



TRABAJO PRÁCTICO N° 16 **CRISTALIZACIÓN**

✓ **OBJETIVO:**

Estudiar la influencia de la sobresaturación relativa sobre el tamaño de los cristales, y su formación; separación de una mezcla por cristalización fraccionada; y recristalización de una serie de sustancias.

✓ **MATERIALES:**

- ◆ Vaso de precipitado 100 ml
- ◆ 2 Vaso de precipitados 250 ml
- ◆ Termómetro
- ◆ Vidrio de reloj
- ◆ Tubos de ensayo
- ◆ Pipeta graduada de 10 ml
- ◆ Pipeta de 5 ml
- ◆ Soporte universal
- ◆ Gafas de seguridad
- ◆ Equipo de calentamiento
- ◆ Equipo de pesada
- ◆ Equipo de filtración
- ◆ Agarradera con nuez
- ◆ Escobilla
- ◆ Gradilla
- ◆ Cristalizador
- ◆ Microscopio

✓ **SUSTANCIAS:**

KClO ₃	Etanol
Pb(NO ₃) ₂	Agua destilada (4-5 litros)
AgNO ₃	NaNO ₃
MnSO ₄	KI
H ₃ PO ₄ (c)	NaCl
NaHCO ₃	

Drogas comerciales que le serán entregadas al iniciar el trabajo

✓ **PROCEDIMIENTOS:**

A) INFLUENCIA DE LA SOBRESATURACIÓN RELATIVA SOBRE EL TAMAÑO DE LOS CRISTALES

1. POR VARIACIÓN DE LA TEMPERATURA (forma de enfriamiento)

1. Mediante dos soluciones de KI y $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ obtenga en un tubo de ensayo PbI_2 , es conveniente que el KI no se encuentre en exceso. Prepare dos vasos de precipitado de 250 ml para utilizar como baño para calentamiento, uno de ellos con agua cerca del punto de ebullición (80-90°C) y en el restante agua a la temperatura ambiente.
2. Introduzca el tubo con el PbI_2 sólido obtenido y la solución que lo originó en el baño con agua caliente, manténgalo así hasta notar que se produce la disolución del precipitado. Opérese con un tubo de ensayo de vidrio resistente al cambio de temperaturas, entonces proceda a cambiar el tubo del baño con agua caliente al vaso de precipitado con agua fría, hágalo rápidamente para evitar la cristalización en el proceso de transporte, ubique para ello los dos baños cerca.
3. Deje en reposo unos 4-5 minutos y proceda a filtrar el contenido del tubo de ensayo, extienda luego el papel de filtro y déjelo secar a la temperatura ambiente, observe luego los cristales obtenidos en estas condiciones al microscopio, siguiendo las instrucciones del profesor. De ser posible esquematice el tipo de cristales que observa.
4. Reitere todo el procedimiento con una muestra análoga a la anterior, para ello obtenga el PbI_2 mezclando iguales volúmenes de las mismas soluciones que empleó en el caso anterior. Como en el caso anterior disuelva el precipitado en un baño con agua caliente, y luego deje enfriar la solución obtenida en el mismo baño de calentamiento, de este modo conseguirá un enfriamiento suave, de modo que la sobresaturación relativa será baja en cada instante ya que las variaciones de temperaturas que darán origen a la sobresaturación inicial y a la posterior cristalización, serán pequeñas debido al modo de proceder.
5. Filtrar, dejar secar los cristales, y observar al microscopio, esquematizando, de ser posible, los cristales y su tamaño relativo respecto de los obtenidos en el paso anterior. Compare los resultados y obtenga conclusiones.

2. POR DIFERENCIA DE CONCENTRACIONES DE LOS REACTIVOS A EMPLEAR

Se efectuará la precipitación de PbI_2 partiendo de dos pares de soluciones de distintas concentraciones, de modo que en cada caso sean diferentes la sobresaturación relativa. La preparación de las soluciones puede ser llevada a cabo por un solo equipo de trabajo, del siguiente modo:

1. Pese $4,13 \pm 0,005$ g de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ y llevando a 250 ml de solución mediante el agregado de agua destilada, empleando para efectuar la disolución un vaso de precipitado y transfiriendo la solución a un matraz aforado de 250 ml.
2. Repita la operación disolviendo $4,15 \pm 0,005$ g de KI, y llevando a 250 ml en matraz aforado. De esta manera habrá obtenido dos soluciones de concentraciones aproximadamente 0,1 N.
3. Para obtener soluciones de las dos drogas 0,001 N proceda a efectuar en cada caso la siguiente dilución: mézclense 2,5 ml con pipeta de 5 ml, y viértanse en un matraz aforado de 250 ml, y llévense esas cantidades (para cada solución, o sea la de KI y la de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ a 250 ml de solución, tendrá así soluciones 0,001 N.
4. Introduzca mediante el empleo de una pipeta graduada 5 ml de la solución de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 0,1 N, en un tubo de ensayo perfectamente limpio. Añada luego en el mismo tubo 5 ml (empleando por supuesto otra pipeta) de la solución de KI 0,1N.
5. Deje en reposo hasta notar que el precipitado ha sedimentado.
6. Filtre la solución conteniendo el precipitado y deje extendido el papel de filtro con el precipitado hasta que se seque, observe luego los cristales así obtenidos al microscopio.
7. Repita por completo la operación descrita, empleando ahora las soluciones de concentración 0,001 N.
8. Observe los cristales obtenidos en este caso y compare con los anteriores. Fundamente todos sus resultados en una explicación teórica justificada.

B) CRISTALIZACIÓN FRACCIONADA

1. Prepárese una mezcla de NaCl y KClO_3 pesando 25 ± 1 g de cada droga, de modo de obtener 50 g de mezcla. Consúltense con bibliografía y analícense las curvas de solubilidad de las sustancias a separar.
2. Debe procederse de la siguiente manera: pese 2-4 g de mezcla y colóquela en un vaso de precipitado pequeño, añada agua en una cantidad tal que no llegue a disolver la mezcla (de lo contrario habrá arruinado esta operación), calentar con suavidad el vaso hasta que la temperatura alcance unos $75-80^\circ\text{C}$, si a esa temperatura la mezcla aún no se ha disuelto, agregue un poco más de agua, y prosiga calentando (la temperatura habrá descendido) hasta lograr la disolución.

3. Filtre la solución en caliente y déjela enfriar en reposo.
4. Filtre luego para separar la solución del cristalizado, seque el sólido en estufa adecuadamente, y evapore el agua de la solución suavemente; obtendrá así la sal que se encontraba disuelta.
5. Proceda luego a identificar los sólidos obtenidos, buscando en cada caso la sustancia que supuestamente se debió obtener. Para esto emplear: AgNO_3 y MnSO_4 en solución de H_3PO_4 concentrado.
6. Disolver sólo unos cristales (o gránulos) de las sales a identificar, en 1-2 ml de agua destilada, y añadir sólo unas gotas de la solución diluida de reactivos. Consulte en un texto de química analítica cualitativa o química inorgánica (convenientemente un libro del primer tipo) la condición del medio para que la identificación sea correcta, como así también las ecuaciones químicas correspondientes.

c) RECRISTALIZACIÓN

1. Recibirá una droga sólida que deberá purificar para el laboratorio por recristalización. Introduzca la sustancia en un cristizador y añada agua (puede ser agua común) en una cantidad tal que alcance a disolver el sólido pero no ocupe más de $1/3$ ó $1/4$ de la altura del cristizador; guarde el mismo en su alacena, y déjelo una semana.
2. Luego separe por decantación el cristalizado de haberse producido una cantidad aceptable de éste, séquelo en estufa y entréguelo al profesor para ser guardado. No deben confundirse los cristizadores, para ello deberán rotularse convenientemente.
3. Prepare una solución saturada (con poco exceso de sólido) de NaHCO_3 en agua, y añada de a poco agua destilada hasta que se produzca la disolución de toda la sal, de este modo habrá obtenido una solución no saturada pero cerca del punto de saturación. Para esta operación puede trabajar en un tubo de ensayo grande o en un vaso da precipitado de 50-100 ml.
4. Añada luego, mediante el empleo de una pipeta, etanol, hasta llevar el volumen al doble del valor inicial o más.
5. Separe el sólido cristalizado filtrando, y deje secar el papel de filtro al aire (no cerca de un mechero, recordar que el papel está embebido en alcohol). Una vez hecho esto reintegre la droga al laboratorio.

✓ CUESTIONARIO

- 1) ¿Qué condición deben cumplir dos sustancias para poder ser separadas por cristalización fraccionada?
- 2) ¿Cómo influye la sobresaturación relativa en el tamaño de los cristales?
- 3) ¿Cómo se explica que durante el crecimiento del cristal los iones de la solución fluyan hacia él desde los distintos puntos de la solución?
- 4) ¿Qué sucede si se deja cristalizar una solución sin llevar el control de la misma?