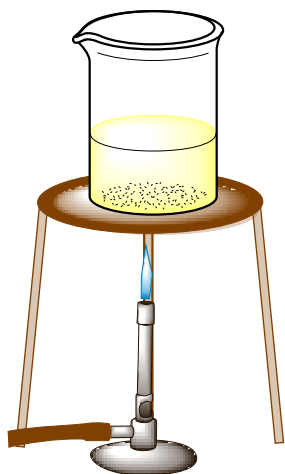
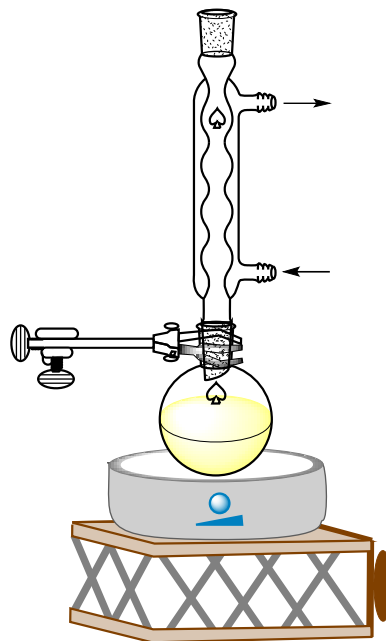


KRYSTALIZACJA

Krystalizacja jest podstawową techniką oczyszczania związków organicznych występujących w postaci ciała stałego. Zestawy do krystalizacji z wody oraz z rozpuszczalnika organicznego są przedstawione na poniższym rysunku.



Krystalizacja
z wody



Krystalizacja
z rozpuszczalnika organicznego

Oczyszczanie **substancji stałych** przez krystalizację polega na wykorzystaniu różnicy rozpuszczalności pomiędzy związkiem oczyszczanym a zanieczyszczeniami w danym rozpuszczalniku. W sytuacji idealnej substancja oczyszczana wykazuje niską rozpuszczalność, zaś zanieczyszczenia – wysoką.

Proces krystalizacji można podzielić na niżej przedstawione etapy:

1. Rozpuszczenie zanieczyszczonej substancji w odpowiednim rozpuszczalniku, w temperaturze wrzenia lub w pobliżu temperatury wrzenia rozpuszczalnika.
2. Odsączenie gorącego roztworu od nierozpuszczalnych zanieczyszczeń (jeżeli występują).
3. Pozostawienie przesączu do ostygnięcia, co powinno skutkować krystalizacją związku.
4. Odsączenie kryształów związku od roztworu macierzystego (zwanego też ługiem pokryształicznym).

Po wysuszeniu otrzymanego stałego związku sprawdza się jego czystość, zwykle przez **oznaczenie temperatury topnienia**. Czystość związku można również sprawdzić stosując metody spektroskopowe (podczerwień – IR, ultrafiolet – UV lub magnetyczny rezonans jądrowy – NMR). Jeżeli zachodzi potrzeba, związek poddaje się ponownej krystalizacji wykorzystując nową porcję rozpuszczalnika. Krystalizację powtarza się aż do otrzymania związku o niezmienniej temperaturze topnienia.

Rozpuszczalnik stosowany do krystalizacji powinien charakteryzować się:

1. dużą zdolnością do rozpuszczania oczyszczanej substancji w podwyższonej temperaturze i niewielką w temperaturze pokojowej lub niższej,
2. dużą lub znikomą zdolnością do rozpuszczania zanieczyszczeń,
3. zdolnością wytwarzania dużych kryształów krystalizowanego związku,
4. względnie niską temperaturę wrzenia,
5. biernością chemiczną względem substancji poddawanych krystalizacji.

Istotne jest, aby zestaw do krystalizacji z rozpuszczalnika organicznego **nie był zamknięty**, tzn. wylot chłodnicy nie może zostać zakryty, gdyż może to doprowadzić do wzrostu ciśnienia wewnątrz zestawu i potencjalnie do wypchnięcia któregoś z jego elementów. Rozpuszczalniki organiczne ogrzewa się łagodnie z wykorzystaniem czasy grzejnej.