

Lab 2 การตกผลึก

วิธีการทดลอง

ตอนที่ 1 การเลือกตัวทำละลายในการตกผลึก

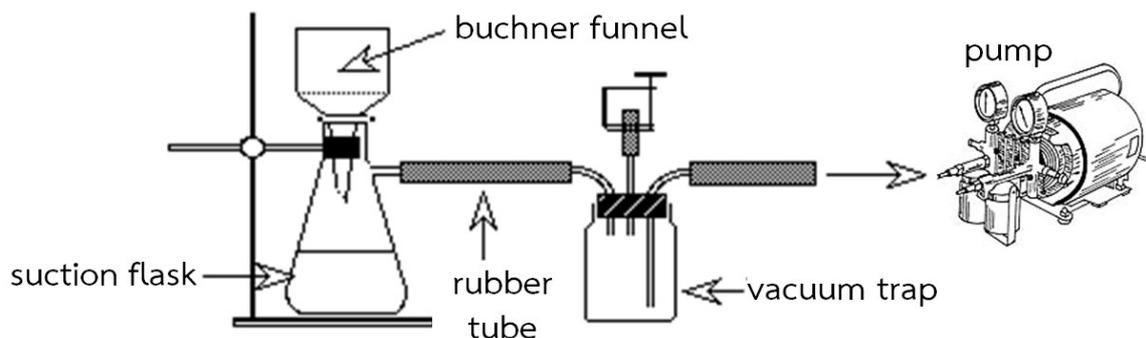
1. นำแอสไพริน (ขนาดเท่าเมล็ดถั่วเขียว) ใส่ลงในหลอดทดลองที่แห้ง จำนวน 3 หลอด
2. เติมตัวทำละลาย หลอดละ 1 มิลลิลิตร คือ หลอดทดลองที่ 1 ใส่น้ำกลั่น หลอดที่ 2 ใส่เอทานอล และหลอดที่ 3 ใส่เอทิลอะซิเตท เขย่า สังเกตว่าแอสไพรินละลายในตัวทำละลายชนิดใด และไม่ละลายในตัวทำละลายชนิดใด บันทึกผล
3. นำหลอดทั้ง 3 หลอดไปทำให้ร้อนในเครื่องอังน้ำ (หลอดที่ 1 ซึ่งมีน้ำเป็นตัวทำละลาย อาจจะใช้ไฟโดยตรงได้) สังเกตว่าแอสไพรินละลายหรือไม่ละลายในตัวทำละลายชนิดใดที่ร้อน บันทึกผล
4. ทำซ้ำข้อ 1-3 แต่เปลี่ยนสารจากแอสไพริน เป็น แนพทาลีน ซูโครส และอะเซทานิลิด

ตอนที่ 2 การตกผลึกสารที่ไม่บริสุทธิ์

1. ชั่งอะเซทานิลิดไม่บริสุทธิ์ 2 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นลงไป 25 มิลลิลิตร นำไปต้มพอเดือด
2. เทน้ำร้อนใส่กระบอกตวง 25 มิลลิลิตร แล้วค่อยๆ เติมน้ำร้อนทีละน้อย (ใส่ลงในสารผสมจากข้อ 1) จนของแข็งสีขาว คืออะเซทานิลิดละลายหมดพอดี ในขณะที่เติมน้ำร้อนจะต้องทำให้อุณหภูมิของสารผสมในบีกเกอร์ไม่ต่ำกว่า 90 องศาเซลเซียส ถ้าอุณหภูมิต่ำกว่า 90 องศาเซลเซียส ต้องไปอุ่นให้มีอุณหภูมิอยู่ระหว่าง 90-100 องศาเซลเซียส
3. บันทึกปริมาตรของน้ำร้อนที่เติมลงไปแล้วทำให้อะเซทานิลิดละลายหมดพอดี (รวมปริมาตรน้ำทั้งหมดที่ใช้ในการละลายอะเซทานิลิด) บันทึกผล
4. กรองสารผสมในขณะที่ร้อน โดยใช้กรวยกรองก้านสั้นที่สุด และจะต้องต้มกรวยกรองให้ร้อนก่อนนำมากรอง ล้างกระดาษกรองด้วยน้ำร้อนปริมาณเล็กน้อย

5. สารละลายที่กรองได้ ตั้งทิ้งไว้ให้ค่อยๆ เย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้อง รอจนกระทั่งผลึกตกลงมา แต่ถ้าต้องการให้ผลึกอะเซทานิไลด์ตกออกมามากและเร็ว ให้นำสารละลายที่กรองได้แช่ในน้ำแข็งประมาณ 10 นาที

6. กรองผลึกอะเซทานิไลด์ที่ได้ด้วยวิธีการกรองแบบลดความดัน (จัดชุดอุปกรณ์ดังภาพที่ 3) (ก่อนที่จะกรองต้องวางกระดาษกรองไว้ในกรวยบุชเนอร์ ใช้น้ำกลั่นฉีดให้กระดาษกรองเปียกเล็กน้อย) ค่อยๆ กรองผลึกอะเซทานิไลด์ จนผลึกทั้งหมดอยู่บนกระดาษกรอง



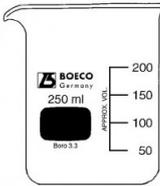
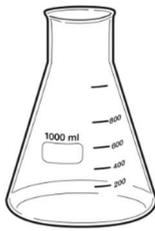
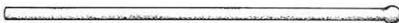
ภาพที่ 3 การจัดชุดอุปกรณ์การกรองแบบลดความดัน

ที่มา: (โปรแกรมวิชาเคมี มหาวิทยาลัยราชภัฏนครปฐม, ม.ป.ป., หน้า 26)

7. เมื่อผลึกอะเซทานิไลด์เกือบแห้ง ให้ปิดเครื่องดูดอากาศ
8. ชั่งผลึกอะเซทานิไลด์ที่แห้ง คำนวณหาสภาพละลายได้ของผลึกอะเซทานิไลด์ที่ 90 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นจำนวนกรัมของอะเซทานิไลด์ที่ละลายได้มากที่สุดในน้ำ 100 มิลลิลิตร หรือมีหน่วยเป็น กรัม/100 มิลลิลิตร บรรจุผลึกอะเซทานิไลด์ที่แห้งใส่ถุงส่งอาจารย์ผู้ควบคุมพร้อมกับรายงานผลการทดลอง

ข้อมูลสำหรับนักวิทยาศาสตร์ในการเตรียมปฏิบัติการ

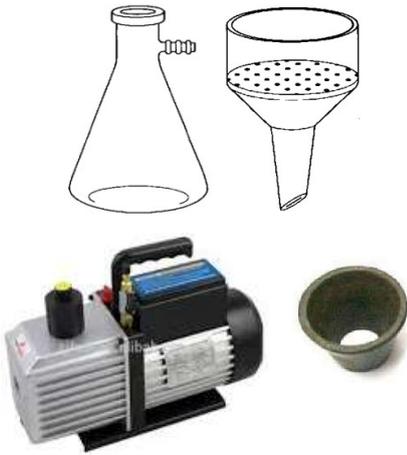
อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้

รายการที่	อุปกรณ์/เครื่องมือ	ภาพอุปกรณ์/เครื่องมือ	จำนวน/กลุ่ม
1	หลอดทดลอง (test tube) ขนาดเล็ก 75×100 มิลลิเมตร		16 หลอด
2	ที่วางหลอดทดลอง (test tube rack)		1 อัน
3	บีกเกอร์ (beaker) ขนาด 250 มิลลิลิตร		2 ใบ
4	กรวยกรอง (glass funnel)		1 อัน
5	ขวดรูปชมพู่ (Erlenmeyer flask) ขนาด 100 มิลลิลิตร		1 ใบ
6	แท่งแก้วคน (stirring rod)		1 อัน

รายการที่	อุปกรณ์/เครื่องแก้ว	ภาพอุปกรณ์/เครื่องแก้ว	จำนวน/กลุ่ม
7	กระดาษกรองเบอร์ 93		1 แผ่น
8	ขาตั้ง (stand) + วงแหวนเหล็ก (O-ring)		1 ชุด

อุปกรณ์เพิ่มเติม

รายการที่	อุปกรณ์/เครื่องมือ	ภาพอุปกรณ์/เครื่องแก้ว	จำนวน/ห้อง
1	แผ่นให้ความร้อน (hot plate)		2-3 เครื่อง
2	อ่างน้ำร้อน (water bath)		1-2 เครื่อง
3	ถุงพลาสติกเล็ก สำหรับใส่สาร		1 ห่อ

รายการที่	อุปกรณ์/เครื่องมือ	ภาพอุปกรณ์/เครื่องแก้ว	จำนวน/ห้อง
4	ชุดกรองแบบลดความดัน ตัน (filtration flask + Buchner funnel + แหวนรองกรวย + pump)		1 ชุด
5	กระดาษกรองเบอร์ 42		กลุ่มละ 1 แผ่น
6	ขวดน้ำกลั่น (wash bottle) สำหรับฉีดล้างตะกอน ในขณะกรองสาร		2-3 ขวด

สารเคมีที่ใช้

รายการที่	ชื่อสารเคมี (รหัส) + ปริมาณที่ใช้/กลุ่ม	วิธีการเตรียม	อุปกรณ์ในห้อง
1	aspirin (A 55) ขนาดเท่าเมล็ดถั่ว เขียว	ตักแบ่งใส่กระปุกเล็ก	บีกเกอร์ + ช้อนตักสารเล็ก
2	naphthalene (N 5) ขนาดเท่าเมล็ดถั่ว เขียว	ตักแบ่งใส่กระปุกเล็ก	บีกเกอร์ + ช้อนตักสารเล็ก

รายการที่	ชื่อสารเคมี (รหัส) + ปริมาณที่ใช้/กลุ่ม	วิธีการเตรียม	อุปกรณ์ในห้อง
3	sucrose (S 74) ขนาดเท่าเมล็ดถั่ว เขียว	ตัดแบ่งใส่กระปุกเล็ก	บีกเกอร์ + ช้อนตักสารเล็ก
4	acetanilide (A 5) ขนาดเท่าเมล็ดถั่ว เขียว	ตัดแบ่งใส่กระปุกเล็ก	บีกเกอร์ + ช้อนตักสารเล็ก
5	น้ำกลั่น 29 มิลลิลิตร	-	บีกเกอร์ + กระบอกตวง 10 มิลลิลิตร + กระบอกตวง 25 มิลลิลิตร + หลอดหยด
6	ethanol (Alc 6) 4 มิลลิลิตร	-	บีกเกอร์ + หลอดหยด + กระบอกตวง 10 มิลลิลิตร
7	ethyl acetate (Re 39) 4 มิลลิลิตร	-	บีกเกอร์ + หลอดหยด + กระบอกตวง 10 มิลลิลิตร
8	benzene (Re 14) 4 มิลลิลิตร	-	บีกเกอร์ + หลอดหยด + กระบอกตวง 10 มิลลิลิตร
9	acetanilide ไม่บริสุทธิ์ 2 กรัม	เติมผงถ่าน (C 21) จำนวน เล็กน้อยลงใน acetanilide (A 5) จะได้ของแข็งสีเทา อ่อน	บีกเกอร์ + ช้อนตักสาร วางที่เครื่องชั่ง
10	น้ำร้อน 50 มิลลิลิตร	นำน้ำกลั่นใส่ในบีกเกอร์ ต้มบนแผ่นให้ความร้อน	บีกเกอร์ + หลอดหยด + กระบอกตวง 25 มิลลิลิตร