การตกผลึก

วัตถุประสงค์

1) เพื่อศึกษาเทคนิคการทำบริสุทธิ์สารอินทรีย์โดยวิธีการตกผลึก

2) นักศึกษาสามารถเลือกตัวทำละลายที่เหมาะสมในการตกผลึกได้

1.1 การตกผลึก

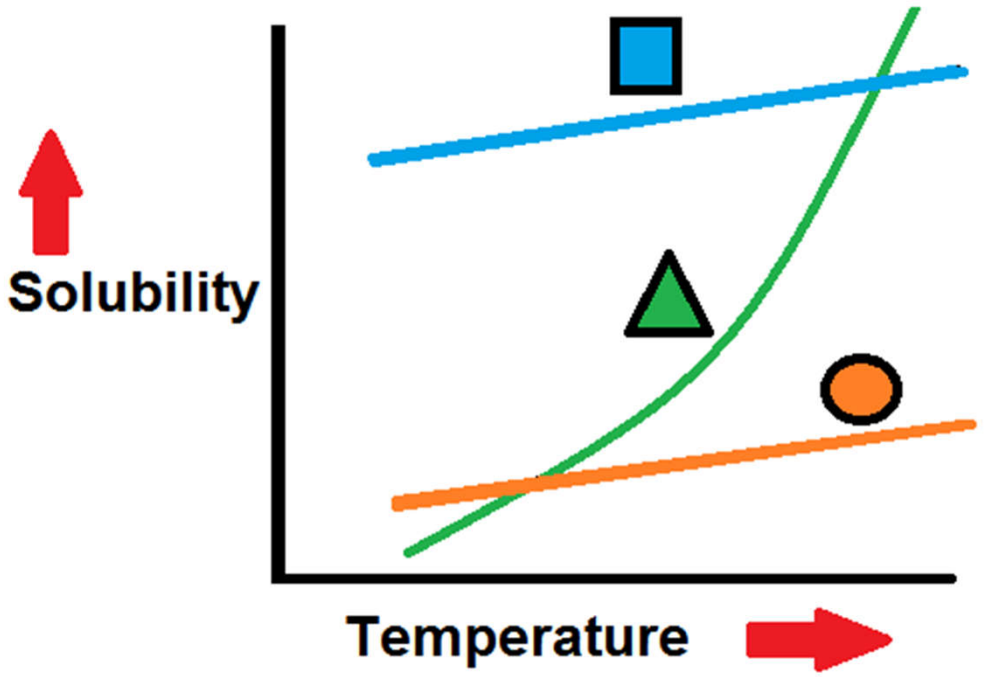
- การตกผลึกเป็นวิธีที่สำคัญ และมีประโยชน์วิธีหนึ่งในการทำสารที่เป็นของแข็งให้บริสุทธิ์
- โดยการเปลี่ยนของแข็งในรูปต่าง ๆ ให้เป็นรูปผลึก และวิธีนี้จะใช้ได้ดีเมื่อมีสิ่งเจือปนไม่มากนัก
- โดยในการตกผลึก สารส่วนใหญ่จะละลายได้ดีในตัวทำละลายที่ร้อนมากกว่าที่อุณหภูมิห้อง ดังนั้นเมื่อทำให้สารละลายอิ่มตัวที่อุณหภูมิสูงเย็นตัวลง จะทำให้สารแยกตัวออกมาจากสารละลายในรูปของแข็ง กระบวนการนี้เรียกว่า **การตกผลึก (crystallization)**

1.2 หลักเกณฑ์โดยทั่วไปในการเลือกตัวทำละลายสำหรับการตกผลึก

1) เลือกตัวทำละลายที่ละลายของแข็งที่จะนำมาตกผลึกได้น้อยที่อุณหภูมิต่ำ เช่น อุณหภูมิห้อง และละลายได้มากที่อุณหภูมิสูง (ดังเส้นกราฟ A หรือ B)

2) ตัวทำละลายที่เลือกควรมีจุดเดือดต่ำกว่าจุดหลอมเหลวของของแข็งที่นำมาตกผลึก

3) ตัวทำละลายที่ดีควรมีราคาไม่แพง ไม่ไวไฟ และมีความเป็นพิษต่ำ



<u>รูปที่ 1.1</u> กราฟแสดงการละลายของสารในตัวทำละลายชนิดหนึ่งที่อุณหภูมิต่าง ๆ

ที่มา: https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/6/64/RecrystallizationGraphCpre.png

1.3 ตัวทำละลายผสม

หลักเกณฑ์ในการเลือกตัวทำละลายผสมมีดังนี้

1. ของแข็งที่ต้องการตกผลึกต้องละลายได้ดีในตัวทำละลายหนึ่ง และละลายได้ไม่ดีในอีกตัวทำละลายหนึ่ง
2. ตัวทำละลายทั้งสองต้องผสมเป็นเนื้อเดียวกัน
3. จุดเดือดของตัวทำละลายทั้งสองไม่ควรแตกต่างกันมากนัก

1.4 ประสิทธิภาพของการตกผลึก

ปัจจัยที่บ่งชี้ประสิทธิภาพของการตกผลึกมี 2 ประการ คือ

1) ปริมาณของสารเจือปนต้องน้อยที่สุด

2) การตกผลึกให้ได้สารออกมาปริมาณมากที่สุด หรือมีสารคงเหลือละลายอยู่ใน mother liquor น้อยที่สุด นั่นคือมี % recovery สูง ดังสมการ

$$\%\ \text{recovery} = \frac{\text{น้ำหนักสารหลังตกผลึก} \times 100}{\text{น้ำหนักสารก่อนตกผลึก}}$$

1.5 เทคนิคการตกผลึกในห้องปฏิบัติการ

1) การหาตัวทำละลาย

- ตัวทำละลายที่ดีควรจะละลายสารได้น้อยที่อุณหภูมิห้อง แต่ละลายสารได้หมดที่จุดเดือดของตัวทำละลาย

2) การละลายของแข็ง

- จะต้องเตรียมสารละลายให้ได้สารละลายอิ่มตัวที่อุณหภูมิจุดเดือดของสารละลายนั้น
- หากมีฝุ่นผง หรือสิ่งเจือปนใดๆ ที่ไม่ใช่สารที่ต้องการเจือปนอยู่ให้กรองขณะร้อนออก
- ถ้าสารละลายมีสีที่มิใช่สีของสารละลายของสารที่ต้องการตกผลึก ก็ควรขจัดสีออกโดยใส่ผงถ่าน หรือซีไลต์

1.5 เทคนิคการตกผลึกในห้องปฏิบัติการ

3) การปล่อยให้ตกผลึก

- ควรทิ้งให้สารละลายเย็นลงอย่างช้าๆ และระหว่างการตกผลึกควรมีการรบกวนน้อยที่สุด

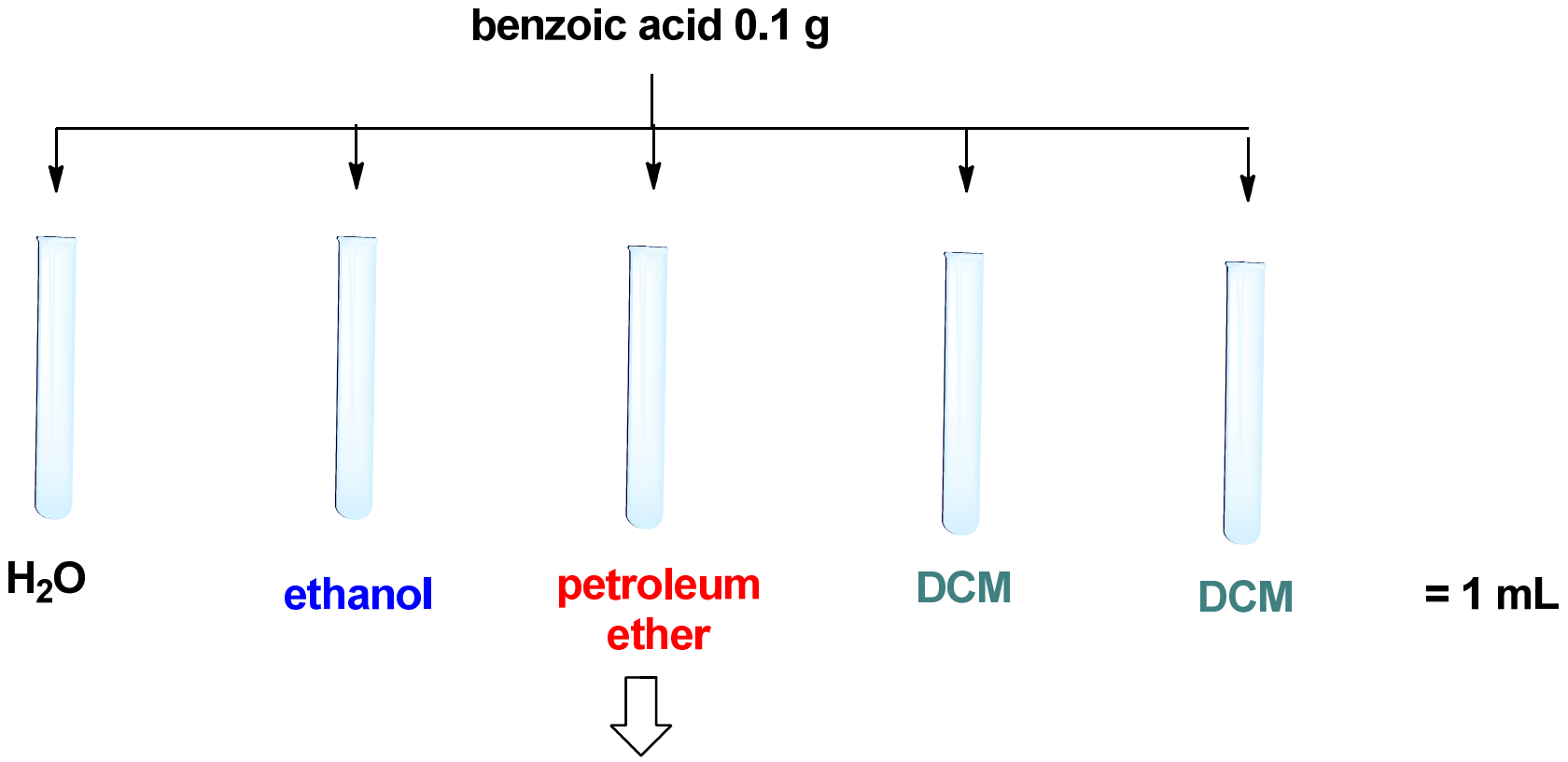
- ถ้าสารละลายที่ตั้งทิ้งไว้ไม่ตกผลึก อาจกระตุ้นให้เกิดการตกผลึกได้หลายวิธีคือ

1) ใช้แท่งแก้วคนขูดที่ผนังด้านในของภาชนะที่ใส่สารละลาย โดยเฉพาะบริเวณผิวสัมผัส

2) แช่สารละลายลงในน้ำแข็ง

3) ใส่ผลึกของสารนั้น 1 เกล็ดลงไปในสารละลาย เพื่อเป็นนิวเคลียส สำหรับการตกผลึกวิธีนี้เรียกว่า seeding

วิธีการทดลอง 1.1 การหาตัวทำละลายที่เหมาะสม

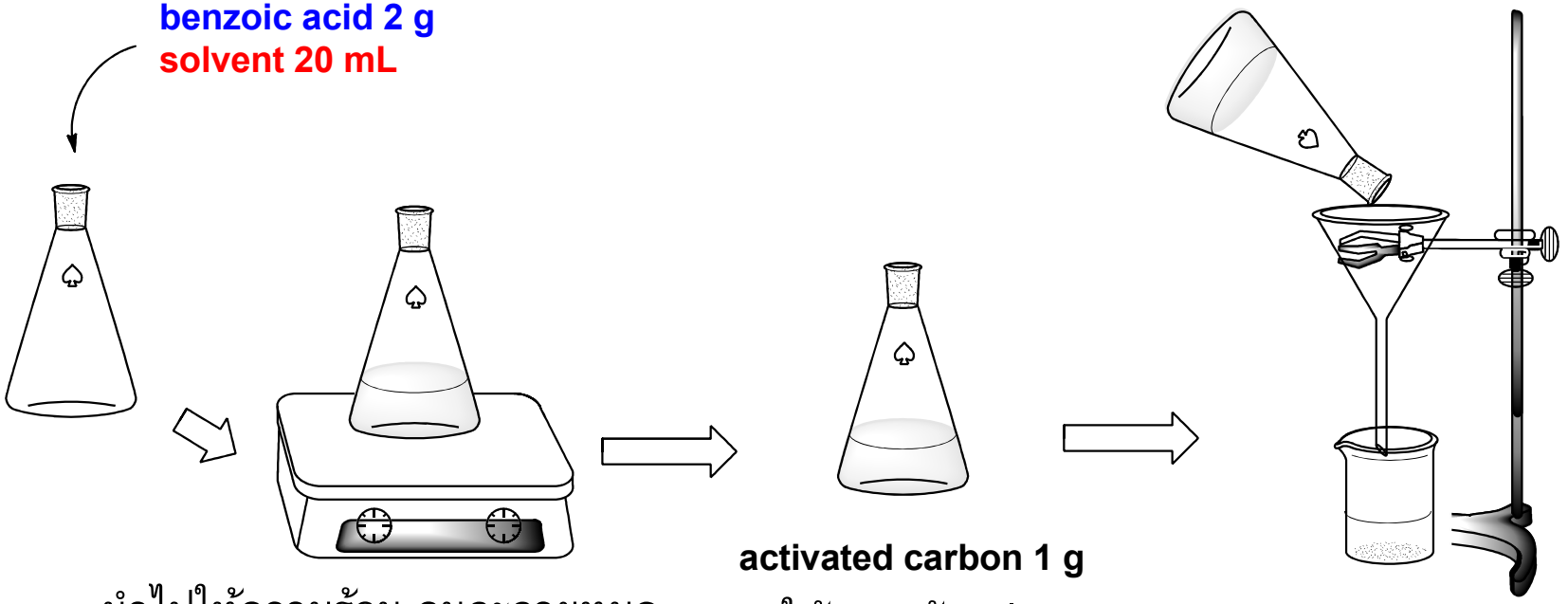


- สังเกตการละลายที่อุณหภูมิห้อง
- ถ้าไม่ละลายนำไปให้ความร้อน

บันทึกผล

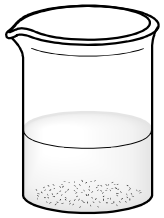
วิธีการทดลอง 1.2 การตกผลึกสารตัวอย่าง

benzoic acid 2 g
solvent 20 mL



นำไปให้ความร้อน จนละลายหมด
ถ้าละลายไม่หมดให้เติมตัวทำละลายเพิ่ม

activated carbon 1 g
ให้ความร้อนต่อ



ตั้งทิ้งไว้ให้ตกผลึก

- กรองด้วยบุชเนอร์
- อบให้แห้ง

บันทึกผลหา %recovery

บันทึกผลการทดลอง

ตอนที่ 1.1 การหาตัวทำละลายที่เหมาะสมในการตกผลึกสาร

ตัวทำละลาย	การละลายที่อุณหภูมิห้อง	การละลายเมื่อให้ความร้อน
น้ำ		
เอทานอล		
ปิโทรเลียม อีเทอร์		
ไดคลอโรมีเทน		
20% เอทานอลในน้ำ		

บันทึกผลการทดลอง

ตอนที่ 1.2 การตกผลึกสารตัวอย่าง

น้ำหนักตัวอย่างก่อนตกผลึก.....กรัม

น้ำหนักตัวอย่างหลังตกผลึก.....กรัม

ปริมาตรตัวทำละลายที่ใช้.....มิลลิลิตร

$$\% \text{ recovery} = \frac{\text{น้ำหนักสารหลังตกผลึก}}{\text{น้ำหนักสารก่อนตกผลึก}} \times 100 =$$