

Una volta ottenuto il prodotto grezzo...  
...deve essere purificato

Se il grezzo è un solido...bene!

## **CRISTALLIZZAZIONE**

La tecnica più semplice e più efficace per la purificazione di composti organici solidi

La cristallizzazione consiste nel sciogliere il composto impuro nel minimo volume di solvente a caldo; quando la soluzione viene lasciata raffreddare, lentamente, i cristalli del composto puro si separano dalla soluzione

Perché i cristalli sono puri?

IL PRODOTTO CRISTALLIZZA PERCHE' E' IN  
MAGGIOR QUANTITA', INDIPENDENTEMENTE  
DALLE SOLUBILITA'

**IMPORTANTE: IL RAFFREDDAMENTO  
DEVE ESSERE LENTO!**

## 5 STADI:

1. DISSOLUZIONE
2. FILTRAZIONE A CALDO
3. CRISTALLIZZAZIONE
4. RACCOLTA DEI CRISTALLI
5. ESSICCAMENTO DEI CRISTALLI

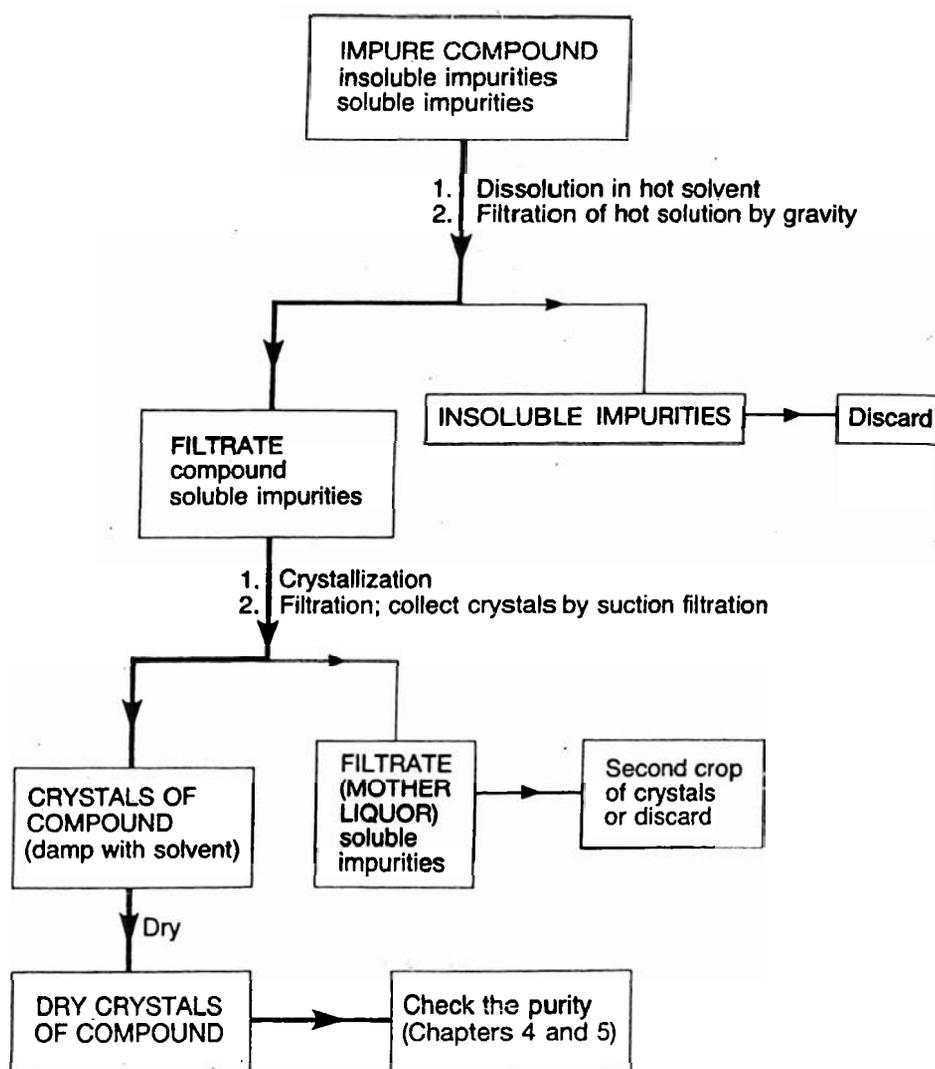


Figure 3.37. Plan for purification of an organic compound by crystallization.

Poi si determina la purezza e se necessario si ricristallizza

# 1. DISSOLUZIONE

## SCELTA DEL SOLVENTE

Il solvente ideale:

- Non deve reagire col prodotto
- Abbastanza volatile (per poi rimuoverlo)
- Tossico e non infiammabile
- Il prodotto deve essere molto solubile in quel solvente caldo e poco solubile in quel solvente freddo

Table 3.6. Suggested solvents for crystallization.

Class of compound	Suggested solvents
Hydrocarbons	Light petroleum, hexane, cyclohexane, toluene
Ethers	Ether, dichloromethane
Halides	Dichloromethane, chloroform
Carbonyl compounds	Ethyl acetate, acetone
Alcohols, acids	Ethanol
Salts	Water

## SOLVENTI MISTI

Coppia di solventi miscibili, di cui uno scioglie bene il composto, l'altro non lo scioglie affatto

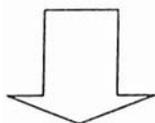
- Metanolo/acqua
- Etanolo/acqua
- Acetone/acqua
- Acido acetico/acqua
- Etere/metanolo
- Etere/acetone
- Etere/etere di petrolio
- Toluene/ligroina
- Toluene/acetonitrile
- Diclorometano/metanolo
- Acetato di etile/etere di petrolio

# 1. DISSOLUZIONE

Cosa si fa in pratica?

- SI PESA LA SOSTANZA (per dare poi la resa)
- Si tiene da parte un piccolo cristallo
- Si tritura il solido
- In un palloncino + ancorina la sostanza. Si aggiunge prima poco solvente, si porta a riflusso, e il resto si aggiunge piano piano dalla cima del refrigerante fino a dissoluzione
- Misurare il volume totale di solvente utilizzato

LA ROBA CHE NON SI SCIoglie A CALDO VA ELIMINATA FILTRANDO A CALDO (FILTRO A PIEGHE)



# 2. FILTRAZIONE A CALDO

# FILTRAZIONE

- Filtrazione per gravità
- Filtrazione sotto vuoto

## FILTRAZIONE per gravità

Imbuto di vetro + carta da filtro + beuta

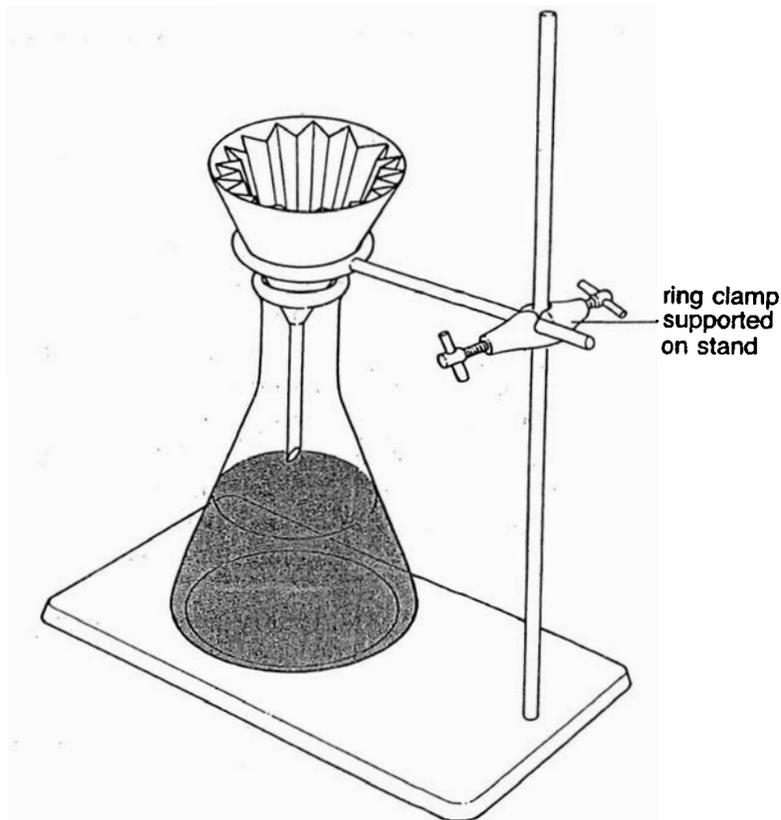


Figure 3.5. Gravity filtration.

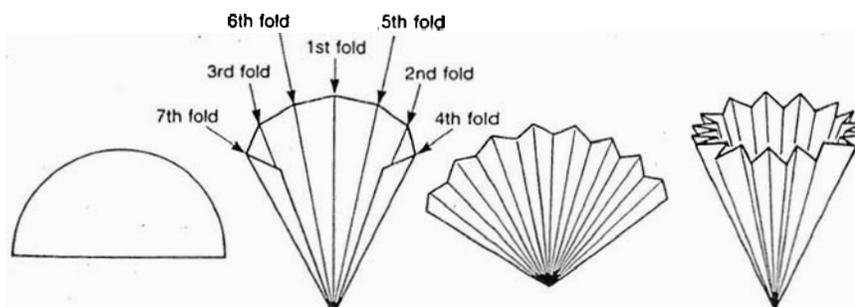
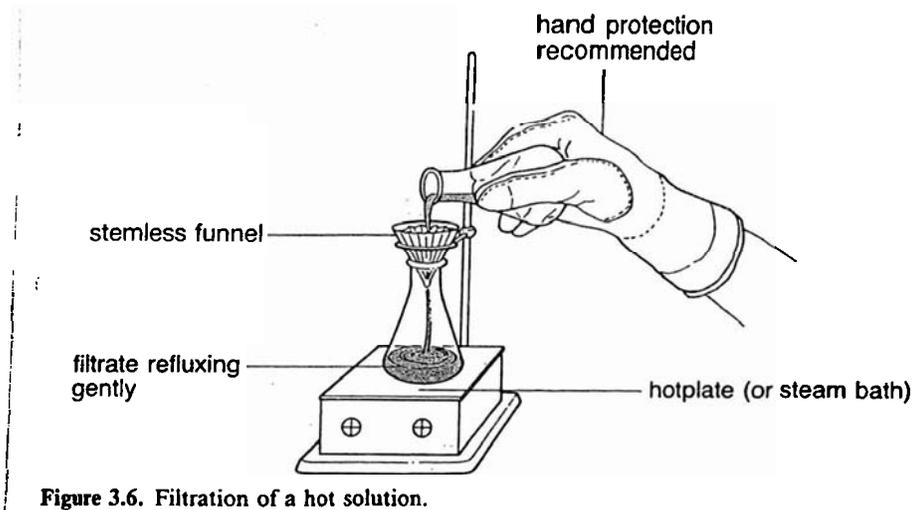


Figure 3.4. How to flute a filter paper.

## 2. FILTRAZIONE A CALDO

- USARE UN IMBUTO SCODATO
- PRERISCALDARE L'IMBUTO
- VERSARE POCA SOLUZIONE ALLA VOLTA
- USARE I GUANTI
- TUTTO SOTTO CAPP!



## 3. CRISTALLIZZAZIONE

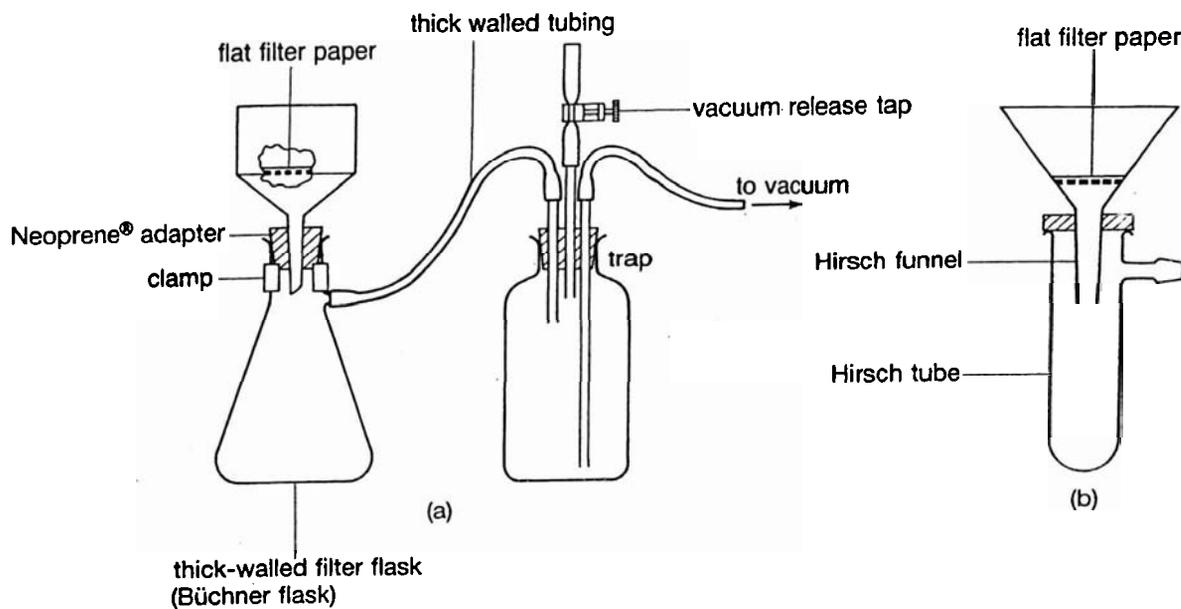
Lasciar raffreddare LENTAMENTE (la velocità di raffreddamento determina la grandezza dei cristalli).

Se non precipita niente?

Se il prodotto si separa come olio.....

## 4. RACCOLTA DEI CRISTALLI FILTRAZIONE sotto vuoto

Imbuto Büchner o Hirsh + beuta codata + filtro preciso



- NON BUTTARE VIA LE ACQUE MADRI
- Concentrando le acque madri si può avere un secondo batch un po' meno puro.
- Se la resa è bassa, consegnare un po' del prodotto ricristallizzato e un po' di acque madri concentrate

## 5. ESSICCAMENTO DEI CRISTALLI

- Lasciarli un po' seccare sul filtro sotto vuoto
- Pesare il solido ottenuto in un vetro a orologio
- Mettere in essiccatore con un **AGENTE ESSICCANTE** adatto e fare il vuoto (**SOTTO CAPP!**)

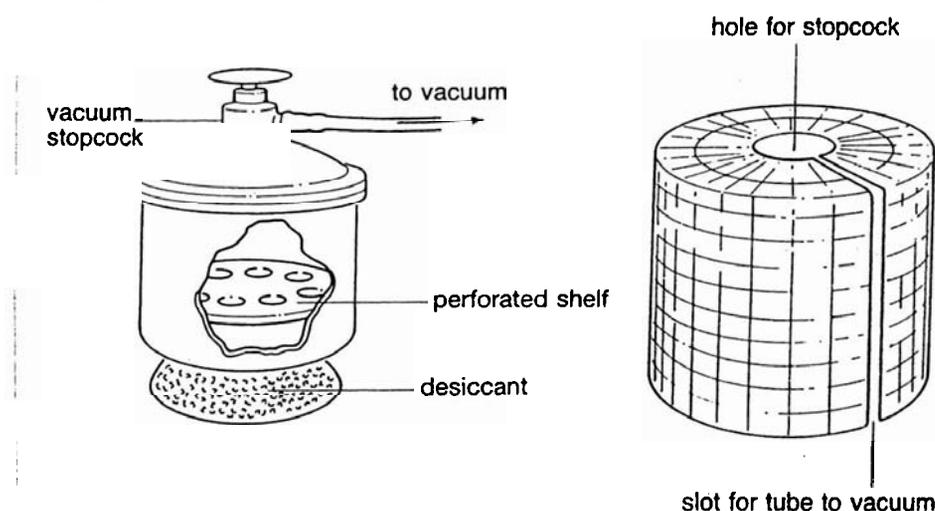


Figure 3.41. Vacuum desiccator (with mesh safety cage).

Table 3.7. Common drying agents for use in desiccators.

Solvent to be removed	Desiccant
H <sub>2</sub> O	CaCl <sub>2</sub> , CaSO <sub>4</sub> , silica gel, solid KOH, P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (concentrated)
MeOH, EtOH	CaCl <sub>2</sub>
Hydrocarbons, halogenated solvents	Freshly cut shavings of paraffin wax
CH <sub>3</sub> CO <sub>2</sub> H, aqueous HCl	Solid KOH + silica gel (kept separately)
Aqueous NH <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (concentrated)

ATTENZIONE A FARE IL VUOTO LENTAMENTE  
NELL'ESSICCATORE, E A SFIATARE ANCOR PIU'  
LENTAMENTE