

## EXPERIMENTO INICIAL. CRISTALIZACIÓN

### ➤ OBJETIVO(S) ACADÉMICO(S)

- Recordar y aplicar las para realizar una cristalización como método de purificación.
- Observar los factores que pueden afectar en la purificación de un producto durante el proceso de cristalización.
- Confirmar que un sólido ha sido purificado por la técnica de cristalización.

### ➤ PROBLEMA

Dentro de los procesos para purificar sustancias solidas más utilizados, se encuentra el método de cristalización ya que es una de las técnicas más simples. Consiste en generar una disolución del sólido impuro en la menor cantidad de un disolvente adecuado y en caliente. Si se consiguen estas condiciones se genera una disolución saturada que al disminuir la temperatura se sobresatura y se produce la cristalización.

El proceso de cristalización es un proceso dinámico, de forma que las moléculas que están en disolución se encuentran en equilibrio con las que forman parte de la red cristalina. Al realizar este proceso de forma lenta permite un elevado orden durante la formación de la red cristalina al excluir la participación de las impurezas dentro de la misma. Es importante conocer o buscar el disolvente que permita generar la disolución del sólido a cristalizar o en caso de que no lo haya, un par de disolventes que permitan llevar a cabo el proceso.

Experimentalmente se llevará a cabo la cristalización de un sólido para emplear y recordar las etapas de este importante proceso de purificación, así como verificar que se purificó el sólido.

### ➤ REACTIVOS

Acetato de etilo	4 mL	Hexano	1 mL
Cromatofolio	2	Etanol	15 mL
Dibenzalacetona	0.4 g		

### ➤ EQUIPO

Aparato para determinar el punto de fusión	Lámpara de luz UV
Balanza analítica	

### Material por equipo

Agitador de vidrio	1	Nave de pesado	1
Barra para agitación	1	Parrilla de agitación c/calentamiento	1
Cámara de elución con tapa	1	Pinzas de tres dedos con nuez	3
Embudo Büchner con alargadera	1	Probeta graduada de 10 mL	1
Embudo de filtración rápida	1	Recipiente de peltre	1
Espátula	1	Recipiente plástico p/baño de hielo	1
Frasco vial	2	Vaso precipitados de 50 mL	1
Matraz Erlenmeyer de 50 mL	2	Vidrio de reloj	1
Matraz Kitasato de 125 mL c/manguera	1		

## ➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

### Procedimiento

Pese 0.4 g de sólido a cristalizar y se colocan en un matraz Erlenmeyer de 50 mL, en otro matraz Erlenmeyer de 50 mL coloque una barra de agitación y 15 mL de etanol, caliente hasta ebullición. Una vez caliente adicione poco a poco el disolvente al matraz donde se encuentra el sólido agitando constantemente hasta que se disuelva completamente. Caliente un poco la disolución obtenida, no olvide colocar la barra de agitación. Si la muestra contiene impurezas coloridas o resinosas, antes de filtrar en caliente, adicione la cantidad de carbón activado necesario para observar una disolución negra (recuerde retirar el matraz de la fuente de calentamiento antes de adicionar el carbón activado), caliente nuevamente a ebullición por 3 minutos con agitación constante y realice la filtración en caliente (filtración por gravedad, no olvide calentar el embudo de filtración rápida).

Adicione gota a gota agua y con agitación hasta observar una disolución turbia. Agite la disolución y si la turbidez desaparece, continúe agregando gota a gota más agua hasta que la turbidez permanezca. Caliente un poco la disolución para quitar la turbidez y evitar un precipitado, de ser necesario adicione unas gotas de etanol para quitar la turbidez. Enfríe la disolución saturada resultante, permita que se enfríe un poco a temperatura ambiente y posteriormente sumerja la disolución en un baño de hielo para inducir la cristalización. Si los cristales no se forman, talle las paredes con el agitador de vidrio para inducir la cristalización. Una vez formados los cristales, realice una filtración al vacío para separarlos de las aguas madre. Retire las aguas madre del matraz Kitasato y deje secar sus cristales.

Cuando los cristales estén secos, se pesan para calcular el rendimiento. Verifique la pureza del compuesto cristalizado determinando el punto de fusión y comparándolo con una pequeña muestra del compuesto inicial o realizando una cromatografía en capa fina utilizando como eluyente una mezcla de hexano/acetato de etilo en una proporción de 4:1.

### REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Ávila A. J. G. et al, *Química Orgánica: Experimentos con un enfoque ecológico* 2ª edición, UNAM, Dirección General de Publicaciones y Fomento Editorial, **2009**.
2. Brewster, R. Q., Vanderweft, C. A. and McEwen, W. E., *Curso Práctico de Química Orgánica* 2ª ed., Ed. Alhambra, Madrid, **1979**.
3. Pavia, D. L., Lampman, G. M. and Kriz, G. S., *Introduction to Organic Laboratory Techniques: A Contemporary Approach*, Saunders College, Philadelphia, **2011**.
4. Williamson K., Masters K., *Macroscale and Microscale Organic Experiments*, 6 ed., USA, Brooks and Cole, **2010**.
5. Mayo D., Dike R., Forbes D. *Microscale Organic Laboratory: with Multistep and Multiscale Syntheses*, 5 ed., USA, Wiley, **2011**.
6. Fessenden R. J., Fessenden J. S. *Organic Laboratory Techniques*, 3 ed., Brooks and Cole, USA, **2001**.
7. Gilbert J. C., Martin S. F., *Experimental Organic Chemistry A Miniscale and Microscale*, 5 ed. Brooks and Cole, USA **2010**.

8. Vogel A. I., *Practical Organic Chemistry*, 5 ed. Longman Scientific & Technical, London, 1989.
9. Pedersen S. F., Myers A.M., *Understanding the Principles of Organic Chemistry: A Laboratory Course*, Brooks and Cole, USA, **2011**.
10. Armarego W. L. F., Chai C., *Purification of Laboratory Chemicals*, 6 ed., British, USA, 2009.

## **ANEXO**

### **I.- Conocimientos previos**

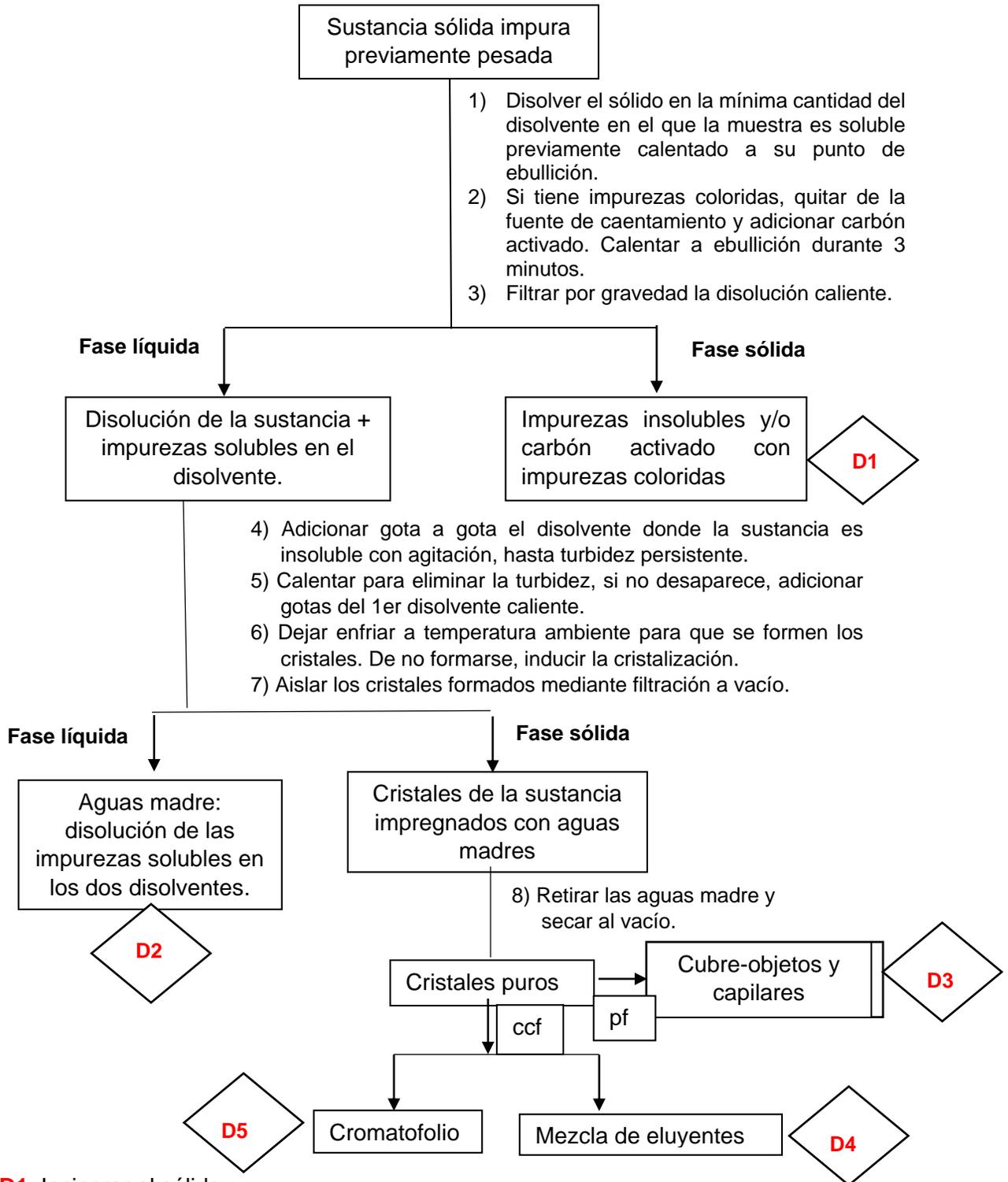
1. Par de disolventes:
  - a) Relación entre solubilidad y estructura molecular.
  - b) Efecto de las fuerzas intermoleculares en la solubilidad.
  - c) Polaridad, solubilidad y orden de polaridad de los disolventes
  - d) Precauciones indispensables para el manejo de los disolventes.
2. Cristalización:
  - a) Fundamentos de cristalización.
  - b) Secuencia para realizar una cristalización por par de disolventes.
  - c) Cualidades del par de disolventes para llevar a cabo una cristalización.
  - d) Selección de pares de disolventes y par de disolventes más comunes.
  - e) Efecto de la velocidad de formación de los cristales en su tamaño y pureza.

### **II.- Cuestionario**

1. ¿Por qué es importante mantener el volumen de la disolución durante el calentamiento?
2. ¿Por qué es necesario eliminar la turbidez de la disolución?
3. ¿Qué cualidades presentaron cada uno de los disolventes para ser usados en una cristalización por par de disolventes?
4. ¿Cuáles son las diferencias que encuentras entre la sustancia purificada y sin purificar?
5. En el proceso de cristalización se efectúan dos tipos de filtraciones, ¿en qué se diferencian? y ¿qué tipo de impurezas se eliminan en cada una de ellas?
6. Indique las diferencias entre una cristalización simple y una por par de disolventes.

#### IV.- Disposición de residuos

### CRISTALIZACIÓN



**D1:** Incinerar el sólido.

**D2:** Filtrar los sólidos. Destilar los disolventes; incinerar los residuos sólidos.

**D3, D5:** Empacar para incineración.

**D4:** Enviar a incineración.