

ACERCA DE LA PURIFICACIÓN DE SUSTANCIAS POR CRISTALIZACIÓN

por Carlos Eduardo Núñez

Texto libre y gratis para usos no lucrativos nombrando la fuente.

www.cenunez.com.ar

Los químicos de siglos anteriores tenían una excelente formación en la purificación de sustancias, dado que no existía una industria de la fabricación de insumos para laboratorios como hay ahora. Eso ha hecho que, de ese conocimiento acabado hayamos pasado a no tener ni idea de cómo hacerlo y eso nos trae algunos problemas y complicaciones. Por un lado hay drogas que no se fabrican como productos comerciales, aunque en general eso sucede solamente en el ámbito de la investigación y no en trabajos sencillos, pero por otro lado hay veces que por falta de recursos o por inaccesibilidad no podemos hacernos de algún producto que necesitamos. También hay que tener en cuenta esa actitud un tanto artesanal que algunos tenemos, particularmente en estas regiones del fin del mundo, que mientras no las exageremos nos hace la vida más agradable y con más sentido, y por eso no está mal saber algunas cosas como por ejemplo purificar sustancias químicas. Posiblemente no a todos, pero a mi me da mucho placer tener un frasquito con una droga purificada, por no decir sintetizada, por mi.

CRISTALIZACIÓN

La cristalización consiste en la formación de cristales a partir de una solución sobresaturada. El concepto de que por qué con la cristalización se purifica es el siguiente: Las redes cristalinas se pueden formar solamente con iones o moléculas iguales, de esta manera si tengo en solución varias sustancias cada cristal que de ella se formen van a estar compuestos de una sola sustancia. Por supuesto que en nuestro caso va a ser imprescindible que partamos de una mezcla que tenga la cantidad suficiente de la sustancia que queremos purificar y efectuar la operación de tal manera que se sobresature la solución con ésta y forme cristales, mientras que las impurezas queden disueltas. Este es el caso común de sustancias 'puras' o comerciales en las que la sustancia que queremos purificar se halla en mucho mayor cantidad que las impurezas.

Por ejemplo el sulfato de cobre que se usa para inhibir la formación de algas en las piletas de natación: está formada aproximadamente por 90 – 95% de sulfato cúprico pentahidratado y el resto es cloruro y sulfato cúprico, y una sal básica de cobre, insoluble, de color verde, además de impurezas comunes como tierra, arena, etc. En este caso si yo consigo hacer una solución sobresaturada, precipito rápidamente con cierta técnica y filtro la solución, al enfriarse el filtrado se me forman cristales de color azul celeste que una vez secos tienen una pureza del 98 - 99%.

COMENTARIOS SOBRE LAS IMPUREZAS REMANENTES

Es frecuente que se recristalice una o dos veces la sustancia a purificar, porque como se sabe la naturaleza no cree mucho en la teoría, y por algunos mecanismos la sal cristalizada no queda totalmente pura. Es decir que en realidad lo que yo hago cada vez que cristализo es aumentar la concentración de la sustancia que está en mayor proporción, y por aproximaciones sucesivas puedo llegar hasta la pureza que quiero. Algunos de los mecanismos de los que hablé son los siguientes:

Los cristales quedan mojados con la solución original, así que algunas impurezas se van con la masa de cristales. Por eso a veces en las técnicas se habla de lavarlos con solvente puro, pero esto se puede hacer si la solubilidad en frío es limitada porque sino estaríamos disolviendo gran cantidad de material.

De acuerdo al tipo de sustancia, a la velocidad de cristalización y a la temperatura, algunas impurezas quedan ocluidas en los cristales. Si bien no es regla general, frecuentemente conviene realizar la cristalización rápidamente y con agitación.

A veces alguna de las impurezas es isomorfa con la sustancia a purificar. Isomorfa quiere decir que tiene la misma forma cristalina. En estos casos es difícil separarlas porque los cristales se forman indistintamente con las dos sustancias. El isomorfismo se puede saber a veces sin recurrir a los textos especializados fijándose en las fórmulas si se conocieran. Por ejemplo si tengo alumbre común impurificado con alumbre de cromo. Todos los alumbres son isomórficos y entonces no los voy a poder separar por cristalización. En este caso habría que recurrir a precipitar alguno de los cationes con una sal adecuada.

Figura N° 1

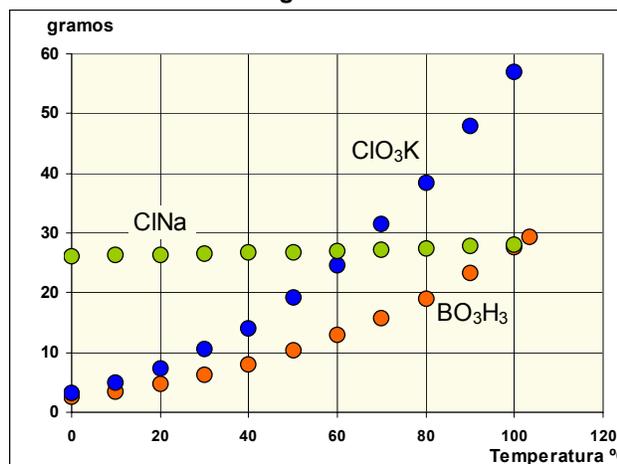
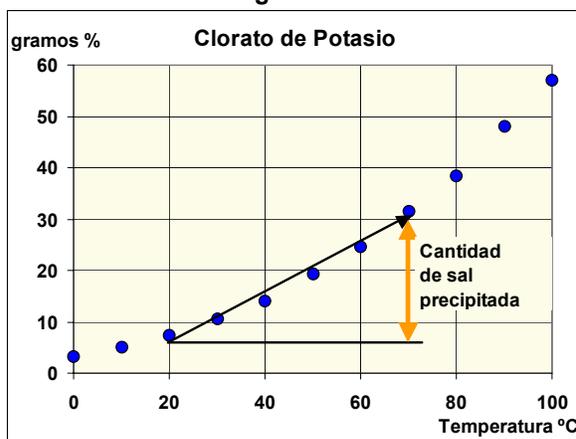


Figura N° 2



A pesar de lo que pudiera creerse las mejores operaciones no se realizan con pares solutos solventes que tengan un gran aumento de solubilidad con la temperatura, porque en esos casos, apenas se enfría un poco la solución precipitan grandes cantidades de sustancia, y al filtrar, por más que se tomen precauciones mucha sustancia queda en el filtro por el enfriamiento. En esos casos como en otros similares, conviene utilizar mezclas de solventes como se verá después.

QUÉ SUSTANCIAS SE PUEDEN PURIFICAR

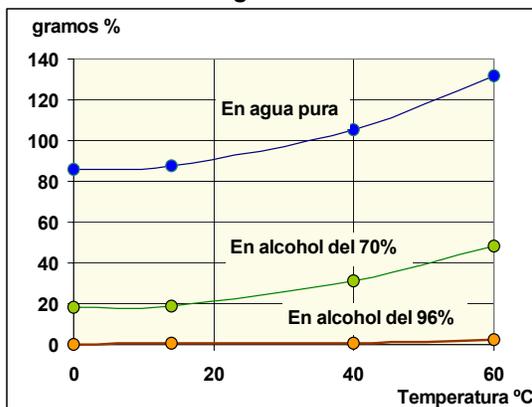
Para que una sustancia sea purificable por cristalización debe tener una curva de solubilidad que aumente considerablemente con la temperatura. Esto sucede con muchas de ellas. Como con el ácido bórico (BO_3H_3) y el clorato de potasio, (ClO_3K) en solución acuosa, pero no con todas. Casos típicos de éstas últimas son los haluros de metales alcalinos como el cloruro de sodio, (ClNa) Figura N° 1. Casos como este no pueden purificarse por cristalización.

PRECIPITACIÓN

Se puede estimar la cantidad de sustancia purificable en cada operación si se conoce la curva de solubilidad como se puede ver en la figura N° 2, graficada para el clorato de potasio. Si se calienta una solución hasta 70°C y se disuelve en ella la mayor cantidad posible de clorato de potasio, al bajar la temperatura hasta 20° , se habrán precipitado unos 27 gramos de sal. En el caso del ácido bórico de la figura anterior se podrá ver que esta cantidad es menor. En los casos que uno desea purificar una cantidad considerable de alguna droga para usos generales, este dato es importante. Pero hay veces que solamente se necesita purificar de buena forma una pequeña cantidad para hacer algún ensayo de cromatografía o espectrofotometría, etc., y entonces la eficiencia de la operación de cristalización no es importante.

Como ya se dijera no es conveniente trabajar con pares solvente – soluto en el que éste tenga una gran solubilidad, por el problema ya expuesto y porque además hace falta una gran cantidad de dro-

Figura N° 3



ga para llegar a la saturación. En este caso se usan mezclas de solventes, generalmente dos, en las cuales en uno la sustancia es muy soluble y en el otro muy poco. Hay que encontrar una mezcla en la que la solubilidad sea conveniente. En la figura N° 3 se muestra esta circunstancia con el par sacarosa – agua. La sacarosa, es decir el azúcar común es muy soluble en agua y esta solubilidad aumenta mucho más con la temperatura. Obsérvese que a 60° C 100 gramos de agua disuelven 120 gramos de azúcar. Por otro lado en el alcohol de 96° es apenas soluble. Entonces es conveniente una solución de alcohol al 70% en agua para tener una solubilidad manejable.

AGUAS MADRES Y RECRISTALIZACIONES

Se les llama aguas madres a las soluciones que quedan luego de la precipitación. Como pueden tener considerable cantidad de sustancia se las puede concentrar y volver a recristalizar, pero hay que tener en cuenta que las impurezas estarán más concentradas. Sin embargo hay veces, por ejemplo cuando se purifica una sustancia costosa o difícil de conseguir, este proceso de recuperación es importante.

Cuando se hacen recristalizaciones se generan gran cantidad de fracciones en diferente grado de purificación y se hace necesario gran cantidad de recipientes y un trabajo esmerado para no confundir los pasos ni las fracciones.

NÚCLEOS DE CRISTALIZACIÓN

Hay veces que las soluciones que se concentran para separar de ella los cristales se sobresaturan y no precipitan, particularmente si hay muchas impurezas que interfieren en el proceso. Hay varias maneras de solucionar esta circunstancia. La más sencilla es una fuerte agitación con una varilla, y si con eso solo no es suficiente se saca el vigilante de goma y se revuelve tocando las paredes del recipiente. Sin embargo lo que mejores resultados da es agregar una pequeña cantidad de cristales de la sustancia a precipitar y eso casi siempre funciona. Por eso por las dudas durante la evaporación conviene sacar con la misma varilla una gota de la solución y dejarla enfriar hasta que cristalice y se utilizan esos cristales después para agregarlos.

OTRO TIPO DE CRISTALIZACIÓN

Cuando se tiene poca cantidad de sustancia, o en el caso de que sea de fácil descomposición por el calor, se puede concentrar por medio de evaporación del solvente al vacío. Esto se realiza en un sistema de vacío convencional tapando la boca del kitasato que tiene la solución a cristalizar, y conectando el vacío.

Versión de agosto de 2007

