

有机化学实验重结晶基本操作规范建议

钱雪伟^{1,2}, 孙兴文^{1,*}, 李厚金³, 刘占祥⁴, 郑媛⁵, 吴琳⁶, 蔡双莲⁷, 熊英⁸,
余广鳌⁹, 刘庆文¹⁰, 韩杰¹¹, 杜欣¹², 袁呈山¹³, 张奇涵¹⁴, 张树永¹⁵, 张剑荣⁶

¹ 复旦大学化学系, 化学国家级实验教学示范中心(复旦大学), 上海 200433

² 复旦大学高分子科学系, 聚合物分子工程国家重点实验室, 上海 200433

³ 中山大学化学学院, 广州 510006

⁴ 浙江大学化学系, 化学国家级实验教学示范中心(浙江大学), 杭州 310058

⁵ 中国科学技术大学化学与材料科学学院, 化学国家级实验教学示范中心(中国科学技术大学), 合肥 230026

⁶ 南京大学化学化工学院, 化学国家级实验教学示范中心(南京大学), 南京 210023

⁷ 湖南大学化学化工学院, 长沙 410082

⁸ 武汉大学化学与分子科学学院, 化学国家级实验教学示范中心(武汉大学), 武汉 430072

⁹ 华中师范大学化学学院, 武汉 430079

¹⁰ 吉林大学化学学院, 长春 130012

¹¹ 南开大学化学学院, 化学国家级实验教学示范中心(南开大学), 天津 300071

¹² 大连理工大学化学学院, 辽宁 大连 116024

¹³ 兰州大学化学化工学院, 兰州 730000

¹⁴ 北京大学化学与分子工程学院, 化学国家级实验教学示范中心(北京大学), 北京 100871

¹⁵ 山东大学化学与化工学院, 济南 250100

摘要: 对有机化学实验中常用的重结晶基本操作进行了全面深入的剖析, 涵盖重结晶原理、溶剂选择、基本操作步骤以及注意事项等方面。通过理论阐述以及实际案例中的情况分析, 详细探讨了各因素对重结晶效果的影响, 旨在为有机化学实验提供一套系统、科学且实用的重结晶操作标准指南, 实现有机化合物的高效、高质量纯化。

关键词: 有机化学实验; 纯化; 重结晶; 操作规范

中图分类号: G64; O6

Basic Operations and Specification Suggestions for Organic Chemical Recrystallization Experiments

Xuewei Qian^{1,2}, Xingwen Sun^{1,*}, Houjin Li³, Zhanxiang Liu⁴, Yuan Zheng⁵, Lin Wu⁶,
Shuanglian Cai⁷, Ying Xiong⁸, Guangao Yu⁹, Qingwen Liu¹⁰, Jie Han¹¹, Xin Du¹²,
Chengshan Yuan¹³, Qihan Zhang¹⁴, Shuyong Zhang¹⁵, Jianrong Zhang⁶

¹ National Demonstration Center for Experimental Chemistry (Fudan University), Department of Chemistry, Fudan University, Shanghai 200433, China.

² State Key Laboratory of Molecular Engineering of Polymers, Fudan University, Shanghai 200433, China.

³ School of Chemistry, Sun Yat-Sen University, Guangzhou 510006, China.

收稿: 2025-03-27; 录用: 2025-04-01; 网络发表: 2025-04-14

*通讯作者, Email: sunxingwen@fudan.edu.cn

基金资助: 中山大学本科教学质量工程项目; “教育部化学实验教学改革创新虚拟教研室”项目

- ⁴ National Demonstration Center for Experimental Chemistry (Zhejiang University), Department of Chemistry, Zhejiang University, Hangzhou 310058, China.
- ⁵ National Demonstration Center for Experimental Chemistry Education (University of Science and Technology of China), School of Chemistry and Materials Science, University of Science and Technology of China, Hefei 230026, China.
- ⁶ National Demonstration Center for Experimental Chemistry Education (Nanjing University), School of Chemistry and Chemical Engineering, Nanjing University, Nanjing 210023, China.
- ⁷ College of Chemistry and Chemical Engineering, Hunan University, Changsha 410082, China.
- ⁸ National Demonstration Center for Experimental Chemistry Education (Wuhan University), College of Chemistry and Molecular Sciences, Wuhan University, Wuhan 430072, China.
- ⁹ College of Chemistry, Central China Normal University, Wuhan 430079, China.
- ¹⁰ National Demonstration Center for Experimental Chemistry Education (Jilin University), College of Chemistry, Jilin University, Changchun 130012, China.
- ¹¹ National Demonstration Center for Experimental Chemistry Education (Nankai University), College of Chemistry, Nankai University, Tianjin 300071, China.
- ¹² School of Chemistry, Dalian University of Technology, Dalian 116024, Liaoning Province, China.
- ¹³ College of Chemistry and Chemical Engineering, Lanzhou University, Lanzhou 730000, China.
- ¹⁴ National Demonstration Center for Experimental Chemistry Education (Peking University), College of Chemistry and Molecular Engineering, Peking University, Beijing 100871, China.
- ¹⁵ School of Chemistry and Chemical Engineering, Shandong University, Jinan 250100, China.

Abstract: This article conducts a comprehensive and in-depth introduction of the basic recrystallization operations commonly used in organic chemistry experiments, covering the principles of recrystallization, solvent selection, basic operation steps, and precautions. Through theoretical explanations and analysis of actual cases, the influence of various factors on the recrystallization effect is discussed in detail, aiming to provide a set of systematic, scientific and practical recrystallization operation standard guidelines for organic chemistry experiments, so as to achieve efficient and high-quality purification of organic compounds.

Key Words: Organic chemistry experiment; Purification; Recrystallization; Operational standard

重结晶作为一种经典且应用广泛的分离纯化技术，在化学、制药、材料科学等众多领域中占据着举足轻重的地位^[1,2]。基于不同物质在特定溶剂中的溶解度差异随温度的变化规律，通过巧妙设计的溶解、析出过程，其中包含脱色、升降温、过滤、洗涤、干燥等操作，最终实现目标物质与杂质的有效分离，获得高纯度的产品。

有机反应往往比较复杂，会产生各种副产物。反应完成后的粗产物中常常混有未反应的原料、催化剂以及副产物等杂质，必须加以纯化。重结晶是提纯固体有机化合物最常用的方法之一^[3]。重结晶是一个复杂的多因素相互作用的过程，待纯化物质和溶剂的性质、具体实验参数、操作条件的细微变化以及杂质的存在形式等均可能对最终结果产生显著影响。学习重结晶标准操作流程，熟练掌握关键步骤操作，对于提高实验效率、保证纯化质量具有重要意义^[4-7]。考虑到微量样品重结晶的特殊性，本文只关注常量化合物的重结晶。需要注意的是，利用重结晶对产品进行纯化时，杂质含量一般应小于5%。

1 重结晶原理

重结晶的核心原理在于利用固体混合物中各组分在特定溶剂中的溶解度不同且随温度显著变化的特性。在较高温度下，目标物质能够在溶剂中充分溶解，形成饱和的溶液，而杂质则与目标物质溶解状态不同，可能溶解度极小，以不溶物形式存在，可通过热过滤步骤去除；或者溶解度极大，冷却结晶过程中仍留存于母液中。随着溶液温度的降低，目标物质的溶解度降低，达到过饱和状态，

进而析出晶体，实现与杂质的分离。这种基于溶解度差异的分离机制使得重结晶成为一种高效广谱的纯化手段。值得一提的是，杂质与目标物质溶解度差异大是最理想状态，实际因杂质含量低，即使是与待提纯物质溶解度相近也可以用过重结晶分离纯化，只是重结晶的回收率稍低。

2 溶剂选择

2.1 选择原则

用于重结晶的溶剂首先应为化学惰性，确保不与被提纯物质发生化学反应。例如，脂肪族卤代烃类化合物因可能发生取代反应，不宜用作碱性化合物重结晶的溶剂，醇类化合物因可能发生酯化反应或酯交换反应，不宜用于氨基酸盐酸盐及酯类化合物的重结晶。

理想的溶剂应在较高温度时对目标物质具有极好的溶解能力，确保加热条件下能尽可能多地溶解目标物质；而在降低温度时，其对目标物质的溶解度显著降低，从而为冷却结晶创造有利条件，减少目标物质在纯化过程中的损失。

溶剂的沸点是一个关键参数。沸点过低会导致溶液制备和冷却结晶这两个关键操作步骤之间的温差过小，使得目标物质在冷却过程中的溶解度变化不明显，影响晶体的析出。此外，低沸点溶剂在操作过程中容易挥发，不仅造成溶剂浪费，还可能带来安全隐患。而如果所选溶剂沸点过高，则在结晶完成后不易从析出晶体中完全除去，尤其不应超过被结晶物的熔点。若沸点超过样品熔点，则容易导致样品过饱和析出的晶体融化。

优质的溶剂应有助于生成形态良好、纯度高且易于分离的晶体。良好的结晶形态不仅便于后续的过滤、洗涤等操作，还在一定程度上反映了晶体内部结构的规整性和纯度。某些溶剂可能导致晶体生长过快，形成不规则的晶体，这种晶体往往容易包裹杂质，而合适的溶剂能够促进晶体缓慢而有序地生长，形成均匀且纯净的晶体。

2.2 常用溶剂及选择方法

在重结晶实验中，溶剂种类繁多，如表1所示。常用的溶剂按沸点排序有乙醚、二氯甲烷、石油醚、丙酮、氯仿、甲醇、四氢呋喃、乙酸乙酯、乙醇、环己烷、异丙醇、水、甲苯等。此外，*N,N*-二甲基甲酰胺、二甲亚砜等较高沸点溶剂因其极好的溶解性也会被选用。

表1 常用的重结晶溶剂

溶剂	沸点/°C	密度/(g·mL ⁻¹)	与水混溶性
水	100	1.000	
乙醚	34.51	0.714	+
二氯甲烷	40	1.325	-
石油醚	30-60	0.64-0.65	-
丙酮	56.2	0.791	++++
氯仿	61.7	1.480	-
甲醇	64.7	0.792	++++
四氢呋喃	66	0.887	+++
乙酸乙酯	77	0.902	-
乙醇	78.1	0.789	++++
环己烷	80.7	0.779	-
异丙醇	82.0	0.785	++++
甲苯	111.0	0.867	-
<i>N,N</i> -二甲基甲酰胺	153	0.944	++++
二甲亚砜	189	1.1	++++

溶剂的适用性取决于目标物质的化学结构和性质。如果是已知的化合物，可查询其在不同溶剂中的溶解度。在实际选择溶剂时，首先应根据目标物质的结构特征初步判断可能适用的溶剂类型，根据“相似相溶”原理，极性物质通常易溶于极性溶剂，如羧酸，经常用水重结晶，然而这类物质随分子量的递增，在水中的溶解度逐渐降低。非极性物质则倾向于溶解在非极性溶剂中。非极性的有机化合物在苯、乙醚等非极性溶剂中溶解度很大。可通过简单实验选择合适溶剂。具体方法为称取0.1 g样品放入试管，加入1 mL溶剂，不加热即完全溶解，则溶解性太好，该溶剂不适合。加入4 mL溶剂并加热沸腾，仍不能完全溶解，则溶解性太差，亦不适合。加入1–4 mL溶剂，加热溶解完全，则为合适溶剂。

对于一些复杂情况，单一溶剂可能无法满足重结晶要求，此时需考虑使用混合溶剂。混合溶剂一般由两种可以以任意比例互溶的溶剂组成，其中一种溶剂为目标物质的良溶剂，另一种为不良溶剂。例如乙酸乙酯和石油醚、丙酮和乙醚、乙醇和水等组合。根据待纯化物质性质确定混合溶剂并通过预实验确定其配比。利用混合溶剂进行重结晶时可分为两种方案：(1) 选择两种不同溶剂后，配制成一定比例的混合物，然后重结晶操作同单一溶剂；(2) 先将待提纯样品用良溶剂加热完全溶解，再在适当温度下逐步加入不良溶剂至样品开始析出，重新加热溶解后，静置冷却结晶。

3 重结晶操作步骤

3.1 溶解

溶解操作按以下步骤进行：(1) 确定溶剂，通过小量预实验进行溶剂及待纯化物质配比的确定，溶质与溶剂间比例通常为1 : 5–10；(2) 确定大致配比后，向待纯化的物质加入适量选定的溶剂；(3) 加热，根据溶剂的性质及所需温度选择适当加热方式。对于易燃、易爆溶剂，严禁使用明火直接加热，而应采用水浴、油浴或电加热套等间接加热方式。

一般而言，溶解度曲线在靠近溶剂沸点处会急剧上升，所以溶解待纯化物质时，应当把溶剂加热至沸点。用有机溶剂进行重结晶时，为防止溶剂挥发过快及蒸气的逸出，应采用回流装置(图1)。在反应瓶上安装回流冷凝管，并接通冷却水。根据溶剂的沸点，选择适当的加热方法。加热溶解过程应控制温度缓慢上升，防止温度升高过快无法确定合适的溶解温度。在溶解过程中，需密切关注溶液状态，若初始加入的溶剂量不足以使样品完全溶解，不能在加热过程中补加溶剂，以免溶液暴沸，溶液溅出，造成物料损失，还可能影响实验安全。可脱离加热并从冷凝管顶端小心补加溶剂，补加溶剂后重新加热直至固体物质完全溶解。

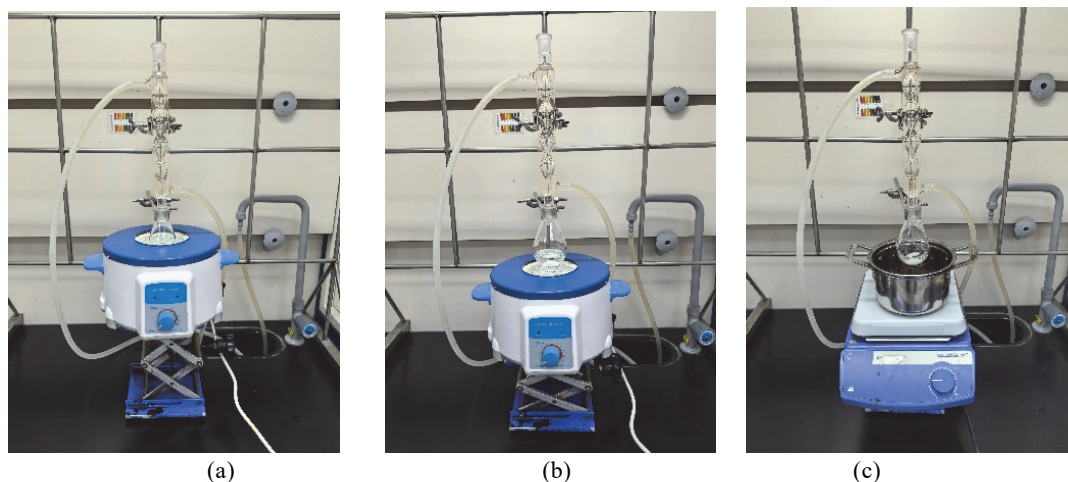


图1 加热回流装置

(a) 加热套加热；(b) 脱离加热；(c) 油浴加热

溶剂的用量是重结晶能得到较高回收率和较好产品质量的关键。具体操作时，溶剂通常需过量20%，若溶解度曲线较陡峭，比例还需放大。因为在实际操作中，常需进行趁热过滤等步骤，则一旦离开加热热源，饱和的样品溶液即开始冷却并开始析出结晶，进而堵塞热过滤器材，导致热过滤操作无法进行。故需增加一部分额外溶剂，避免溶液在后继操作中提前结晶析出。若无热过滤步骤，则不需增加过量溶剂。为了保证实验的准确性和可重复性，样品和溶剂的用量应精确计量。

3.2 脱色

有机化合物中的有色杂质通常是一些含有共轭大 π 体系的分子，若对纯化产物的颜色性状有一定需求，可以通过具有较大比表面积的活性物质来吸附除去。常见脱色剂为活性炭粉末或硅藻土等。脱色剂的用量一般约为待纯化物质质量的1%–5%。在加入脱色剂之前，务必先将溶剂稍微冷却，不要在沸腾状态下加入脱色剂，以免导致暴沸。加入脱色剂后，可将溶液加热回流5–10 min，确保有色杂质被充分吸附。需要注意的是，在苯、石油醚等非极性溶剂中，活性炭的脱色效果不佳，此时可尝试采用氧化铝等其他脱色剂。

3.3 热过滤

热过滤是去除不溶性杂质及脱色剂的关键步骤，分为常压过滤和减压过滤两种方式。

常压热过滤作为一种常见的过滤手段，巧妙借助了折叠滤纸与预热过的短颈玻璃漏斗来达到过滤目的。为了加快过滤速率，通常使用折叠成“菊花状”的滤纸，以增大过滤的有效面积。折叠菊花型滤纸的折法见图2(a)，先把圆型滤纸对折成(A)；展开并把两端1和2对齐，向同一方向对齐，向同一方向对折成(B)；再把(B)折成(C)，滤纸均分成8等分；将其中凸出的一边1、4向里折，将每一等分又平分为二如(D)；其它三边5、4、2、4、3、4同样向里折，滤纸平分成为均匀的16等分(E)；再同法把每一等分又一分分为二，得到32等分的折叠滤纸，展开后得(F)。过滤时将滤纸翻转，整理好放入漏斗中，这样可以避免被手指弄脏的一面接触滤液。滤纸的上沿应略低于漏斗口。进行热过滤操作时，需将滤纸和漏斗进行预热。直接预热漏斗是水溶剂常采用的预热方案，注意滤纸不能紧贴漏斗(图2(b))。常压热过滤推荐使用保温热水漏斗套进行保温过滤，如图2(c)所示。用热水漏斗过滤时，将漏斗用铁夹固定在铁架上，热水漏斗中水的温度视所用的溶剂而定，一般略低于所用溶剂的沸点。温度过高，易导致溶剂沸腾而大量挥发，使晶体析出堵住漏斗颈而过滤困难，同时在滤纸上析出也影响收率。每次倒入热溶液后应迅速凹面向下盖上表面皿，以减少溶剂挥发。如果热溶液一次不能倒完，剩余的溶液应继续加热保温。用水作溶剂时，可边加热边过滤。过滤有机溶剂时，由于有机蒸汽会在漏斗附近弥散，过滤时必须关闭热水漏斗附近的明火。为减少溶剂挥发，漏斗下方支管应伸入接收瓶中。过滤完毕后用少量热溶剂洗一下滤纸。接收瓶下可以加水浴加热，防止滤液温度降低过快析出晶体。

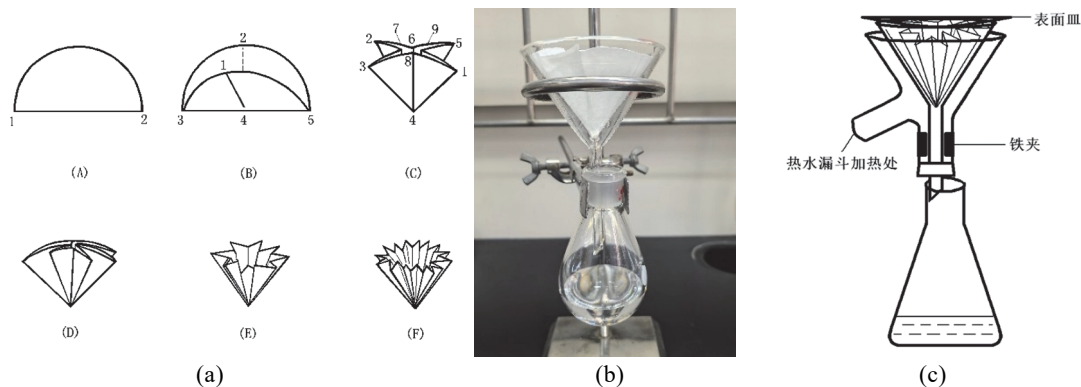


图2 滤纸叠法及热过滤装置

(a) 菊花型滤纸折叠方法；(b) 直接预热过滤装置；(c) 保温套热过滤装置示意图

对于沸点较高的溶剂，可以通过减压热过滤的方式。为了保证样品溶液通过滤纸时温度不降到饱和溶解度以下，布氏漏斗必须提前预热，滤纸必须用热溶剂提前润湿，热过滤操作必须迅速，防止溶液中样品结晶堵塞滤纸。在减压热过滤时，由于吸滤瓶中为负压，热滤液可能出现沸腾现象(若预热吸滤瓶，则沸腾现象更为严重)，此时可适当降低真空系统的真空度，避免溶液剧烈沸腾导致冲料现象。吸滤瓶中由于温度降低，出现晶体析出，可待热过滤完成后，重新加热滤液至晶体溶解。

3.4 结晶

3.4.1 自然冷却结晶

将热过滤后的滤液在室温下静置，使其缓慢自然冷却(图3(a))。这种缓慢的冷却过程有助于晶体有序生长，在晶体生长过程中，溶质分子有足够的时间在晶核表面有序排列，从而减少晶体内部的缺陷和杂质包裹，形成均匀规则的晶体。自然冷却结晶适用于大多数情况，尤其对于那些对结晶速度不太敏感、容易形成良好晶型的物质效果显著。自然冷却结晶产物纯度通常高于快速冷却结晶。

3.4.2 诱导结晶

最常用的诱导结晶方法是摩擦容器壁(图3(b))。当晶体析出困难时，可用玻璃棒轻轻摩擦液面下的容器壁。这种机械刺激能够在局部产生微小的晶体核，为溶质分子提供结晶的核心位点，从而诱导晶体的形成。摩擦力度应适中，避免过度扰动溶液导致杂质混入或晶体破碎。

加入晶种也是一种常用的诱导结晶方法(图3(c))。晶种为目标物质的纯净微小晶体颗粒，其作用是给溶质分子提供一个有序排列的模板，促使晶体在晶种表面生长。通常在溶液冷却至接近饱和温度但尚未析出晶体时加入适量晶种，帮助得到粒度均匀的目标产物。晶种的加入时机和用量需要根据具体情况进行调整。加入过早，晶种可能在溶液中溶解或变成过于细小的晶体。

快速冷却也是诱导结晶的一种方式。利用冰浴等方式将热过滤滤液快速降温，物质的溶解度将急剧降低，从而促进晶体析出(图3(d))。但需要注意的是，快速降温会导致晶体析出过快，形成大量细小晶体甚至无定形沉淀，影响产品质量。因此，在降低温度时可采用梯度降温的方式，使溶液在不同温度区间停留一定时间，以利于晶体的有序生长。

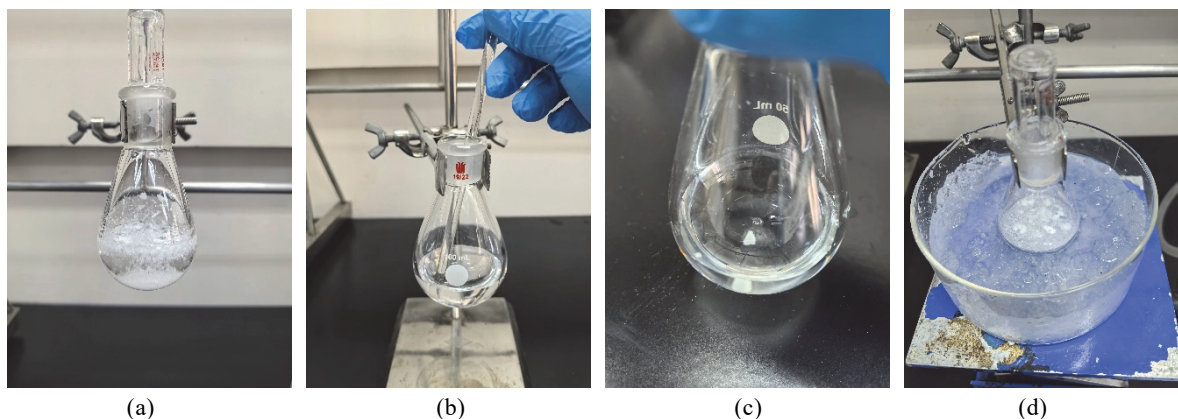


图3 不同结晶方式

(a) 自然冷却结晶; (b) 摩擦容器壁诱导结晶; (c) 加入晶种诱导结晶; (d) 快速冷却结晶

3.4.3 油状物处理

油状物中通常包含较多的杂质，还包含一部分母液，难以结晶。把油状物长期静置或足够冷却后也可固化，但这样生成的固体含有较多的杂质，颜色较深，纯度也不高。出现油状物后，可将溶液重新加热溶解，搅拌后冷却结晶，使溶质均匀分散后迅速固化。一旦溶质固化，杂质来不及包于其中，大部分留在母液中，可以得到较纯产物。

油状物的析出可能是待纯化物质本身的性质或其中含有的大量杂质的性质导致的，若无法通过

上述操作析出晶体，应采用其他方式纯化目标物质。

3.4.4 手性底物结晶

手性底物的对映体过量(*ee*)提升及手性拆分常用到重结晶的操作。低温重结晶的方式常被用来提升手性底物的对映体过量。外消旋体混合物的拆分则需要加入手性拆分剂。对于某些含有酸性或碱性官能团的手性化合物，可选择与之反应形成非对映异构体盐的手性碱或酸作为拆分剂。常见的手性拆分剂有(+)-酒石酸、(-)-苹果酸、(*R*)-苯乙胺及常见天然手性氨基酸等。手性底物的拆分常按以下步骤进行：(1) 通过查阅文献和预实验，确定拆分剂与手性底物的反应条件和可能的拆分效果；(2) 通过混合加热等方式将待拆分底物与手性拆分剂形成非对映异构体盐或复合物；(3) 控制条件进行结晶操作，使目标手性异构体结晶析出；(4) 结晶析出的晶体通常为非对映体盐或其他类型复合物，通过调节pH等操作将待拆分手性底物游离出来；(5) 通过低温重结晶等方式进一步提升*ee*值。

3.4.5 结晶条件的影响与控制

温度是影响结晶过程的关键因素，它直接关系到溶质在溶剂中的溶解度以及晶体的生长速率。通常情况下，较高温度下溶质分子具有较高的动能，能够更自由地在溶剂中运动，溶解度相应增大；随着温度降低，溶质分子的动能减小，溶解度降低，溶液逐渐达到过饱和状态，为晶体析出提供了驱动力。同时，温度还影响着晶体生长的速率和晶型。一般来说，较高的温度有利于晶体快速生长，但可能导致晶体结构不够规整，容易混入杂质；而在较低的温度下晶体生长缓慢，有利于形成规则的晶型并获得较高的纯度。在实际操作中，需要根据产品纯度要求、性状要求及纯化操作的时效性等因素，选择合适的结晶温度。

搅拌也是重结晶过程中的关键因素。一方面，搅拌能够促进溶质分子在溶剂中的均匀扩散，加速溶解过程，使溶液更加均匀，不会使得局部浓度过大而过快析出晶体。另一方面，搅拌可能会破坏正在生长的晶体，导致晶体破碎或形成细小晶体，使杂质更容易吸附在晶体表面，降低产品纯度。此外，搅拌速度和方式还会影响溶液环境，进而影响溶质分子在晶核表面的沉积速率和排列方式，最终影响晶体的形态和结构。

过饱和度是结晶过程的核心驱动力，它决定了晶核形成和晶体生长的速率。过饱和度可以通过改变溶液温度以及蒸发溶剂等方式来调节。适当的过饱和度能够促进晶体生长，提高结晶效率和产品收率，但过高的过饱和度可能导致晶核大量快速形成，晶体无法有序生长，从而形成大量细小晶体甚至无定形沉淀，影响产品质量。精确调控过饱和度区间对于获得理想的晶型和纯度至关重要。

3.5 抽滤

减压抽滤时，核心器具是布氏漏斗与真空泵(图4(a))。泵通常选用水泵或者小型隔膜泵，抽力大小要合适，带有抽气压力控制器为最佳。挑选滤纸时，尺寸须精准匹配布氏漏斗底部，贴合度越高越好，如图4(b)所示。初步准备时，先用溶剂浸润滤纸，让其紧密贴合漏斗底部。过滤有机物的滤纸必须平整不能折叠，否则容易发生渗漏穿滤，有机溶剂通常极性较小，溶剂湿润后的滤纸也不易与布氏漏斗紧密贴合。倘若抽滤样品要求在无水条件下完成过滤，须选用无水溶剂贴合滤纸，利用乙醇、丙酮这类能溶解水的溶剂仔细冲洗滤纸以去除水分残留。

不同于无机化合物的溶度积极小，有机化合物在有机溶剂中的溶解度相对较高，不能直接套用无机化学实验中先倾泻法转移溶液，再转移沉淀，再使用新鲜溶剂进行多次洗涤的手段，否则将造成较大的溶解损失。实验操作时，往往是将溶剂和析出的晶体摇匀后，在玻棒引流下，一次性全部转移到布氏漏斗中，若烧瓶中仍有少量晶体残留，再用少许溶剂荡洗、转移。

抽滤时布氏漏斗斜口应对着抽滤瓶支管方向(图4(c))。抽滤未结束时，漏斗内须留存溶液(图4(d))，维持稳定的过滤状态。抽滤过程中合理控制抽气速度，速度过快，会导致晶体出现裂缝，部分晶体被压碎，影响晶体品质。而速度过慢则会延长抽滤时间，增加晶体在空气中暴露的时间，可能引入水分等杂质。没有控制抽气压力的装置时可以通过手指轻轻捏住抽气管，调节吸滤瓶内适度的真空度，避免抽气压力过大导致晶体被压实或母液飞溅。当大部分母液被抽干后，可轻轻按压晶

体, 进一步除去晶体间残留的母液, 但按压力度要适中, 以免损坏晶体结构。初步抽滤完成后要用抽滤瓶中的滤液(母液)洗涤漏斗中的固体, 尽可能收集齐所有产物。

结束抽滤要先拔掉抽气胶管, 再关泵。

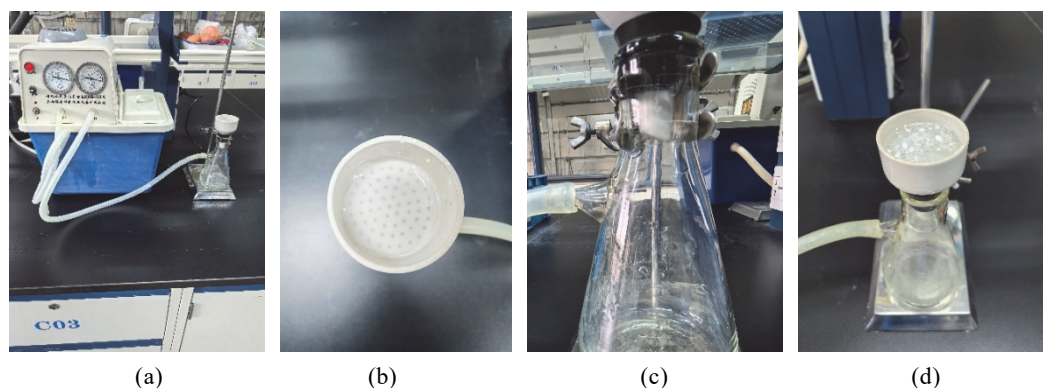


图4 使用布氏漏斗抽滤

(a) 抽滤装置; (b) 润湿滤纸贴合布氏漏斗; (c) 布氏漏斗斜口朝向; (d) 液面控制

3.6 洗涤

晶体表面残留部分母液会包含杂质, 洗涤可进一步提高产品纯度。通常用重结晶溶剂来洗涤, 若使用混合溶剂重结晶, 则洗涤溶剂的配比须与重结晶溶剂配比基本相同。也可选用对目标物质溶解度较小的溶剂。洗涤晶体按以下步骤进行: (1) 洗涤前先对洗涤溶剂预冷却处理, 以减少在洗涤过程中的损失; (2) 暂停抽气, 小心挑松晶体, 使溶剂能够充分接触晶体; (3) 加入少量洗涤溶剂润湿晶体(图5(a)); (4) 待晶体均匀浸透后再开启真空泵抽干(图5(b))。基于少量多次原则, 此过程可重复几次, 确保晶体表面残留的母液被充分洗净。在使用高沸点溶剂做重结晶溶剂时, 因其较高沸点难以在干燥过程中完全除去, 也可通过使用低沸点溶剂洗涤晶体的方式将其中残留的高沸点溶剂洗脱。

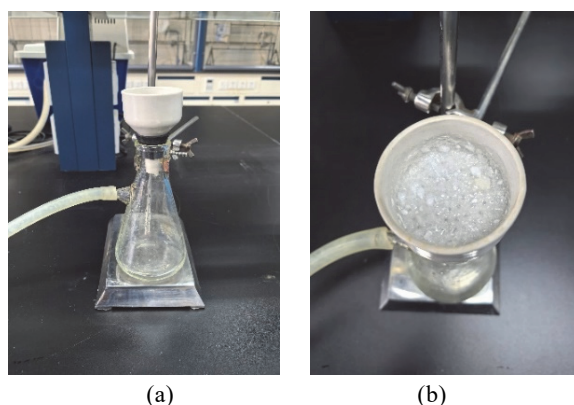


图5 洗涤晶体

(a) 少量冷溶剂洗涤晶体; (b) 抽干洗涤溶剂

3.7 干燥

根据晶体性质选择合适的干燥方法。通常先将析出晶体小心转移至干净的表面皿上, 为了促进溶剂挥发, 应将样品尽可能摊薄。不易潮解的晶体可以选择自然晾干的方式干燥(图6(a))。对热稳定的晶体可在红外干燥箱中加热烘干(图6(b))。干燥箱温度应根据晶体的性质设定, 一般略高于洗涤溶

剂的沸点，但要避免温度过高导致晶体融化、分解或变质。对于热敏感或易潮解的晶体，则应选择真空干燥器中进行室温或低温干燥(图6(c))，通过抽真空操作，加速溶剂挥发，同时避免温度、湿度的影响。注意在对含结晶水的化合物进行重结晶时，若干燥不及时或方法不当，晶体中结晶水比例会发生变化。

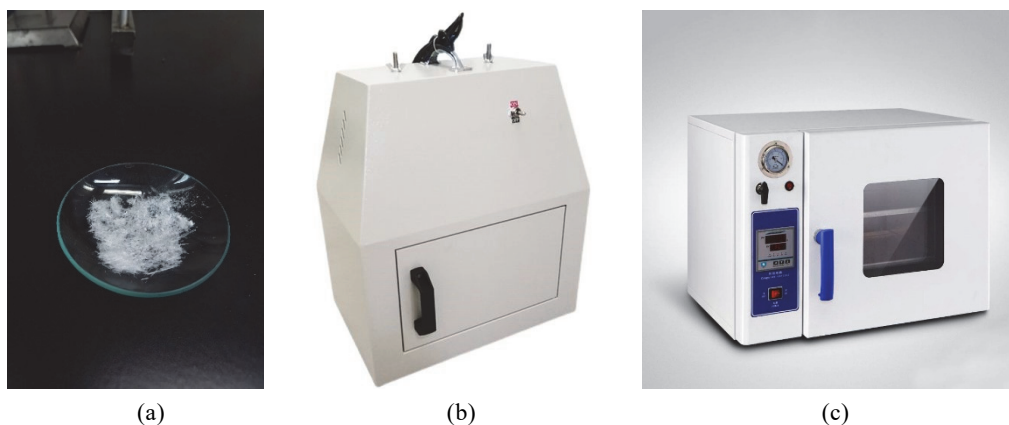


图6 样品干燥

(a) 自然晾干; (b) 红外干燥箱; (c) 真空干燥器

手性样品的干燥过程应格外注意，须避免因干燥过程的温度变化使得样品再度消旋化。

晶体的干燥程度可通过产品的性状判断。在晶体表面存在液体时，由于液体的表面张力，会将晶体粘结在一起，外观表现为结团结块。当溶剂完全挥发后，表面张力消失，晶体外观表现为松散状态。另外，还可根据质量变化判断，当溶剂挥发时，样品总质量会不断减少。当样品质量恒定时，说明样品已完全干燥。

4 注意事项

- (1) 实验过程中须严格遵守实验室安全操作规程，特别是在使用易燃、易爆溶剂时，要注意防火、防爆。加热过程中要有人看守，避免发生意外事故。
- (2) 准确称量和计量固体和溶剂的用量，保证实验结果的准确性和可重复性。
- (3) 在溶解和热过滤过程中，须严格控制溶液温度，防止溶质过早结晶析出。
- (4) 注意防止溶剂挥发过多，影响溶液浓度。
- (5) 热过滤时，漏斗须预热，过滤速度要快。若发现滤纸堵塞，应及时处理。
- (6) 结晶过程中，须注意控制冷却速度和避免溶液扰动，以获得良好的晶体形态和较高的纯度。
- (7) 抽滤时，须注意控制抽气压力，避免晶体被挤压碎裂。
- (8) 洗涤晶体时，溶剂用量要适当，避免晶体溶解损失。
- (9) 干燥过程中，须根据晶体性质选择合适的干燥方法，防止晶体在干燥过程中发生变化。

5 结语

重结晶是有机化学实验中重要的纯化手段，广泛应用于固体有机物的纯化工作。学习掌握有机化学实验中的重结晶基本操作，有助于在实验过程中实现高效纯化的目的。本文通过对重结晶理论知识及具体操作的介绍，以期深化读者对重结晶基本操作的理解掌握，在实验过程中灵活应用相关操作，高效、高质量地实现固体有机化合物的分离纯化。

参 考 文 献

- [1] 胡春. 有机化学实验 第1版. 北京: 中国医药科技出版社, 2007.
- [2] 叶文静, 潘洁, 姜军, 刘晓平, 王凯. 大学化学, **2020**, *35* (7), 109.
- [3] 罗一鸣, 唐瑞仁. 高等院校规划教材-有机化学实验. 长沙: 中南大学出版社, 2012.
- [4] 古凤才. 基础化学实验教程. 第3版. 北京: 科学出版社, 2009.
- [5] 蒋历辉, 陈国辉, 王微宏, 邹应萍. 教育现代化, **2019**, *6* (33), 230.
- [6] 熊英, 王晓玲, 侯安新. 大学化学, **2012**, *27* (3), 48.
- [7] 马亚鲁, 马媛媛, 贾佩楠, 李小层, 刘娜, 张慧婷. 大学化学, **2012**, *27* (3), 90.