

CRISTALIZACION

I.- OBJETIVOS :

- Poder lograr la purificación de la materia utilizada reconociendo procedimientos experimentales.
- Obtener cristales de acetanilida pura.

II.- FUNDAMENTO TEORICO :

Es un método que sirve para purificar sustancias , consiste en formar una solución sobresaturada, pues se basa en la solubilidad de las sustancias (a mayor temperatura , mayor solubilidad) el exceso del soluto sobresaturado es el que se cristaliza .

Se entiende por cristalización , al paso de un cuerpo desde un estado cualquiera al cristalino, aunque en sentido estricto es el paso desde el estado de solución al cristalino.

Es un procedimiento utilísimo de purificación e identificación de sustancias.

En líneas generales la operación consiste en disolver en caliente la sustancia, la mezcla caliente se filtra para eliminar todas las impurezas solubles , y entonces la solución se deja enfriar para que se produzca la cristalización. En el caso ideal, toda la sustancia deseada debe separarse en forma cristalina y todas las impurezas solubles deben quedarse disueltas en la aguas madres, finalmente los cristales se separan por filtración y se deja secar, cuando se desconoce una sustancia y se teme pueda descomponerse a alta temperatura se deja al vacío.

PREPARACIÓN DE LA SOLUCION :

El objetivo es disolver el soluto en la mínima cantidad de disolvente a temperatura de ebullición.

DECOLORACIÓN

A menudo la solución se colorea con impurezas orgánicas de alto peso molecular. En estos casos el color se puede eliminar hirviendo la solución con una pequeña cantidad de carbón adsorbente activado.

La cantidad de carbón empleado debe ser la mínima , puesto que inevitablemente cierta cantidad del compuesto deseado se adsorbe también.

CARBON ACTIVADO

Es un carbón amorfo que ha sido sometido a tratamientos especiales con el fin de elevar grandemente su superficie por formación de poros intermedios .

Esta estructura aumenta grandemente su capacidad adsorbente de gases y vapores, así como de sustancias disueltas o dispersas en líquidos.

FILTRACIÓN DE LA SOLUCION EN CALIENTE

La filtración ha de ser rápida, por lo cual tenemos que emplear un filtro y un embudo de pico a vástago corto. La filtración se hace caliente , pues no debe cristalizar en el filtro.

Para aumentar la velocidad de filtración se puede utilizar un filtro de pliegues. Si un ligero enfriamiento de la solución provoca la cristalización de gran cantidad de soluto, se puede emplear un exceso de disolvente o un baño de agua caliente especial para calentar el embudo.

Si la filtración se hace lenta por obturación de los poros del papel de filtro, debido a impurezas coloidales o gelatinosas , se puede añadir un coayudante de filtración directamente al líquido o bien se puede colocar el papel de filtro en un Buchner o embudo de Hirsh.

ENFRIAMIENTO

En esta fase se forman los cristales. Se debe cristalizar la mayor cantidad de sustancia con mínimo de impurezas .

El tamaño de los cristales se puede controlar por la velocidad de cristalización , una cristalización rápida . favorece la cantidad de cristales pequeños y una cristalización lenta origina cristales grandes .

SEPARACIÓN DE LOS CRISTALES

Aquí separamos los cristales quitándole las aguas madres usando una mínima evaporación. Generalmente se emplea un embudo de Buchner unido a un Kitasato a través de un tapón de goma taladrado , el kitasato a su vez, se conecta con una goma de vacío a un frasco de seguridad en comunicación con la trampa de vacío.

SECADO

El secado de los cristales por lo general se hace al vacío , sobre todo si no se conoce las propiedades térmicas del problema, pero de manera general, para privarlas de agua se puede colocar a 80°C en la estufa , si el punto de fusión de la misma es superior a 100°C.

El desecador al vacío se utiliza normalmente para sustancias que se descomponen con el calor. El secado de una sustancia supone la liberación total de cualquier solvente adherido a los cristales.

III.- Materiales:

3 vasos de precipitación, 1 bragueta, 2 papeles de filtro, capilares (ó perlas de vidrio), 1 embudo, una rejilla metálica, 1 trípode, 1 mechero, 1 soporte universal

IV.- Reactivos:

Acetanilida (4gr), agua destilada, carbón activado, hielo.

V .- PARTE EXPERIMENTAL

Se procede a llevar nuestra sustancia problema (acetanilida) a un vaso de precipitado, conteniendo entre 120 ml. De agua , para disolver la acetanilida .

Para que la disolución sea la mas rápida , se lleva a calentar , agregándole a continuación una cantidad mínima de carbón activado para disolver fácilmente las impurezas.

Luego se procedió a armar el equipo de filtrado , a continuación se filtro la solución en caliente, finalizando esto quedando en el papel filtro el carbón activado mas las impurezas y en el vaso, el soluto.

Finalizando el proceso de filtrado , se procedió a calentar nuevamente para que se evaporen las aguas madres (de 120ml. A 50 ml.) para que así quedase una mayor concentración de nuestra sustancia a cristalizar .

Enseguida se procedió a enfriar ,mediante el proceso de refrigeración , obteniéndose al cabo de minutos cristales de tamaño medio.

Finalmente se procedió a llevar los cristales al proceso de filtración al vacío, para así obtener nuestros cristales de acetanilida.

VI.- CONDICIONES QUE DEBE CUMPLIR UN DISOLVENTE PARA REALIZAR UNA BUENA CRISTALIZACION :

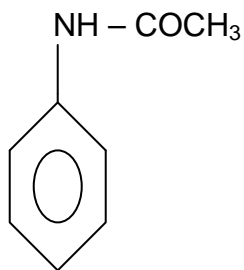
- Que a temperatura elevada disuelva rápidamente el soluto
- Que al bajar la temperatura el soluto sea muy poco soluble en el.
- Que no reaccione el soluto.
- Que sea lo suficiente volátil, para ser fácilmente eliminado de los cristales.
- Que al enfriarse debe suministrar rápidamente cristales bien formados del compuesto que se purifica.
- Que en el frío, las impurezas sean mas solubles que el soluto.

Los disolventes mas utilizados son : **agua**(p. eb. = 100°C), **etanol** (p. eb. = 78.5°C),**acetona** (p. eb. = 56.5°C), **éter etílico** (p. eb. = 35°C), **benceno** (p. eb. = 80°C) , **Ácido Acético** (p.eb. = 118°C) , **acetato de etilo** (p. eb. = 78°C) , **éter de petróleo** (p. eb. = 30°-60°C), también se puede utilizar mezclas de disolventes

como por ejemplo : **agua – acetona, benceno – éter de petróleo, agua – ácido acético**, etc.

ACETANILIDA

- **Nombre químico** : N- Fenilacetamida
- **Formula** : $C_6H_5NH (COCH_3)$
- **Propiedades** : Escamas cristalinas brillantes o blancas , o polvo cristalino, inodoro, estable en le aire, gusto ligeramente ácido, soluble en agua caliente , alcohol, éter, cloroformo, acetona, glicerol, benceno.
- **Obtención**: Acetilacion de la Anilina con ácido Acético glacial.
- **Peligros**: toxico con ingestión.
- **Usos**: Acelerador del caucho , inhibidor del peroxido de hidrógeno, estabilizador para esteres de celulosa adsorbentes, elaboración de productos intermedios (p-nitro anilina, p-nitroacetanilina, p-fenilendiamina), alcanfor sintético, productos químico farmacéuticos, colorantes, precursor en la elaboración de penicilina, medicina (antisépticos), Acetoamisol.
- **Estructura Química**:



VII.- RECOMENDACIONES :

- Agregar la cantidad adecuada del carbón activado (ni muy poco, ni en exceso)
- Utilizar el carbón activado para que este adsorba las impurezas.

- Filtrar lentamente cuidando que no pase el carbono y las impurezas ya que afectaría en la obtención de la sustancia en el proceso.
- Se debe enfriar la solución lentamente para que las moléculas se acomoden.
- Para lograr una mejor conformación de cristales en el experimento , el cambio de temperatura tendría que ser en forma lenta originándose así cristales mas grandes.

VIII.- CONCLUSIONES :

- La cristalización es el método mas útil para purificar las sustancias sólidas.
- El carbón activado tiene como finalidad eliminar las impurezas, pero este agregado debe ser una mínima cantidad.
- La finalidad de la filtración en caliente es para evitar la formación prematura de los cristales en el papel del filtro y que se contaminen nuevamente .
- En cuanto al filtrado al vacío es para poder eliminar las aguas madres que todavía acompañan a los cristales.

¿ Como influye la Velocidad de enfriamiento en la formación de Cristales

Influye en tal modo que un control en la velocidad de enfriamiento nos originara cristales grandes si dicha velocidad es lenta, caso contrario los cristales serán pequeños.

XIX.- BIBLIOGRAFÍA

- L. ORTHENER.- L. RETCHEL: - Prácticas de Química Orgánica Editorial Labor S.A. RAY Q. BREWSTER – CALVIN A. VANDERWERF – Curso Práctica de Química Orgánica. Editorial Alambra.

