

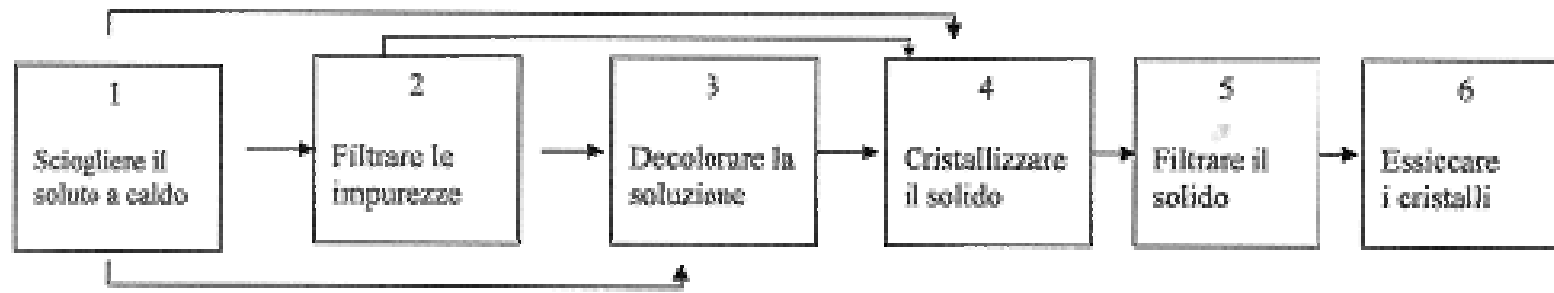
# Laboratorio di Preparazione Estrattiva e Sintetica dei Farmaci

La Cristallizzazione



SAPIENZA  
UNIVERSITÀ DI ROMA

# La Cristallizzazione: Le Fasi



- (1) sciogliere la sostanza impura nella minima quantità di solvente alla temperatura di ebollizione
- (2) filtrare la soluzione calda per rimuovere le impurezze insolubili
- (3) eventualmente aggiungere una sostanza decolorante come il carbone attivo
- (4) raffreddare la soluzione in modo che la sostanza disciolta cristallizzi
- (5) separare i cristalli dalla soluzione surnatante (detta **acqua madre**) e lavare i cristalli con una piccola quantità di solvente freddo per rimuovere completamente le acque madri
- (6) portare a secchezza i cristalli fino a rimuovere ogni traccia di solvente.

## La Cristallizzazione: Procedimento con due solventi

Il solvente prescelto dopo alcune prove non deve sciogliere completamente la sostanza a temperatura ambiente, ma deve dare una soluzione limpida, per riscaldamento al punto di ebollizione del solvente e cristallizzare il solido, per successivo raffreddamento.

Quando non è possibile ottenere quanto necessario da un singolo solvente, si provano coppie di solventi con differente polarità. Si procede nel modo seguente:

La sostanza si scioglie a caldo nella minima quantità del solvente in cui è molto solubile.

Si versa lentamente nel recipiente di cristallizzazione il secondo solvente nel quale la sostanza sia poco solubile.

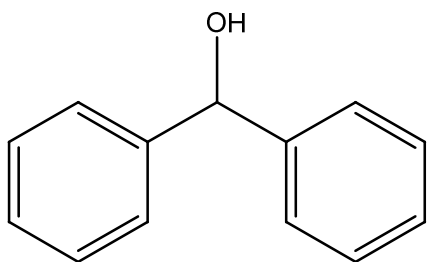
Appena la soluzione accenna a diventare opalescente si interrompe l'aggiunta del secondo solvente.

Per raffreddamento precipiterà il solido cristallino

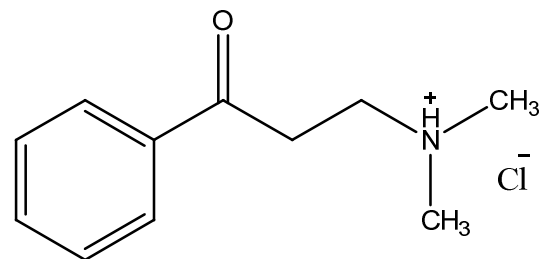
Poiché alcuni solventi di cristallizzazione sono infiammabili, è preferibile non usare la fiamma libera di un becco Bunsen per riscaldare le soluzioni.

## La Cristallizzazione: Dettagli

E meglio evitare di utilizzare grandi volumi di solvente in modo da recuperare il più possibile il materiale purificato. Sciogliere la sostanza nella più piccola quantità possibile di solvente caldo minimizza la perdita di materiale puro per ritenzione nelle acque madri. In pratica, si utilizza una quantità di solvente pari al 3-5% in più rispetto alla quantità minima necessaria per la solubilizzazione, per evitare la saturazione della soluzione stessa. Questo accorgimento permette di evitare la separazione dei cristalli e l'intasamento della carta da filtro durante l'operazione di filtrazione della soluzione calda.



68-69 °C Esano



155-156 °C Etanolo/Acetone

Cristallizzazione

# Appunti

Cristallizzazione

# La Cristallizzazione: Formazione Cristalli

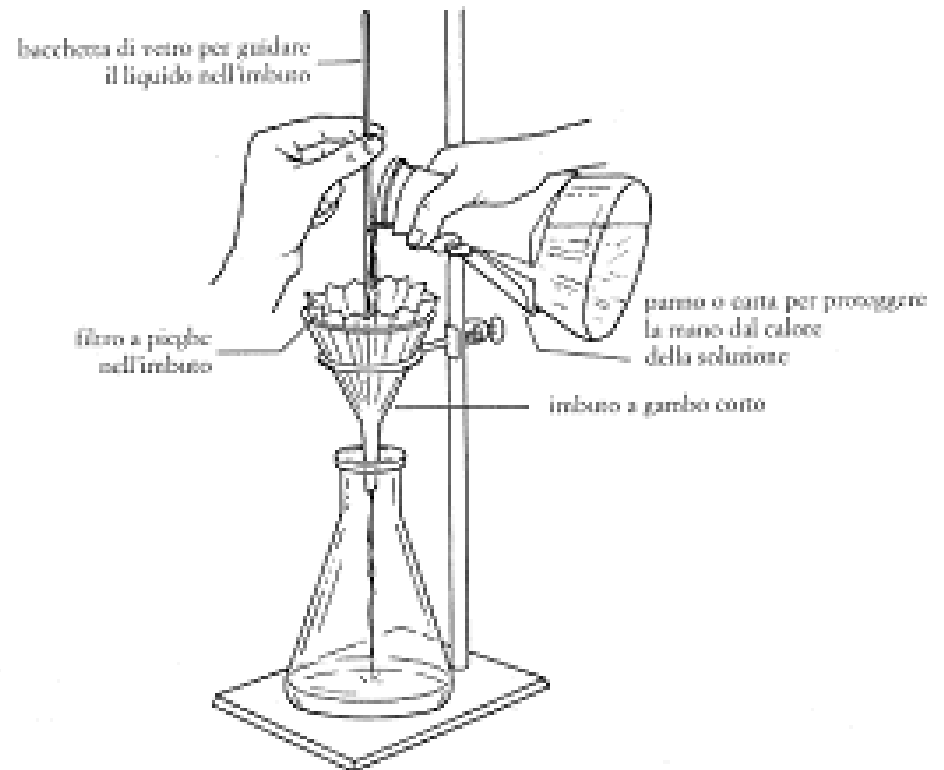
Alcune sostanze formano soluzioni sovrassature, da cui i cristalli si separano con difficoltà quando la soluzione viene raffreddata. In tali casi è possibile indurre la cristallizzazione sfregando le pareti interne del recipiente dove avviene la cristallizzazione, al di sotto della superficie della soluzione, con una bacchetta di vetro.

Il miglior metodo per indurre la cristallizzazione è quello dell'"innesco" che consiste nell'introdurre nella soluzione raffreddata uno o due cristalli della sostanza da purificare. Sebbene alcuni composti cristallini cristallizzino facilmente, altri possono separarsi sotto forma di olio e richiedere parecchio tempo prima di cristallizzare.

## La Cristallizzazione: Filtrazione a Caldo

Per allontanare le impurezze insolubili ed il carbone decolorante è necessario filtrare la soluzione quando è ancora calda. Infatti, se si lascia raffreddare la soluzione, i cristalli si depositano prematuramente.

Una rapida filtrazione può essere eseguita utilizzando un filtro a pieghe (carta da filtro che, essendo ripiegata "a ventaglio", presenta un grande sviluppo superficiale):





# La Cristallizzazione: Filtro a Pieghe

