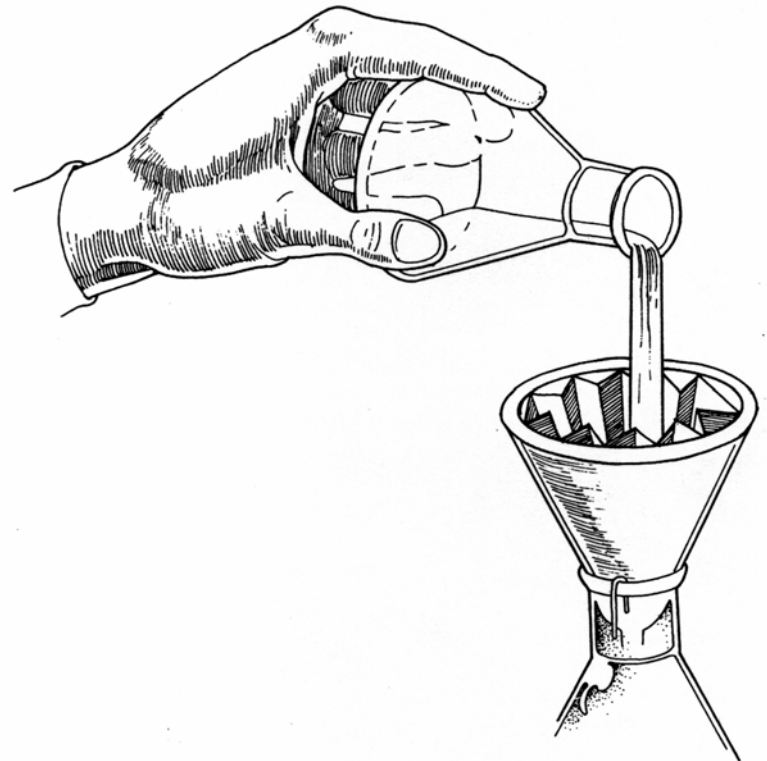


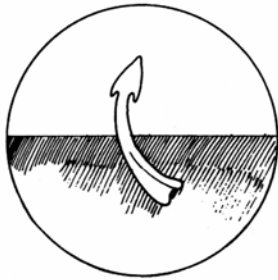
# Filtrazione per gravità

Si chiama **filtrazione per gravità** perché il liquido attraversa per gravità la barriera porosa (carta), lasciando il solido su di essa.

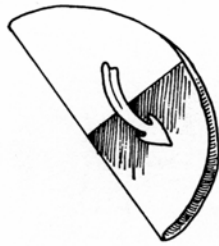
La **filtrazione** può risultare lenta ma il filtrato ottenuto sarà limpido

La barriera porosa è rappresentata da un filtro di carta "a pieghe". Le pieghe accelerano la filtrazione e riducono il contatto con l'imbuto (superficie fredda)

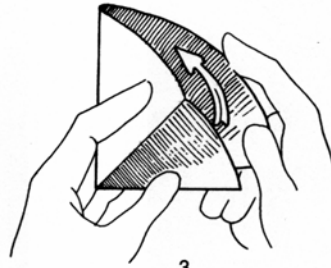




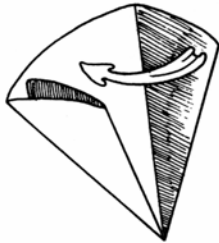
1



2



3



4



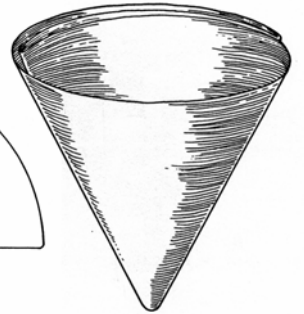
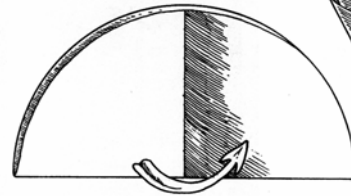
5



6



7



8

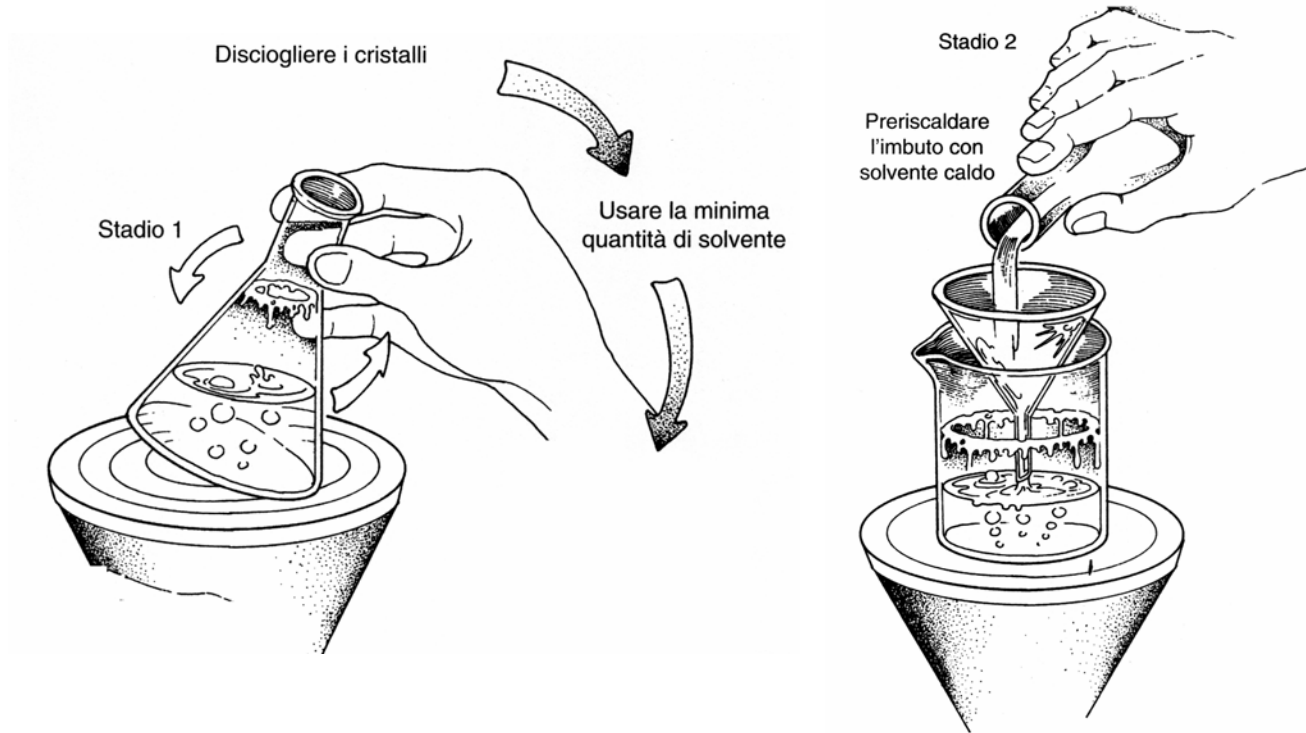


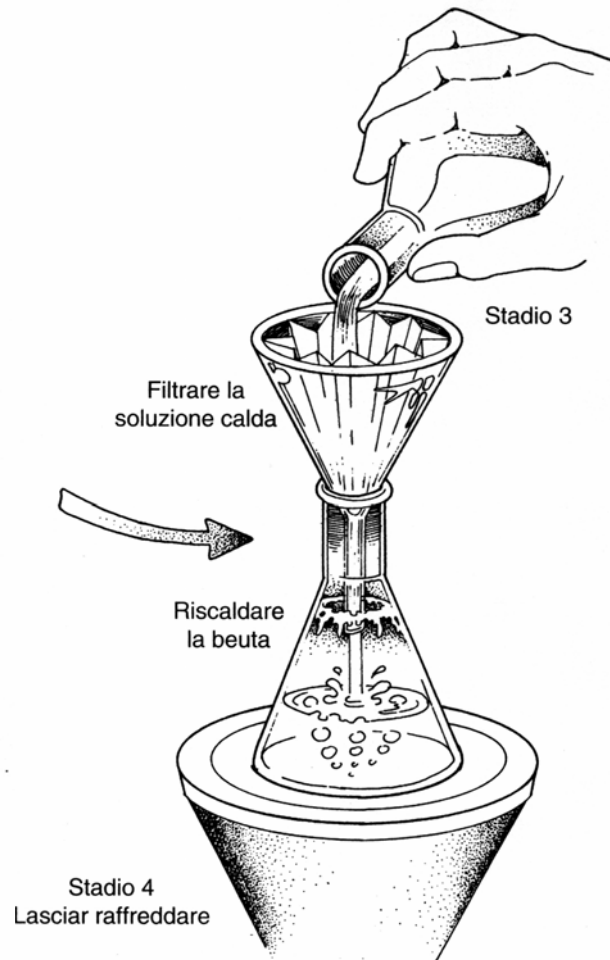
9



10

La filtrazione deve essere eseguita a caldo per evitare che la sostanza organica cominci a cristallizzare per raffreddamento

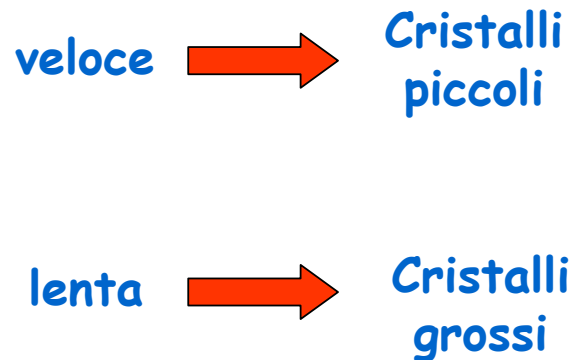




# Cristallizzazione

E' la fase di formazione dei cristalli: la sostanza che a freddo era scarsamente solubile nel solvente scelto, dovrebbe cristallizzare durante il raffreddamento della soluzione filtrata

La velocità di raffreddamento determina le dimensioni dei cristalli:



Il ritmo di cristallizzazione è grande a circa 50 °C sotto il MP della sostanza, è massimo a circa 100 °C

Per favorire la completa separazione dei cristalli è bene raffreddare la soluzione a 0 °C

Inconvenienti:

Mancata separazione con la cristallizzazione

Formazione di un olio

Se i cristalli non si separano in seguito al raffreddamento si può:

Innescare il processo, aggiungendo un **cristallo di innesco**, del materiale grezzo di origine. Questo fornirà un nucleo su cui il cristallo può crescere

Raschiare con una bacchetta o spatola le pareti della beuta. Questo produrrà **micro-fragmenti di vetro**, che costituiranno i nuclei per indurre la cristallizzazione

Raffreddare con un **sistema CO<sub>2</sub>-acetone (-78°C)** e poi, dopo aver raschiato la beuta, riportare la soluzione a t.a.

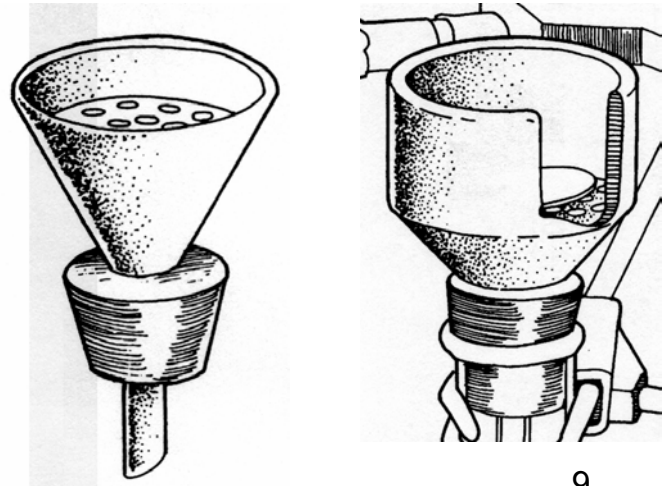
Formazione di olio: si verifica quando la sostanza grezza è molto **sporca**, o quando ha un **MP più basso del BP** del solvente. L'aggiunta di un altro solvente o un più lento raffreddamento può risolvere il problema

# Raccolta dei cristalli

I cristalli formati si separano dalle acque madri per **filtrazione sottovuoto**

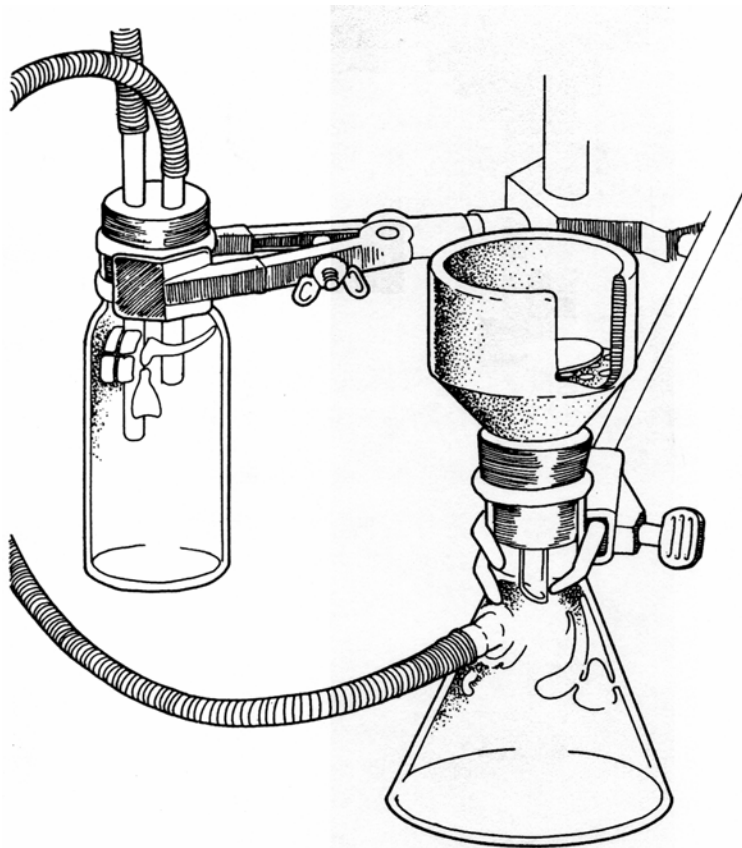
Questo processo è veloce e poiché implica il passaggio di una grande quantità di aria attraverso i cristalli né permette un certo essiccamento

Buchner e Hirsch sono usati per la filtrazione in dipendenza della quantità di solido e dal volume di soluzione. Entrambi hanno una superficie forata.



# Filtrazione sottovuoto

Attenzione a non usare un vuoto spinto per solventi molto volatili, bollirebbero!!!



# Essiccamento

Tecniche speciali di essiccamento vengono usate quando i cristalli sono bagnati di acqua

Sistemi a “pistola seccante” presentano una camera orizzontale dove si disporranno i cristalli contenuti in vials

In entrambi i sistemi si possono usare degli agenti essiccanti

La rimozione dell'acqua a TA si effettua con l'uso degli essiccatori, tale processo viene velocizzato per connessione con il vuoto

Quando tutto il sistema è chiuso, l'acqua che evapora dai cristalli viene assorbita dagli essiccanti che si "inzuppano"

