

CRISTALLIZZAZIONE

Introduzione

La cristallizzazione è una tecnica che consente la separazione di una fase solida, (cristallina appunto), da una fase liquida (solvente). Questo avviene in quanto si creano delle condizioni di sovrassaturazione mediante il raffreddamento della soluzione.

Nella fattispecie, si è purificato un solido inizialmente inquinato con sostanze estranee. Successivamente determinando il punto di fusione, si è potuto constatare la bontà del processo di cristallizzazione.

Infine, si sono sperimentate le solubilità di composti diversi in solventi diversi mediante saggi.

Metodo utilizzato

Le cristallizzazioni sono state effettuate con acqua e con solvente misto (acqua + etanolo).

A) Cristallizzazione dell'acido benzoico da acqua.

Sono stati pesati esattamente 2,5 g di acido benzoico affetto da impurezze di colore grigio. L'acido benzoico grezzo è stato posto in una beuta da 100 ml, in seguito sono stati aggiunti 40 ml di acqua ed il tutto è stato riscaldato non prima di montare una canna refrigerante sulla beuta. Dopo qualche minuto, questa "sabbia" bianco grigia era diminuita, sul fondo era rimasta solo della "sabbia" grigia e, solo dopo che l'acqua che evaporava dalla beuta vi ricadeva dopo essere stata condensata nel refrigeratore, si è potuto filtrare il contenuto della beuta e lo si è potuto lasciare raffreddare. Quando la temperatura del liquido si è abbassata, i cristalli di acido benzoico sono stati chiaramente visibili. Per separare l'acido benzoico dall'acqua si è dovuto ricorrere alla filtrazione sottovuoto con buchner. Solo dopo aver essiccato ciò che era rimasto nel buchner, si è potuto apprezzare la qualità dei cristalli di acido benzoico.

Per testare la purezza dei cristalli, è stato necessario sperimentare il punto di fusione di questi. Nel mio caso il p.f. era di 122,6 °C. Questo risultato è da ritenersi soddisfacente, in quanto il p.f. del nostro acido è sperimentalmente di 122,5 °C. Uno scarto di 0,1 °C denota un buon grado di purezza. Infatti le impurezze alzano o abbassano la temperatura del punto di fusione.

Il peso dell'acido prima dell'essiccamento era di 26,97 g, invece dopo era di 26,6 g. Se si considera il peso iniziale dell'acido grezzo di 27,9 g e quella finale di 26,97, calcoliamo il contenuto di acido puro come $26,97/27,9 = 0,96$ ossia una resa del 96%

B) Cristallizzazione da solvente misto

Per cristallizzare l'aspirina grezza si è usato un procedimento del tutto simile a quello scritto in precedenza se non per qualche piccola differenza. La quantità di sostanza da cristallizzare, questa volta era di 5,05 g. Il solvente era alcool etilico in quantità di 15 ml. Dopo aver sciolto la sostanza in

esame questa è stata versata in un'altra beuta. Quindi sono stati aggiunti 40 ml di acqua e la beuta è stata posta sotto ghiaccio al fine di velocizzare la cristallizzazione dell'aspirina. Successivamente questa sostanza è stata filtrata su buchner. Dopo l'essiccamento il peso dell'aspirina era di 4,4 g La resa è calcolabile come $2,44/5,05 \cdot 100 = 48\%$.

Il punto di fusione invece era di 116,3 °C. Questa temperatura è molto lontana dai 133 °C previsti per l'aspirina pura. Si può quindi affermare che l'aspirina non era assolutamente pura.

Osservazioni

Il fatto che l'acido benzoico avesse una resa così alta ed un punto di fusione tanto vicino a quello tabellato, è una prova del fatto che il campione prelevato fosse quasi del tutto puro, infatti si sono separati solo 0,37 g di impurezze sugli 29,97 g totali originari.

Al contrario, il campione di aspirina, era estremamente ricco di impurezze, ben oltre il 50%!

C) Saggi di solubilità

Questi sono i risultati ottenuti dalle prove di solubilità di varie sostanze in vari solventi come da tabella

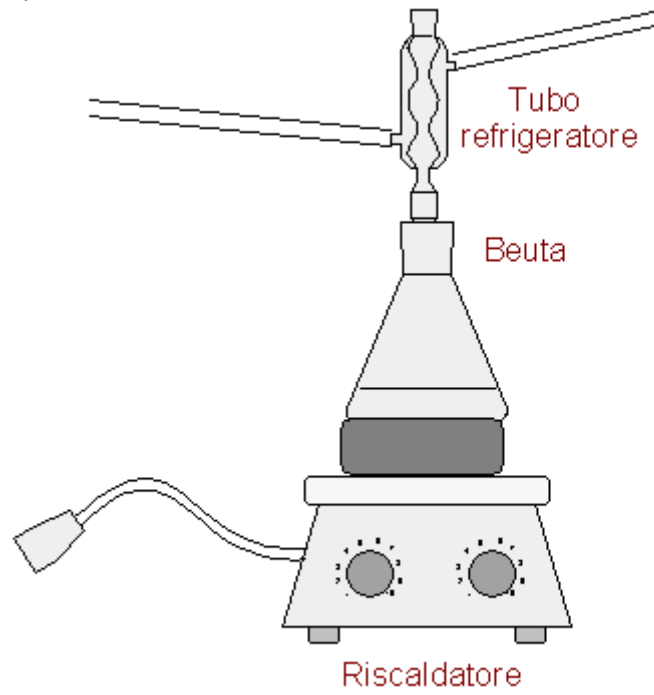
SOSTANZA	Metanolo	Etere etilico	Etanolo	Etere di petrolio	Acetato di etile
Naftalene	si	si	si	si	si
β-Naftolo	si	si	si	si	si
Benzofenone					
Naftalene	no	no	no	si	si
β-Naftolo	no	no	si	no	no
Benzofenone					
A Caldo					
A temp. ambiente					

Osservazioni

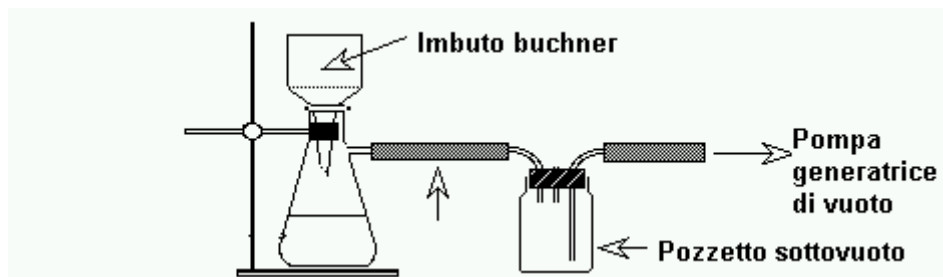
In nessuna prova di solubilità ho potuto riscontrare la formazione di cristalli per raffreddamento

Gli strumenti utilizzati

Per sciogliere i cristalli:



Per asciugare i cristalli:



Per le prove di solubilità:

