

Recristalizaciones de sólidos en medio acuoso y disolventes orgánicos

Introducción

Los productos sólidos que se obtienen en una reacción suelen estar acompañados de impurezas que hay que eliminar para poder disponer del producto deseado en el mayor grado de pureza posible. El método más adecuado para la eliminación de las impurezas que contaminan un sólido es por cristalizaciones sucesivas bien en un disolvente puro, o bien en una mezcla de disolventes. Al procedimiento se le da el nombre genérico de recristalización. El procedimiento consiste en

1. Disolución del producto cristalino impuro en un disolvente adecuado a la temperatura de ebullición o en sus proximidades
2. Filtrar la solución obtenida en caliente para eliminar las partículas insolubles como el polvo u otras impurezas
3. Dejar enfriar la disolución lentamente hasta que la cristalización del producto purificado sea lo más completa posible
4. Separar los cristales obtenidos del líquido sobrenadante (aguas madres) por filtración
5. Secado del sólido obtenido
6. Comprobación de la pureza del sólido obtenido a través de sus constantes físicas (punto de fusión y datos espectroscópicos)

El punto crucial de en el proceso de cristalización es la elección adecuada del disolvente que debe cumplir las siguientes propiedades

- a) Alto poder de disolución de la sustancia que se va a purificar a elevadas temperaturas
- b) Baja capacidad de disolución de las impurezas que contaminan al producto en cualquier rango de temperatura
- c) Generar buenos cristales del producto que se va a purificar
- d) Fácil de eliminar

Un factor muy importante a tener en cuenta es si el disolvente es acuoso u orgánico. En caso de usar disolventes orgánicos es necesario **siempre** calentar la mezcla con el montaje de reflujo. Si no se hace de esta manera se generan vapores inflamables que pasan a la atmósfera y que en contacto con llamas o focos de calor conducen a un serio riesgo de incendios y explosiones.

Material	Montajes y equipos
Embudo cónico	Equipo de filtración por gravedad
Erlenmeyer	Equipo de filtración por succión
Vaso de Precipitados	Equipo de reflujo
Büchner	
Kitasatos	
Matraz de boca esmerilada	
Refrigerante de reflujo	
Filtro de pliegues	

Reactivos	Cantidad	Observaciones
Ácido benzoico	1g	
Acetanilida	1 g	
Naftaleno	2,5 g	
Agua destilada		
Etanol	12 ml	
Carbón activo	0.3 g aproximadamente	

Procedimiento

A.- Recristalización de ácido benzoico en agua

Pesar 1 g de ácido benzoico, transferirlo a un vaso de precipitado. Añadir aproximadamente 20 ml de agua destilada y calentar la mezcla hasta ebullición. Añadir poco a poco porciones de agua caliente, agitando hasta total disolución.

Quitar el erlenmeyer de la fuente de calor, filtrar en caliente con un filtro de pliegues y un embudo y el dejar enfriar el filtrado a temperatura ambiente durante un mínimo de 20 minutos. Separar los cristales obtenidos filtrando por succión. Secar el sólido y pesar una vez seco.

Determinar los puntos de fusión antes y después del proceso de recristalización.

B.- Recristalización de acetanilida en agua

Pesar 1g de acetanilida, transferirla a un erlenmeyer. Añadir 20 ml de agua y calentar suavemente. Se observa la aparición de un aceite en la solución que termina de disolverse con la adición de diversas porciones de agua caliente. Si se obtiene una solución coloreada añadir una pequeña porción de carbón activo (aproximadamente 0.3 g). Filtrar en la solución en caliente con un filtro de pliegues y un embudo cónico. Dejar enfriar la mezcla durante 30 minutos y separar los cristales filtrando por succión. Secar el sólido y pesar.

Determinar los puntos de fusión antes y después de la recristalización.

C.- Recristalización de naftaleno con etanol (cristalización con un disolvente inflamable)

Pesar 2.5 g de naftaleno. Transferir el sólido a un matraz de fondo redondo de 50 ml y añadir 12 ml de etanol y un trozo de plato poroso. Acoplar un refrigerante de reflujo y calentar la mezcla hasta ebullición. Añadir con la ayuda de una pipeta Pasteur más etanol en porciones de 1 ml manteniendo el reflujo hasta la completa disolución del sólido. Filtrar en caliente con un filtro de pliegues, con mucha precaución evitando la proximidad de focos de calor y de aspirar los vapores. Recoger el filtrado en un erlenmeyer de 50 ml y taponarlo con un corcho. Dejar enfriar a temperatura ambiente al menos durante 30 minutos y filtrar en un Büchner. secar y pesar el sólido obtenido

Determinar los puntos de fusión antes y después de la recristalización.

Otros ejemplos de recristalización con disolventes orgánicos:

- a) 2.5 g de ácido benzoico en 15 ml de metanol (lavar los cristales con una mezcla de metanol agua al 50%)
- b) 1 g de acetanilida en 20 ml de tolueno (filtrar en un embudo caliente)

Bibliografía:

Vogel's. Textbook of Practical Organic Chemistry 5th Edition, Longman, página 151-152