

Cristallizzazione e fasi finali della purificazione

Cristallizzazione e fasi finali della purificazione

Il lavoro duro e' stato completato!

Il composto in oggetto e' stato separato da tutti gli altri composti organici della miscela di estrazione, ma si trova ancora in soluzione e possibilmente "contaminato" dai sali dei tamponi o qualche altra impurezza organica. L'ultimo necessario passo consiste nel preparare il composto isolato in una forma adatta al suo eventuale utilizzo. Questo significa che si deve preparare una soluzione concentrata del composto puro o il composto stesso allo stato solido possibilmente in forma cristallina.

Cristallizzazione e fasi finali della purificazione

Il processo della cristallizzazione viene normalmente utilizzato come un normale stadio di purificazione oppure per la preparazione di cristalli per la determinazione strutturale mediante diffrazione ai raggi X.

Cristallizzazione e fasi finali della purificazione

Per stabilire se l'isolamento e la purificazione sono state completate le analisi che normalmente vengono utilizzate sono l'HPLC e la TLC.

Quindi la presenza di un singolo picco all'HPLC o di una sola macchia alla TLC (da controllare con diversi metodi) sono indice che la miscela contiene un solo componente e che il lavoro e' finito.

Cristallizzazione e fasi finali della purificazione

Desalatura e concentrazione.

Gel Filtrazione

Estrazione Liquido-Liquido

Estrazione in fase solida (SPE)

Cristallizzazione e fasi finali della purificazione

Essiccazione:

e' la fase finale nella quale viene rimosso il solvente.

Perché effettuarla?

- Stabilità chimica e fisica

- Calcolo della resa %

- Analisi NMR

Metodi di essiccamento

- Sotto gas inerti

- Mediante evaporatore rotante

- Sotto vuoto

- Centrifugazione sotto vuoto

- Liofilizzazione

Cristallizzazione e fasi finali della purificazione

Che cosa è un cristallo:

I cristalli sono sinonimo di ordine ed è proprio questo ordine che ci permette di riconoscere i materiali cristallini attraverso proprietà fisiche come il punto di fusione, la diffrazione ai raggi X e la presenza di superfici piane (facce) con ben delineati bordi. Ad esempio la lucentezza dei cristalli di zucchero è causata dal riflesso della luce sulle facce dei cristalli. Con il termine policristallino viene descritto un aggregato di cristalli che sono troppo piccoli che non vengono riconosciuti come cristalli ad occhi nudo. Esiste un'ovvia correlazione tra la chimica dei cristalli e quella delle sostanze naturali (es. ossalato di calcio, tartrato acido di potassio nelle cellule di noce moscata, carbonato di calcio nelle cannabinacee).

Cristallizzazione e fasi finali della purificazione

Perché cristallizzare?

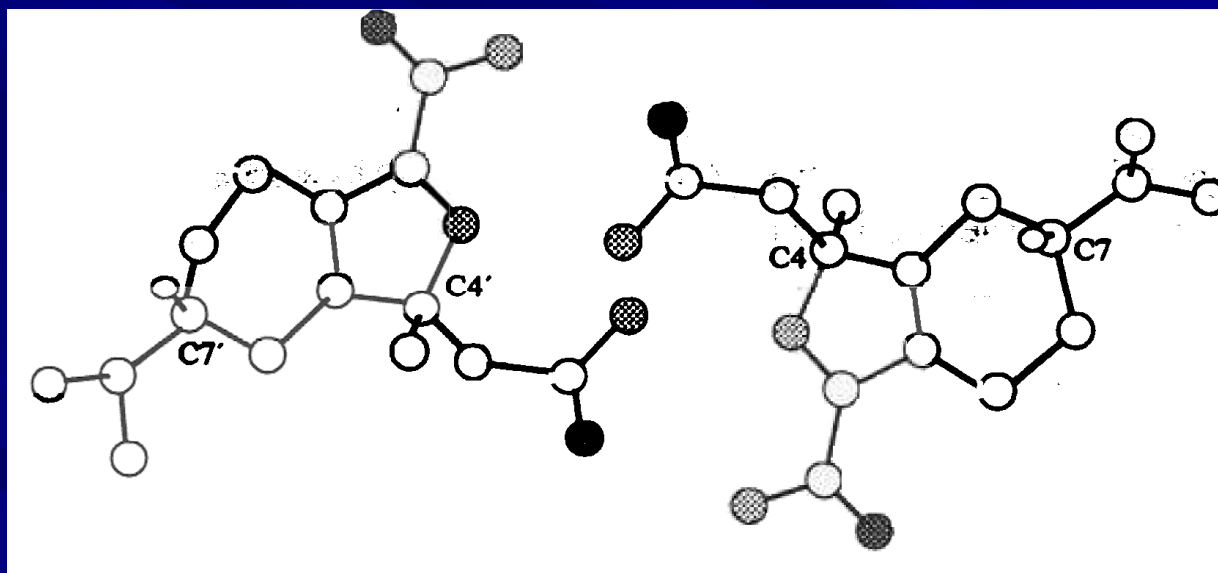
La diffrazione ai raggi X permette di visualizzare la posizione tridimensionale nello spazio degli atomi in un modo molto più diretto che con l'NMR che usa le frequenze radio per “sentire” la risonanza dei nuclei in un campo magnetico.

Mediante i raggi X è possibile determinare, confermare o completare delle strutture molecolari così da stabilire le conformazioni e la stereochimica.

Cristallizzazione e fasi finali della purificazione

Perché cristallizzare?

La diffrazione ai raggi X sull'alcaloide manicolina B ha mostrato come la molecola viene isolata in coppia di diastereoisomeri con la stessa configurazione la C-7 e differente configurazione al C-4. Nel [Cambridge Structural Database \(CSD\)](#) sono depositate più di 360.000 strutture 3D.



Cristallizzazione e fasi finali della purificazione

la cristallizzazione e' un processo in cui avvengono i seguenti passaggi:

1. Una soluzione satura contenente uno o piu' composti i quali diventano soprasaturi.
2. Conseguente nucleazione e crescita dei cristalli.

La cristallizzazione e' essenzialmente un processo che avviene per collisioni. Le molecole collidono fino a formare dei raggruppamenti chiamati nuclei che si sviluppano in cristalli con delle caratteristiche strutturali interne e forme esterne. Ne consegue che i fattori che influenzano la cristallizzazione sono l'agitazione ed il livelli di sovrasaturazione.

Cristallizzazione e fasi finali della purificazione

Cristallizzazione:

Selezione del solvente.

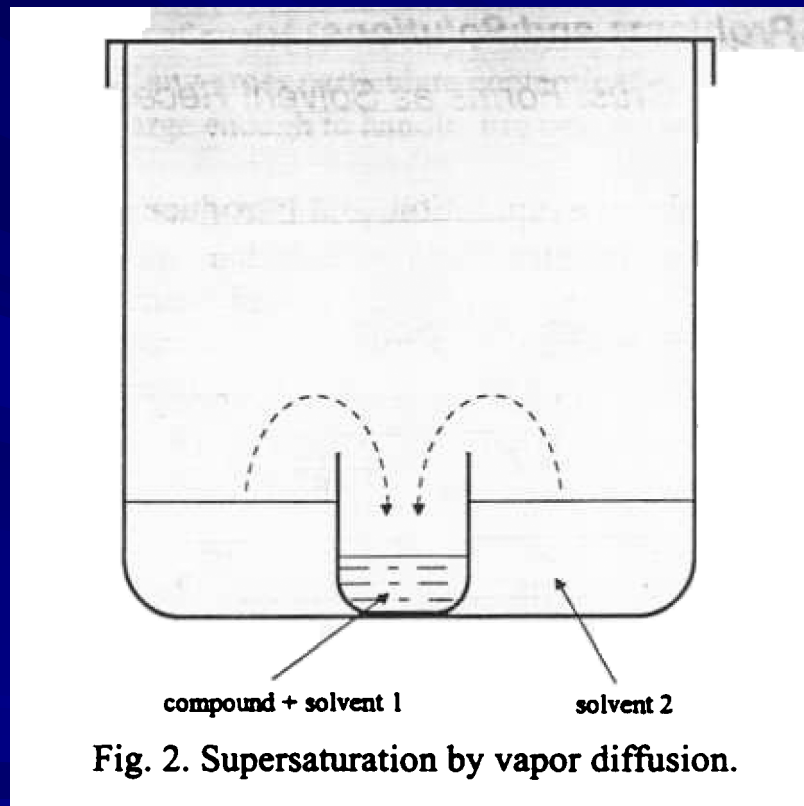
Preparazione della soluzione e
cristallizzazione.

Velocità di evaporazione

Raffreddamento

Diffusione dei vapori

Cristallizzazione e fasi finali della purificazione



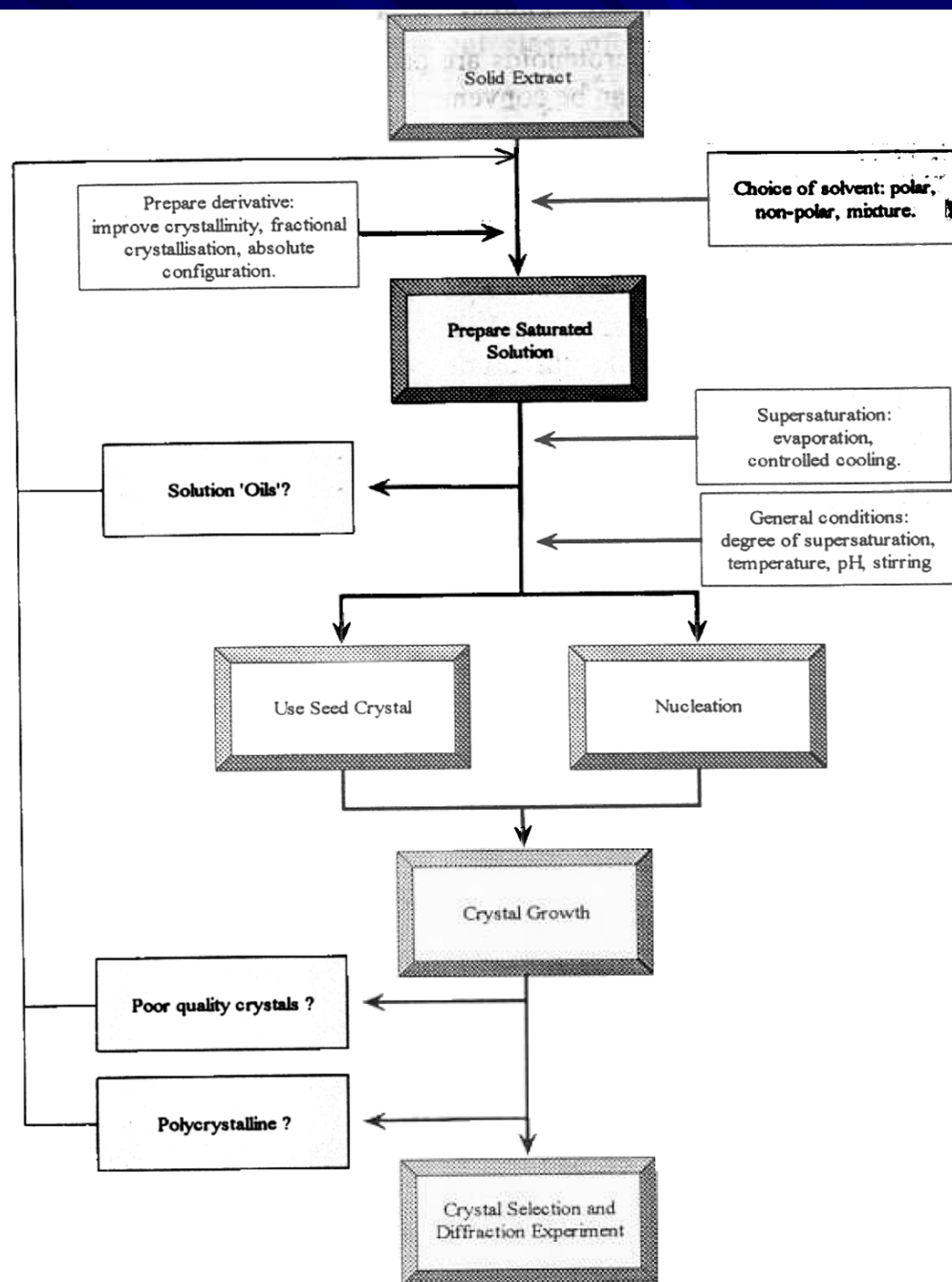


Fig. 4. Summary flowchart.

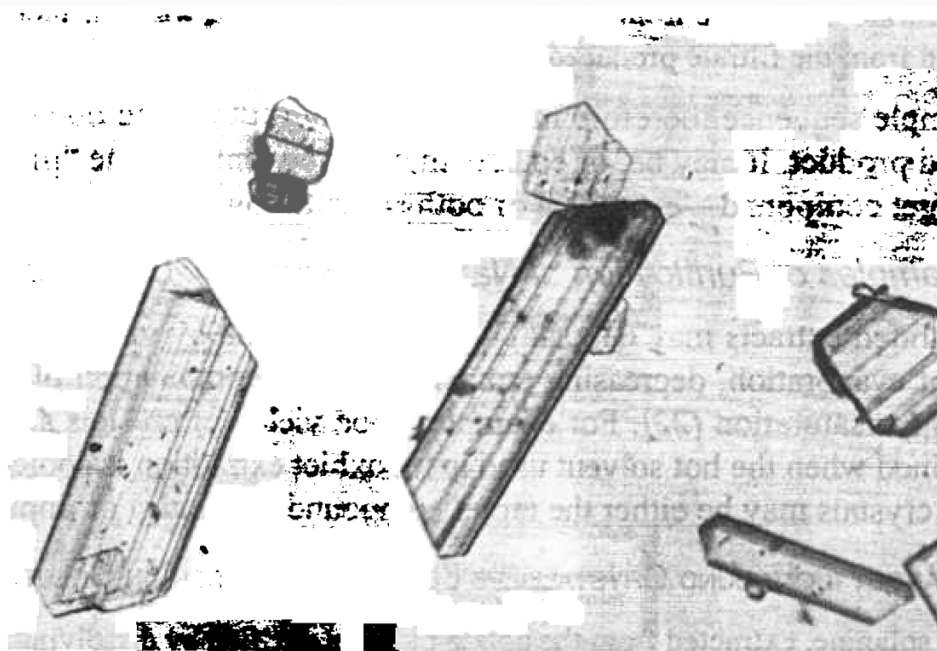
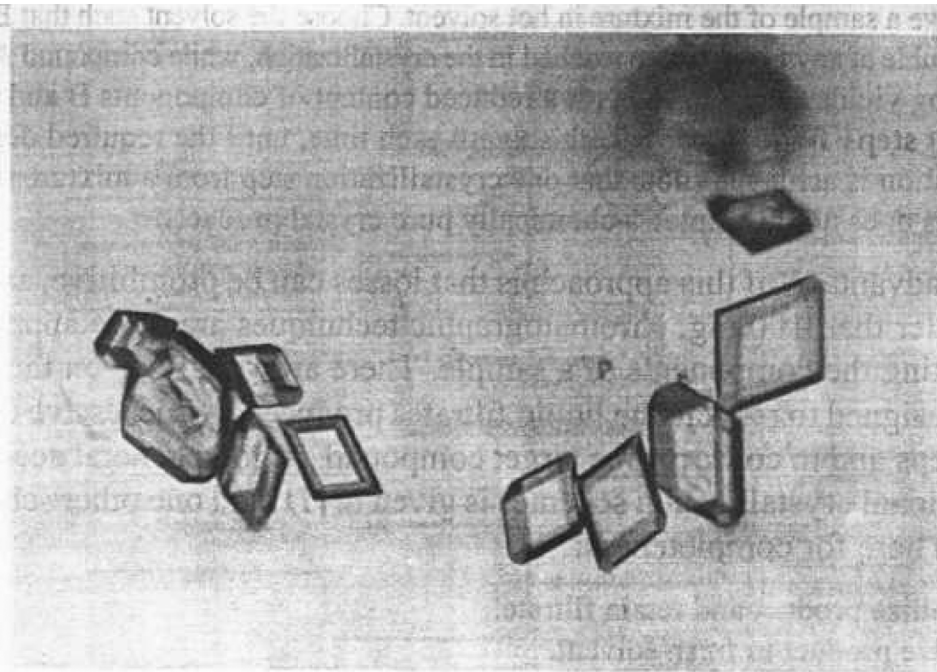


Fig. 3. L-glutamic acid α -crystals (top) and β -crystals (bottom).

Cristallizzazione e fasi finali della purificazione

Cristallizzazione da Wikipedia

Cristallizzazione da Wikipedia

La **cristallizzazione** è una transizione di fase della materia, da liquido a solido, nel quale composti disciolti in un solvente solidificano disponendosi secondo strutture cristalline ordinate. È quindi, da un punto di vista fisico, una trasformazione che implica diminuzione di entropia.

In senso lato il termine cristallizzazione indica la formazione di un qualsiasi solido cristallino come ad esempio lo zolfo rombico o la formazione di cristalli di neve. Rappresenta un fenomeno ampiamente diffuso in natura che ad esempio origina rocce minerarie, stalattiti, stalagmiti e depositi di salgemma a seguito dell'evaporazione dell'acqua permeante con formazione di grossi aggregati salini solidi. La formazione di una singola particella solida, il *germe di cristallizzazione* costituisce il punto d'inizio del processo di cristallizzazione: tale singola entità funge da agglomerante catalizzando la formazione del solido per accrescimento successivo. Quindi tutto ciò che favorisce la formazione del primo germe o l'accrescimento, favorisce la solidificazione. Ad esempio una superficie metallica favorisce la formazione del primo germe (che si deposita su di essa) mentre l'evaporazione, con l'effetto di aumentare la concentrazione, intensifica le interazioni ioniche favorendo l'agglomerazione.

Cristallizzazione da Wikipedia

In [chimica](#) la cristallizzazione è una metodica utilizzata per purificare ed isolare composti chimici. La sostanza impura in oggetto viene portata in [soluzione](#) in poco solvente e viene sottoposta a riscaldamento. Man mano la soluzione si concentra, bisogna sempre controllare che il solvente non evapori totalmente, cominciano a formarsi i primi *germi di cristallizzazione* che via via aumenteranno di dimensione agglomerando altri [ioni](#); ciò è favorito dallo strofinio di una bacchetta di vetro sulla superficie del contenitore (solitamente un [becher](#)) che generando ulteriori cariche elettriche perturba gli equilibri elettrostatici esistenti in soluzione. Il risultato finale consiste nella separazione di una [fase](#) solida che viene filtrata. Il filtrato viene quindi riportato in soluzione con un'altra quantità di solvente e si ripete la pratica precedentemente descritta: si effettua cioè la **ricristallizzazione**, per essere certi di ottenere un composto ad elevato grado di purezza. Durante la cristallizzazione solidifica, in determinate condizioni di solventi e [temperature](#) utilizzate, solamente il composto in esame mentre le impurità restano in soluzione. La ricristallizzazione si effettua perché esiste sempre una certa quantità di impurezze inglobate nel solido, in seguito ad adsorbimento, assorbimento o occlusione cristallina.

Cristallizzazione da Wikipedia

La **cristallizzazione frazionata** è una variante che permette di cristallizzare una soluzione contenente più sostanze isolando i singoli componenti puri. Viene effettuata sfruttando le diverse solubilità alle diverse temperature d'esercizio. Sostanze che cristallizzano in un medesimo (o simile) abito cristallino e che sono composte da ioni con carica elettrica simile tendono a *coo-cristallizzare* totalmente o parzialmente, rendendo vana la possibilità di isolarli singolarmente.

Oltre che in laboratorio chimico la cristallizzazione e la cristallizzazione frazionata vengono impiegate nell'industria chimica con l'ausilio di tecnologie e metodiche operanti su vasta scala che sfruttano i cristallizzatori.

In **natura**, la cristallizzazione frazionata rappresenta il principale processo per cui si formano magmi tra loro parentali. In pratica, da un magma definito "genitore" si ottengono, per frazionamento di fasi minerali differenti e stabili a temperature via via più basse, magmi definiti "figli" a composizione chimica differente. Tutti i magmi tra loro parentali formano una *serie magmatica* che solitamente si muove verso termini (rocce) via via più acidi, cioè più ricchi in silice.