

La Cristallizzazione

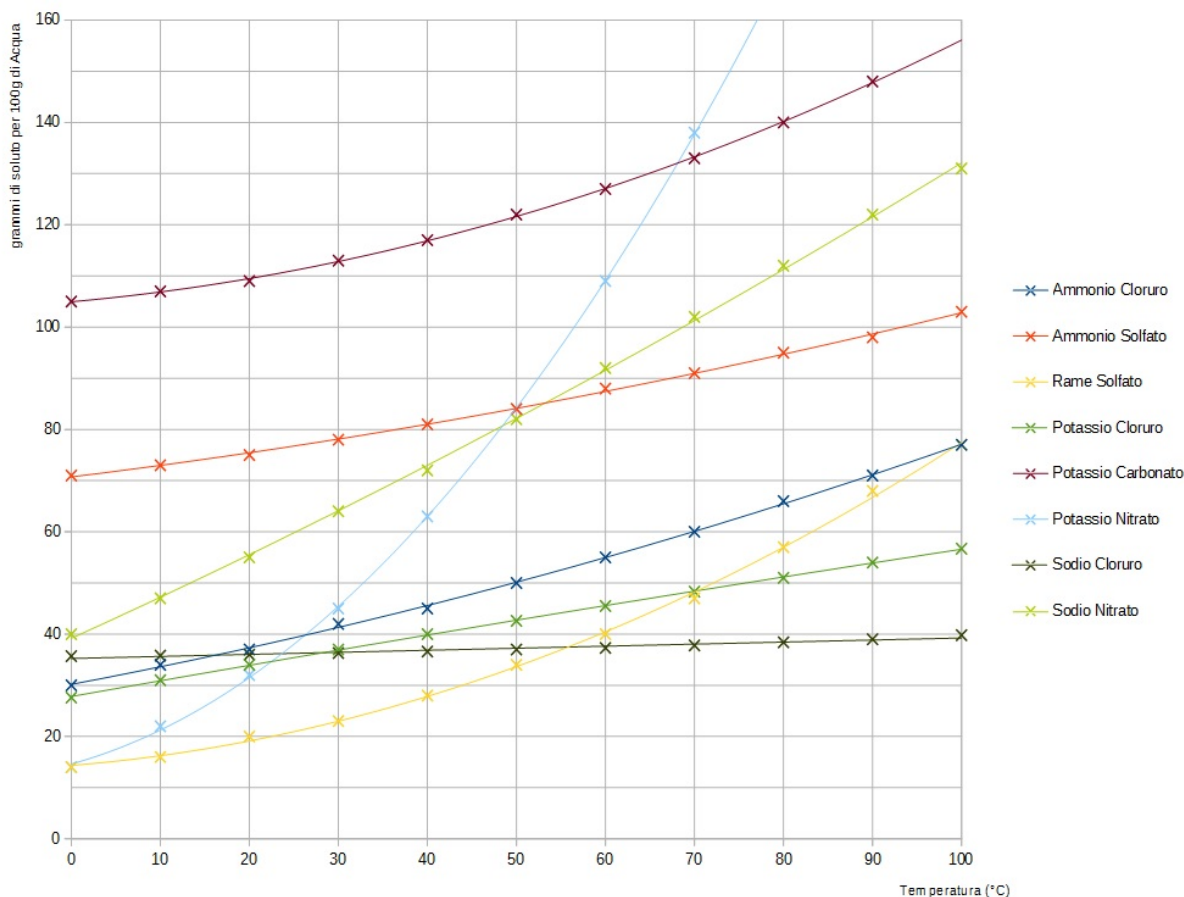
La cristallizzazione è una tecnica che consente di purificare una sostanza solida da piccole quantità di impurezze, sfruttando la diversa solubilità di questa in un determinato solvente o miscela di solventi rispetto alle impurezze.

Cominciamo dalle basi: una SOLUZIONE è un miscuglio omogeneo costituito (generalmente) da una fase liquida chiamata SOLVENTE e presente in quantità preponderante rispetto ad una fase solida, liquida o, più raramente, gassosa detta SOLUTO.

Il rapporto tra la quantità di soluto e quella di solvente (o della soluzione stessa) è detta CONCENTRAZIONE della soluzione e si può esprimere in svariate maniere: alcune puramente fisiche (come, per esempio i grammi/litro), altre chimiche (come la molarità).

Una soluzione si dice DILUITA quando la quantità di soluto è molto inferiore alla saturazione della soluzione (ovvero si può ancora pensare di poter sciogliere quantità relativamente grandi del soluto nella soluzione), mentre si dice che la soluzione è CONCENTRATA quando la quantità di soluto utilizzata è vicina alla quantità massima di soluto a quella temperatura. Anche in questo caso posso pensare di poter sciogliere ancora del nuovo soluto nella soluzione, ma non più di tanto. Una soluzione si dice SATURA quando la quantità di soluto è pari alla quantità massima di soluto che, a quella temperatura, può essere sciolta da quel solvente. Se la quantità di soluto è maggiore si ottiene una soluzione satura con dei minuscoli cristalli di soluto depositati sul fondo del bicchiere che, neanche con una agitazione prolungata, si possono disciogliere. In questo caso ci si trova in presenza di quello che è definito come "corpo di fondo". In realtà si crea un equilibrio tra il sale disciolto e il sale solido presente sul fondo del bicchiere: tanti ioni passano in soluzione quanti di questi vanno a formare il solido.

La solubilità di un sale in una determinata quantità di solvente è legata alla temperatura del solvente; generalmente la solubilità aumenta all'aumentare della temperatura ma non sempre ciò è vero.



Sui testi di chimica si trovano spesso grafici con le cosiddette “curve di solubilità” che rappresentano la quantità massima di soluto che può essere tenuta in soluzione ad una determinata temperatura.

Con questi grafici è possibile determinare la quantità massima di soluto che si può sciogliere in 100 g di acqua ad una determinata temperatura.

Facendo riferimento al discorso delle soluzioni all'inizio di questo documento possiamo dire che una soluzione contenente 5 g di Solfato di Rame, alla temperatura di 20°C, sciolti in 100 g di acqua, daranno una soluzione diluita mentre 18 g di Solfato di Rame, sempre alla temperatura di 20°C, sciolti in 100 g di acqua, daranno una soluzione concentrata e 20 g di Solfato di Rame alle stesse condizioni daranno una soluzione satura. Al di sopra di una determinata curva per un determinato sale siamo in presenza di una soluzione satura con corpo di fondo, al di sotto di essa siamo in presenza di una soluzione la cui concentrazione diminuisce via via che ci si avvicina all'asse delle ascisse.

Per esempio dal grafico qui sopra è possibile ricavare che in 100 g di acqua a 60°C si potranno sciogliere ben 109 g di Nitrato di Potassio. Se questa soluzione la portassi a 10°C potrei ottenere un precipitato di 87 g di cristalli di Nitrato di Potassio purissimi. Questo perché la solubilità del Nitrato di Potassio a 10°C è di 22 g ogni 100 g di Acqua e quindi $109 - 22 = 87\text{g}$ di cui sopra. Operando con un altro sale potrei non ottenere questi risultati: per esempio, con il Cloruro di Sodio, nelle stesse condizioni, otterrei solamente 1,5 g di sale.

Invece di variare la temperatura posso variare la quantità di acqua, aggiungendone alla soluzione e quindi diluendola oppure togliendone, mediante evaporazione o ebollizione e ottenendo così una soluzione più concentrata ed ottenendo gli stessi risultati finali.

Su queste semplici considerazioni si basa la cristallizzazione.

Generalmente la cristallizzazione viene applicata quando la quantità di impurezze presenti nel solido è piccola, altrimenti si devono usare altre tecniche come, per esempio, la cromatografia su colonna.

La tecnica prevede di sciogliere a caldo, nella minore quantità di acqua bollente possibile, il solido, filtrare la soluzione così ottenuta dopo un eventuale trattamento con carbone attivo, concentrare la soluzione mediante evaporazione del solvente e un successivamente raffreddare il tutto. La filtrazione finale dovrebbe produrre un prodotto cristallino, con cristalli abbastanza grandi ma non esagerati.

Analizziamo la situazione: all'inizio, prima di avviare la cristallizzazione, siamo in presenza di un miscuglio eterogeneo di solidi diversi: il solido che ci interessa (nel nostro caso il Solfato di Rame), presente in grande quantità, e poi altri solidi (carbone), presenti in quantità minori se non addirittura minime (sali normalmente presenti nel carbone), che presentano caratteristiche diverse rispetto al solido che ci interessa e che dobbiamo purificare: alcune di queste sostanze sono solubili nel solvente che usiamo (acqua), altre no. Le prime costituiscono le IMPUREZZE SOLUBILI A FREDDO, le altre fanno parte delle IMPUREZZE INSOLUBILI A CALDO. Nel momento in cui aggiungiamo acqua bollente le prime passano in soluzione, mentre le seconde rimangono sospese nella soluzione.

Siamo in presenza di un miscuglio eterogeneo, costituito da una soluzione omogenea di Solfato di Rame e impurezze solubili a freddo disciolte in acqua con, in sospensione, il Carbone e le impurezze insolubili a caldo. Lasciando raffreddare e senza mescolare, il tutto si potrebbe separare per decantazione ma, con l'abbassamento della temperatura, precipiterebbe anche il Solfato di Rame disciolto. Per questo motivo si effettua la separazione mediante una filtrazione: visto che ci interessa recuperare la soluzione e non il solido si usa un filtro a pieghe. In questo modo si eliminano sia il carbone che le impurezze insolubili a caldo.

Quella che si ottiene è una soluzione limpida di Solfato di Rame e di piccole quantità di impurezze solubili a freddo. Se, lasciando raffreddare, vediamo che non si separano cristalli di Solfato di

Rame significa che la soluzione è ancora troppo diluita: bisogna allontanare il solvente mediante ebollizione della soluzione.

Ad un certo punto si noterà che, soffiando sulla superficie della soluzione o sulla bacchetta di vetro bagnata della soluzione, si forma una pellicina solida: a quel punto si ferma l'ebollizione e si lascia raffreddare. Mano a mano che la soluzione si raffredda si nota che si forma una quantità sempre maggiore di cristalli di Solfato di Rame.

Bisogna fare in modo che il processo di evaporazione non sia completo: la soluzione non deve essere portata a secchezza! Altrimenti si corre il rischio che cristallizzino anche tutte le impurezze solubili a freddo di cui si parlava prima, precipitino con il Solfato di Rame vanificando così il processo di purificazione.

Da notare che se il processo di raffreddamento è rapido i cristalli che si formano hanno dimensioni molto piccole mentre se il raffreddamento è più lento le dimensioni dei cristalli aumentano progressivamente.

La separazione finale dei cristalli dalla soluzione di Solfato di Rame e di impurezze solubili a freddo di solito viene fatta mediante un imbuto Buchner e una beuta da vuoto. Sul filtro rimangono i cristalli di Solfato di Rame mentre nella beuta sottostante si raccoglie la soluzione di Solfato di Rame impuro. Questa soluzione costituisce le cosiddette "acque madri".

Per completare il processo di cristallizzazione è necessario bagnare i cristalli con una soluzione satura di Solfato di Rame: in questo modo si eliminano anche le ultime impurezze rimaste eventualmente aderenti ai cristalli stessi.

Dai pochi calcoli fatti prima è ovvio che con il processo di cristallizzazione si ha una perdita sulla resa della reazione, per contro il prodotto ottenuto ha una purezza molto elevata.

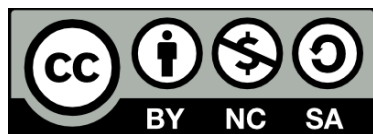
Grande importanza ha la scelta del solvente da utilizzare per la cristallizzazione: il composto da purificare deve essere poco solubile nel solvente freddo e molto più solubile nel solvente caldo o bollente. Inoltre il solvente non deve reagire chimicamente con la sostanza da purificare, deve essere stabile in tutto il campo delle temperature considerate e avere un basso punto di ebollizione perché in questa maniera è più semplice allontanarlo dalla sostanza purificata. Poi deve avere un punto di ebollizione più basso rispetto al punto di fusione della sostanza da purificare e, possibilmente, non essere infiammabile.

Chiaramente con tutte queste limitazioni la scelta dei solventi viene notevolmente ridotta anche perché tutti i solventi clorurati (Cloroformio, Tetracloruro di Carbonio, Trilinee varie, ecc.) sono stati dichiarati cancerogeni. Spesso si utilizzano miscele di solventi che consentono una cristallizzazione adeguata.

Nota bibliografica:

I valori di solubilità dei sali nel grafico sono tratti da: Lange, N.A. - "Manuale di chimica" Ed. USES Firenze 1970, pagg. 1248 e segg.

Il presente lavoro, redatto dall' ITP Eligio ZLATICH, nell'ambito della formazione di base per il laboratorio di chimica per l'I.T.I.S. "A.Volta" di Trieste, viene rilasciato con licenza Creative Commons:



(Obbligo di citare la fonte, Opera gratuita, L'opera può essere modificata ma deve essere rilasciata con gli stessi attributi)

Per approfondire: http://it.wikipedia.org/wiki/Creative_Commons