

PURIFICACION DE LOS SÓLIDOS POR CRISTALIZACION

I. OBJETIVOS

Poder lograr la purificación de la muestra utilizada reconociendo procedimientos experimentales.

Obtener cristales de acetanilida.

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 de soluto sobresaturado es el que se cristaliza.

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

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 las aguas madres finalmente los cristales se separan por filtración y deja secar, cuando se desconoce una sustancia y se teme pueda descomponerse por altas temperaturas a la que se expondría se seca al vacío

PREPARACION DE LA SOLUCION

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

DECOLORACION

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 activado empleado debe ser 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.

FILTRACION DE LA SOLUCION EN CALIENTE

La filtración ha de ser rápida por la cual hemos de emplear un filtro y un embudo de pico o vástago corto, la filtración se hace caliente pues no debe cristalizar la sustancia en el filtro.

Para aumentar la velocidad de filtración se puede utilizar un filtro de pliegues, si un ligero enfriamiento de la solución provoca 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 debido a las impurezas coloidales o gelatinosas se puede añadir un coadyuvante de filtración directamente al líquido o bien se puede colocar un 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.

SEPARACION DE LOS CRISTALES

Aquí separamos los cristales quitándoles las aguas madres usando una mínima evaporación, generalmente se emplea un embudo Buchner unido a un kitasato a través de un tapón de goma taladrado el kitasato se une a su vez, se conecta con una goma de vacío con 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 de la muestra problema pero de manera general para privarlas de agua se puede colocar a 80 grados centígrados en la estufa; si el punto de fusión de la misma es de 100 grados centígrados.

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. PARTE EXPERIMENTAL

Se procede a llevar la sustancia problema (acetanilida) a un vaso de precipitado conteniendo estos 100 mililitros de agua para disolver la acetanilida.

Para que la disolución sea mas rápida se lleva a calentar agregándole a continuación una cantidad mínima de carbón activado (5 gramos aproximadamente) para disolver fácilmente las impurezas.

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

Finalizando el proceso de filtrado se procedió a filtrar la muestra problema al vacío armando para esto el equipo de filtrado al vacío asimismo , al momento del filtrado se ha adicionado agua para que se disuelvan las impurezas

Enseguida se llevo la muestra problema en el papel de filtro a la estufa para retirar la humedad durante un espacio de 10 minutos recogiendo la acetanilida cristalizada.

Al hacer el análisis del rendimiento de nuestra muestra problema el porcentaje de rendimiento fue de 68 %.

IV. RECOMENDACIONES

Agregar la cantidad adecuada del carbón activado.

Utilizar el carbón activado para que esta 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 los cristales en el experimento el cambio de temperatura tendrá que ser en forma lenta originándose así cristales más grandes.

V. CONCLUSIONES

La cristalización es el método más útil para purificar las sustancias sólidas.

El carbón activado tiene como finalidad eliminar las impurezas; pero este agregado debe de ser una mínima cantidad.

La finalidad de la filtración en caliente es evitar la formación prematura de los cristales en el papel de 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.



VI. ANEXOS

REQUISITOS QUE DEBE CUMPLIR UN SOLVENTE PARA REALIZAR UNA BUENA CRISTALIZACION

El proceso de disolución es una simple mezcla molecular.

En la elección del solvente se ha de tener en cuenta lo siguiente:

Un solvente adecuado para cristalizar un compuesto, no debe reaccionar con la sustancia que se va purificar.

La diferencia de solubilidad de la sustancia en frío y en caliente sea la mayor posible la mayor posible.

Un disolvente debe de disolver una gran cantidad de sustancia a la temperatura ambiente o ligeramente por debajo de ella.

Debe poseer también un coeficiente de temperatura bajas para las impurezas y además al enfriarse debe suministrar rápidamente cristales bien formados del compuesto que se purifica de los cuales deben ser rápidamente separables.

El disolvente que se ha de utilizar no debe de ser peligroso (inflamable), debe de ser barato.

Ciertas impurezas sobre todo los colorantes no se logran eliminar por simple disolución y cristalización subsiguiente siendo necesario recurrir en tales casos a algunos de los medios siguientes:

Adición de algún adsorbente a la disolución caliente.

Precipitando una sal en la disolución, para que arrastre las impurezas que deseamos eliminar.

Precipitando la sustancia que se trata de purificar en forma de uno de sus compuestos insolubles.

Destruyendo las impurezas por oxidación con permanganato nítrico hipoclorito de sodio, agua oxigenada, por reducción con anhídrido sulfuroso, amalgama de aluminio.

DISOLVENTES MAS UTILIZADOS EN CRISTALIZACIONES

Disolvente	Formula	T fusión (-c)	T congelación (-c)
Éter de petróleo	C_5H_{12}	33,65	<0
Éter	$(C_2H_5)_2 O$	34,6	-116
Acetona	$(CH_3)_2O$	56,1	-95
Ligroina	$(CH_3)_2O$	60-80	<0
Cloroformo	$CHCl_3$	61,3	<0
Alcohol Metílico	$CH_3 OH$	64,7	-98
Tetracloruro de carbono	CCl_4	76,7	<0
Acetato de etilo	$CH_3COOC_2H_5$	77,2	-84
Alcohol etílico	C_2H_5OH	78,1	-116
Benceno	C_6H_6	80,2	5,5
Ácido acético	CH_3COOH	118,1	16,6
Dimetil formamida	$HCON(CH_3)_2$	153	-61
Nitrobenceno	$C_6H_5 NO_2$	210,9	5,7

ACETANILIDA

Nombre químico	:	N-Fenilacetamida
Formula	:	$C_6H_5NH(COCH_3)$
Propiedades	:	Escamas cristalinas brillantes o blancas, polvo cristalino , inodoro estable en el aire gusto ligeramente ácido soluble en el agua caliente , alcohol, éter , cloroformo acetona , glicerol y benceno.
Obtención	:	Acetilacion de la anilina con el ácido acético glacial, acilacion de la anilina con el cloruro de acetilo.
Peligros	:	Toxico por ingestión
Usos	:	Acelerador del caucho, inhibidor del peroxido de hidrógeno, estabilizador para esterres de celulosa absorbentes, elaboración de productos intermedios (p-nitroanilina, p-nitroacetanilida, p-fenilendiamina); alcanfor sintético, productos químicos farmacéuticos; colorantes, precursor en la elaboración de penicilina, medicina (antiséptico); acetoamisol
Estructura química	:	

