



Taller de Capacitación Docente sobre Cristalografía y Crecimiento de Cristales

PARTE 2

Introducción Crecimiento de Cristales: Conceptos generales





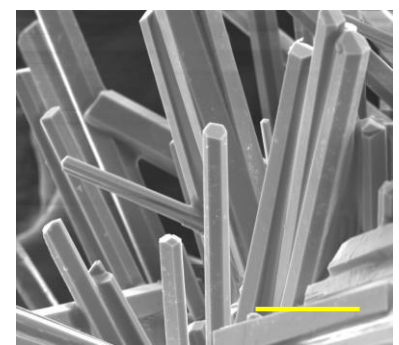
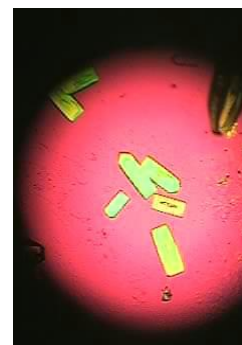
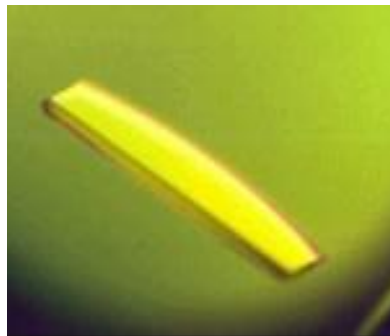
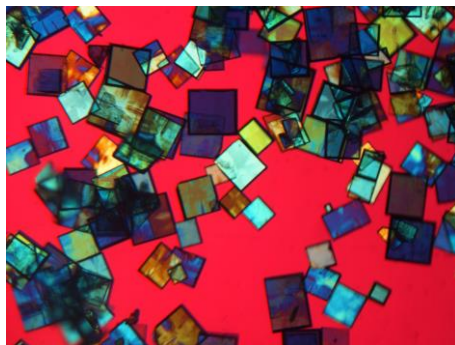
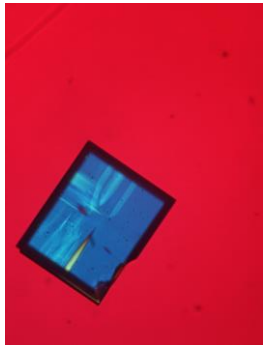
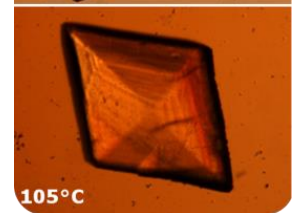
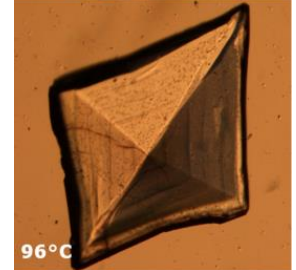
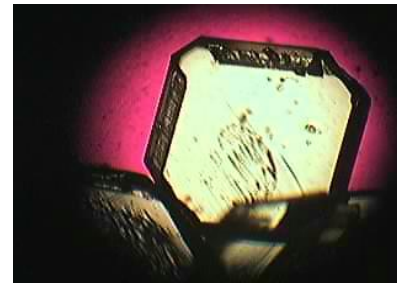
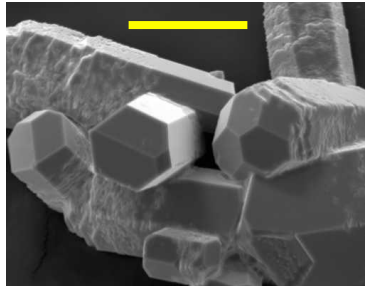
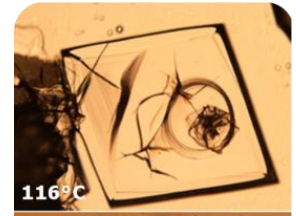
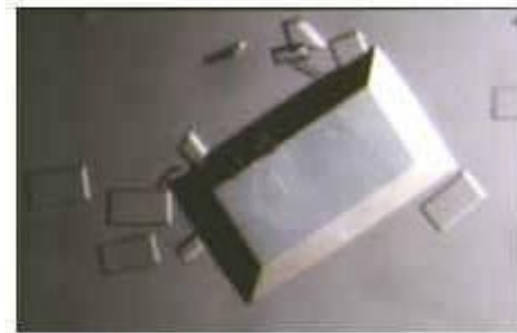
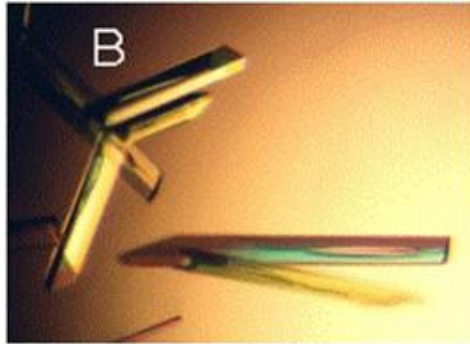
CRISTALES NATURALES





MONOCRISTALES OBTENIDOS EN EL LABORATORIO

➔ *Se observan diferentes hábitos cristalinos*





CRISTALIZACION

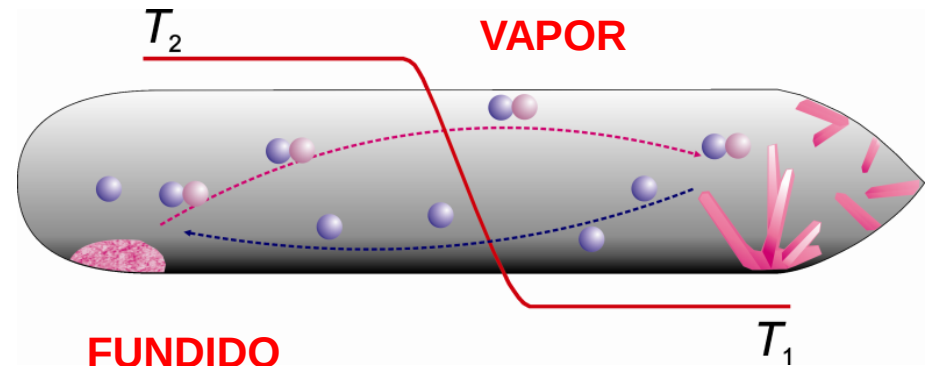
La cristalización ocurre cuando las condiciones son energéticamente favorables para que los constituyentes formen uniones permanentes



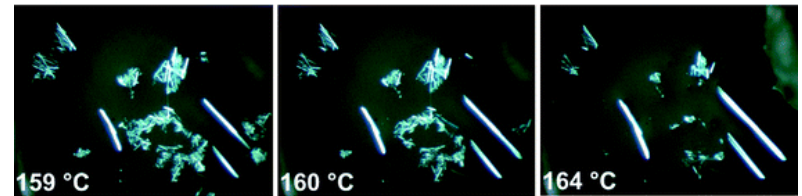
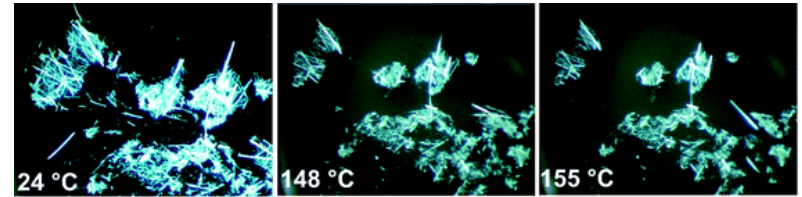
(a) **SOLUCION**



(b)



FUNDIDO



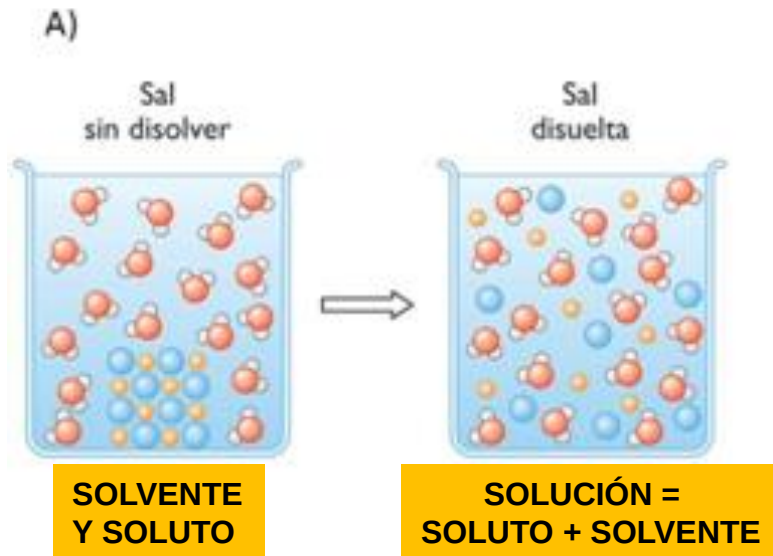
D

E

F



$$\text{SOLUCIÓN} = \text{SOLUTO} + \text{SOLVENTE}$$



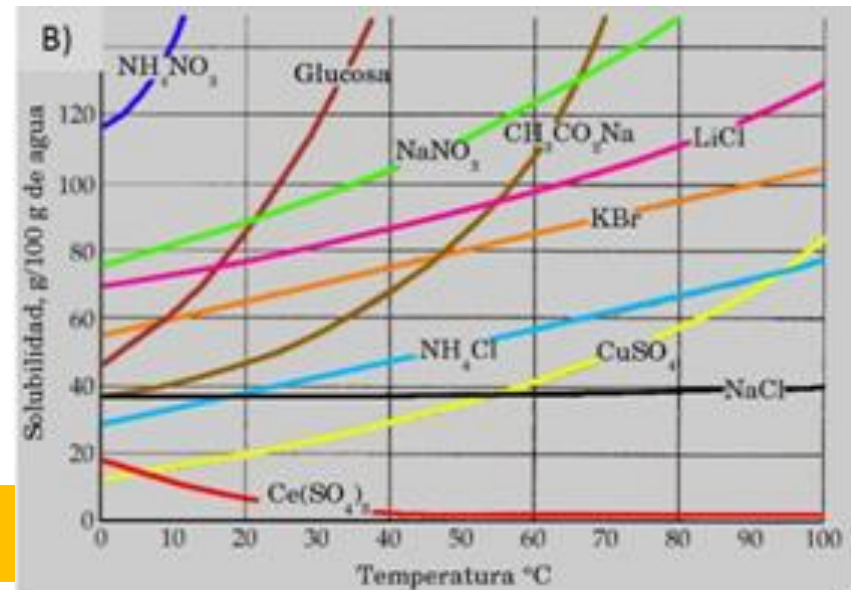
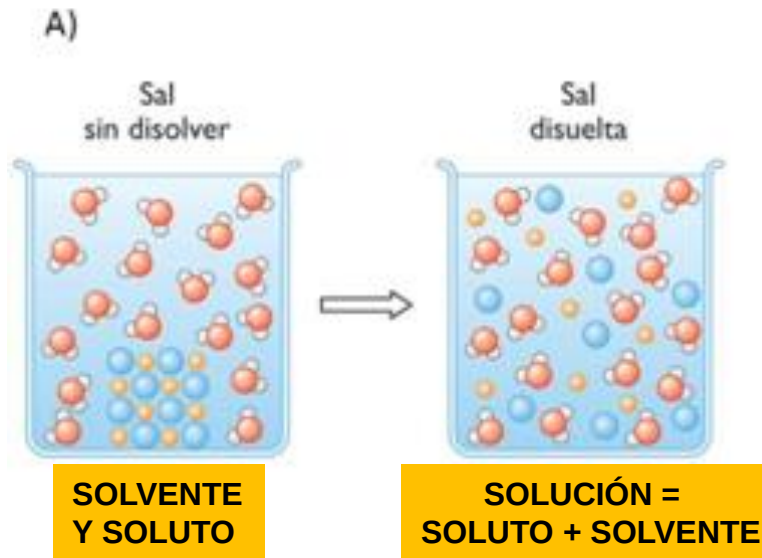
Para que un soluto pueda disolverse en un solvente determinado, las características de ambos son muy importantes.

Variables a tener en cuenta: tipo de sustancia, polaridad del solvente y del soluto, estabilidad, constantes físicas del solvente, etc



SOLUBILIDAD Y CRISTALIZACION

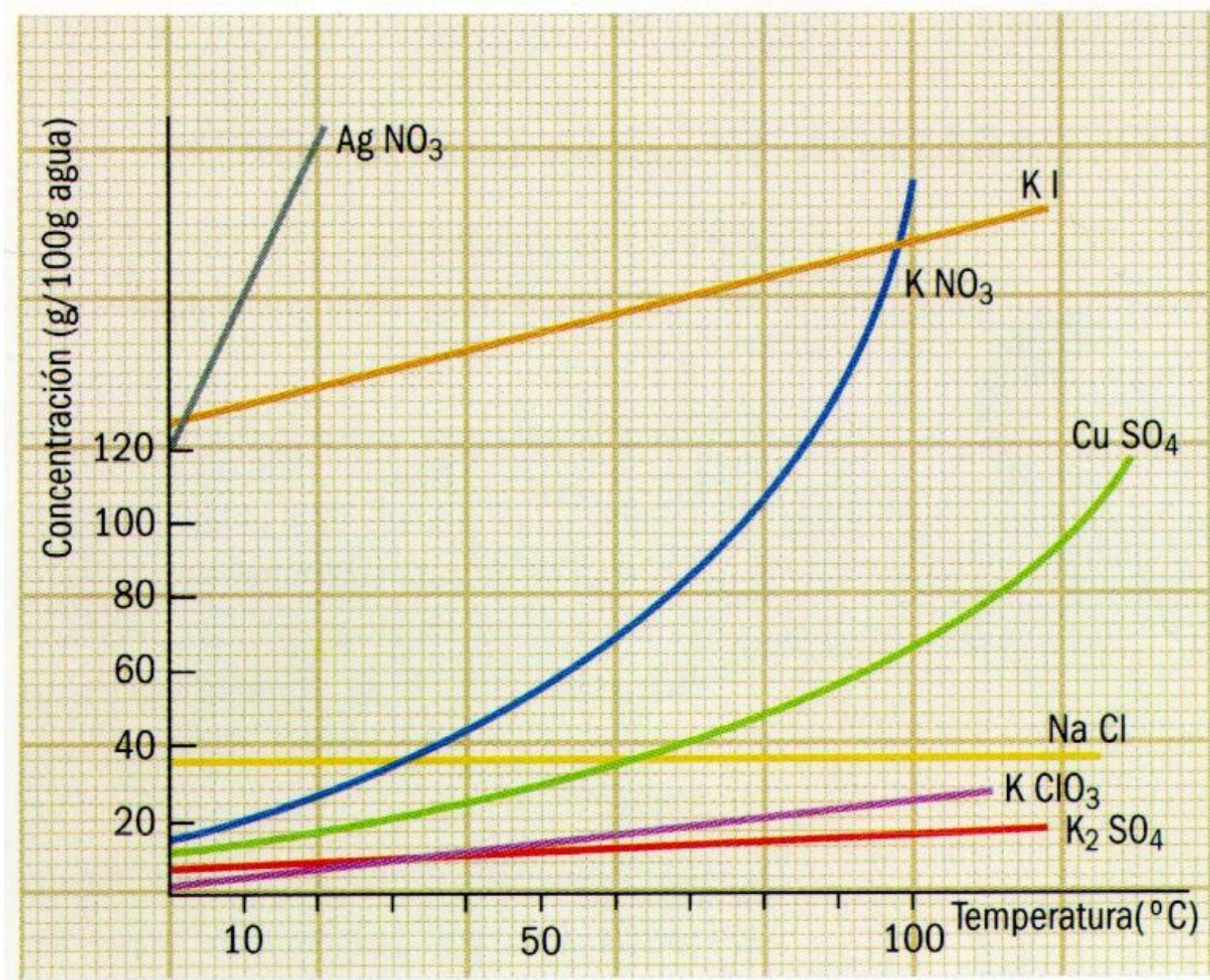
SOLUCIÓN = SOLUTO + SOLVENTE



Curvas de solubilidad:
Concentración vs. temperatura



LA CURVA DE SOLUBILIDAD



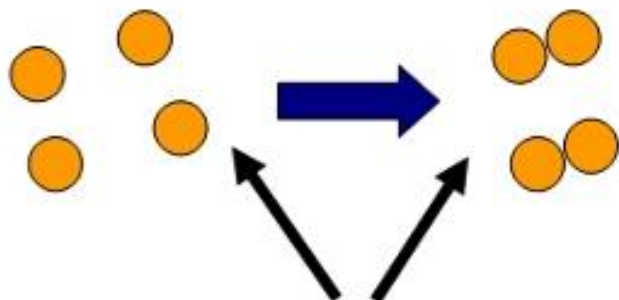


ETAPAS DE LA CRISTALIZACION

1. Sobresaturación

2. Nucleación

3. Crecimiento cristalino



Formación de clústeres

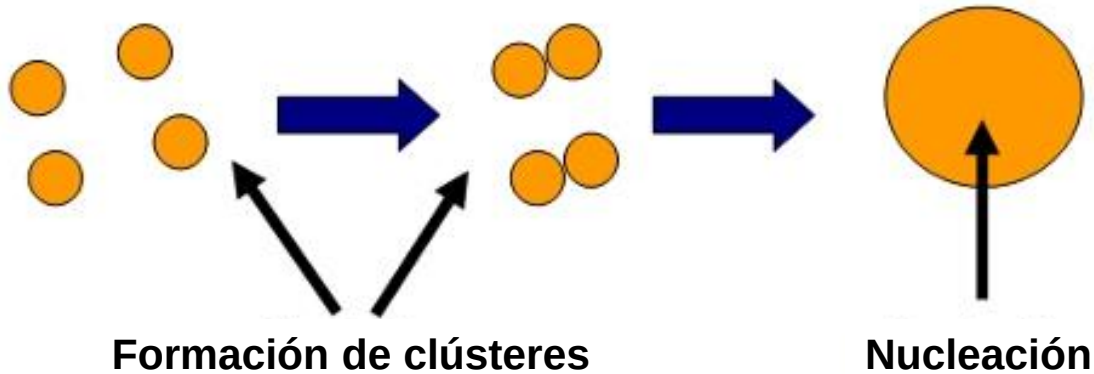
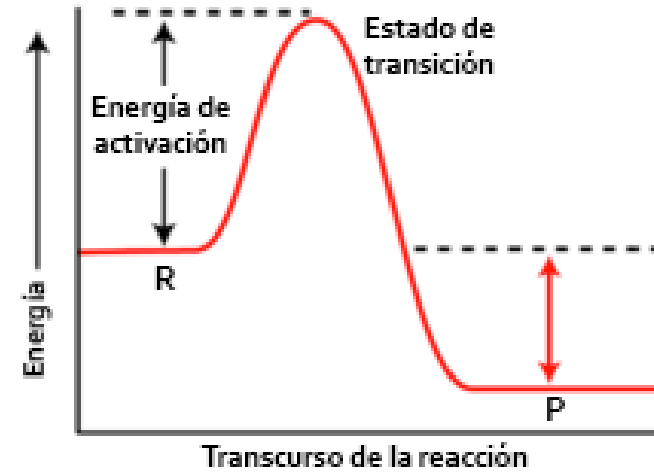


ETAPAS DE LA CRISTALIZACION

1. Sobresaturación

2. Nucleación

3. Crecimiento cristalino



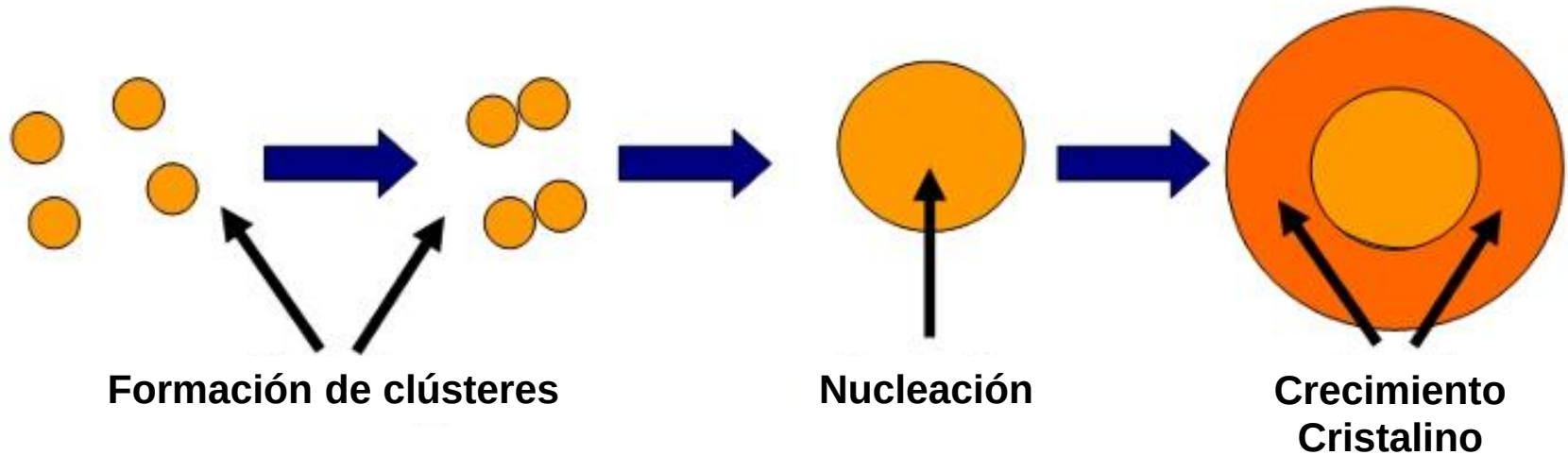


ETAPAS DE LA CRISTALIZACION

1. Sobresaturación

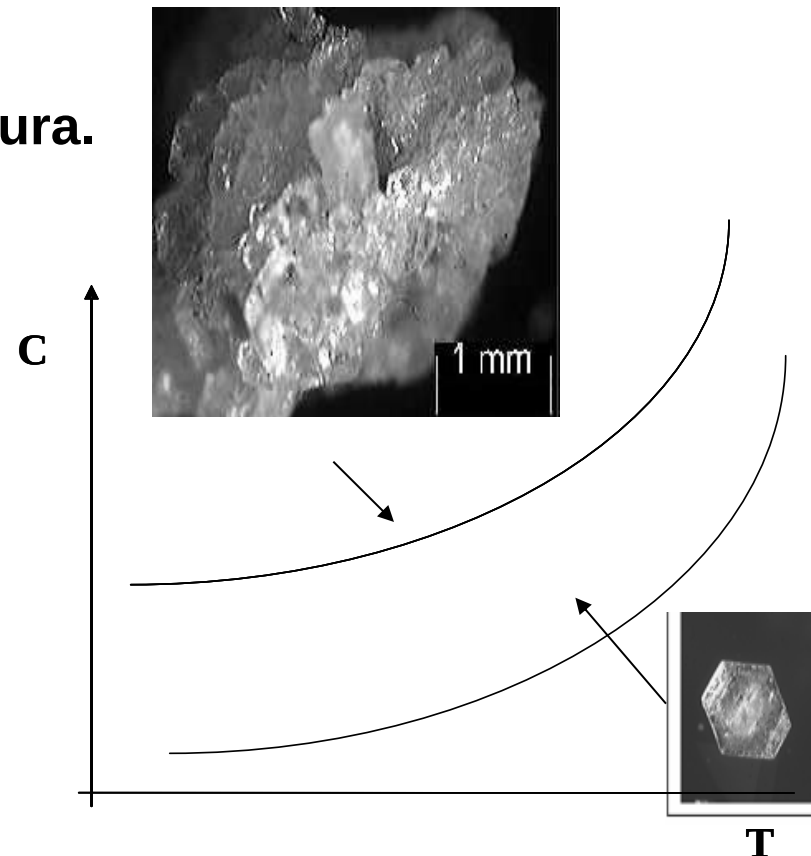
2. Nucleación

3. Crecimiento cristalino



1. Sobresaturación

Se define como la concentración en exceso de solute de una solución saturada bajo determinadas condiciones de presión y temperatura.

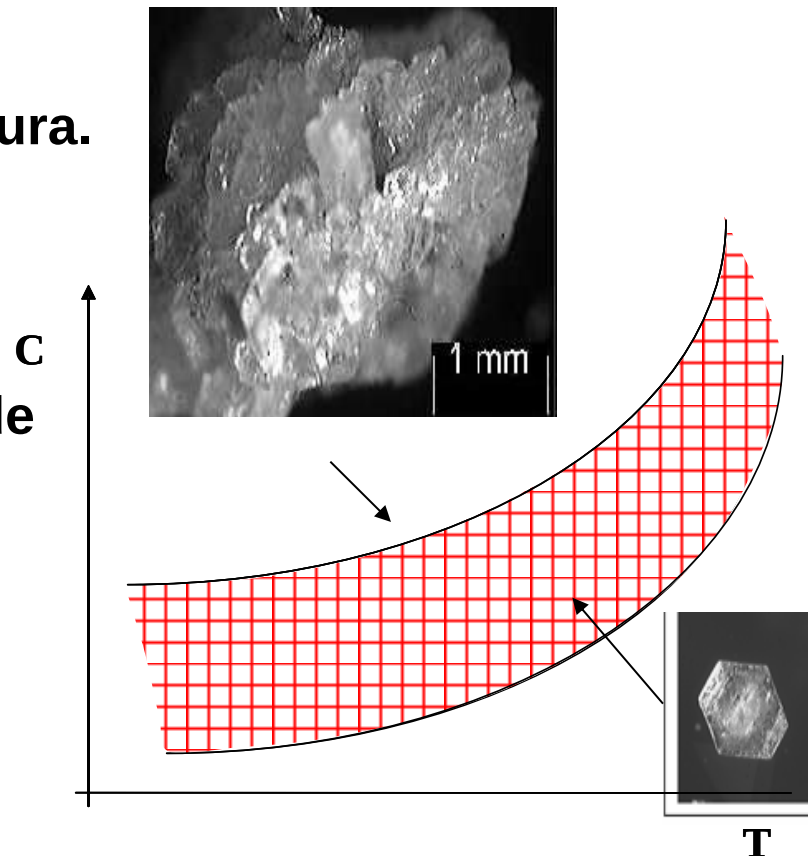


1. Sobresaturación

Se define como la concentración en exceso de solute de una solución saturada bajo determinadas condiciones de presión y temperatura.

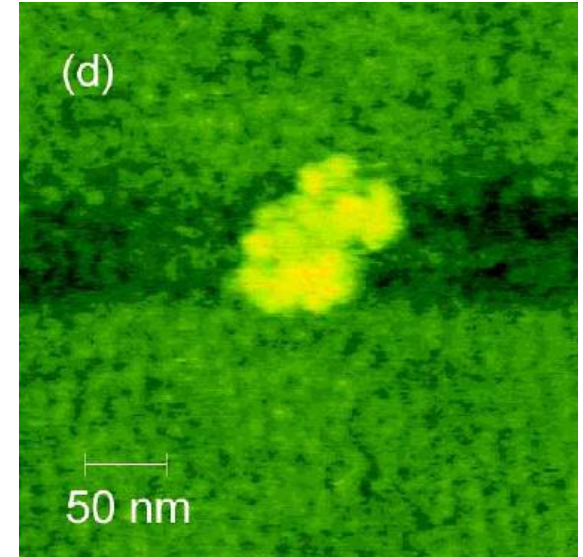
Se consigue por:

- Enfriamiento o calentamiento de la solución
- Evaporación de solvente
- Cambios en el pH
- Agregado de precipitantes
- Diálisis

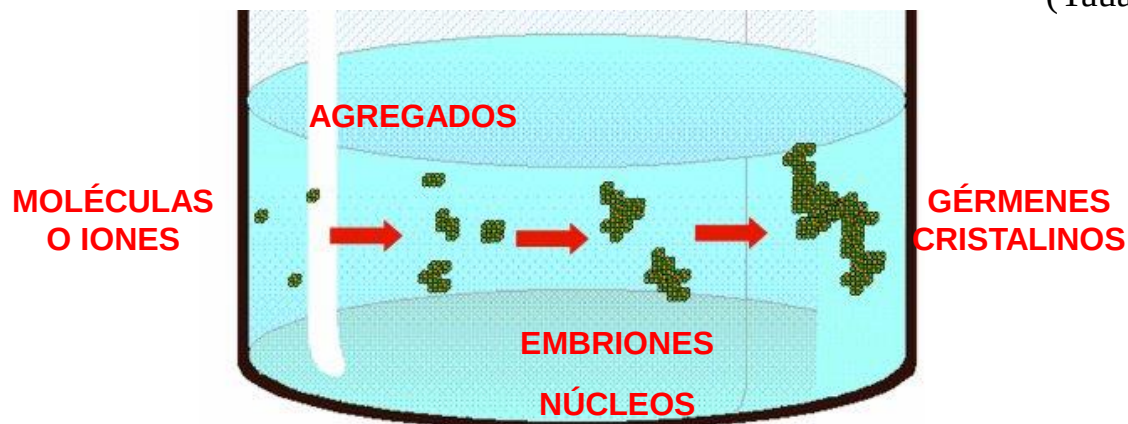


2. Nucleación

- Primer paso decisivo en la formación de un cristal



Cluster de aproximadamente 20 moléculas de apoferritin (Yauand Vekilov, *Nature*, 2000).





2. Nucleación

PRIMARIA

SECUNDARIA

Inducida por
gérmes o
semillas



ETAPAS DE LA CRISTALIZACION

2. Nucleación

PRIMARIA

HOMOGENEA

Espontánea



Alta
sobresaturación

HETEROGENEA

Inducida por
partículas extrañas,
impurezas



Baja
sobresaturación



2. Nucleación

SECUNDARIA

Inducida por
gérmes o
semillas

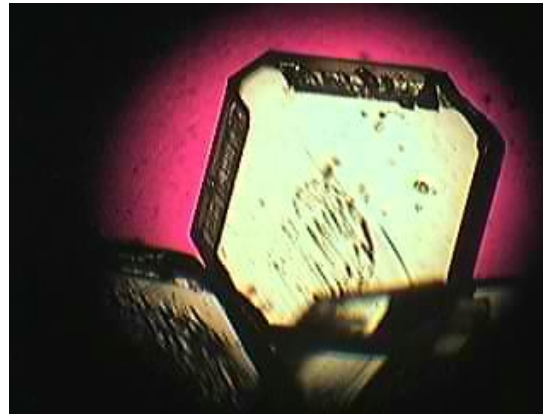
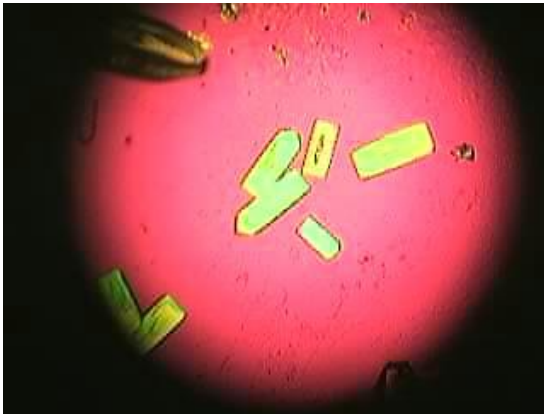
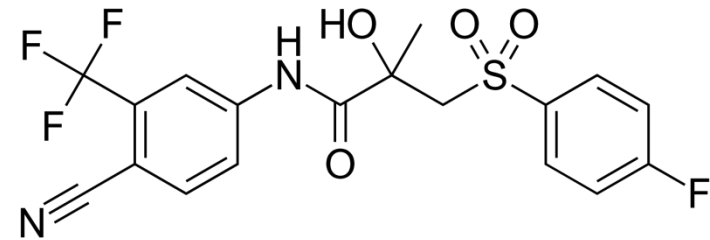
GRAN IMPORTANCIA EN LA INDUSTRIA FARMACÉUTICA, ya que el agregado intencional o no de gérmes, superficies o interfases permite:

- El aislamiento de una forma cristalina deseada
- El control de la conversión entre fases
- Evitar la nucleación heterogénea debida a contaminantes desconocidos o impurezas
- Cristales de mayor tamaño



¿PORQUÉ LOS CRISTALES TIENEN LA FORMA QUE PRESENTAN?

■ Hábitos cristalinos de la BICALUTAMIDA



Cristales de Bicalutamida Forma I obtenidos con distintos solventes:

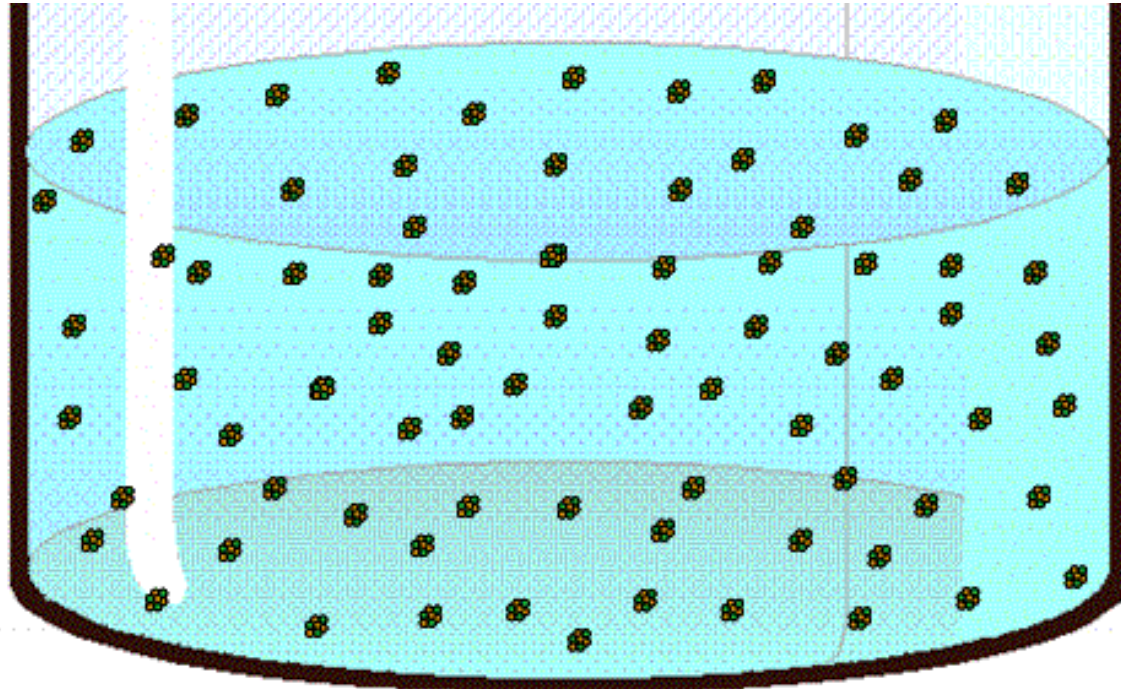
acetato de etilo

etanol

tolueno



3. Crecimiento cristalino





3. Crecimiento cristalino



Proteína Lisozima de clara de huevo de gallina



FACTORES QUE INFLUYEN EN LA CRISTALIZACION

- a) Velocidad de cristalización**
- b) Solvente**
- c) Zonas de nucleación preferente**
- d) Inestabilidad térmica**
- e) Impurezas**
- f) Vibraciones externas**
- g) Grado de sobresaturación**

Ejemplo: Obtención de cristales por evaporación del solvente

Una de las formas más simples de obtener **CRISTALES** a partir de una solución es mediante la **evaporación del solvente**.

Sustancia a cristalizar
(SOLUTO)



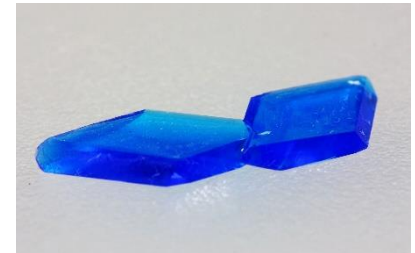
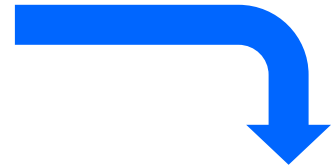
Agregamos el
SOLVENTE para
formar la SOLUCIÓN



SOLUCION



EVAPORACIÓN



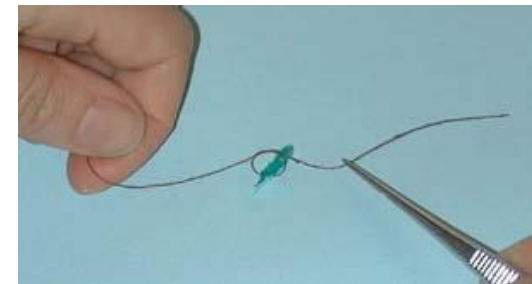
CRISTALES

Ejemplo: Monocristales de sulfato de cobre a partir de un cristal “semilla”

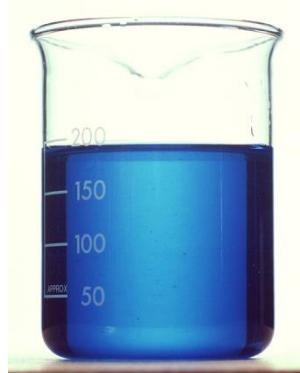
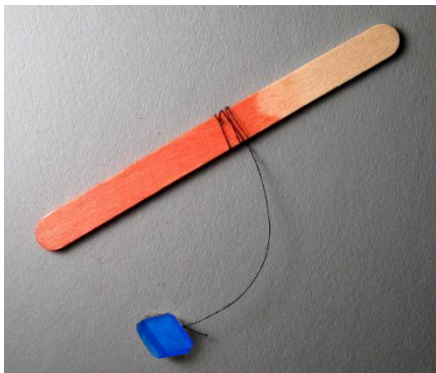
- 1 Preparar **CRISTALES** por evaporación de una solución y elegir el más perfecto



- 2 Con mucho cuidado sujetar el **CRISTAL ELEGIDO** (“semilla”) con un hilo o tanza. Se lo puede atar o pegar con un adhesivo adecuado

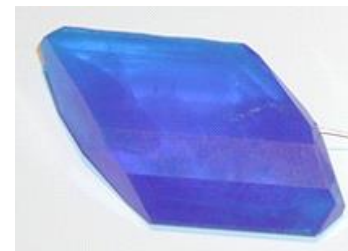
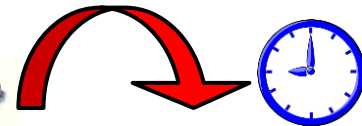


- 3 Sujetar el hilo con el **CRISTAL** en una varilla y colocarlo en una solución sobresaturada de sulfato de cobre



- 4 Dejar que el sistema evolucione lentamente y crezca el **MONOCRISTAL**

Las moléculas del soluto en exceso en la solución sobresaturada se irán depositando lentamente sobre el cristal semilla

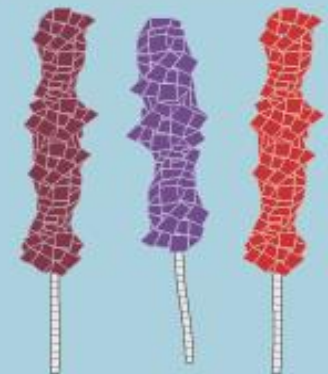


OBTENCIÓN DE POLICRISTALES DE AZÚCAR A PARTIR DE VARIAS SEMILLAS

- 1 Colocar en una olla dos tazas de azúcar y una de agua. Poner a calentar sin dejar de revolver hasta que se disuelva.
- 2 Volcar la solución en un recipiente de vidrio y agregar poco a poco media taza de azúcar, revolviendo hasta que se disuelva.
- 3 Buscar una cuerda de algodón y cortarla calculando que el extremo no toque el fondo del recipiente.
Si querés podés agregar un colorante.



- 4 Mojar la cuerda con la mezcla y espolvorearla con granitos de azúcar que serán "semillas" para el crecimiento.
- 5 Finalmente colgar la cuerda atándola a un lápiz y dejar el recipiente reposando en un lugar limpio.
- 6 ¡Una o dos semanas después vas a tener tu policristal listo!

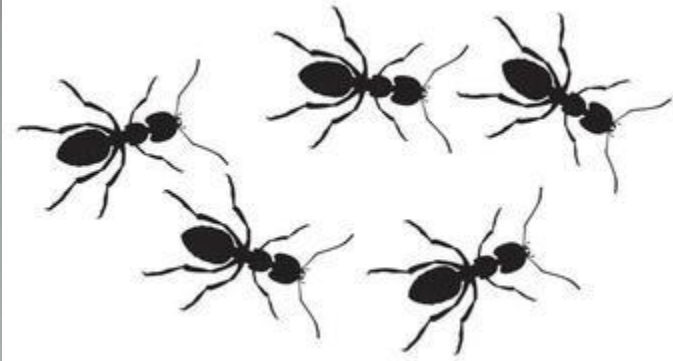
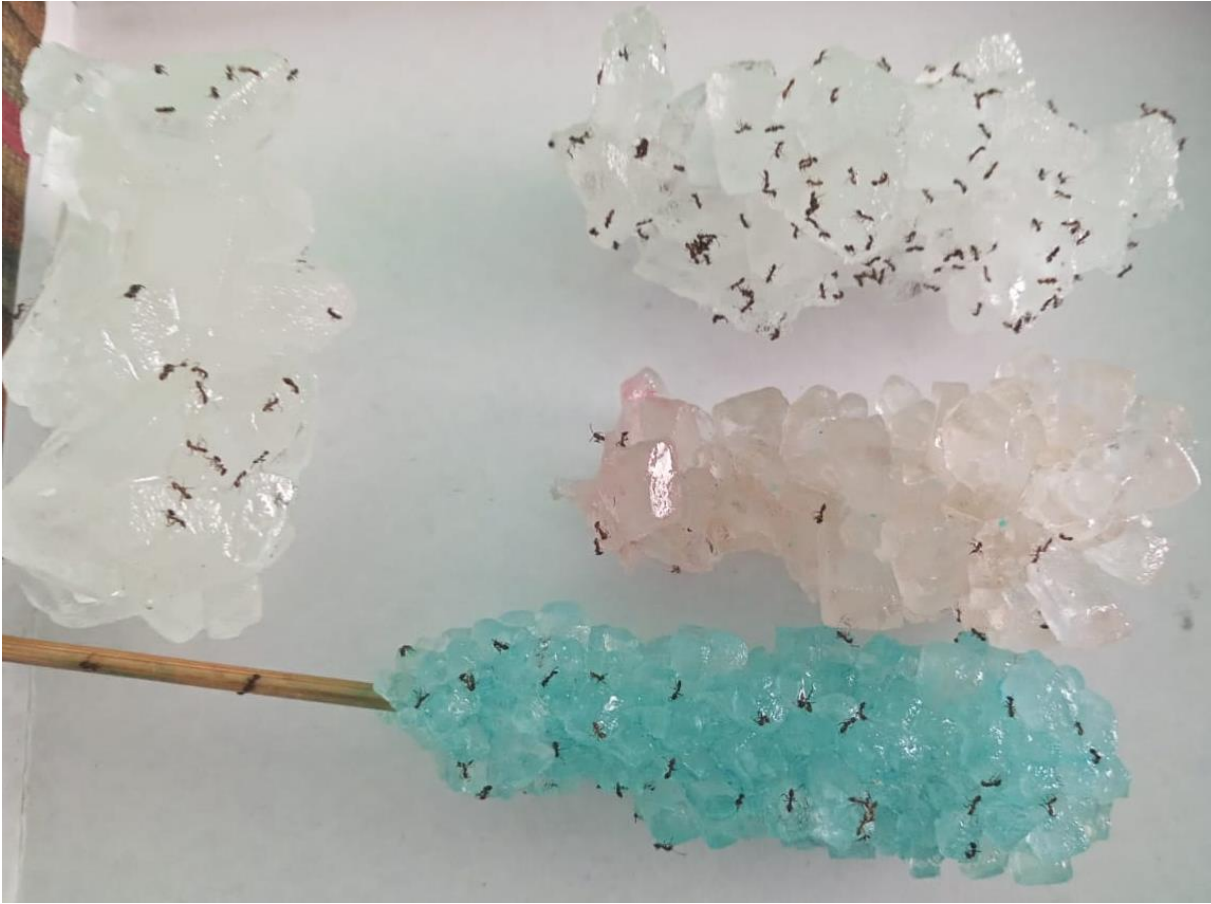


OBTENCIÓN DE POLICRISTALES DE AZÚCAR A PARTIR DE VARIAS SEMILLAS

➡ Resultados



OBTENCIÓN DE POLICRISTALES DE AZÚCAR A PARTIR DE VARIAS SEMILLAS



¡Cuidado con las hormigas!

OBTENCIÓN DE UN “HUEVO GEODA” A PARTIR DE VARIAS SEMILLAS

- 1** Realizar dos agujeritos con un clavo o alfiler en un huevo crudo en dos lugares opuestos



- 2** Soplar con fuerza desde uno de los agujeritos para vaciar el huevo y dejarlo hueco. Descartar el contenido.



- 3** Con mucho cuidado, con una tijera cortar el huevo en dos mitades. Luego retirar la membrana interna. ¡Y ya está listo para realizar la **geoda**!



OBTENCIÓN DE UN “HUEVO GEODA” A PARTIR DE VARIAS SEMILLAS

4

Colocar un adhesivo tipo “pegamento universal” en la superficie del huevo y adherir cristallitos de la sustancia a cristalizar (similar a como se hacen los palitos de azúcar).



1º



2º



5

Preparar una solución sobresaturada de la sustancia a cristalizar. Puede ser: **azúcar, bórax, sulfato de cobre, alumbre de potasio.**



6

Colocar la cáscara de huevo con los cristallitos adheridos en el recipiente con la solución sobresaturada preparada previamente.



Ejemplo de solución de **AZUCAR** con **COLORANTE NARANJA**

7

¡Darle tiempo a los **CRISTALES** para que crezcan!



OBTENCIÓN DE UN “HUEVO GEODA” A PARTIR DE VARIAS SEMILLAS

8 Los resultados: ¡nada que envidiarle a la naturaleza!

GEODAS ARTIFICIALES

Azúcar



Alumbre
de potasio



Bórax



CuSO_4



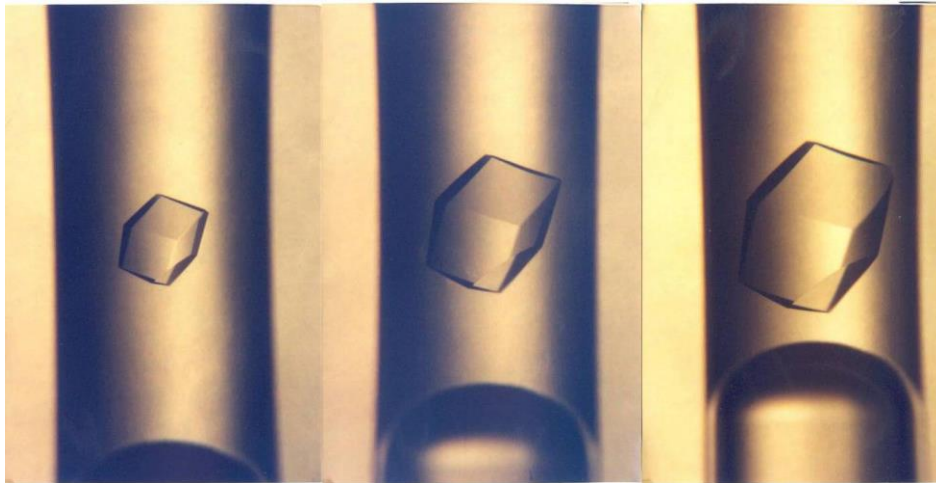
GEODAS NATURALES



AlienUFOart.com



Cristalización en gel



✓ Características de las sustancias a cristalizar

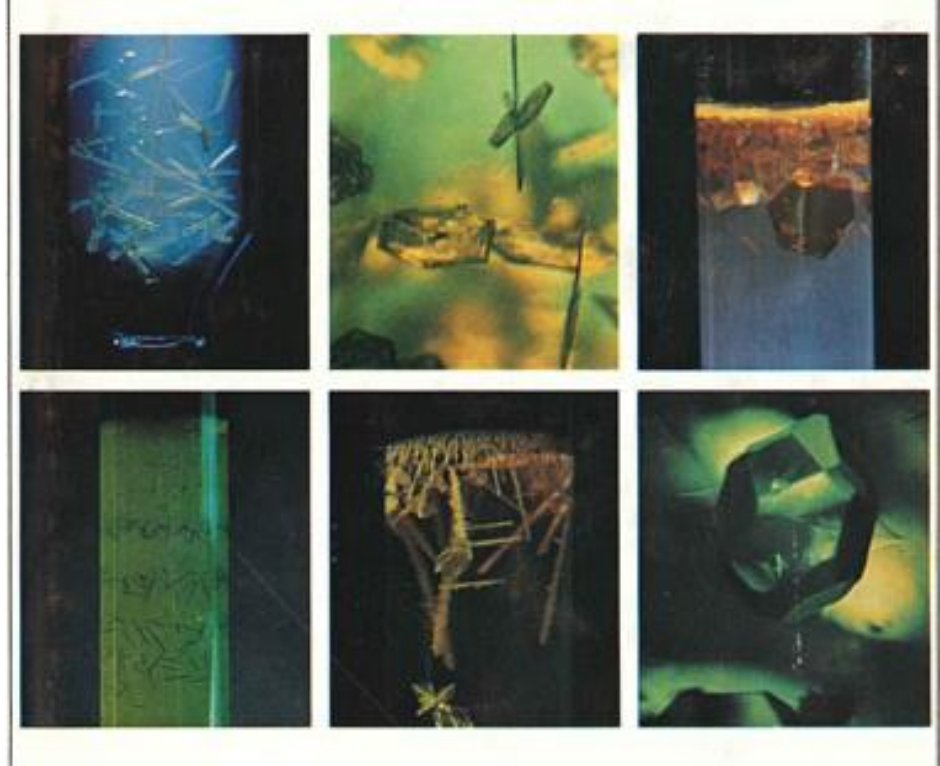
- Compuestos muy insolubles
- Compuestos cuya solubilidad varía mucho en función de la temperatura
- Compuestos solubles en agua pero insolubles en otro solvente



Cristalización en gel

✓ Función del gel

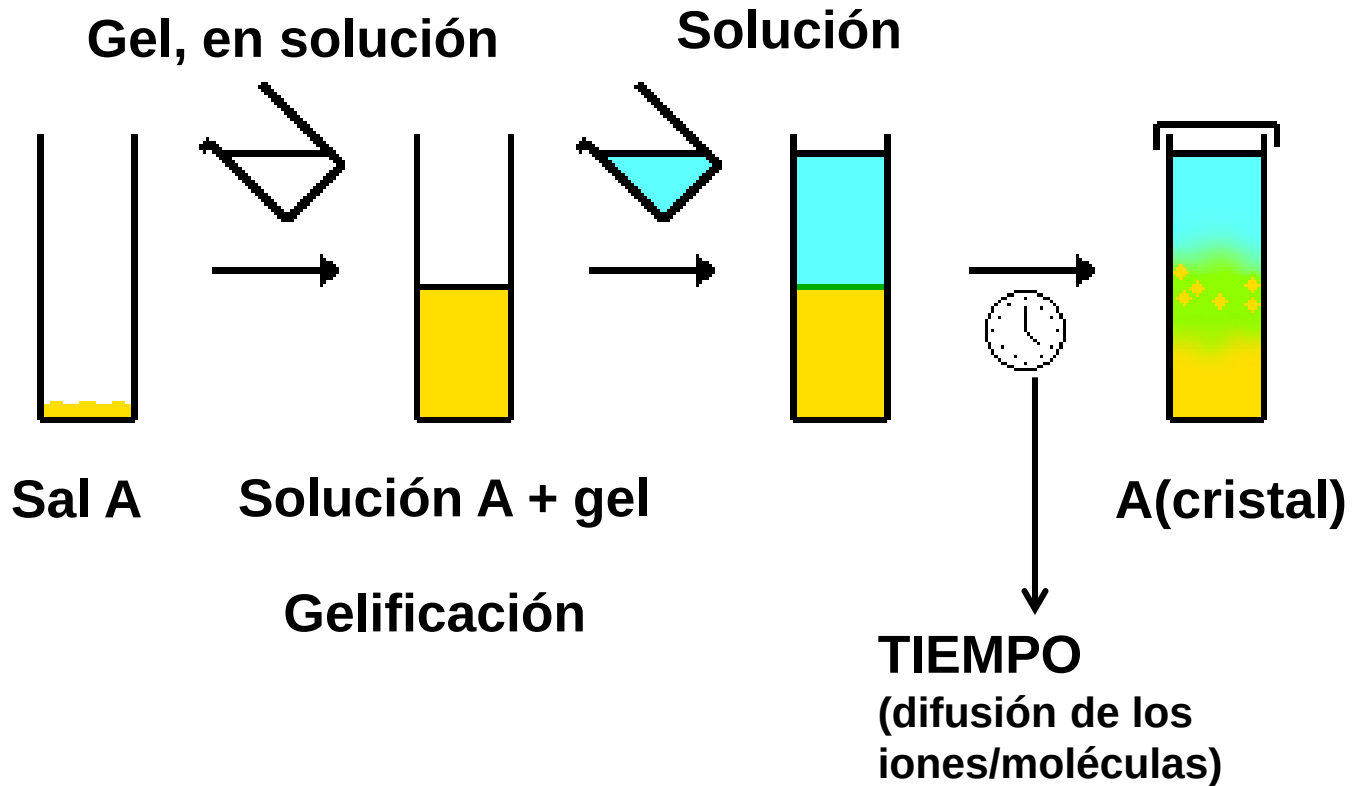
- Soporte inerte donde tiene lugar la reacción
- Controla la difusión
- Suprime corrientes de convección
- Evita saltos de sobresaturación
- Controla la nucleación, proceso de crecimiento y la calidad del cristal





Cristalización en gel

✓ Ejemplo





MÉTODOS DE CRISTALIZACIÓN

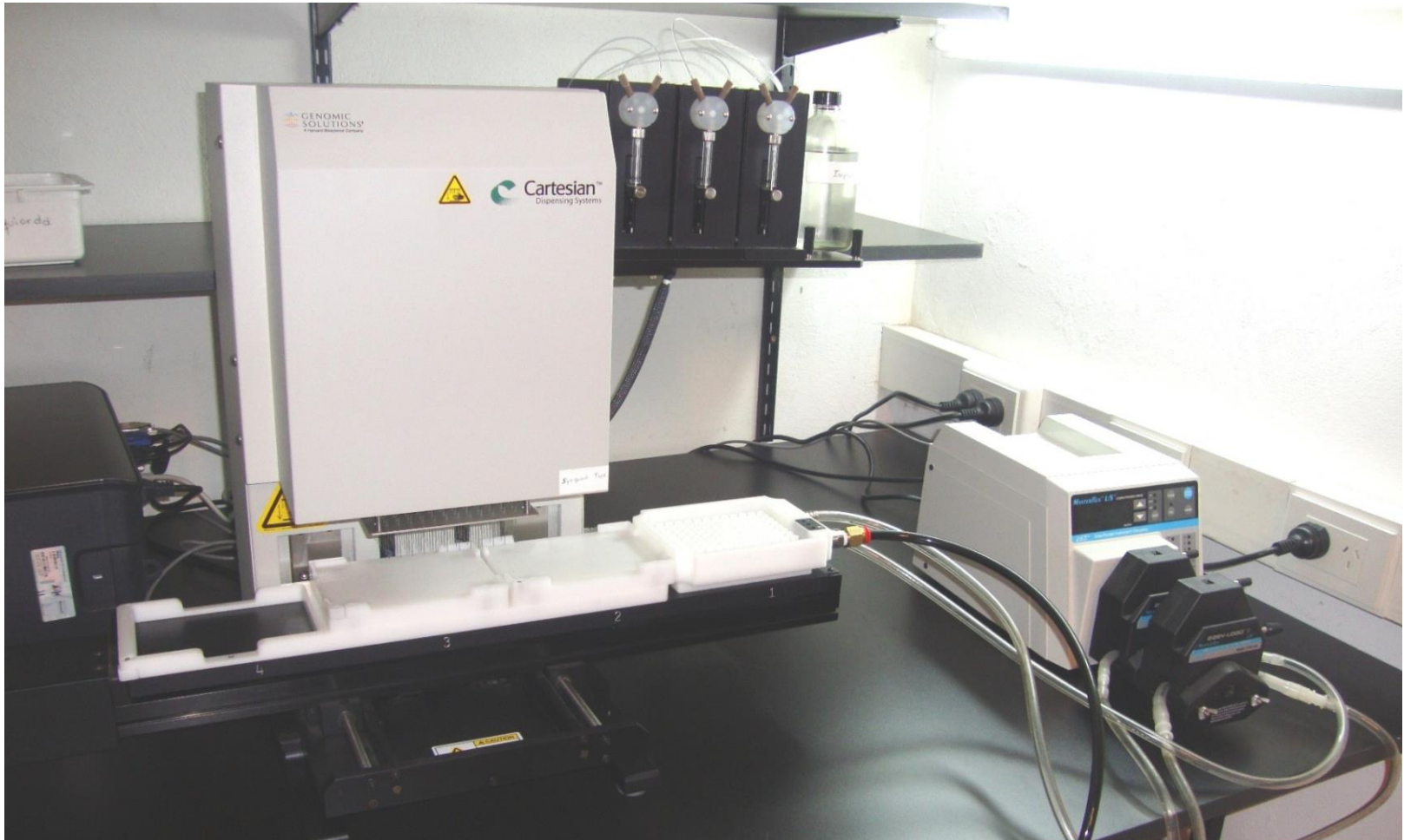
Cristalización en gel





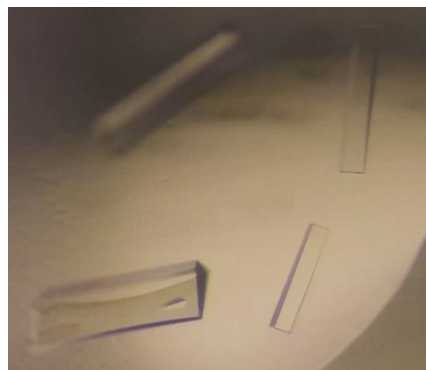
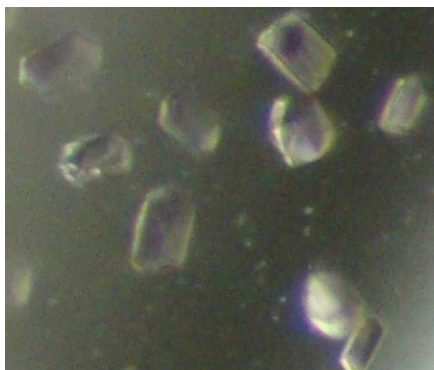
Nuevas técnicas avanzadas

- Robots para cristalizar proteínas





Nuevas técnicas avanzadas



CONSEJOS Y CONCLUSIONES UTILES

- El crecimiento de cristales es un arte difícil, impredecible, lleva mucho tiempo y no tiene garantía de éxito!
- No se conocen de antemano las mejores condiciones de cristalización. Por ello, hay que probar diferentes técnicas y variables.
- Para tener éxito se necesita tiempo, esfuerzo y mucha paciencia!