

EXPERIMENTO 3

RECRISTALIZAÇÃO (PURIFICAÇÃO DE SÓLIDOS)

1.1. *Fundamentação Teórica*

Uma reação orgânica dificilmente conduz à formação de apenas um composto. Geralmente obtém-se uma mistura, em que um determinado produto encontra-se em maior quantidade e os demais podem ser considerados como impurezas. As impurezas podem retardar ou mesmo impedir a recristalização quando efetuada diretamente sobre o produto da reação.

A purificação de sólidos por recristalização é um método eficiente baseado na diferença de solubilidade do produto e da impureza em um determinado solvente ou mistura de solventes. Logo, a escolha de um solvente adequado representa um grande percentual do sucesso de uma recristalização. As características mais desejáveis para que um solvente seja escolhido são:

- alta dissolução da substância a ser purificada em elevadas temperaturas e baixa dissolução à temperatura ambiente ou inferior;
- dissolver ou não as impurezas à temperatura ambiente e/ou inferior;
- possuir ponto de ebulição relativamente baixo;
- não reagir com a substância a ser purificada.

O processo de recristalização consiste basicamente em:

- i. Dissolver a mistura a ser purificada em um solvente apropriado, na temperatura de ebulição ou próximo a ela.
- ii. Filtrar a solução obtida a quente, eliminando assim impurezas insolúveis;
- iii. Deixar a solução esfriar e aguardar a cristalização.
- iv. Filtrar a mistura, sob vácuo e a frio, para separar os cristais da solução. O filtrado é chamado de “água-mãe”.
- v. Lavar os cristais com solvente adequado para remover solvente residual da “água-mãe”.
- vi. Secar os cristais para remover o solvente residual.
- vii. Realizar testes para verificação da pureza da substância.

A Figura 3 apresenta o fluxograma do processo de recristalização descrito acima.

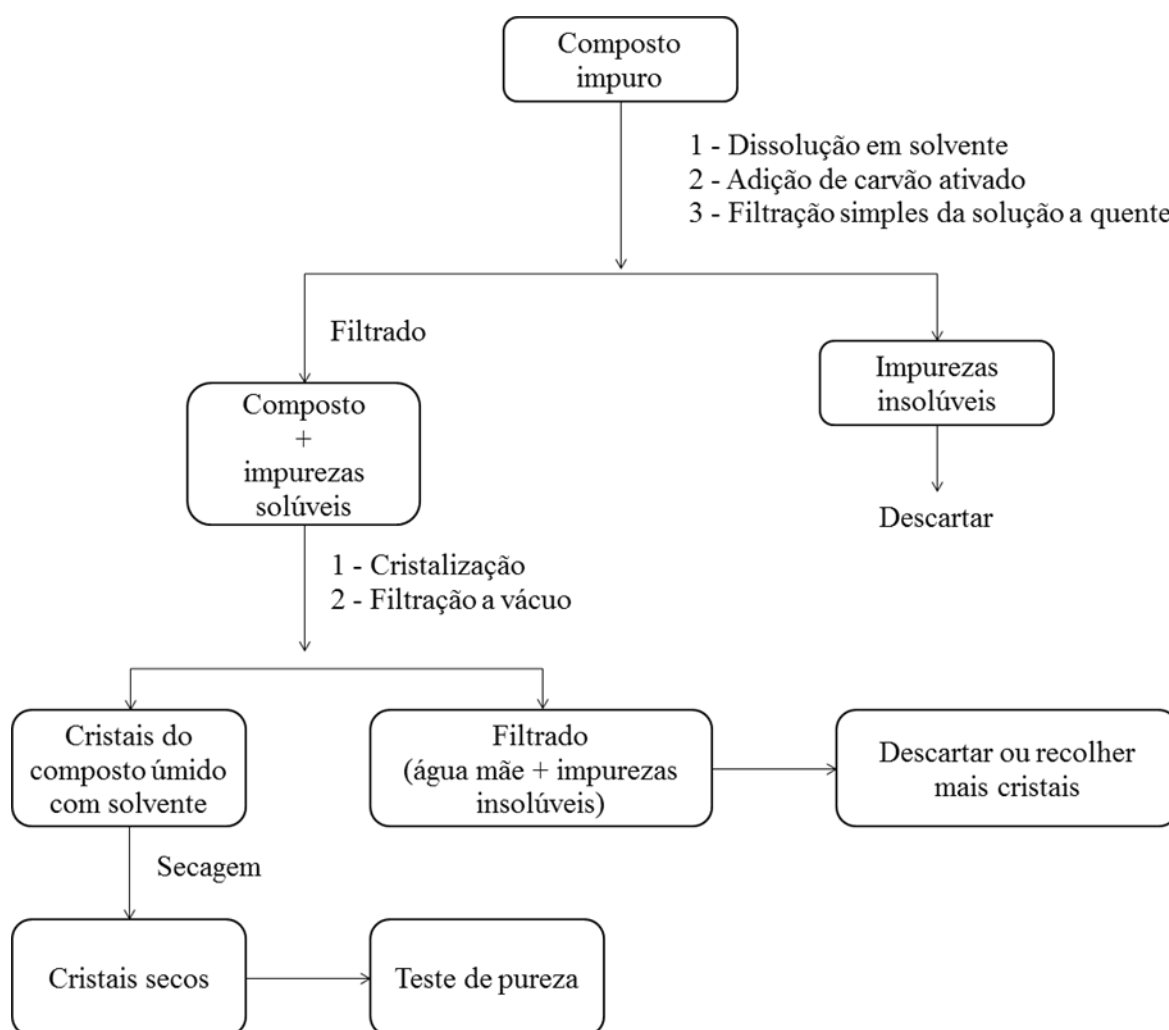


Figura 3 - Fluxograma das etapas envolvidas na recristalização

Como pode ser observado na Figura 3, o método se baseia em operações de filtração e secagem, sendo que a primeira se divide em filtração a quente e a frio.

Na filtração a quente é importante que o processo seja realizado rapidamente para que a solução que contém a amostra, bem como a montagem, não resfrie antes que o processo esteja totalmente finalizado. Para minimizar a possibilidade de cristalização da amostra durante o processo, o funil deve ser aquecido antes de iniciar e o papel filtro deve ser pregueado.

A filtração sob vácuo é um procedimento rápido que objetiva eliminar ao máximo a água mãe dos cristais. Diferentemente da filtração a quente, utiliza-se um funil de Büchner, associado a um papel de filtro mais fino, previamente umedecido com o solvente. O filtrado é coletado em um kitassato, onde o funil é acoplado através de uma rolha de borracha, para evitar a perda de vácuo. É importante que haja um frasco de segurança entre o kitassato coletor e a bomba de vácuo, para impedir que o líquido seja sugado para dentro da bomba de

vácuo, o que pode danificar o equipamento. A montagem correta para uma filtração sob vácuo é apresentada na Figura 4.

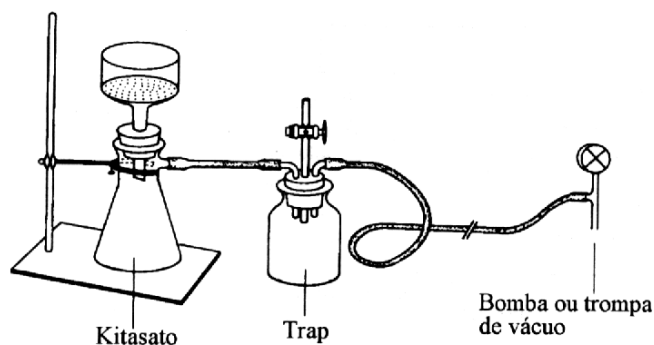


Figura 4 - Montagem para filtração a vácuo.

A secagem de um composto, umedecido com água ou solvente orgânico volátil, pode ser realizada sob pressão reduzida, com o auxílio de um dessecador a vácuo. O uso de agentes secantes apropriados é normalmente recomendado para uma maior eficiência quanto à secagem da substância. Normalmente, introduz-se ácido sulfúrico concentrado na parte inferior do dessecador, enquanto que sobre a placa de porcelana, contido dentro de um recipiente, emprega-se hidróxido de sódio granulado. Desta forma pode-se garantir a adsorção de solventes de natureza ácida e/ou básica.

1.2. Objetivo

Purificar um composto orgânico sólido utilizando a técnica de recristalização.

1.3. Materiais

Erlenmeyers, funil de Büchner, funil simples, kitassato, bico de Bunsen, bastão de vidro, papel de filtro, béquer e dessecador.

1.4. Reagentes

Solvente adequado e amostra a ser purificada.

1.5. Procedimento

1.5.1. Ensaio de solubilidade:

- a) Coloque uma ponta de espátula da amostra impura, em um tubo de ensaio, adicione 2-3 mL do solvente.
- b) Agite o tubo e avalie a solubilidade.
- c) Se a amostra for insolúvel a frio, aqueça o tubo de ensaio e observe.
- d) Se necessário, repita o processo com outro solvente, até achar o solvente adequado para a purificação da amostra.

1.5.2. Recristalização

- a) Em um erlenmeyer de 500 mL, pese 3,0 g da amostra impura e adicione aos poucos o solvente pré-aquecido.
- b) Aqueça até a ebulição com constante agitação, até total dissolução da amostra, caso haja necessidade, adicione mais quantidade do solvente.
- c) Se o aspecto da solução não for incolor, adicione cuidadosamente uma pequena quantidade de carvão ativado, tenha muito cuidado, pois pode haver **ebulição excessiva** na primeira adição.
- d) Filtre a quente.
- e) Recolha o filtrado em um béquer de 500 mL e leve-o a um banho de água fria ou gelada.
- f) Mantenha o frasco em repouso e observe a recristalização.
- g) Filtre sob vácuo, lavando com água fria e coloque a amostra recristalizada em um béquer tarado. Proceda ao processo de secagem da amostra.
- h) Pese a amostra purificada.