

# RECRISTALIZACIÓN

Autores: Antonio Matthew Méndez, José Guillermo Penieres Carrillo y Fernando Ortega Jiménez Proyecto DGAPA-PAPIME UNAM PE206117

**UNIVERSIDAD NACIONAL  
AUTÓNOMA DE MÉXICO**

**FACULTAD DE ESTUDIOS  
SUPERIORES CUAUTITLÁN**

Departamento de Ciencias Químicas  
Sección de Química Orgánica





**D. R. © UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO.**

*Excepto donde se indique lo contrario esta obra está bajo una licencia Creative Commons Atribución No comercial, No derivada, 4.0 Internacional (CC BY NC ND 4.0 INTERNACIONAL).*

ENTIDAD EDITORA

**Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán**

Av. Universidad 3000, Universidad Nacional Autónoma de México, C.U., Delegación Coyoacán, C.P. 04510, Ciudad de México.

**FORMA SUGERIDA DE CITAR:** Méndez, Antonio Matthew, Penieres Carrillo, José Guillermo y Ortega Jiménez, Fernando (septiembre 2023). Recristalización (monografía). Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán. UNAM

# Contenido

Objetivo .....	1
Introducción.....	1
Recristalización .....	1
Elección del disolvente .....	2
Procedimiento experimental.....	2
Adición de disolvente.....	2
Disolución en caliente del sólido a recristalizar .....	2
Filtración en caliente de las impurezas insolubles .....	3
Enfriamiento y cristalización .....	3
Filtración de los cristales .....	3
Lavado y secado de los cristales .....	4
Consideraciones .....	4
Referencias .....	4

## Objetivo

Proporcionar a estudiantes de las licenciaturas en Ciencias Química-Biológicas y áreas afines un material de apoyo útil, con información que les permita acceder de una manera directa y clara al tema de la recristalización, su concepto y los procedimientos experimentales que inciden en esta técnica de purificación.

## Introducción

Los productos sólidos que se obtienen en una reacción suelen estar acompañados de impurezas que hay que eliminar para poder disponer del producto deseado de la manera más eficiente posible. El método más adecuado para la eliminación de las impurezas que contaminan un sólido es por cristalizaciones sucesivas, ya sea en un disolvente puro o en una mezcla de disolventes. A este procedimiento se le da el nombre genérico de recristalización.

La recristalización es importante como proceso industrial por los diferentes materiales que son y pueden ser comercializados en forma de cristales. Su empleo tan difundido se debe probablemente a la gran pureza y la forma atractiva del producto químico sólido, que se puede obtener a partir de soluciones relativamente impuras en un solo paso de procesamiento. En términos de los requerimientos de energía, la recristalización necesita mucho menos para la separación que la requerida para la destilación y otros métodos de purificación utilizados comúnmente. Además, se puede realizar a temperaturas relativamente bajas y a una escala que puede ir desde unos cuantos gramos hasta miles de toneladas diarias. Se puede hacer a partir de un vapor, una fusión o una solución. La mayor parte de las aplicaciones industriales de la operación incluyen la recristalización a partir de soluciones.

## Recristalización

La recristalización es una técnica instrumental muy utilizada en los laboratorios de química para llevar a cabo la purificación de sustancias sólidas que contienen pequeñas cantidades de impurezas. Esta técnica se basa en el hecho de que la mayoría de los compuestos incrementan su solubilidad con la temperatura. La muestra para recristalizar se expone a un disolvente o mezcla de disolventes a su temperatura de ebullición, con la condición de que el compuesto a purificar sea insoluble en frío en ese mismo disolvente. Tras una serie de operaciones sencillas, se deja enfriar lentamente generándose una disolución sobresaturada del compuesto, lo que favorece la formación de

cristales. La Figura 1 ilustra la recristalización de ácido benzoico en agua.



Figura 1. Recristalización de ácido benzoico en agua. Fuente: elaboración propia con base en (Chang, & Goldsby, 2013).

Un compuesto orgánico cristalino está constituido por un empaquetamiento tridimensional de moléculas unidas principalmente por fuerzas de Van der Waals, que originan atracciones intermoleculares débiles (ver ejemplo en la Figura 2). La recristalización es un proceso de purificación bastante selectivo, ya que, en el crecimiento del cristal, el empaquetamiento regular de moléculas de un mismo tipo, forma y tamaño tiende a excluir la presencia de impurezas. Es el método más adecuado para purificar compuestos sólidos, siempre que estos contengan una cantidad moderada de impurezas

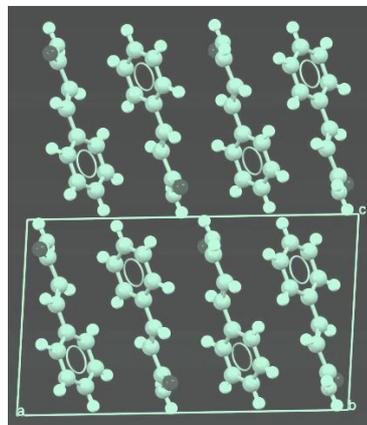


Figura 2. Estructura cristalina de la cinnamida. Fuente: elaboración propia con base en (Brown, et al., 2012).

El primer paso en una recristalización es conocer el disolvente ideal, aquel en donde el compuesto a purificar sea insoluble en frío y soluble en caliente. Posteriormente se debe disolver el sólido en la mínima cantidad del disolvente apropiado en caliente, obteniendo una disolución saturada que debe de ser filtrada en caliente para eliminar impurezas insolubles. En algunos casos se recomienda añadir carbón activado para eliminar impurezas solubles en el disolvente empleado, generalmente coloridas. Al enfriar el filtrado, la disolución se sobresatura con respecto al sólido y se empiezan a formar pequeños núcleos de cristalización en las paredes del recipiente o en la

superficie del líquido. Una vez que se conforman estos núcleos más moléculas que llegan a la superficie se unen dando lugar al retículo cristalino. Sin embargo, las impurezas solubles remanentes permanecen ya que no están lo suficientemente concentradas como para saturar la disolución y cristalizar. Los cristales obtenidos se recogen por filtración, separándose así de las aguas madres, se lavan varias veces con el mismo disolvente frío para eliminar las impurezas adheridas a la superficie y, finalmente, se secan. Si después de la recrystalización no se obtiene el sólido con la pureza deseada, el proceso puede repetirse empleando el mismo u otro disolvente.

La cristalización idónea es aquella que tiene lugar lentamente, ya que conduce a cristales muy puros. Si el enfriamiento de la disolución se realiza muy rápidamente se puede producir la formación de un sólido amorfo, en lugar de un sólido cristalino, que puede incluir impurezas.

## Elección del disolvente

Como se mencionó anteriormente, el primer paso para abordar un proceso de recrystalización es la elección del disolvente ideal. Para ello se realizan pruebas de solubilidad: se introduce un poco del compuesto a recrystalizar en distintos tubos de ensayo y se adicionan en cada uno los diferentes disolventes elegidos (Tabla 1), se calientan y se observa lo que ocurre.

Tabla 1. Disolventes de uso más frecuente para cristalización.

Disolvente	P.eb. (°C/1 atm)
Agua	100
Metanol	65
Etanol	78
Acetona	56
Acetato de etilo	77
Tolueno	111
Hexano	69

El disolvente óptimo o ideal será aquél que disuelva completamente el compuesto en caliente y nada o muy poco en frío. Es importante que además cumpla con otras dos características: tener un punto de ebullición no excesivamente alto y ser inerte respecto al compuesto a recrystalizar para no modificar su integridad.

En ocasiones no es posible encontrar un disolvente puro que cumpla con todos los requisitos, en estos casos se puede utilizar una mezcla compuesta por dos o más disolventes en cantidades adecuadas.

Normalmente ocurre que el compuesto a purificar es muy soluble en una serie de disolventes, y muy insoluble en otros, de modo que se escoge un disolvente de cada tipo para realizar la mezcla. Por supuesto, además de elegir las proporciones adecuadas de cada uno, es necesario que los disolventes escogidos sean miscibles.

Otra manera de llevar a cabo la recrystalización en estos casos es disolver en caliente el sólido a purificar en la mínima cantidad posible del disolvente en el que se disuelve bien y adicionar gota a gota el disolvente en el que no es soluble para favorecer su cristalización. A esta técnica se le da el nombre de recrystalización por par de disolventes.

## Procedimiento experimental

### Adición de disolvente

Como regla general, el objetivo es disolver el soluto en la mínima cantidad de disolvente a su temperatura de ebullición. Una vez elegido el disolvente ideal, el compuesto a recrystalizar, finamente pulverizado, se coloca en un matraz Erlenmeyer de tamaño adecuado. En otro matraz Erlenmeyer se adiciona el disolvente o mezcla de disolventes de recrystalización y se calienta hasta su punto de ebullición (Figura 3).

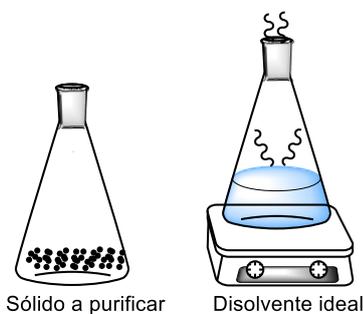
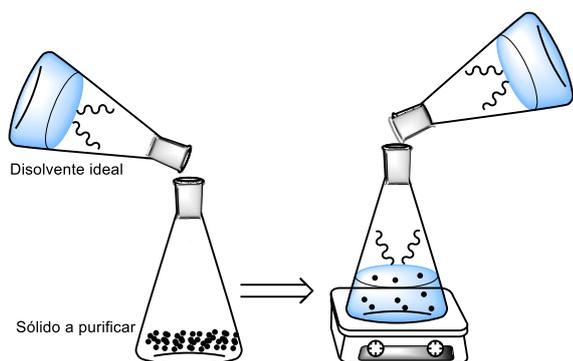


Figura 3. Colocación de compuesto a recrystalizar y calentamiento del disolvente ideal. Fuente: elaboración propia.

### Disolución en caliente del sólido a recrystalizar

Se vierte el disolvente a ebullición en el matraz Erlenmeyer que contiene el sólido hasta que lo cubre y se calienta con agitación constante hasta ebullición. Mientras esto se realiza, añadir gradualmente más disolvente hasta que el sólido se disuelva completamente. Si después de añadir una cantidad adicional de disolvente y a ebullición sigue sin disolverse una parte, hay que tener en cuenta que podría tratarse de impurezas insolubles (Figura 4). Si se adiciona exceso de disolvente, la disolución no estará

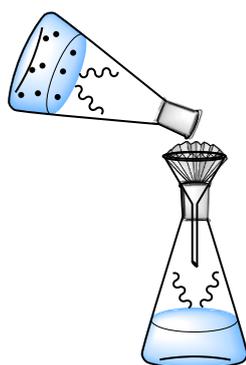
saturada, y puede ocurrir que, después de enfriar, no se produzca la separación de cristales.



**Figura 4.** Adición del disolvente ideal al compuesto a recrystalizar.  
Fuente: elaboración propia.

## Filtración en caliente de las impurezas insolubles

El método para eliminar las impurezas insolubles consiste en filtrar la disolución caliente por gravedad utilizando un embudo cónico y un filtro de pliegues (Figura 5).



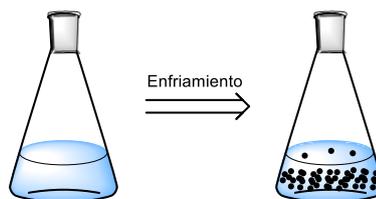
**Figura 5.** Filtración en caliente de las impurezas insolubles. Fuente: elaboración propia.

Hay que tener en cuenta que se ha preparado una disolución saturada y que si se enfría súbitamente se producirá la precipitación del compuesto; por ello, es necesario que todo el material necesario (embudo cónico y el matraz Erlenmeyer) se encuentre caliente. Normalmente el matraz Erlenmeyer y el embudo cónico se sacan de la estufa al momento de realizar la filtración y se adiciona una pequeña cantidad del disolvente caliente a través del papel filtro para que este se caliente. Se coloca el embudo sobre un aro metálico sujeto a un soporte universal, se introduce el vástago del embudo cónico en el Erlenmeyer y se filtra la disolución caliente del compuesto. Estas operaciones deben realizarse con premura para evitar que la disolución se enfríe o se evapore demasiada cantidad de disolvente.

## Enfriamiento y cristalización

Existen varios procedimientos que inducen la cristalización de sólidos puros, como enfriar, soplar el filtrado, raspar las paredes del recipiente empleado con una varilla de vidrio o con espátula y "sembrar" la solución con cristales puros del mismo compuesto a purificar, si es que se cuenta con ellos.

Se deja enfriar lentamente el filtrado para que se formen los cristales puros del compuesto deseado (Figura 6).



**Figura 6.** Enfriamiento y cristalización. Fuente: elaboración propia.

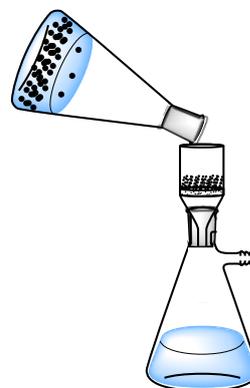
Si una vez alcanzada la temperatura ambiente el sólido no ha cristalizado, resultan útiles los siguientes consejos:

- Enfriar la disolución en un baño de hielo.
- Raspar las paredes o el fondo del Erlenmeyer con una espátula o una varilla de vidrio.
- Soplar el filtrado.
- Añadir un cristal del compuesto que actúe como núcleo de cristalización (sembrado).

Se recomienda realizar al mismo tiempo los primeros tres consejos.

## Filtración de los cristales

Una vez que el sólido ha cristalizado, los cristales se separan de la disolución (aguas madres) filtrando a presión reducida, utilizando un Kitazato y un embudo Büchner provisto de un filtro de papel (Figura 7).



**Figura 7.** Filtración de los cristales. Fuente: elaboración propia.

El papel filtro debe cubrir por completo todos los orificios de la placa del Büchner, pero su diámetro debe ser ligeramente inferior al de su placa. Al colocarlo debe quedar completamente liso y sin arrugas, para que no

pueda pasar nada de sólido por sus bordes. Esto se consigue fácilmente humedeciendo el papel con disolvente y haciendo succión con el vacío.

## Lavado y secado de los cristales

Lavar varias veces los cristales contenidos en el Büchner con el mismo disolvente en el que se ha llevado a cabo la cristalización, previamente enfriado. Finalmente, los cristales recogidos se pasan a un vidrio de reloj y se dejan secar al aire o al vacío (Figura 8).

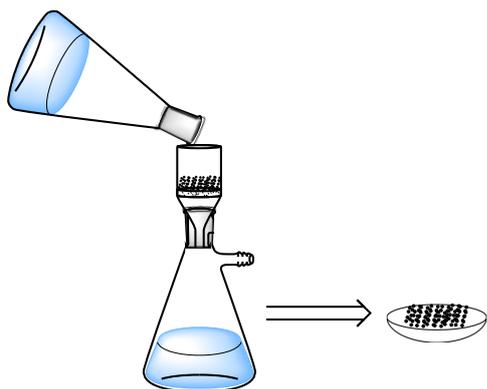


Figura 8. Lavado y secado de los cristales. Fuente: elaboración propia.

## Consideraciones

Con estas operaciones se persigue eliminar los dos tipos de impurezas que se pueden presentar en la muestra original: las insolubles y las solubles. Las primeras se eliminan cuando se realiza la filtración en caliente por gravedad, quedando recogidas en el papel filtro; las segundas, en la filtración al vacío, quedando disueltas en el filtrado.

## Referencias

Brown, T. L., LeMay Jr, H. E., Bursten, B. E., Murphy, C. J. & Woodward, Patrick M. (2012). *Química: La ciencia central*. 12ª ed. Pearson.

Chang, R. & Goldsby, K. A. (2013). *Química*. 11ª ed. McGraw-Hill.

Fessenden, R. J. and Fessenden J. S. (2001). *Organic Laboratory Techniques*. USA: Brooks and Cole.

Gilbert, J. C. and Martin S. F. (2010). *Experimental Organic Chemistry A Miniscale and Microscale*. USA: Brooks and Cole.

Grases, F. F., Costa, B. A. y Söhnel O. (2000). *Cristalización en disolución: conceptos básicos*. Barcelona: Reverté.

Mayo, D., Dike, R. y Forbes D. (2011). *Microscale Organic Laboratory: with Multistep and Multiscale Syntheses*. USA: Wiley.

Mohring, J.R., Alberg, D.G., Hofmeister, G.E., Schatz, P.F. & Hammond, C. N. (2014). *Laboratory Techniques in Organic Chemistry Supporting Inquiry-Driven Experiments*. 4th ed. W. H. Freeman and Company.

Pavia, D. L., Lampam G. M., Kriz G. S. and Engel R. (2011). *A Small Scale Approach to Organic Laboratory Techniques*. USA: Brooks and Cole.

Pedersen, S. F. and Myers A. M. (2011). *Understanding the Principles of Organic Chemistry: A Laboratory Course*. USA: Brooks and Cole.

Williamson, K. and Masters K. (2010). *Macroscale and Microscale Organic Experiments*. USA: Brooks and Cole.