洩壓才能關閉抽氣裝置。

實驗步驟

溶解不純乙醯苯胺

取約 0.5 g 的不純乙醯苯胺於 25 mL 大試管中，加入 ~1 mL 乙醇溶解。

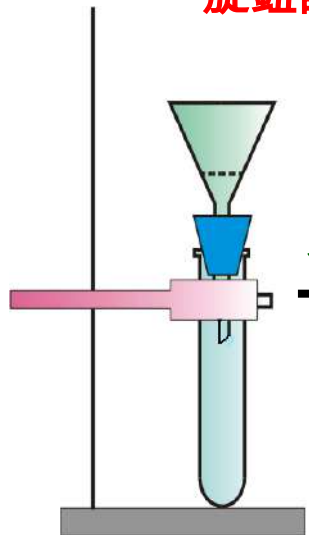


靜置室溫下 15~20 分鐘

結晶

最後可冰浴使結晶完全

抽氣過濾



加熱不要開太大，旋鈕調至3左右即可。

以少量冰水洗滌

抽乾10分鐘以上

取少量結晶用濾紙對折壓乾

抽乾後將產物刮下，壓乾測熔點。

測不純的乙醯苯胺熔點
測純化後乙醯苯胺熔點

注意事項

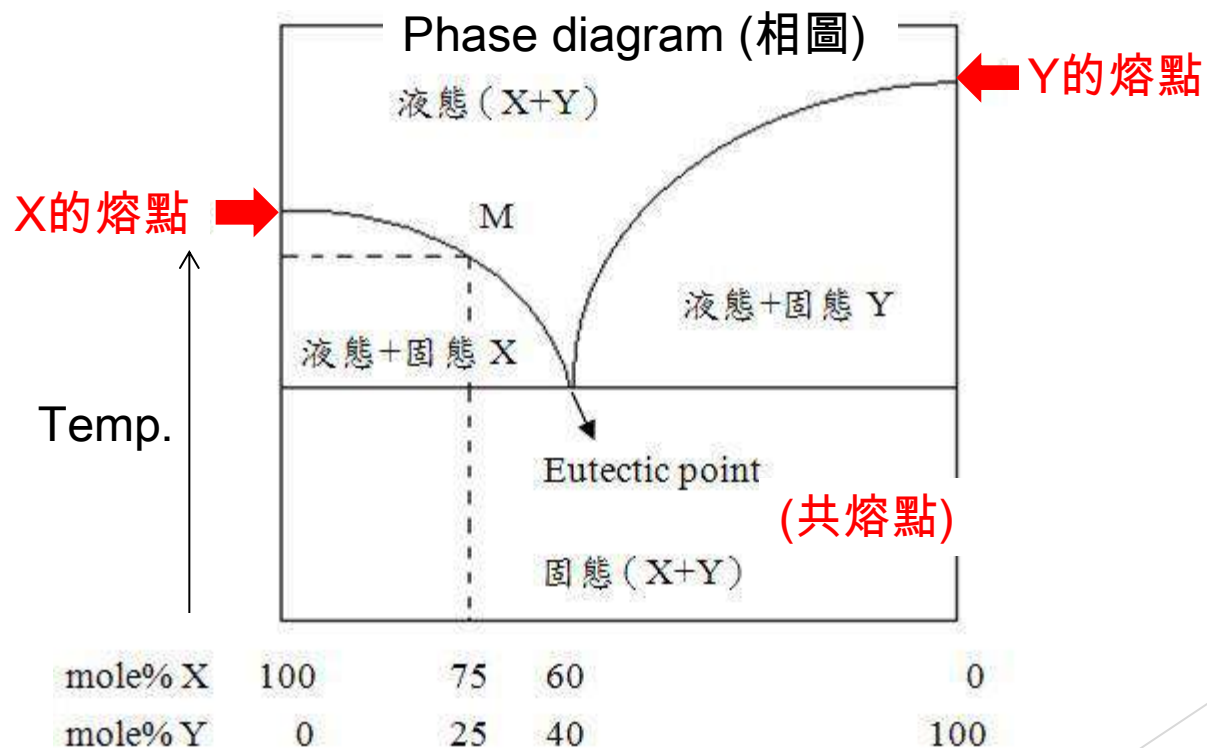
- ▶ 溶劑(乙醇、水)不要取過量，以免產率過低。
- ▶ 以溫水浴加熱溶解時注意溫度不要過高 (使用溫度計監控)。
- ▶ 抽氣裝置的水管不可插錯；抽氣過濾結束後要先解除真空(洩壓)才可關機。
- ▶ 記得抽乾(10分鐘)才秤重、壓乾後才測熔點。
- ▶ 再結晶的產物，不可直接棄於垃圾桶，實驗結束後用少量丙酮溶解，倒有機廢液回收。
- ▶ 抽氣試管跟軟木塞是公用器材，不要放到個人儀器箱內。

實驗目的及原理

實驗目的：

學習熔點的測定，進而辨認化合物的純度與結構。

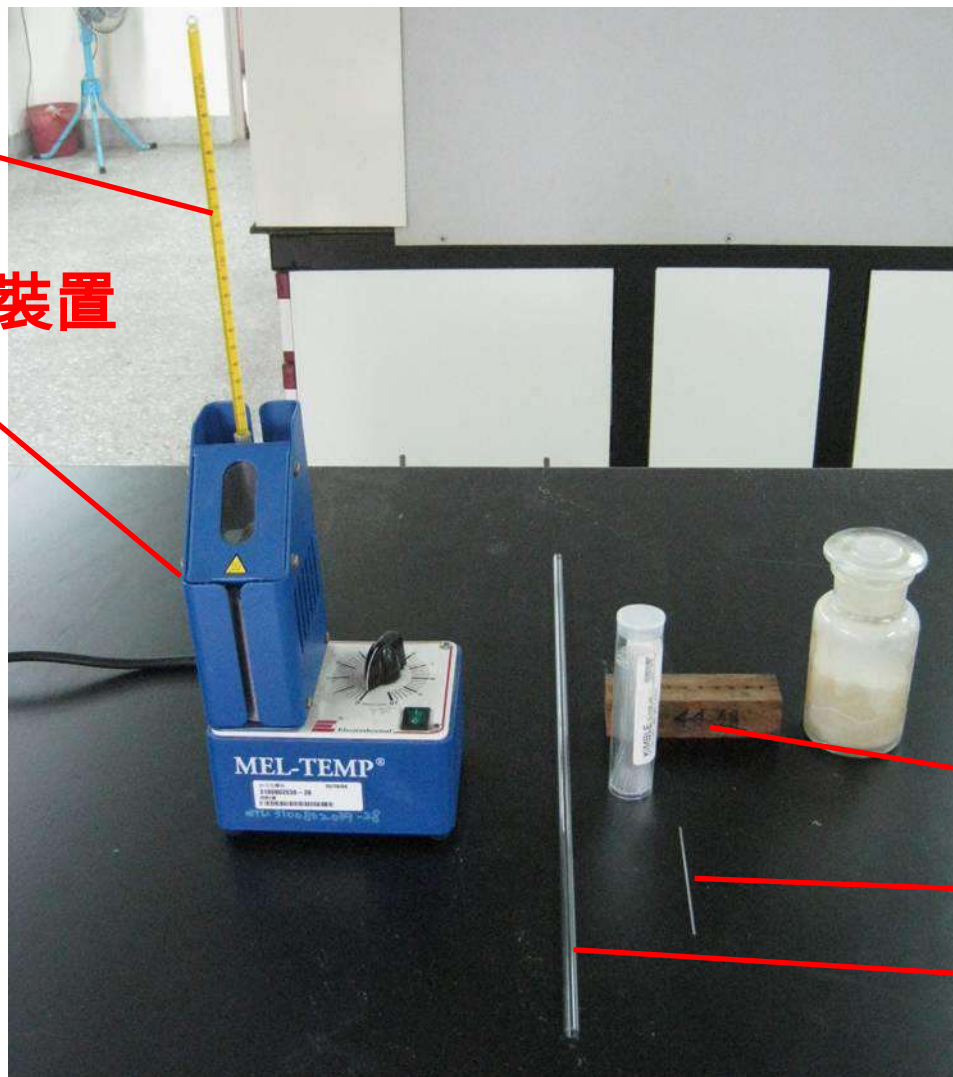
實驗原理：



實驗器材

溫度計

Melt-Temp熔點測定裝置



毛細管架

毛細管

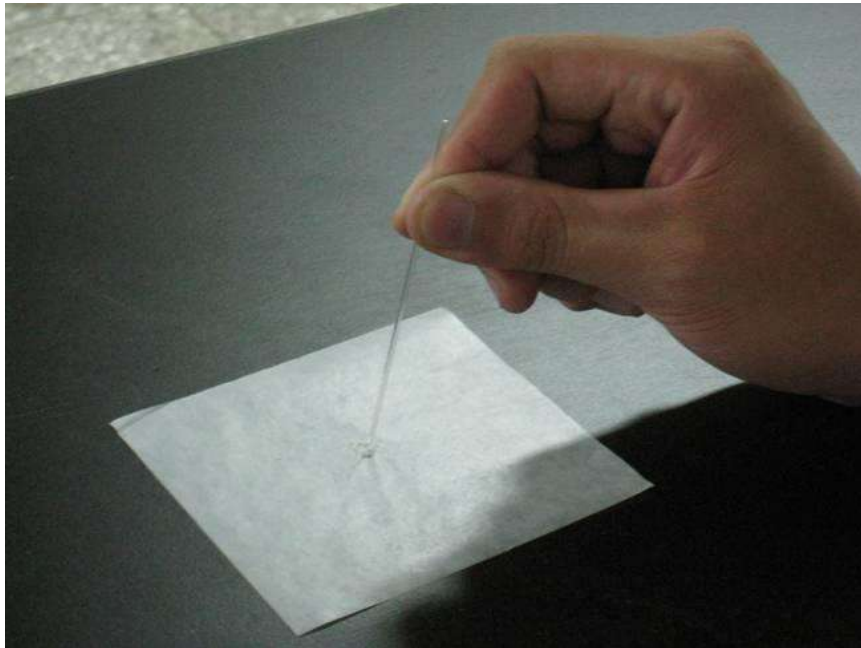
長玻璃管

實驗流程

將樣品裝入毛細管

藥品勿太多

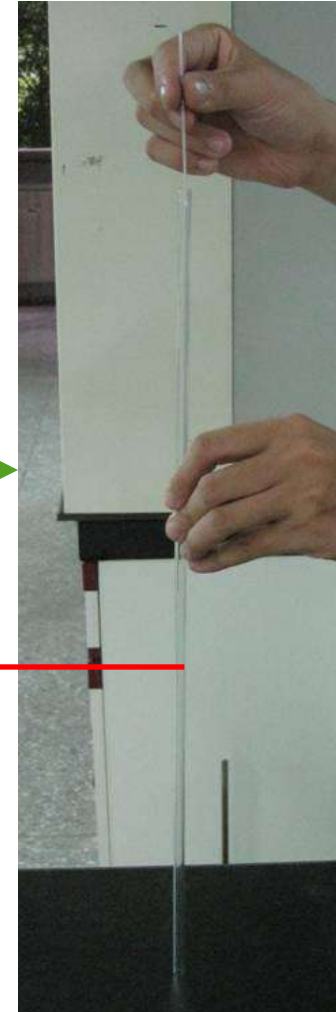
樣品到藥臺取少量 (1~2 mg) 即可，勿多取。
若樣品的顆粒太大可用藥杓壓碎成粉末狀。



填充

長玻璃管不要
清洗、拿垂直

填充前
擦拭毛細管

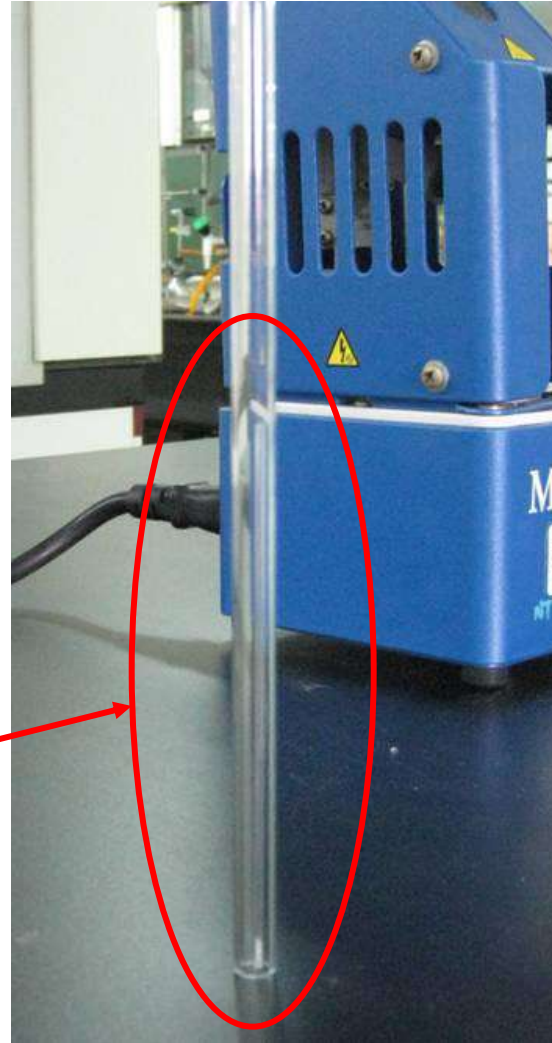


取一枝一端封口的毛細管，將開口端插入藥品中。

實驗流程



重複多次
使樣品密實



實驗流程



依序插在
毛細管架上

樣品高度
2~3 mm即可



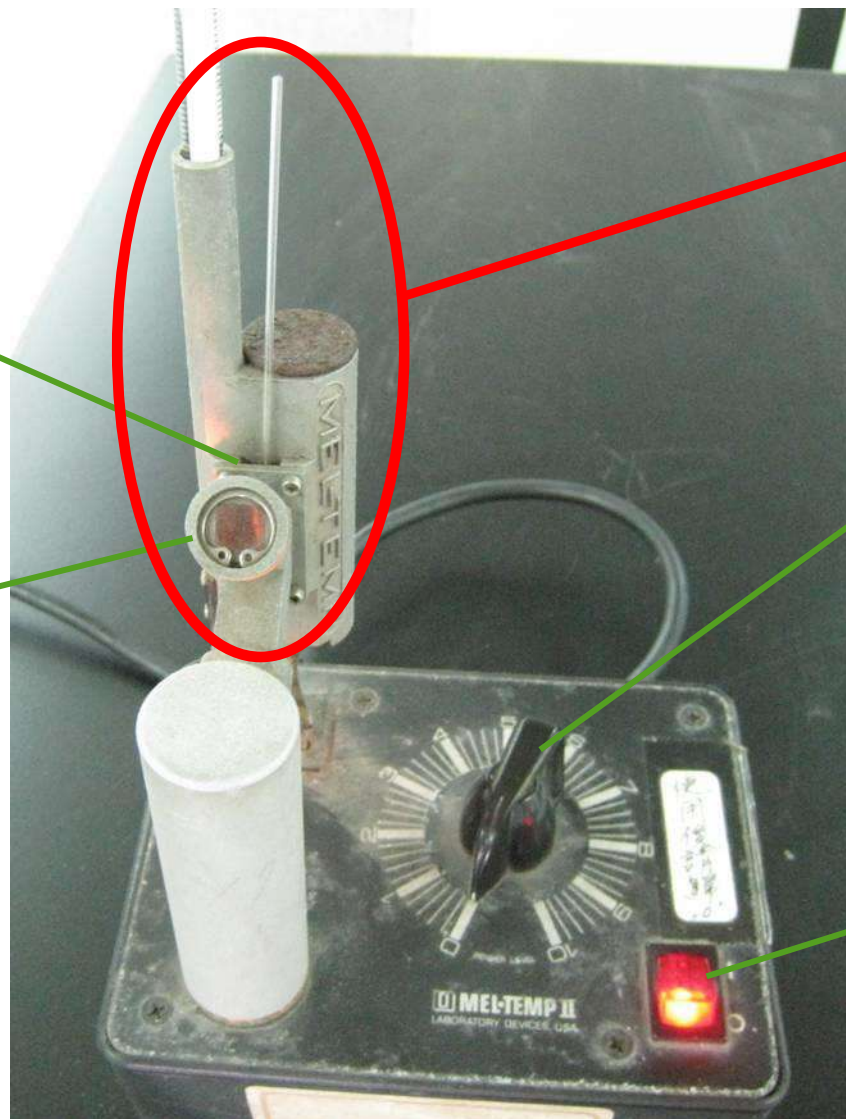
實驗流程

1. 以每分鐘升高 $10 \sim 15^{\circ}\text{C}$ 的速度加熱。
2. 直到在熔點以下 $15 \sim 20^{\circ}\text{C}$ 時改為每分鐘 2°C 。
3. 在低於熔點 $2 \sim 4^{\circ}\text{C}$ 時，再減為每分鐘升高 1°C 甚或更慢。

熔點測定

毛細管放置處
(最多3根)

觀察處



高溫注意！

控制溫度
(開始時調
3~5之間即可)

主開關

注意事項

- ▶ 溫度記錄的範圍：
自一液滴生成開始至完全熔解變成澄清液體的溫度範圍。
- ▶ 毛細管易斷，需小心拿取。若毛細管斷在裝置內可用鑷子夾出或取下溫度計倒出。(請助教協助)
- ▶ 長玻璃管不要洗，不要沾水弄濕。
- ▶ 熔點測定裝置使用完要將加熱迴旋鈕歸零。
- ▶ 剩的藥品丟固體廢棄物，毛細管丟回收桶。
- ▶ **小心不要被熔點測定裝置燙到！**
- ▶ 藥品量取後拿回自己的hood中裝填毛細管，請勿弄髒擺放藥品之桌面！

實驗數據 (課堂)

- ▶ 再結晶產物。
- ▶ 不純的乙醯苯胺的**熔點**。
- ▶ 再結晶後的乙醯苯胺的**熔點**。

數據分析 (回家)

- ▶ 熔點文獻值。

結果討論 (回家)

- ▶ 實驗觀察討論

誤差討論 (回家)

- ▶ **熔點**文獻值。

固體以acetone溶解
倒有機不含鹵!!