

OPERACIONES BÁSICAS DEL LABORATORIO PURIFICACIÓN POR CRISTALIZACIÓN

Material: Diferentes sólidos (sal común, sulfato de cobre, azúcar, permanganato de potasio, nitrato de cobalto (II)...); vasos de precipitados, varilla de vidrio, agua destilada, cristalizadores y microscopio óptico.

Procedimiento: Coger una pequeña cantidad de sólido y disolverlo en un vaso con agua destilada. A continuación verter la disolución en un cristizador y dejar en reposo a que evapore el disolvente.

(En el caso del sulfato de cobre, añadir unas gotas de ácido sulfúrico a la disolución).

* Probar a filtrar una de esas disoluciones (hazlo especialmente con las que queden turbias). Anota lo que observes.

Transcurridos unos días:

* Anotad los dibujos de los cristales a la vista del microscopio.

- Poned una cucharada de sulfato de cobre en un crisol de porcelana y calentar.
- Dejar enfriar el crisol durante unas horas y anotad el resultado.

CUESTIONES:

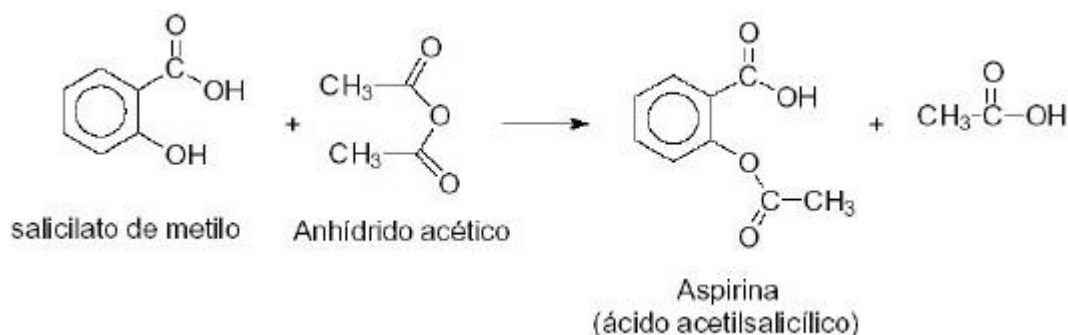
- ¿Qué diferencias cabe esperar en la cristalización entre un cristizador de base estrecha y otro de base ancha?
- Dibuja los cristales observados.
- Busca en la bibliografía, las características de los sistemas cristalinos (cúbico, rómbico, monoclinico,...).
- Anotad la fórmula del sulfato de cobre (II) comercial que hemos usado.
- Calculad el porcentaje de agua que absorbe como desecante.
- En 10 gramos de sulfato de cobre pentahidratado $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$, ¿cuántos gramos de agua hay? ¿Y de sulfato de cobre (II)?

[Notas:- Las sustancias cristalizadas hidratadas pueden perder por evaporación el agua que contenían. Este fenómeno se llama **eflorescencia**.

- A veces las sustancias cristalinas absorben agua del ambiente. Dicho fenómeno se llama **deliquesencia**].

OPERACIONES BÁSICAS DEL LABORATORIO PURIFICACIÓN POR RECRISTALIZACIÓN DEL ÁCIDO ACETIL-SALICÍLICO

El ácido acetil-salicílico es el componente activo de la aspirina, que se obtiene haciendo reaccionar ácido salicílico con anhídrido acético según la siguiente reacción:



En esta reacción suelen quedar restos de ácido acético en el producto, que se detecta por su olor.

Para purificar el ácido acetil-salicílico, el primer paso es intentar **lavarlo** lo mejor posible. Para ello haremos una **filtración a vacío**.

Habrá que preparar una trompa de vacío conectada a un matraz kitasato y un embudo Buchner. Éste último deberá tener en su interior un disco de papel de filtro que ajuste perfectamente al fondo, sin tener arrugas en las paredes por las que se colaría el sólido. Para mejorar el ajuste, antes de filtrar se añade un poco de agua al filtro que, mojado, se pegará al fondo.

Una vez lavado el ácido acétil-salicílico filtrado pasamos a purificarlo mediante la **recristalización**.

El ácido acetilsalicílico puede purificarse por recristalización en una mezcla de disolventes. Para ello se coloca el sólido lavado obtenido en un vaso de precipitado de 100 ml y se le añaden de 10 a 20 ml de etanol. Se calienta al baño María, hasta que los cristales se disuelvan. A continuación, se añaden lentamente 20 ml de agua destilada y se continúa la calefacción hasta que la disolución entre en ebullición.

Seguidamente se separa el vaso de precipitado del baño y se deja enfriar.

Cuando se inicie el enturbiamiento, se rasca la pared del vaso con una varilla de vidrio, hasta que recrystalice. A continuación, se filtra a vacío, lavando los cristales con dos porciones de 3 ml de agua fría y se secan, comprimiéndolos sobre papel de filtro.

Para terminar de secar el producto, dejaremos el papel de filtro con el sólido una noche en un desecador con cloruro de calcio.

