

Recristalización

La recristalización es una técnica instrumental muy utilizada en los laboratorios para llevar a cabo la purificación de sustancias sólidas que contienen pequeñas cantidades de impurezas. Esta técnica se basa en el hecho de que la mayoría de los compuestos incrementan su solubilidad con la temperatura, de modo que la muestra a recristalizar se disuelve en un disolvente o mezcla de disolventes a su temperatura de ebullición. Posteriormente, tras una serie de operaciones sencillas, se deja enfriar lentamente de modo que se genera una disolución del compuesto sobresaturada lo que favorece la formación de cristales de este al encontrarse en mayor proporción. La formación y crecimiento de cristales en una red ordenada de forma lenta favorece la incorporación de moléculas del compuesto excluyendo de esta red cristalina las moléculas de las impurezas, de modo que al final se obtiene un sólido enriquecido en el compuesto que queremos purificar.

El primer paso para abordar un proceso de recristalización es la elección del disolvente. Para ello se realizan pruebas de solubilidad en distintos disolventes de modo que se introduce un poco del compuesto a recristalizar en distintos tubos de ensayo y se adiciona en cada uno los diferentes disolventes elegidos, se calienta y se observa que ocurre. El disolvente óptimo será aquél que disuelva completamente el compuesto en caliente y nada o muy poco en frío. Además es importante que cumpla otras dos características que son tener un punto de ebullición no excesivamente alto y ser inerte con respecto al compuesto a recristalizar para no modificar la integridad de éste.

En algunas ocasiones, no es posible encontrar un disolvente puro que cumpla estos requisitos, y en estos casos, se puede utilizar una mezcla compuesta por dos o más disolventes en cantidades adecuadas. Normalmente, ocurre que el compuesto a purificar es muy soluble en una serie de disolventes, y muy insoluble en otros, de modo que se escoge un disolvente de cada tipo para realizar la mezcla eluyente. Por supuesto, en este caso, además de elegir las proporciones adecuadas de cada uno, es necesario que los disolventes escogidos sean miscibles. Otra manera de llevar a cabo la recristalización en estos casos sería disolver en caliente en la mínima cantidad posible del disolvente en el que se disuelve bien y adicionar una proporción adecuada del disolvente en el que no es soluble para favorecer su cristalización.

A continuación, se describen brevemente los distintos pasos del modo operativo. El material necesario para realizar una recristalización consta de 3 erlenmeyers, un núcleo

magnético, una pipeta Pasteur y una tetina. Además, es necesario realizar una filtración por gravedad para lo que necesitaremos otro erlenmeyer, un embudo cónico y papel de filtro y una filtración a vacío (tema 1) para lo que necesitaremos una fiola y un Büchner o una palca filtrante.

Paso 1: Se deposita el sólido a recrystalizar en un erlenmeyer con un núcleo magnético. En el otro erlenmeyer se adiciona el disolvente o mezcla de eluyentes de recrystalización y se calienta hasta su punto de ebullición.

Paso 2: Se vierte el disolvente a ebullición en el erlenmeyer que contiene el sólido hasta que lo cubre y se calienta con agitación magnética hasta que hierva.

Paso 3: Se van adicionando pequeñas cantidades del disolvente a ebullición con ayuda de la pipeta Pasteur hasta que se disuelve todo el sólido, o hasta que observemos que tras sucesivas adiciones de disolvente a ebullición ya no se disuelve más sólido.

Paso 4: En este punto se procede a realizar una filtración en caliente por gravedad. Hay que tener en cuenta que hemos preparado una disolución saturada y que si se enfría súbitamente se producirá la precipitación del compuesto, por ello es necesario que todo el material necesario, embudo cónico, erlenmeyer y papel de filtro se encuentren calientes. Normalmente el erlenmeyer y el embudo cónico se sacan de la estufa en el momento de filtrarlo y se adiciona una pequeña cantidad del disolvente caliente a través del papel de filtro para que éste se caliente. Se coloca el embudo sobre un aro metálico sujeto a un pie y el erlenmeyer se sujeta con una pinza al pie, se introduce el vástago del embudo cónico en el erlenmeyer y se filtra la disolución caliente de nuestro compuesto. Estas operaciones deben realizarse con premura para evitar que la disolución se enfríe o se evapore demasiada cantidad de disolvente.

Paso 5: Se deja enfriar lentamente el filtrado para que se formen los cristales puros del compuesto deseado. Una vez finalizado el proceso de cristalización se realiza una filtración a vacío (ver técnica correspondiente).

Consideraciones: Con estas operaciones se persigue eliminar los dos tipos de impurezas que podemos tener, las impurezas insolubles y las solubles. Las primeras las eliminamos en el paso 4 cuando realizamos la filtración en caliente por gravedad quedando recogidas en el papel de filtro, las segundas en el paso 5 en la filtración a vacío, quedando disueltas en el filtrado.

Precauciones: Nunca se debe calentar el disolvente en un erlenmeyer directamente sobre la placa calefactora, si este es inflamable, ya que los vapores que se generan se pueden inflamar y originar un fuego que originaría un grave problema de seguridad en el laboratorio.