



Τμήμα Αειφορικής Γεωργίας

Γεωπονική Σχολή
ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΠΑΤΡΩΝ

Εργαστηριακές Ασκήσεις Αναλυτικής και Οργανικής Χημείας

Αγγελική Απ. Γαλάνη

Χημικός PhD, Εργαστηριακό Διδακτικό Προσωπικό (ΕΔΙΠ)

4^η Εργαστηριακή Άσκηση Ανακρυστάλλωση

ΕΙΣΑΓΩΓΗ

ΑΝΑΚΡΥΣΤΑΛΛΩΣΗ

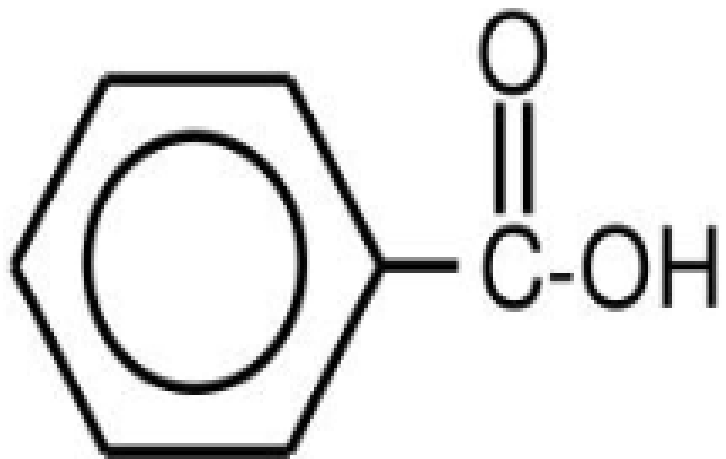
- Οι πιο πολλές στερεές οργανικές ουσίες διαλύονται στους διάφορους διαλύτες όταν θερμαίνονται, καλύτερα από όταν αυτό δεν συμβαίνει. Έτσι όταν ψύχεται ένα ζεστό κορεσμένο διάλυμα μιας ουσίας αυτή κρυσταλλώνει.

Η ανακρυστάλλωση μπορεί να χρησιμοποιηθεί για τον καθαρισμό μιας μη καθαρής ουσίας.

Για να συμβεί αυτό θα πρέπει:

- ✓ Οι προσμίξεις σε χαμηλή θερμοκρασία να είναι καλύτερα διαλυτές από την ουσία, έτσι ώστε να παραμένουν στο διάλυμα και η ουσία να μπορεί να απομονωθεί με διήθηση.
- ✓ Η ουσία δεν θα πρέπει να αντιδρά με το διαλύτη στις συνθήκες που γίνεται η ανακρυστάλλωση.

Βενζοϊκό οξύ



Μη καθαρό



Καθαρό μετά από
ανακρυστάλλωση



Η επιλογή του διαλύτη γίνεται με το κριτήριο ότι οι πολικές ουσίες διαλύονται σε πολικούς διαλύτες, ενώ οι μη πολικές ουσίες διαλύονται σε μη πολικούς διαλύτες. Η διηλεκτρική σταθερά ϵ , αποτελεί μέτρο της πολικότητας ενός διαλύτη.

Διαλύτης	ϵ σε 25°C	Διαλύτης	ϵ σε 25°C
Νερό	78.5	Οξικό οξύ	6.2
Νιτρομεθάνιο	38.6	Οξικός αιθυλεστέρας	6.0
Ακετονιτρίλιο	37.5	Χλωροφόρμιο	4.7
Διμέθυλοφορμαμίδιο	36.7	Διαιθυλαιθέρας	4.2
Μεθανόλη	32.6	Τολουόλιο	2.4
Αιθανόλη	24.3	Βενζόλιο	2.3
Ακετόνη	20.7	Διοξάνιο	2.2
2-Προπανόλη	18.3	Τετραχλωράνθρακας	2.2
Πυριδίνη	12.3	Κυκλοεξάνιο	2.0
1,2-Διχλωρομεθάνιο	10.4	n-Εξάνιο	1.9

ΘΕΡΜΟΚΡΑΣΙΑ ΑΝΑΚΡΥΣΤΑΛΛΩΣΗΣ

7

Η διαλυτότητα μιας ουσίας εξαρτάται από τη θερμοκρασία.

- ▶ Θα πρέπει η διαλυτότητα της ουσίας να είναι:
 - ❖ Μεγάλη στο σ.ζ. του διαλύτη
 - ❖ Μικρή σε χαμηλή θερμοκρασία
- Διαλέγονται διαλύτες με υψηλό σημείο ζέσεως.

Η θερμοκρασία του διαλύματος πρέπει να είναι **15-20°C** κάτω από το σημείο τήξεως της ακάθαρτης ουσίας.

- ✓ Ουσίες που αποσυντίθενται, διαλύονται σε όχι πολύ υψηλή θερμοκρασία, (το πολύ σε θερμοκρασία δωματίου) και ψύχονται από -20 έως -70°C, για την απαραίτητη πτώση της θερμοκρασίας.

ΤΑΧΥΤΗΤΑ ΔΙΑΛΥΣΗΣ

Η ουσία πρέπει να διαλύεται στην ελάχιστη ποσότητα διαλύτη. Αν η ποσότητα διαλύτη είναι μεγάλη, η ουσία ή δεν κρυσταλλώνει ή κρυσταλλώνει σε μικρή ποσότητα.

Σχέση καθαρότητας κρυστάλλων και ταχύτητας κρυστάλλωσης

- ▶ Οι μεσαίου μεγέθους κρύσταλλοι είναι πιο καθαροί
- ▶ Οι μικροί κρύσταλλοι που δημιουργούνται με ταχεία κρυστάλλωση έχουν προσροφημένες στην επιφάνειά τους ακαθαρσίες.
- ▶ Οι μεγάλοι κρύσταλλοι που δημιουργούνται με αργή κρυστάλλωση, έχουν συχνά διαλύτη.

ΓΙΑ ΤΗΝ ΑΝΑΚΡΥΣΤΑΛΛΩΣΗ ΘΑ ΠΡΕΠΕΙ ΝΑ ΑΚΟΛΟΥΘΟΥΝΤΑΙ ΟΙ ΠΙΟ ΚΑΤΩ ΚΑΝΟΝΕΣ

- Να μην ψύχεται το διάλυμα ανακρυστάλλωσης απότομα.
- Να χρησιμοποιούνται καθαρά σκεύη.
- Να βοηθιέται η κρυστάλλωση με τρίψιμο των τοιχωμάτων του γυάλινου σκεύους με γυάλινη ράβδο.

ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

Αντιδραστήρια – Σκεύη – Όργανα

11

Αγγελική Απ. Γαλόνη

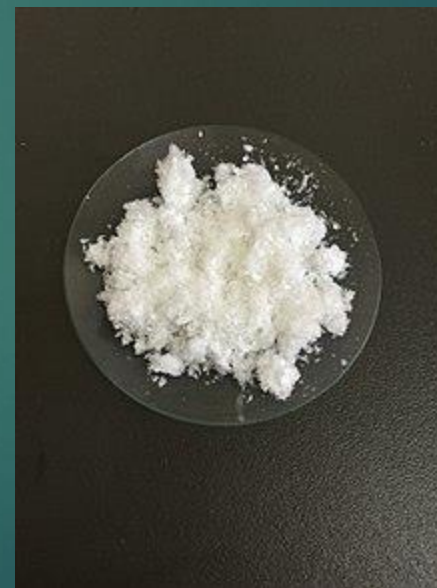
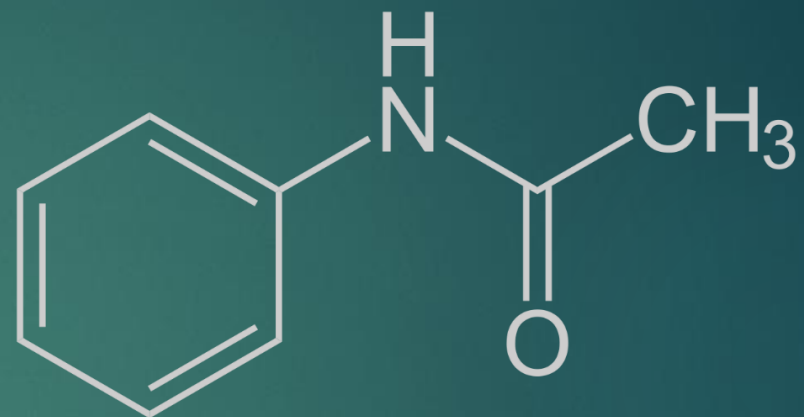
Ακετανιλίδιο, απεσταγμένο νερό, σφαιρική φιάλη 200 mL, μαγνήτης ανάδευσης, ελαιόλουτρο, ψυκτήρας, κωνική φιάλη 250 mL, γυάλινο χωνί, διηθητικό χαρτί, γυάλινη ράβδος, παγόλουτρο, κωνική φιάλη κενού 250 mL, χωνί Buchner, ηθμοί Whatman, ξηραντήρας, ηλεκτρονικός ζυγός, πυριατήριο.

Πειραματική Πορεία

12

Αγγελική Απ. Γαλόνη

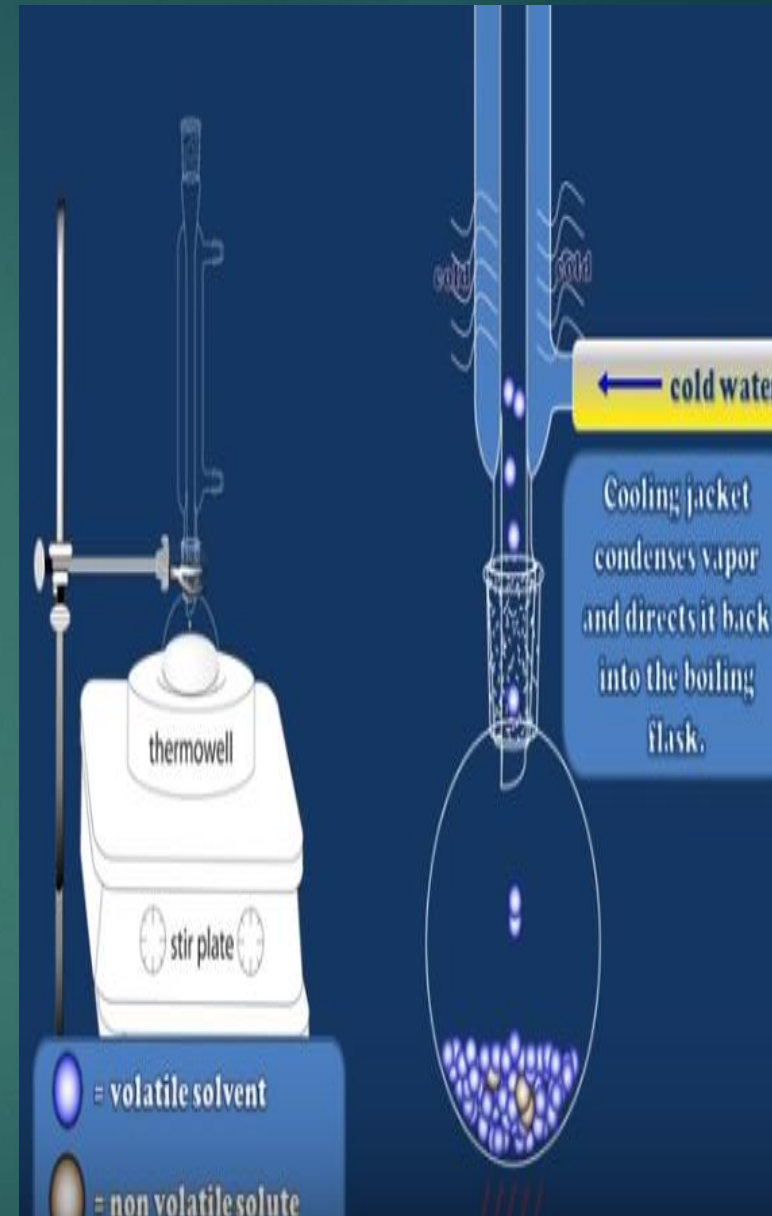
1. Αρχικά επιλέγουμε τον κατάλληλο διαλύτη ανακρυστάλλωσης για την ουσία που μας δόθηκε. Η ουσία μας είναι το ακετανιλίδιο και ως δεδομένο στο πείραμα αυτό μας δίνεται ότι ο διαλύτης ανακρυστάλλωσης είναι το θερμό νερό (στο σημείο ζέσεως του).



2. Ζυγίζουμε 2 g ακετανιλιδίου και τα προσθέτουμε σε σφαιρική φιάλη των 200 mL την οποία έχουμε βυθίσει σε ελαιόλουτρο που βρίσκεται πάνω σε θερμαινόμενο μαγνητικό αναδευτήρα. Προσέχουμε να μην ακουμπά η σφαιρική φιάλη στον πυθμένα του ελαιόλουτρου.
3. Προσθέτουμε στη σφαιρική φιάλη μαγνήτη ανάδευσης και 40 mL απιονισμένου νερού και προσαρμόζουμε σε αυτή κάθετο ψυκτήρα. Συνδέουμε το κάτω λάστιχο του ψυκτήρα στη βρύση και το πάνω λάστιχο το αφήνουμε στο νεροχύτη. Ανοίγουμε το νερό της βρύσης με προσοχή ελέγχοντας τη ροή του ώστε αυτή να μην είναι πολύ μεγάλη.



4. Ανοίγουμε τη θέρμανση στους $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ και την ανάδευση σε λίγες στροφές, (ήπια ανάδευση). Προσθέτουμε αν χρειαστεί επιπλέον όγκο νερού. Ο συνολικός όγκος νερού που θα προσθέσουμε τελικά θα πρέπει να είναι ο ελάχιστος ικανός να διαλύσει την ουσία στο σημείο ζέσεως του.
5. Η θέρμανση συνεχίζεται για τουλάχιστον 10 min αφότου η θερμοκρασία μέσα στη σφαιρική, φτάσει στο σημείο ζέσεως του διαλύτη.
6. Η όλη διαδικασία ονομάζεται reflux και εξασφαλίζει την ανακύκλωση του διαλύτη. Αυτό σημαίνει ότι ο διαλύτης εξατμίζεται και όταν φθάνει στον ψυκτήρα υγροποιείται και επιστρέφει στη σφαιρική φιάλη.



7. Κατά την αναμονή της όλης διαδικασίας του reflux τοποθετούμε στο πυριατήριο:

- ✓ γυάλινο χωνί
- ✓ πτυχωτό ηθμό
- ✓ κωνική φιάλη

Τοποθετούμε αυτά τα σκεύη στο πυριατήριο, ώστε να είναι ζεστά κατά τη διάρκεια του επόμενου σταδίου (αυτού της απλής διήθησης), και να μην υπάρχει ο κίνδυνος η καθαρή ουσία να κρυσταλλώσει στον ηθμό. Στον ηθμό πρέπει να παραμείνουν μόνο η προσμίξεις. Η ουσία θέλουμε να περάσει στο διήθημα



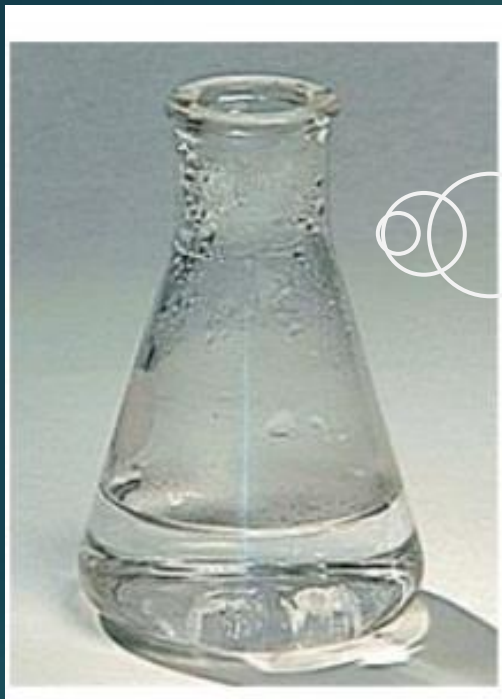
Η καθαρή
ουσία μας, είναι
αδιάλυτη σε
κρύο διαλύτη

8. Μετά τη διαδικασία του reflux, κλείνουμε τη θέρμανση, το νερό του ψυκτήρα και αφαιρούμε τον ψυκτήρα από τη σφαιρική. Με προσοχή διότι είναι θερμή, παίρνουμε τη σφαιρική φιάλη και κάνουμε απλή διήθηση με τα σκεύη που είχαμε τοποθετήσει πριν στο πυριατήριο. Ο ηθμός απορρίπτεται (περιέχει τις προσμίξεις), ενώ το διήθημα το χρησιμοποιούμε στην επόμενη φάση κατά την οποία θα παραλάβουμε τους κρυστάλλους της καθαρής ουσίας.



9. Ακολουθεί η κατακρήμνιση των κρυστάλλων της καθαρής ουσίας. Αυτό επιτυγχάνεται κρυστώνοντας το διήθημα. Τρίβοντας τα τοιχώματα της κωνικής που περιέχει το διήθημα με γυάλινη ράβδο, ο σχηματισμός των κρυστάλλων πραγματοποιείται ευκολότερα διότι με τον τρόπο αυτό δημιουργούμε πυρήνες κρυστάλλωσης.





Το ζεστό
διάλυμα
(διήθημα) που
λαμβάνουμε
στην κωνική
μετά την απλή
διήθηση.

Οι κρύσταλλοι
καθαρής ουσίας που
δημιουργούνται όταν
το διήθημα κρυώνει.



10. Το επόμενο στάδιο, είναι η απομόνωση και η παραλαβή των κρυστάλλων της καθαρής ουσίας με τη βοήθεια διήθησης υπό κενό. Ως διαλύτης έκπλυσης χρησιμοποιείται το κρύο νερό.



Διήθηση υπό κενό

20

Αγγελική Απ. Γαλάνη



Αντλία κενού για
μεγαλύτερο κενό από ότι
η υδραντλία κενού

11. Παραλαμβάνουμε προσεκτικά την ουσία που έχει μείνει στον ηθμό Whatman μετά τη διήθηση υπό κενό και την τοποθετούμε σε προζυγισμένη ύαλο ωρολογίου και στη συνέχεια στο πυριατήριο για ξήρανση στους 50°C για 24 h. Μετά το πέρας των 24 h, τοποθετούμε την ύαλο σε ξηραντήρα ώστε η ουσία να αποκτήσει θερμοκρασία περιβάλλοντος και τμετά τη ζυγίζουμε.



12. Μετρούμε το σημείο
τήξεως της
ανακρυσταλλωμένης
ξηρής ουσίας.



ΜΕΤΡΗΣΕΙΣ - ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ

- ▶ Μάζα κενής υάλου ωρολογίου =
- ▶ Μάζα υάλου ωρολογίου + μάζα ξηρής ανακρυσταλλωμένης ουσίας =
- ▶ Μάζα αρχικής μη καθαρής ουσίας =
- ▶ Σ.Τ. =
- ▶ % Απόδοση ανακρυστάλλωσης =
$$\frac{(\text{g ξηρής ανακρυσταλλωμένης ουσίας}) \times 100}{(\text{g μη καθαρής αρχικής ουσίας})}$$

ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΟΓΡΑΦΙΚΕΣ ΑΝΑΦΟΡΕΣ

- ▶ Αγγελική Απ. Γαλάνη, « Σημειώσεις Εργαστηρίου Οργανικής Χημείας», Τμήμα Δ.Π.Φ.Π., Πανεπιστήμιο Πατρών, Ιούνιος 2016
- ▶ http://www.csebcc.org/Courses/Biofuels_GreenChem/CHM_31/2-ReCrystallization_of_Acetanilide_2015.pdf
- ▶ <http://www.eplantscience.com/index/dean/reflux.php>
- ▶ <https://www.slideserve.com/devlin/recrystallization>
- ▶ <https://www.youtube.com/watch?v=b6xFAEkjmGg>
- ▶ <https://www.youtube.com/watch?v=IrD8IqflCkU>
- ▶ <https://www.youtube.com/watch?v=FqX05XMBWXA>
- ▶ <http://vacuumfiltersdosaiki.blogspot.com/2017/04/vacuum-filter-setup.html>