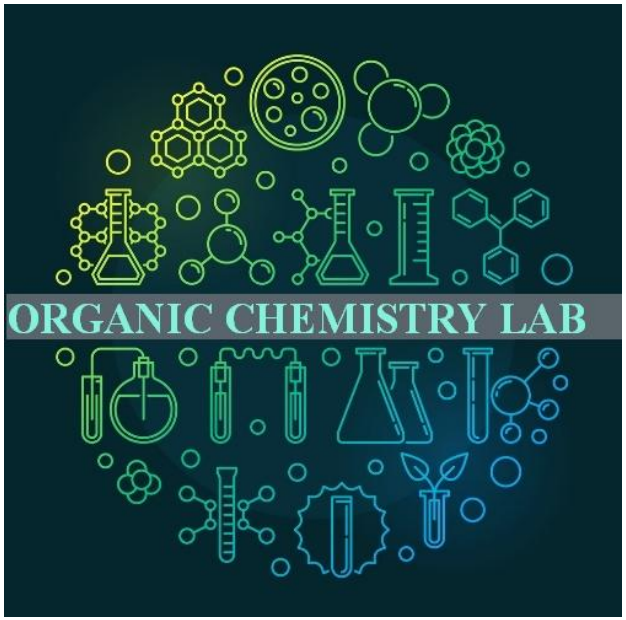
Εργαστήριο Οργανικής Χημείας I

Εργαστηριακή άσκηση 4



Καθαρισμός στερεών (Ανακρυστάλλωση)

Τμήμα Χημείας Πανεπιστήμιο Κρήτης

Χειμερινό εξάμηνο 2026-2027

Δομή της παρουσίασης

1. Πειραματικό μέρος,

2. Θεωρητικό υπόβαθρο

3. Λυμένα παραδείγματα

4. Ασκήσεις για αναφορά

1. Πειραματικό μέρος

1ο Βήμα αποτελεί την επιλογή του διαλύτη

Χρησιμοποιούνται 3 μικροί δοκιμαστικοί σωλήνες μέσα στους οποίους θα γίνουν οι δοκιμές.
Πλένονται με νερό και ακετόνη και στην συνέχεια στεγνώνουν στον φούρνο.



Ζυγίζονται 0,1 γρ καθαρού βενζοικού οξέος και τοποθετούνται σε κάθε ένα από τους 3 σωλήνες



Ελέγχονται 3 διαλύτες με την σειρά:
Ακετόνη, Πετρελαικός αιθέρας και νερό

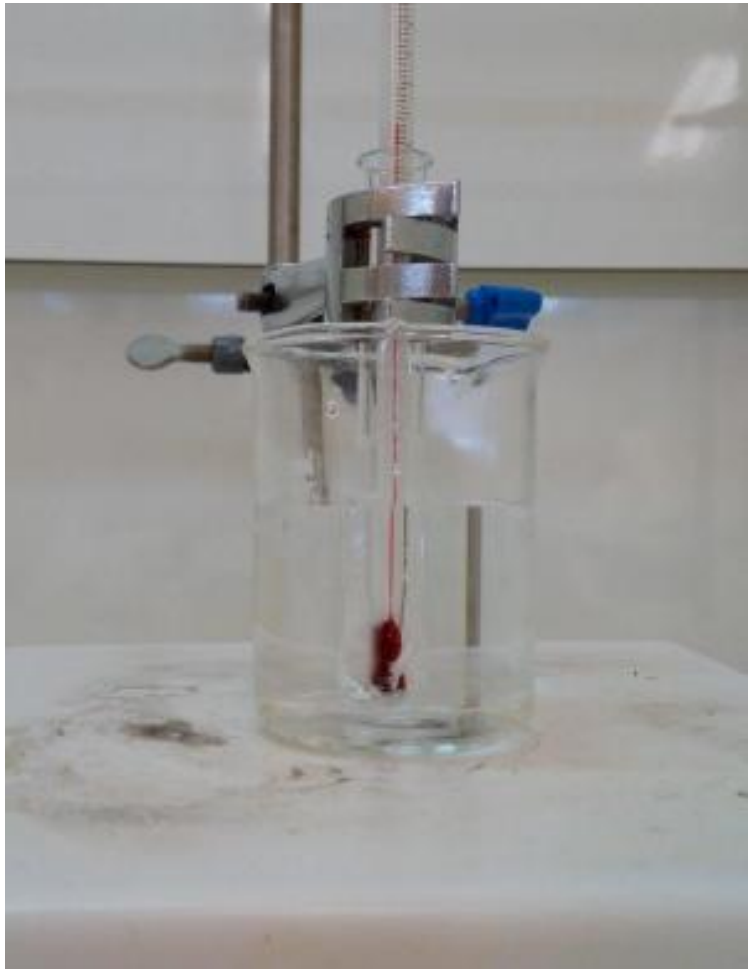
Μεταφέρονται με ογκομετρικό κύλινδρο των 10 ml, 3 ml από κάθε διαλύτη.
Αρχικά παρατηρούμε εάν ο διαλύτης έχει την ικανότητα να διαλύει το βενζοικό οξύ σε θερμοκρασία δωματίου.
Σε αυτή την περίπτωση δεν θεωρείται κατάλληλος

1. Πειραματικό μέρος

1ο Βήμα αποτελεί την επιλογή του διαλύτη

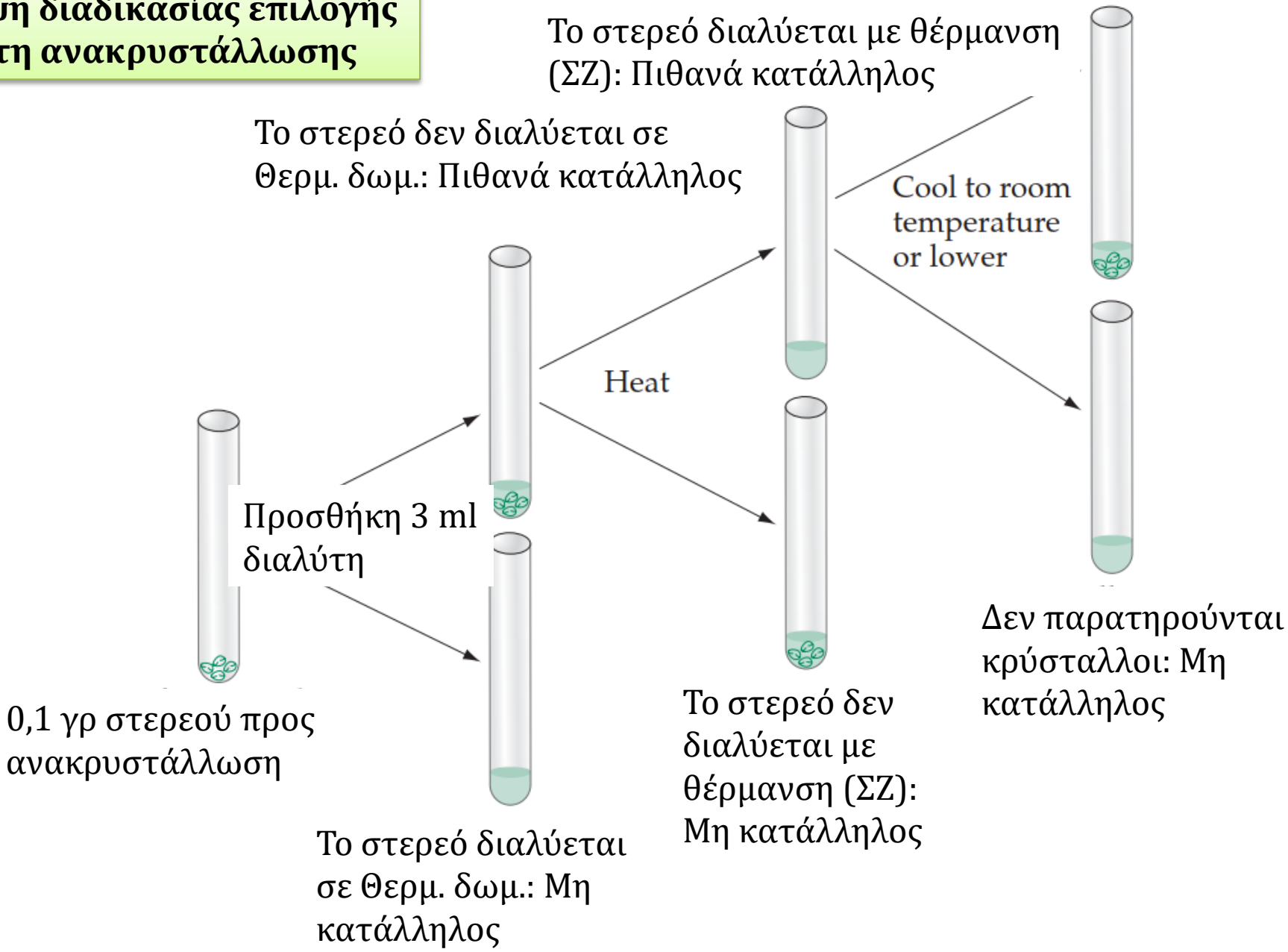
Στην περίπτωση που ο διαλύτης δεν διαλύει το βενζοικό οξύ σε θερμοκρασία δωματίου, τότε ο δοκιμαστικός σωλήνας θερμαίνεται ώστε να ελεγχθεί εάν επιτυγχάνεται διαλυτοποίηση σε υψηλότερη θερμοκρασία

Αφού βρεθεί ο διαλύτης που διαλυτοποιεί την ουσία κοντά στο σημείο ζέσεως, γίνεται έλεγχος εάν με την ψύξη παράγονται κρύσταλλοι.
Αν παρατηρηθούν κρύσταλλοι τότε ο διαλύτης αυτός θεωρείται κατάλληλος



2. Θεωρητικό μέρος

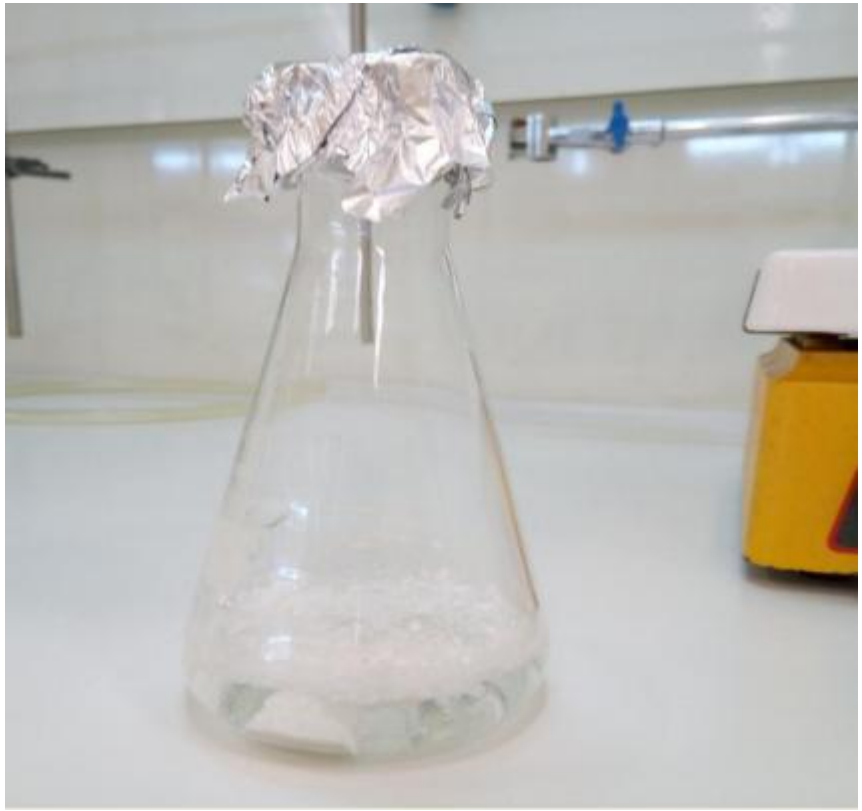
Σύνοψη διαδικασίας επιλογής διαλύτη ανακρυστάλλωσης



1. Πειραματικό μέρος

2ο Βήμα η διαλυτοποίηση του ακάθαρτου μίγματος

Ζυγίζονται 2 γρ ακάθαρτου βενζοικού οξέος και μεταφέρονται σε κωνική φιάλη των 100 ml και προστίθεται μαγνητάκι για ανάδευση.
Η κωνική σκεπάζεται με αλουμινόχαρτο για τον περιορισμό της εξάτμισης



Στην συνέχεια προστίθενται με ογκομετρικό κύλινδρο των 50αρι 50 ml νερού

Η θερμαντική πλάκα έχει την θέρμανση στο 3 και κανονική ανάδευση. Παράλληλα πάνω στην θερμαντική πλάκα τοποθετείται ποτήρι ζέσης των 100 ml με 50 ml νερό για ρεζέρβα

1. Πειραματικό μέρος

3ο Βήμα αποχρωματισμός (δεν γίνεται στην περίπτωση μας)

4ο Βήμα η θερμή διήθηση του διαλύματος

Αφού διαλυτοποιηθεί το ακάθαρτο μίγμα προχωράμε σε θερμή διήθηση για την απομάκρυνση τυχόν αδιάλυτων προσμίξεων



Για τον σκοπό αυτό χρησιμοποιούμε ποτήρι ζέσης των 500 ml στο οποίο στηρίζουμε υάλινο χωνί που έχει κομμένη την άκρη του

Στο χωνί τοποθετούμε απλό ηθμό από διηθητικό χαρτί το οποίο βρέχουμε με μια ποσότητα περίπου 50 ml νερού.

Τοποθετούμε το ποτήρι με το χωνί πάνω στην θερμαντική παράλληλα με την κωνική που γίνεται η διαλυτοποίηση. Στην θερμαντική τοποθετείται και ένα μικρό ποτήρι ζέσης με 50 ml νερό σαν ρεζέρβα

1. Πειραματικό μέρος

4ο Βήμα η θερμή διήθηση του διαλύματος

Αφού διαλυτοποιηθεί το ακάθαρτο μίγμα και παράλληλα το νερό στο ποτήρι ζέσης που έχει το φίλτρο βράζει ώστε να ζεσταίνει με τους ατμούς του το χωνί το περιεχόμενο της κωνικής φιάλης αδειάζει γρήγορα στο χωνί και μεταφέρεται έτσι στο ποτήρι



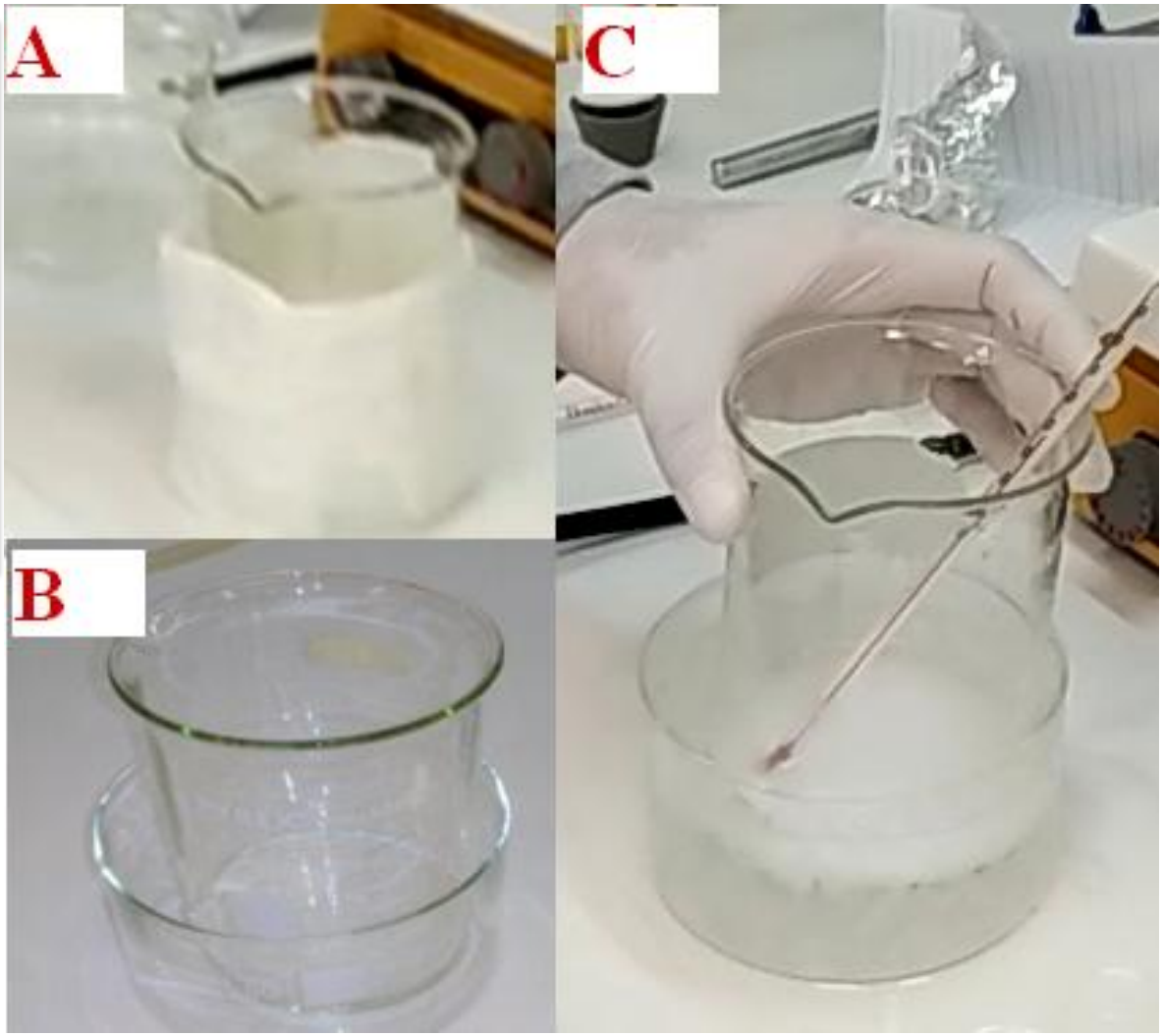
Αν παρατηρηθεί να μένει στο φίλτρο ίζημα, αν η ποσότητα του είναι σημαντική μεταφέρεται στην κωνική με σπάτουλα, επαναδιαλυτοποιείται και φιλτράρεται ξανά. Αν η ποσότητα του είναι μικρή προστίθενται λίγα ml από το ζεστό νερό της ρεζέρβας

1. Πειραματικό μέρος

5ο Βήμα η κρυστάλλωση της ουσίας

Το διάλυμα ψύχεται με αποτέλεσμα να σχηματίζονται κρύσταλλοι

Το μέγεθος των κρυστάλλων επηρεάζεται
α) Από την φύση της ουσίας και
β) Από τον τρόπο της ψύξης.



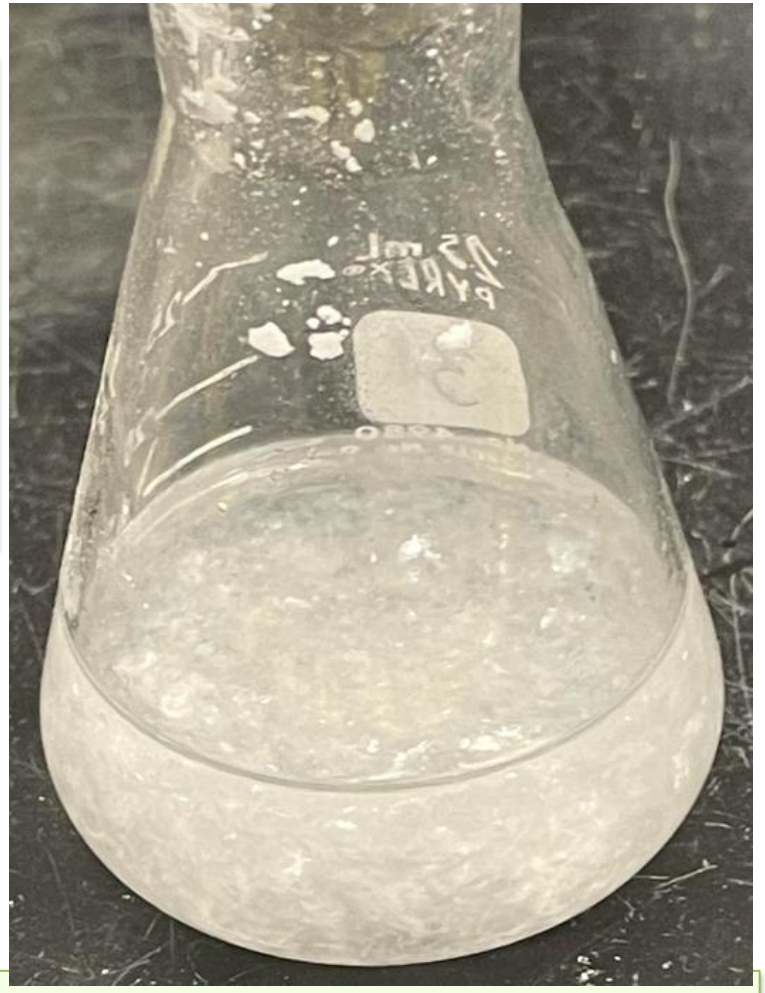
Γρήγορη ψύξη με σύγχρονη ανάδευση οδηγεί σε μικρούς κρυστάλλους

Αργή ψύξη σε ηρεμία οδηγεί σε μεγάλους κρυστάλλους

1. Πειραματικό μέρος

5ο Βήμα η κρυστάλλωση της ουσίας

Η αργή ψύξη του κορεσμένου διαλύματος οδηγεί σε καθαρούς κρυστάλλους επειδή τα μόρια των προσμίξεων, τα οποία δεν ταιριάζουν τόσο καλά στο κρυσταλλικό πλέγμα που δημιουργείται, έχουν χρόνο να επιστρέψουν στο διάλυμα.



Επομένως,οι κρύσταλλοι που σχηματίζονται αργά είναι μεγαλύτεροι και καθαρότεροι από αυτούς που σχηματίζονται γρήγορα.

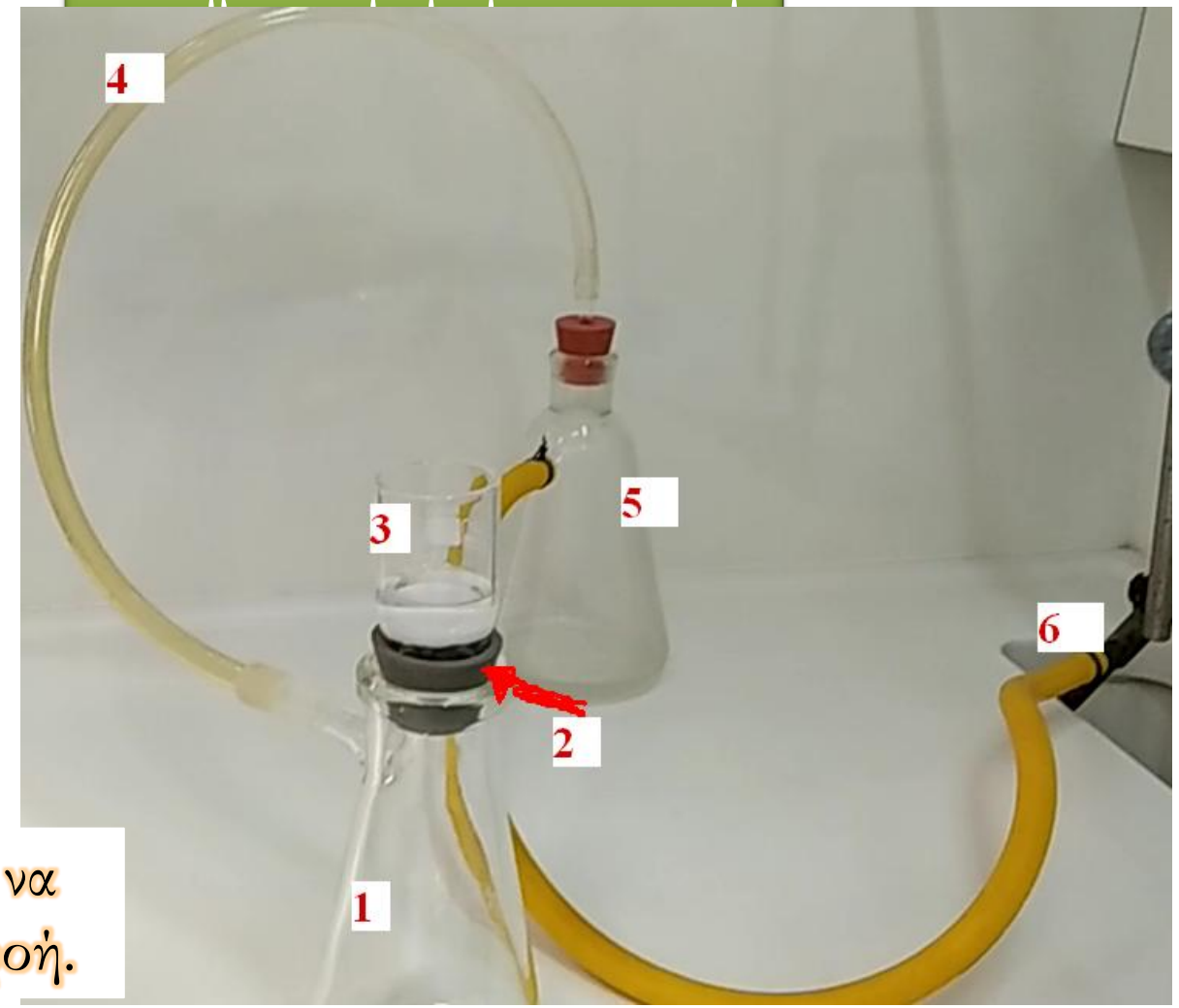
Ο γρήγορος σχηματισμός κρυστάλλων (καθίζηση) παγιδεύει τις προσμίξεις επειδή το πλέγμα αναπτύσσεται τόσο γρήγορα με αποτέλεσμα να απορροφώνται από την κρυσταλλωμένη διαλυμένη ουσία καθώς σχηματίζονται οι νέοι κρύσταλλοι.

1. Πειραματικό μέρος

6ο Βήμα Διήθηση - έκπλυση

Στην συνέχεια γίνεται διήθηση υπό κενό βρύσης, όπως φαίνεται στην εικόνα δίπλα

1. Φιάλη διήθησης,
2. πλαστικό επίθεμα,
3. Ηθμός Ρ3,
4. Λάστιχο για παγίδα
5. Παγίδα και
6. Αντλία κενού βρύσης



Ανοίγουμε την βρύση ώστε να αποκτήσει το νερό ομαλή ροή.

Κατόπιν αποχύνουμε το διάλυμα με το στερεό στον ηθμό στην αρχή χωρίς κενό για να κάνει ένα στρώμα κα μετά ανοίγουμε αργά το κενό

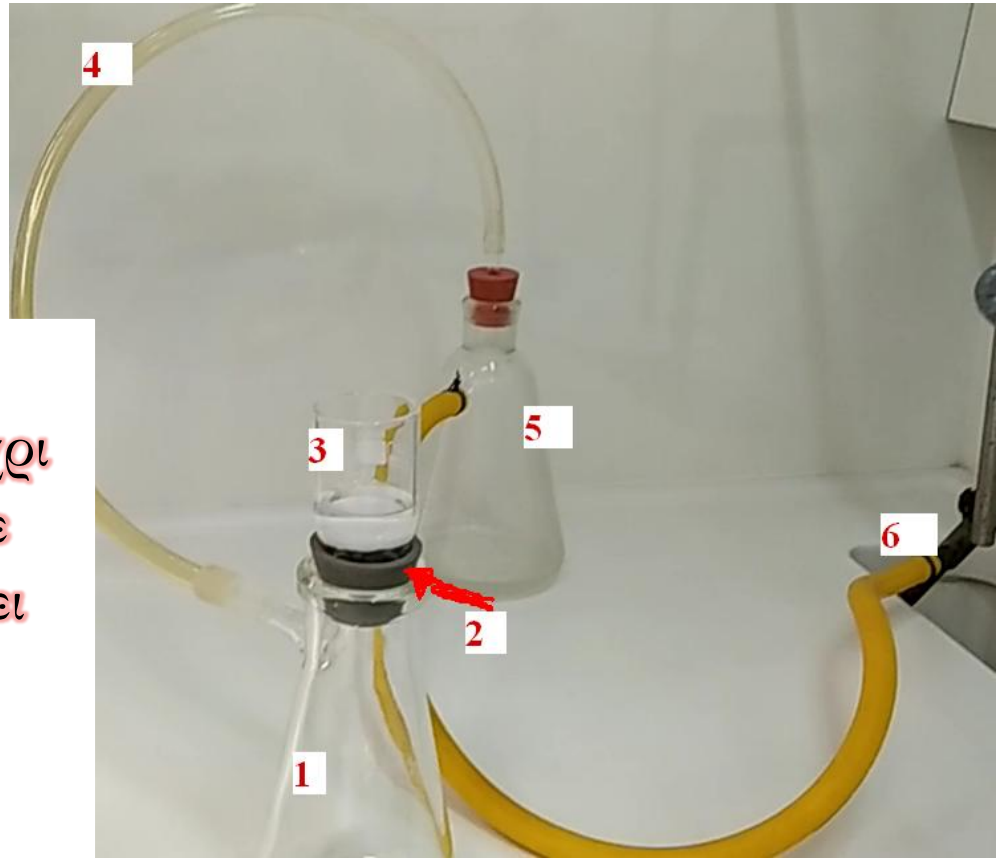
Εάν στο ποτήρι ζέσης παραμείνει ποσότητα στερεού ξεπλένουμε με διήθημα που είναι κορεσμένο στην ουσία και το μεταφέρουμε και αυτό στον ηθμό

1. Πειραματικό μέρος

6ο Βήμα Διήθηση - έκπλυση

Κατόπιν προχωράμε σε εκπλύσεις του ιζήματος:

1. Δύο εκπλύσεις με κρύο νερό και
2. Άλλες δύο με κρύο πετρ. αιθέρα



Οι εκπλύσεις γίνονται ως εξής: Χωρίς κενό προστίθεται διαλύτη μέχρι να καλύψει το στερεό. Αναδεύεται με μεταλλική σπάτουλα ώστε να ξεπλύνει καλά το στερεό και στην συνέχεια ανοίγουμε το κενό για να απομακρυνθεί

Ο πετρ. Αιθέρας που χρησιμοποιείται σαν δεύτερος διαλύτης έκπλυσης ουσιαστικά λειτουργεί σαν διαλύτης ανταλλαγής. Παρότι δεν αναμιγνύεται με το νερό, εάν αφού τον προσθέσουμε στον ηθμό και αναδεύσουμε καλά χωρίς κενό, ανοίγοντας το κενό με ένταση παρασύρει το νερό και το στερεό μένει κυρίως με πετρ. αιθέρα. Αυτό είναι σημαντικό για την ξήρανση!

1. Πειραματικό μέρος

7ο Ξήρανση

Αρχικά αφήνουμε το στερεό πάνω στον ηθμό με ισχυρό κενό ώστε να ξηρανθεί για 5 λεπτά, ενώ αναδεύουμε με την μεταλλική σπάτουλα



Το στερεό μεταφέρεται σε προζυγισμένη ύαλο ωρολογίου και ξηραίνεται σε φούρνο μέχρι το βάρος να αλλάζει λιγότερο ή ίσο με 0,05 γρ



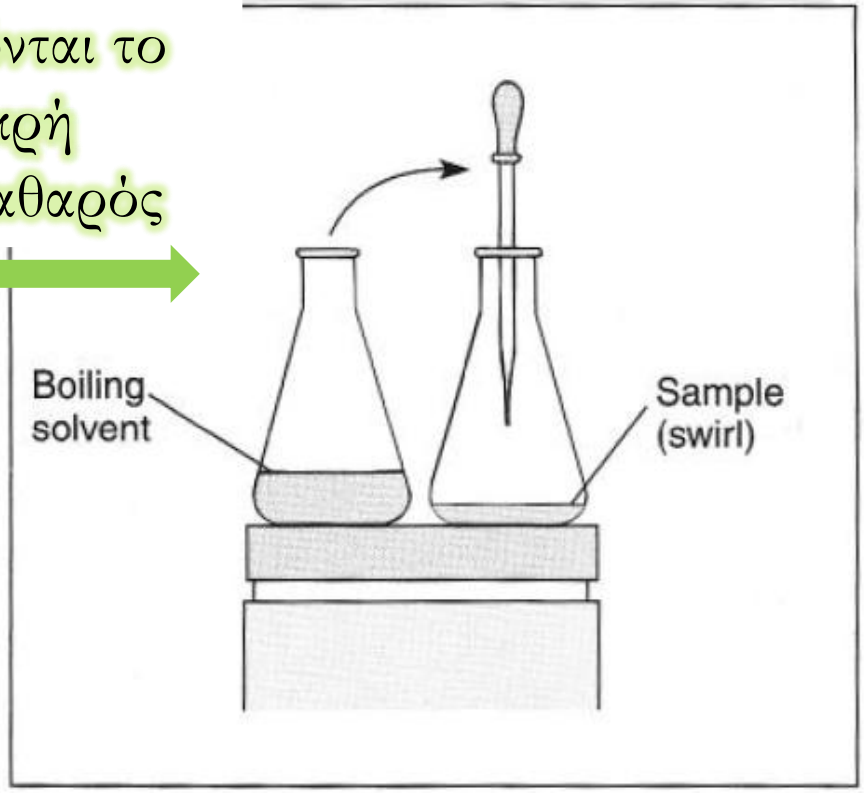
Τέλος μετρείται το σημείο τήξεως του ανακρυσταλλωμένου βενζοικού οξέος στην κατάλληλη συσκευή και παραδίδεται σε φάκελο με τα στοιχεία της ομάδας, την ποσότητα σε γρ που έχει παραχθεί αλλά και το σημείο τήξεως που παρατηρήθηκε

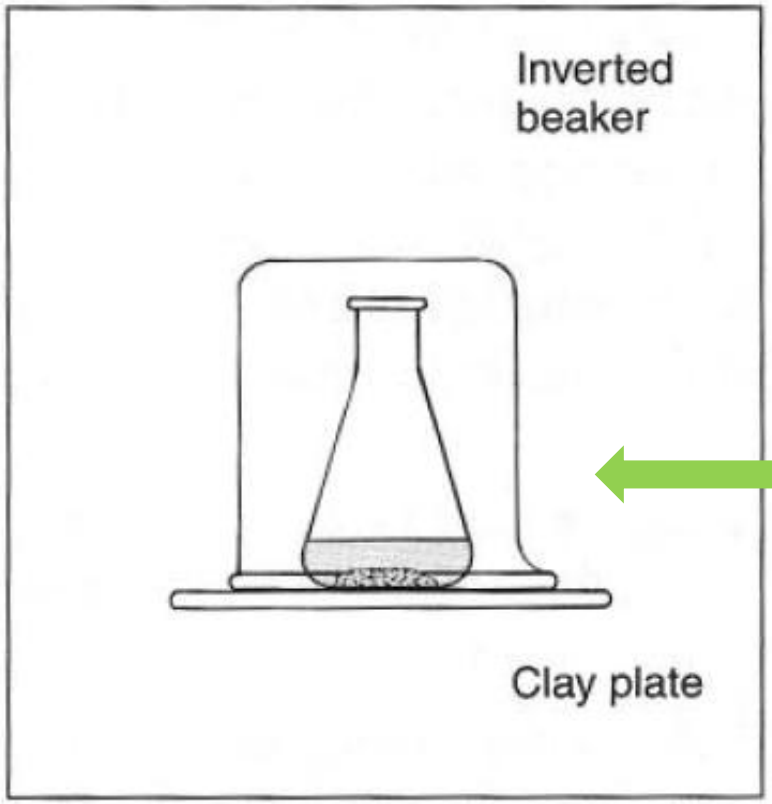
1. Πειραματικό μέρος

Ανακρυστάλλωση στην…καθημερινότητα

Σε 2 μικρές κωνικές των 50 ml τοποθετούνται το προς ανακρυστάλλωση στερεό μαζί με μικρή ποσότητα διαλύτη και στην 2η διαλύτης καθαρός

Σε 5 μιν το πολύ διαλυτοποιείται το στερεό, αν χρειαστεί προσθέτουμε μικρή ποσότητα καθαρού διαλύτη

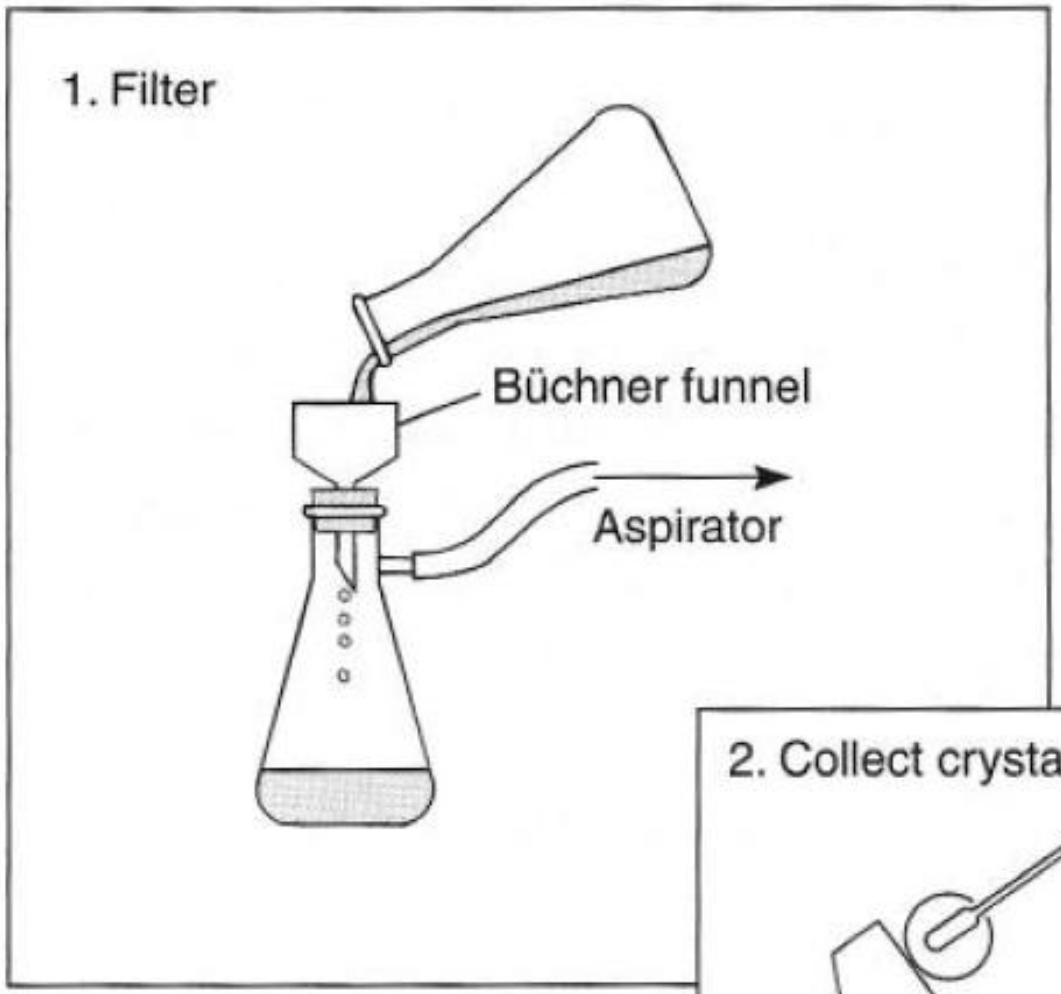


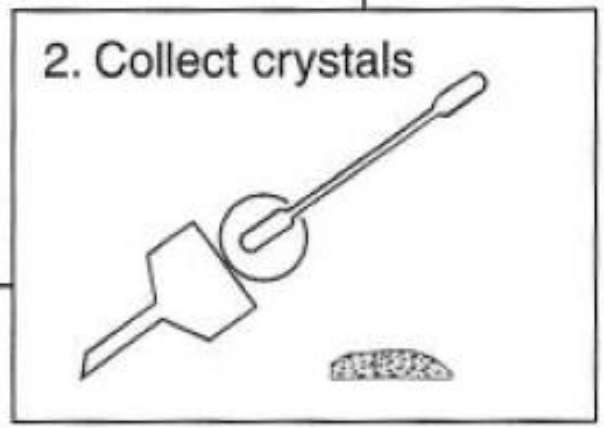


Στην συνέχεια αφήνεται να καθιζάνει

1. Πειραματικό μέρος

Ανακρυστάλλωση στην…καθημερινότητα





Φιλτράρεται και συλλέγονται οι κρύσταλλοι

2. Θεωρητικό μέρος

Η διαδικασία κατά την οποία ένα κρυσταλλικό στερεό διαλύεται σε έναν θερμό διαλύτη και στη συνέχεια κρυσταλλώνεται ξανά με ψύξη δίνοντας καθαρούς κρυστάλλους ονομάζεται ανακρυστάλλωση.

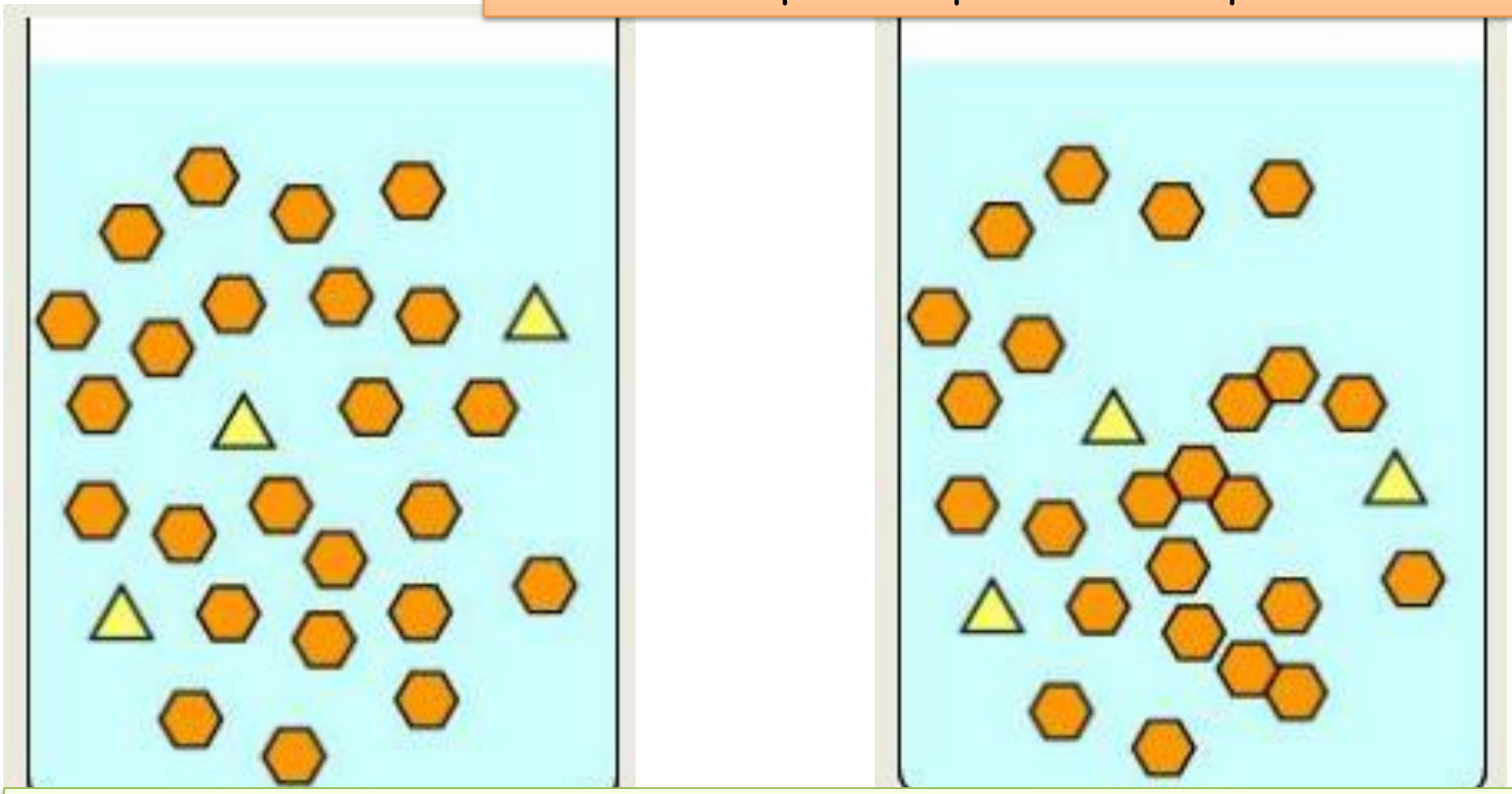
Αποτελεί μια ιδιαίτερα σημαντική εργαστηριακή τεχνική καθαρισμού στερεών

Οι στερεές οργανικές ενώσεις που απομονώνονται από οργανικές αντιδράσεις σπάνια είναι καθαρές.
Συνήθως περιέχουν μικροποσότητες από άλλες ενώσεις που παράγονται παράλληλα με το επιθυμητό προϊόν.

Έτσι για την απομάκρυνση των προσμίξεων και τον καθαρισμό της οργανικής ένωσης που μας ενδιαφέρει χρησιμοποιείται η κρυστάλλωση από ένα κατάλληλο διαλύτη ή μίγμα διαλυτών

2. Θεωρητικό μέρος

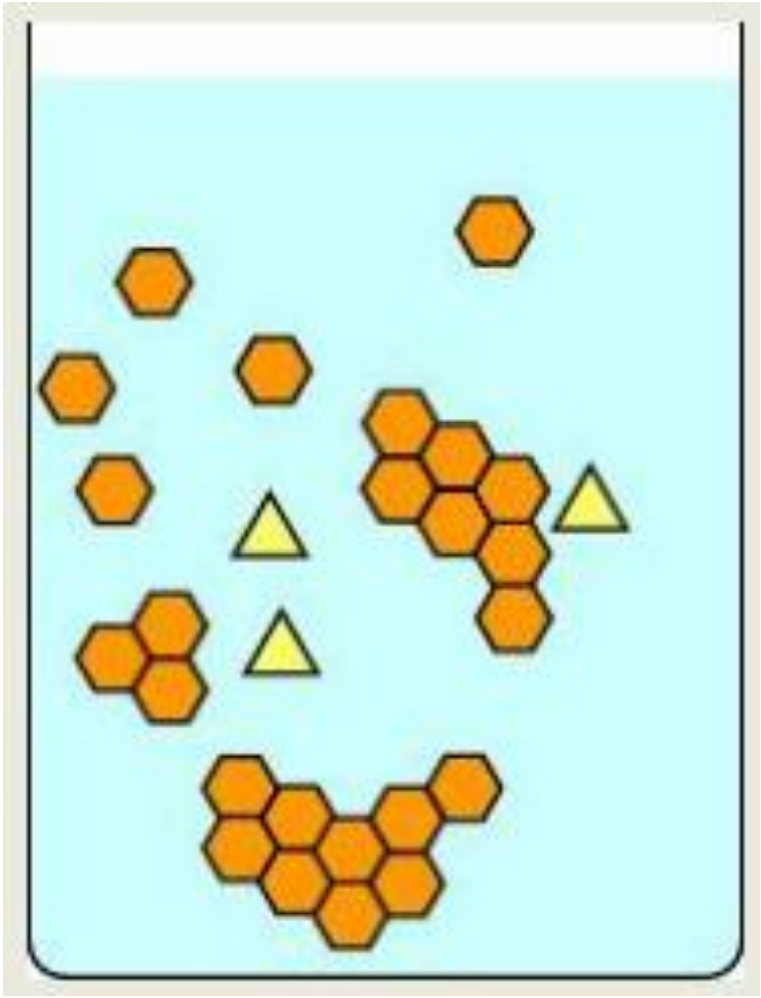
Ο σχηματισμός κρυστάλλων μιας διαλυμένης ουσίας από ένα διάλυμα είναι μια επιλεκτική διαδικασία.

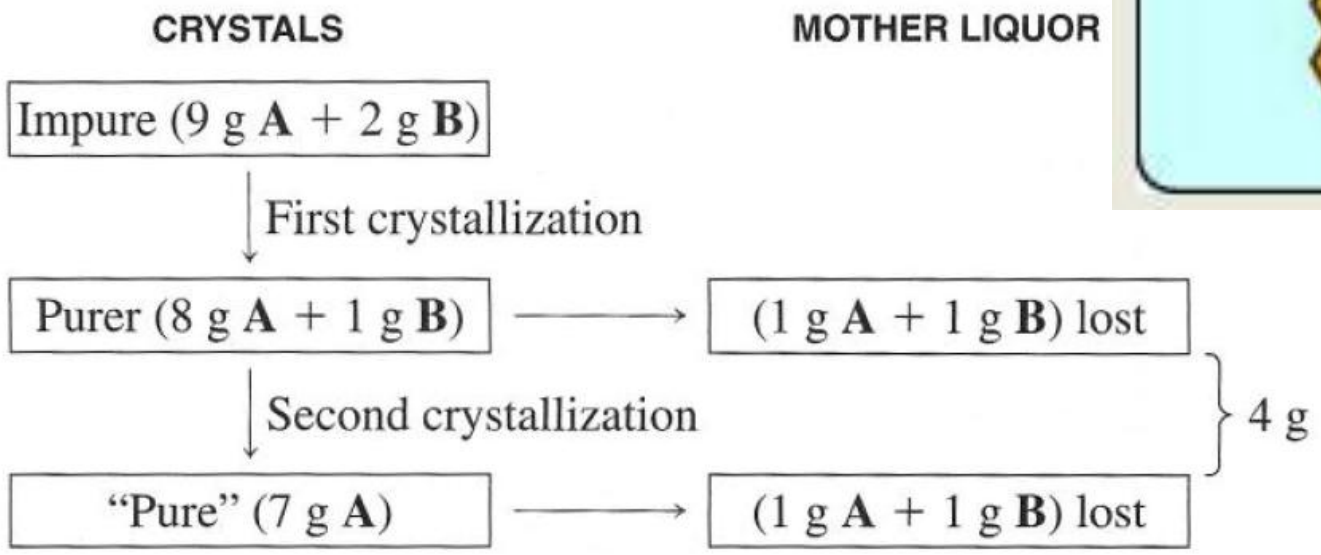


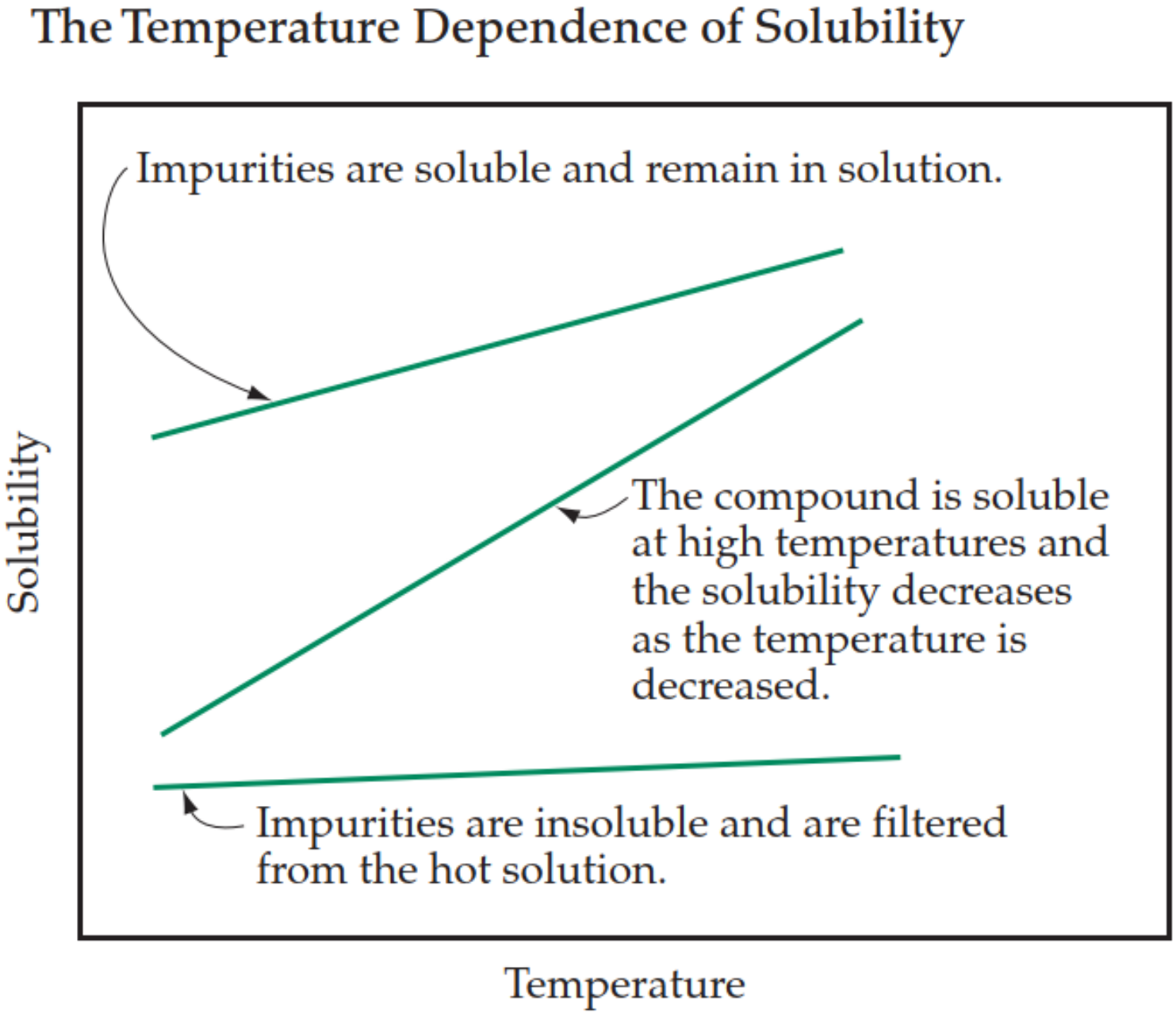
Στην ανακρυστάλλωση, αρχικά η διάλυση του ακάθαρτου στερεού σε έναν κατάλληλο θερμό διαλύτη καταστρέφει το ακάθαρτο κρυσταλλικό πλέγμα και η ανακρυστάλλωση από τον κρύο διαλύτη παράγει επιλεκτικά ένα νέο, καθαρότερο.

2. Θεωρητικό μέρος

Όταν ένα στερεό κρυσταλλώνεται με τη σωστή ταχύτητα υπό τις κατάλληλες συνθήκες συγκέντρωσης και διαλύτη, μπορεί να προκύψει ένα σχεδόν τέλειο κρυσταλλικό υλικό, επειδή μόνο μόρια του σωστού σχήματος ταιριάζουν άνετα στο κρυσταλλικό πλέγμα.






The Temperature Dependence of Solubility
Impurities are soluble and remain in solution.
The compound is soluble at high temperatures and the solubility decreases as the temperature is decreased.
Impurities are insoluble and are filtered from the hot solution.
Solubility
Temperature

2. Θεωρητικό μέρος

1ο Βήμα αποτελεί την επιλογή του διαλύτη

Αποτελεί το κρισιμότερο στάδιο, οι πλέον σημαντικές ιδιότητες που πρέπει να φέρει για να είναι λειτουργικός είναι:

1. Να μην αντιδρά με την ουσία που θα καθαρίσουμε.
2. Να διαλύει την ουσία στο σημείο βρασμού του ή κοντά σ' αυτό και να παρουσιάζει πολύ μικρή διαλυτότητα η ουσία σε θερμοκρασία δωματίου.
3. Οι προσμίξεις να διαλύονται τελείως στο διαλύτη σε θερμοκρασία δωματίου ή να μην διαλύονται καθόλου σ' αυτή τη θερμοκρασία.
4. Να έχει μικρό σημείο βρασμού, έτσι ώστε να είναι εύκολη η ξήρανση της ουσίας.
5. Να βοηθάει στη διαμόρφωση καλά σχηματισμένων κρυστάλλων .

2. Θεωρητικό μέρος

Έστω ότι η ένωση που μας ενδιαφέρει είναι η **A** και οι προσμίξεις η ένωση **B**, η οποία βρίσκεται σε ποσοστό 5%.
Στην πλειονότητα των περιπτώσεων θα έχουν διαφορετικές διαλυτότητες σε έναν συγκεκριμένο διαλύτη (έστω S_A και S_B).
Υποθέτουμε πως η διαλυτοποίηση της μίας δεν επηρεάζει την άλλη.

Έτσι θα υπάρχουν δύο περιπτώσεις:

1. $S_B > S_A$, η πρόσμιξη να είναι περισσότερο διαλυτή και
2. $S_A > S_B$, η πρόσμιξη να είναι λιγότερο διαλυτή

Όσον αφορά την πρώτη περίπτωση είναι προφανές πως με διαδοχικές εκπλύσεις απομακρύνεται στο διάλυμα αρκετά μεγαλύτερη ποσότητα από το B με αποτέλεσμα η A να παραλαμβάνεται καθαρή

2. Θεωρητικό μέρος

Για την 2η περίπτωση ας δούμε ένα συγκεκριμένο παράδειγμα

Ας υποθέσουμε ότι οι διαλυτότητες των ουσιών **A** και **B** σε έναν διαλύτη στην θερμοκρασία των 15°C είναι αντίστοιχα 10 γρ και 3 γρ ανά 100 ml διαλύτη

Αν υποθέσουμε ότι έχουμε ένα μίγμα 50 γρ που αποτελείται από 47,5 γρ Α και 2,5 γρ Β διαλύονται σε 100 ml διαλύτη σε θερμοκρασία κοντά στο σημείο βρασμού του.

Κατόπιν στην συνέχεια ψύχονται στους 15°C και στο διάλυμα θα παραμείνουν (με βάση τις διαλυτότητες τους σε αυτήν την θερμοκρασία) 10 γρ από την Α και 2,5 γρ από την Β (το σύνολο μια και η διαλυτότητα είναι 3 γρ/100ml).

Έτσι παραλαμβάνονται 37,5 γρ καθαρών κρυστάλλων από το Α

Ένας γενικευμένος τρόπος σκέψης που μας βοηθάει να επιλέξουμε τον κατάλληλο διαλύτη (Προσοχή στις εξαιρέσεις):

- Μια ένωση διαλύεται καλύτερα σε έναν διαλύτη με τον οποίο έχει παρόμοια χημικά και φυσικά χαρακτηριστικά
- Καθώς ανεβαίνουμε τα μέλη μιας ομόλογης σειρά οι διαλυτότητες τείνουν να γίνουν όλο και περισσότερο με του υδρογονάνθρακα με τον οποίον έχουν ίδιο αριθμό ατόμων άνθρακα
- Μια πολική ουσία διαλύεται περισσότερο σε ένα πολικό διαλύτη παρά σε έναν άπολο

Σε περιπτώσεις παρουσίας έγχρωμων προσμίξεων προστίθεται κατά την διαδικασία της διαλυτοποίησης ενεργός άνθρακας για την απομάκρυνση του. Χρειάζεται προσοχή γιατί μπορεί να προσροφήσει και μέρος της ουσίας μας. Απομακρύνεται με την θερμή διήθηση

Αν μια ένωση διαλύεται εύκολα σε κάποιους διαλύτες και δεν διαλύεται σχεδόν καθόλου σε άλλους τότε μπορεί να χρησιμοποιηθεί μίγμα τους (mixed solvents ή solvent pairs) με πολύ καλά αποτελέσματα.

Οι δύο διαλύτες πρέπει να είναι πλήρως αναμίξιμοι

Το ακάθαρτο μίγμα διαλύεται αρχικά στον διαλύτη Α που έχει μεγάλη διαλυτότητα και στην συνέχεια προστίθεται ο δεύτερος διαλύτης Β στον οποίο έχει πολύ μικρή διαλυτότητα αργά και σε θερμοκρασία κοντά στο σημείο ζέσεως του μέχρι να εμφανισθεί θόλωμα στο διάλυμα.
Κατόπιν με λίγο από τον διαλύτη Α το διάλυμα γίνεται πάλι διαυγές. Στην συνέχεια το διάλυμα ψύχεται για την καθίζηση της ουσίας

Τέτοια μίγματα μπορεί να είναι :
Αλκοόλες με νερό, Ακετόνη και πετρελαικός αιθέρας, Διαίθυλ αιθέρας και πεντάνιο, αιθανικό οξύ και νερό, διμέθυλοφορμαμίδιο και νερό

Κάποιες φορές αντί για κρυστάλλους διαχωρίζεται μια 2η υγρή φάση (συχνά αναφέρεται ως «λάδι»).

Υπάρχει η πιθανότητα να στερεοποιηθεί στην συνέχεια, αλλά ίσως απαιτηθεί αρκετός χρόνος με αποτέλεσμα να εγκλωβιστούν στους κρυστάλλους μόρια από το μητρικό υγρό πράγμα που οδηγεί σε χαμηλή καθαρότητα.

Ο διαχωρισμός της ελαιώδους φάσης μπορεί να αποφευχθεί εάν το διάλυμα αραιωθεί αρκετά αλλά έτσι θα έχουμε αυξημένες απώλειες.

Εναλλακτικά θα μπορούσε να επαναθερμανθεί το διάλυμα μέχρι να γίνει πλήρως διαυγές. Κατόπιν ψύχεται ακαριαία με ισχυρή ανάδευση ώστε η ελαιώδης φάση να διασπαρεί σε ολο τον όγκο του διαλύματος .

Μόλις αρχίσουν να σχηματίζονται κρύσταλλοι –που αυτό θα γίνεται σε όλο τον όγκο- και η ελαιώδης φάση έχει απομακρυνθεί, σταματάει η ανάδευση και το διάλυμα αφήνεται ώστε να συνεχιστεί η καθίζηση των κρυστάλλων

3. Λυμένα παραδείγματα

Μίγμα 20 γρ που περιέχει 19 γρ Α και 1 γρ Β ανακρυσταλλώνεται από τολουόλιο

Διαλυτότητες στους 20°C **A** 1,5 γρ/100 ml **B** 0,5 γρ/100 ml

Διαλυτότητες στους 110°C **A** 10 γρ/100 ml **B** 8 γρ/100 ml

Πόσο διαλύτη θα χρειαστούμε για να πάρουμε καθαρό το Α;

Τι ανάκτηση θα έχουμε;



Τα 10 γρ Α διαλύονται σε 100 ml
Τα 19 διαλύονται σε Χ ==> Χ=190 ml

Τα 1,5 γρ Α διαλύονται σε 100 ml
Τα Υ διαλύονται σε 190 ml ==> Υ=2,85 γρ Α εν διαλύσει

Τα 0,5 γρ Β διαλύονται σε 100 ml
Τα Ζ διαλύονται σε 190 ml ==> Ζ=0,95 γρ Β εν διαλύσει (δεν καθαρίζει)

Τα 0,5 γρ Β διαλύονται σε 100 ml
Τα1 γρ διαλύονται σε Κ ==> Κ=200 ml

Τα 1,5 γρ Α διαλύονται σε 100 ml
Τα Χ' διαλύονται σε 200 ==> Υ=3 γρ Α εν διαλύσει, άρα 16 γρ pure

5. Ασκήσεις για αναφορά

1. Πώς θα επηρέαζαν τα παρακάτω το ποσοστό ανάκτησης και το σημείο τήξης της προς ανακρυστάλλωση ουσίας;
α) χρησιμοποιήθηκε υπερβολική ποσότητα διαλύτη ανακρυστάλλωσης.
β) οι κρύσταλλοι (μετά τη διήθηση υπό κενό) ξεπλύθηκαν με θερμό διαλύτη.
γ) οι κρύσταλλοι δεν ξεπλύθηκαν καθόλου.
δ) οι κρύσταλλοι δεν αφέθηκαν να στεγνώσουν πλήρως κατά τη διήθηση υπό κενό.

2. Έχουμε μίγμα της κρυσταλλικής ουσίας Α και της κρυσταλλικής ουσίας Β. Το μίγμα ζυγίζει 10 γρ και είναι 90% Α και 10% Β. Θέλουμε να καθαρίσουμε το Α από το Β. Διαλύτης επιλέγεται το νερό.
Οι διαλυτότητες στους 15^{o}C είναι: **ΟΥΣΙΑ Α** 0,1 γρ στα 100 γρ Νερού, **ΟΥΣΙΑ Β** 0,6 γρ στα 100 γρ Νερού
Οι διαλυτότητες στους 100^{o}C είναι: **ΟΥΣΙΑ Α** 2,5 γρ στα 100 γρ Νερού, **ΟΥΣΙΑ Β** 3,5 γρ στα 100 γρ Νερού
α) Πόσα γρ Νερού κατ ελάχιστο πρέπει να χρησιμοποιηθούν αν η διαλυτοποίηση γίνει στους 100^{o}C;
β) Θα καθαρίσει πλήρως η ουσία Α;
γ) Αν είχαμε 2 γρ ιζήματος απώλειες κατά την διαδικασία, πόσα γρ Α θα παραδώσουμε; Η διαλυτότητα της μιας δεν επηρεάζει την διαλυτότητα της άλλη;