

PRÁTICA 03

PURIFICAÇÃO DE UMA SUBSTÂNCIA SÓLIDA - RECRISTALIZAÇÃO

Introdução

Uma reação orgânica dificilmente leva a formação de apenas um composto. Geralmente obtém-se uma mistura, onde um determinado produto encontra-se em maior quantidade e os demais podem ser considerados como impurezas. As impurezas podem retardar ou até mesmo impedir a recristalização quando efetuada diretamente sobre o produto da reação, e são toleráveis desde que representem até 5% da massa da amostra.

A purificação de sólidos por recristalização baseia-se 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 a 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.

Os solventes comumente usados para recristalizar compostos orgânicos são o álcool, benzeno, éter, tetracloreto de carbono, acetona, éter de petróleo e ácido acético; água pode ser empregada com algumas substâncias.

O processo de recristalização consiste basicamente em:

- 1) Dissolver a mistura em um solvente apropriado no ponto ou próximo ao ponto de ebulição;
- 2) Filtrar a solução a quente (eliminando assim impurezas insolúveis);
- 3) Deixar a solução esfriar e aguardar a cristalização;
- 4) Filtrar a solução, a vácuo e a frio, para separar os cristais da solução. O filtrado nesse caso é chamado de “água-mãe”.
- 5) Lavar os cristais com solvente adequado para remover solvente residual da “água-mãe”.
- 6) Secar os cristais para remover o solvente residual.
- 7) Realizar testes para verificação da pureza da substância.

Objetivos: Purificação de um composto orgânico sólido impuro por meio do método de recristalização.

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

Reagentes: Água (solvente), compostos orgânicos impuros.

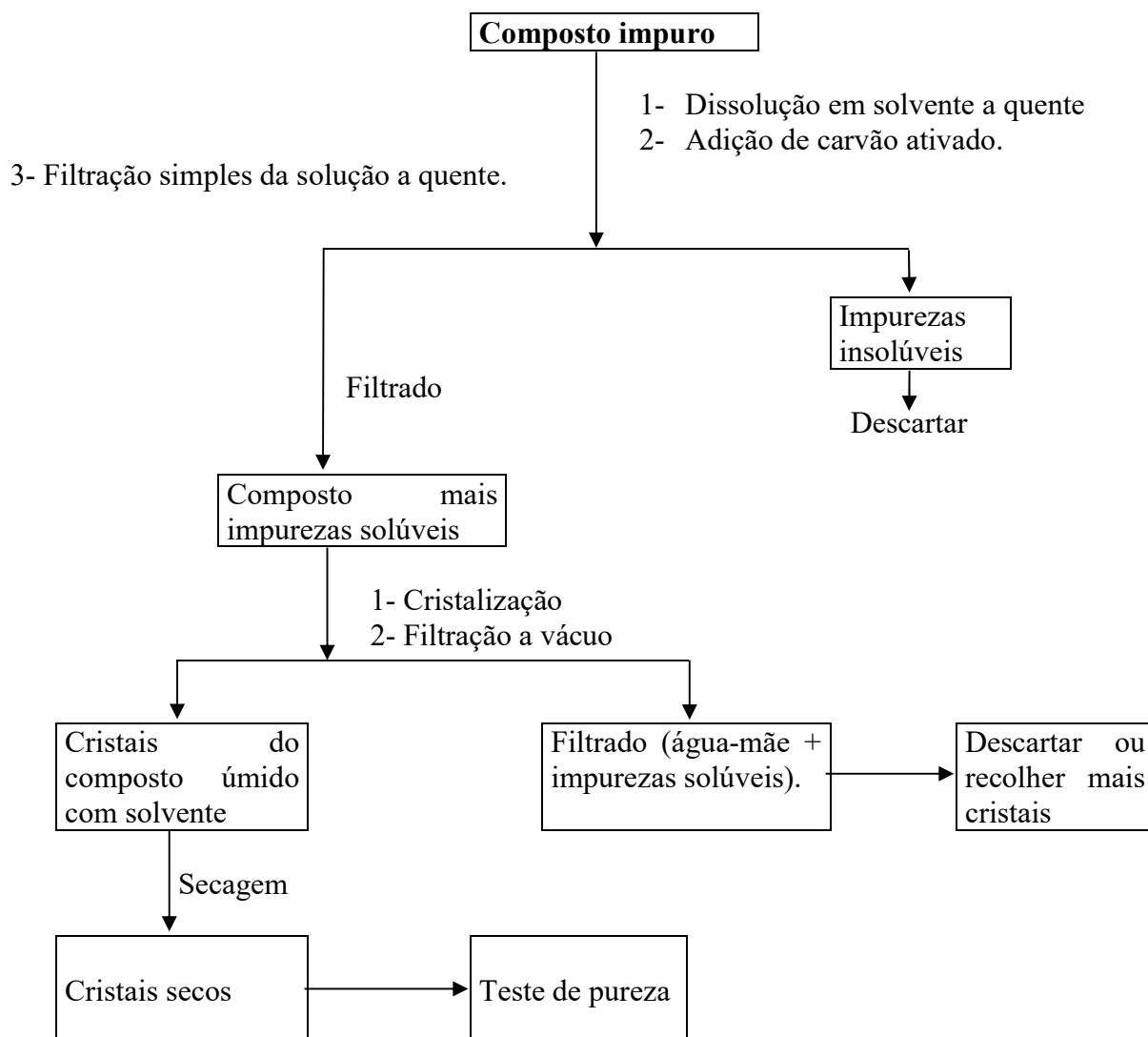


Figura 1. Fluxograma das etapas envolvidas na recristalização

Métodos de recristalização: envolvem, basicamente dois procedimentos:

Filtração a quente:

O procedimento deve ser realizado rapidamente, evitando-se desta forma o resfriamento prematuro da solução (amostra) e da montagem de filtração. É vantajoso aquecer o funil antes de iniciar o procedimento. O uso do papel pregueado "minimiza" a possibilidade de cristalização da substância sobre o mesmo.

Filtração a vácuo:

A finalidade deste procedimento está na rapidez e na possibilidade de se eliminar ao máximo a água-mãe dos cristais. Utiliza-se um funil de Büchner, associado a um papel de filtro mais fino, previamente umedecido com o solvente em questão. O frasco coletor é o kitassato, com saída para linha de vácuo, seguido de um frasco de segurança, intercalado entre o primeiro e a origem do vácuo (bomba de vácuo ou trompa d'água).

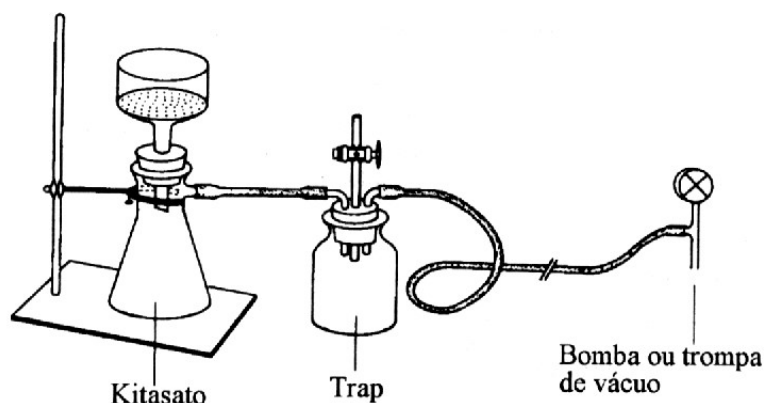


Figura 2. montagem para filtração a vácuo

Secagem dos compostos:

Um sólido umedecido com água ou solvente orgânico volátil, pode ser seco 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 a 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 garantimos a adsorção de solventes de natureza ácida e/ou básica.

Procedimentos:

Em tubos de ensaio coloque uma ponta de espátula do composto orgânico sólido impuro e faça o teste para determinar qual solvente seria o mais adequado para proceder com o método de recristalização. O solvente mais adequado deverá ser aquele capaz de solubilizar a amostra a quente e não solubilizar a amostra a frio. Em seguida pese cerca de 2,0 g de um composto orgânico sólido impuro em um frasco Erlenmeyer de 500 ou 1000 mL. Guarde uma pequena quantidade suficiente para determinação do ponto de fusão. Adicione solvente aquecido suficiente para solubilizar todo o composto orgânico. Após a solubilização completa do composto orgânico adicione cerca de 20% a mais de solvente em relação a quantidade necessária para solubilizar o composto orgânico para evitar que ocorra a cristalização antes das operações de separação. Se a solução não estiver totalmente límpida, será necessário filtrá-la a quente (é necessário manter o sistema aquecido durante o processo de filtração). Se o aspecto da solução não for incolor, adicione cuidadosamente (pode haver superebulição na primeira adição) pequena quantidade de carvão ativado e filtre sob vácuo a quente.

Recolha o filtrado em Erlenmeyer de 500 mL e leve-o a um banho de água fria ou gelada. Mantenha o frasco em repouso e observe a recristalização. Filtre a vácuo, lavando com água fria e coloque a acetanilida recristalizada em vidro de relógio rotulado.

Pese o composto orgânico recristalizado, calcule a eficiência da recristalização e determine o ponto de fusão dos compostos orgânicos sólidos impuro e puro (da recristalizado).