

Øvelsesvejledning: Rekrystallisering

Introduktion

Når man fremstiller stoffer ved kemiske reaktioner er der forskellige enhedsoperationer, der kan bruges til at oprense produktet fra reaktionsblandingen. Det er næsten altid nødvendigt at oprense produktet, da det ellers vil være blandet med diverse urenheder, såsom biprodukter fra reaktionen og uomsatte reaktanter.

Rekrystallisering/Omkristallisation

Rekrystallisering er en enhedsoperation, der gør det muligt at fjerne urenheder fra et krystallinsk produkt fra en kemisk reaktion. Ved rekrystallisering udnytter man, at alle stoffer har forskellig opløselighed, og det stof, der er i størst koncentration i en opløsning, vil have tendens til at fælde ud som rene krystaller, mens de stoffer (urenheder) der er i lavere koncentration, vil forblive i opløsning. For at opnå dette er det nødvendigt at identificere et solvent, hvor det ønskede stof kun er opløseligt ved høje temperaturer og ikke ved lave temperaturer.

Fremgangsmåde:

Når et egnet solvent til rekrystallisering er fundet, opløses stoffet i mindst muligt solvent i en konisk kolbe ved opvarmning til kogepunktet (refluks/kogning kan være nødvendigt, da opløsningsprocessen kan tage tid). Hvis den varme opløsning er helt klar, udkrystalliseres stoffet ved køling, evt. under kradsen med glasspatel (kimdannelse). Efter komplet krystallisation (kan tage tid) sugefiltreres på en Büchnertragt af passende størrelse. Filterkagen presses hårdt til med en bøjet spatel. Filtratet (moderluden) kan køles og bruges til at skylle de sidste krystaller over på filteret; derefter skylles med koldt solvent. Filterkagen dækkes med iskoldt rent solvent (*altid* det samme solvent eller solventblanding, som er blevet anvendt forud) med suget afbrudt (evt. opslemmes filterkagen i det rene solvent), og suget sluttes til igen.

DTU Kemi, juli 2014