

RECRISTALIZAÇÃO

META

Introduzir o aluno à técnica de purificação de sólidos orgânicos por recristalização.

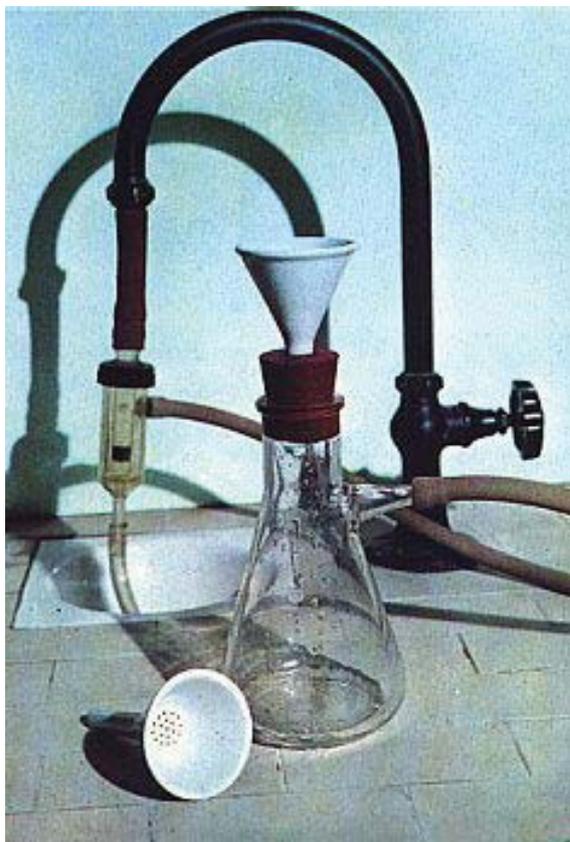
OBJETIVOS

Ao final desta aula, o aluno deverá:

executar a purificação de materiais orgânicos sólidos por recristalização.

PRÉ-REQUISITOS

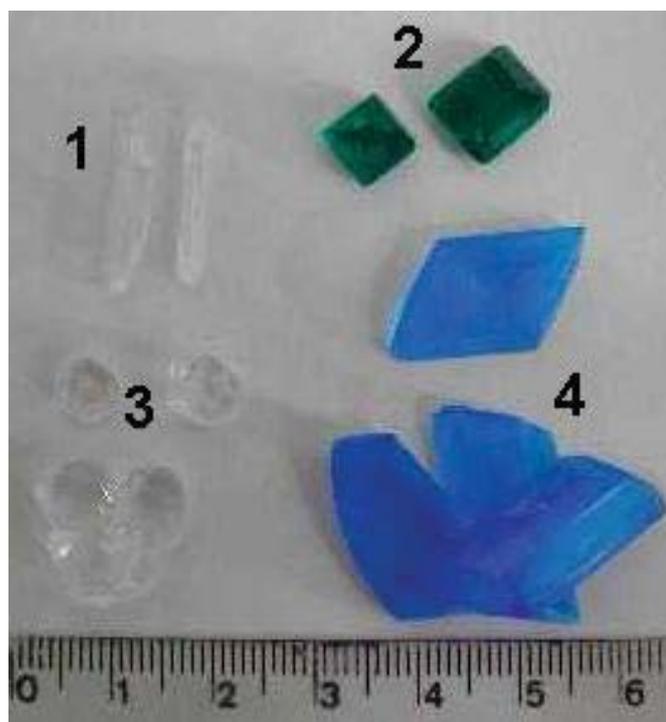
Nomenclatura dos compostos orgânicos, propriedades físicas, solubilidade, segurança em laboratório, soluções e forças intermoleculares.



Esquema dos materiais utilizados na recristalização de substâncias.
(Fontes: <http://www.coladaweb.com>)

INTRODUÇÃO

Olá, hoje vamos tratar de uma das técnicas mais utilizadas na purificação de compostos orgânicos sólidos, a recristalização. Compostos orgânicos sólidos, sejam eles provenientes de síntese orgânica ou de origem natural, em geral não se encontram puros. Um produto de síntese pode conter subprodutos da reação, reagentes não consumidos, catalisadores, e outras impurezas, enquanto que um produto natural ocorre em mistura com outros produtos naturais. Se o produto for sólido e a quantidade de impurezas não for grande, ele poderá ser purificado pela técnica denominada recristalização. Esta técnica baseia-se na diferença de solubilidade do composto na temperatura ambiente e em temperaturas mais elevadas, e só pode ser utilizada com solventes nos quais o composto seja muito mais solúvel na temperatura de ebulição do solvente do que na temperatura ambiente. Então, vamos aprender a recristalizar? Mãos a obra!



Material recristalizado por alunos por alunos iniciantes no laboratório de química.
(Fonte: <http://www.abq.org.br>)

PRINCÍPIO DA TÉCNICA

Como funciona a recristalização? Para que um composto se cristalice é necessária a utilização de um solvente no qual ele seja pouco solúvel na temperatura ambiente e muito solúvel em temperaturas elevadas, em geral próximas ao ponto de ebulição do solvente. Ao se dissolver o composto a quente utiliza-se a mínima quantidade de solvente necessária, preparando desta forma uma solução saturada. Quando a solução resfria, torna-se supersaturada o que leva a precipitação do excesso de material sólido. Tomemos como exemplo a sulfanilamida em etanol: a solubilidade dela a 20°C é de 20 mg/mL e a 78°C é de 200 mg/mL. Em 100 mL de etanol na temperatura de ebulição (78°C) é possível dissolver 20g de sulfanilamida, entretanto, ao resfriarmos a solução para 20°C apenas 2g poderão ser dissolvidos, os 18g restantes irão precipitar. Se o resfriamento for lento o suficiente a sulfanilamida precipitará em forma de cristais.

Os cristais se formam pela ação de forças intermoleculares tais como forças de Van der Waals, dipolo-dipolo e ligações de hidrogênio, e crescem lentamente, camada por camada, aumentando aos poucos a sua estrutura cristalina. Quanto mais lento for o resfriamento, maiores serão os cristais e mais perfeita será a sua rede cristalina. Uma rede cristalina perfeita não permite interstícios (espaços) que poderiam aprisionar parte da solução contendo as impurezas. Caso o resfriamento fosse brusco, não ocorreria uma cristalização e sim uma precipitação do material de forma amorfa, o que contribui para o acúmulo de impurezas no interior do sólido. As impurezas não cristalizam ou precipitam porque se encontram em menor concentração, ou seja, abaixo de seu ponto de saturação. Ao atingir a temperatura ambiente, todo o sistema é filtrado a vácuo para eliminar a água-mãe, solução restante contendo as impurezas dissolvidas em conjunto com pequena quantidade do produto. Para eliminar os resquícios da água-mãe da superfície dos cristais formados é feita também uma lavagem destes com pequenas quantidades do solvente gelado, ainda no sistema de filtração a vácuo.

ETAPAS DA RECRISTALIZAÇÃO

A recristalização pode ser dividida em 8 etapas, sendo algumas delas imprescindíveis à técnica, enquanto as etapas 3 e 4 são opcionais. São elas:

1. escolha do solvente
2. dissolução a quente
3. descoloração da solução
4. filtração a quente
5. resfriamento
6. filtração a vácuo

7. lavagem
8. secagem

ESCOLHA DO SOLVENTE

Para um solvente ser utilizado para a recristalização algumas características são necessárias: o solvente deve dissolver pouco o soluto a temperatura ambiente e deve dissolver todo o soluto em seu ponto de ebulição. Além disso, o ponto de ebulição do solvente não deve exceder o ponto de fusão do soluto, ou caso exceda o solvente não deve ser aquecido acima do ponto de fusão do soluto, sob pena de se recuperar um material amorfo e não cristalino após o resfriamento.

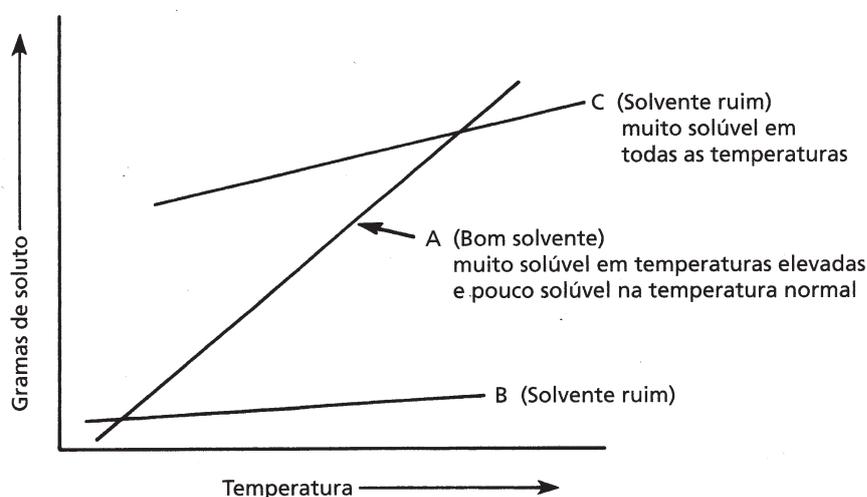


Gráfico de solubilidade versus temperatura

(Fonte: PAVIA, D. L., LAMPMAN, G. M., KRIZ, G. S., ENGEL, R. G. Química Orgânica Experimental: Técnicas em escala pequena. 2ª. Ed. Bookman, 2009, pg. 579).

Além das características necessárias, existem algumas características que são desejáveis de um bom solvente para recristalização: ser inerte (não reagir com o soluto), não inflamável, pouco tóxico (ou atóxico), facilmente eliminado após a recristalização (volátil) e barato.

Para a maioria dos compostos conhecidos o solvente apropriado para a recristalização pode ser encontrado no CRC Handbook, ou no Merck Index, ou ao menos a forma do cristal e a sua solubilidade. Ex1: para o ácido benzoico no handbook encontramos: mcl (monoclínico) lf (folhas) ou nd (agulhas) que é a forma que o cristal assume. Na solubilidade encontramos: sl (pouco solúvel) H₂O; vs (muito solúvel) EtOH, eth (éter); s (solúvel) ace (acetona), bz (benzeno), chl (clorofórmio). Lembre que essa solubilidade é à temperatura ambiente. Poderíamos então descartar o etanol e o éter, pois o ácido benzóico é muito solúvel neles à temperatura ambiente. Já a

água é um solvente promissor, pois o ácido benzoico é pouco solúvel a frio, sendo necessário testar a sua solubilidade a quente. Ex2: para o ácido ftálico no handbook encontramos: pl (w) lâminas em água, ou seja, já é dado o solvente utilizado para a recristalização. Na solubilidade encontramos: sl H₂O, eth; i (insolúvel) chl; s EtOH. Ou seja, a princípio poderíamos testar a água ou o éter como solvente para a recristalização, mas como o ponto de ebulição do éter é muito baixo 34,5°C a diferença entre sua solubilidade no ponto de ebulição e a temperatura ambiente não deve ser muito elevada, o que nos deixa apenas a água.

Para compostos desconhecidos, ou compostos cujos dados sobre solubilidade não estejam disponíveis devemos utilizar o senso comum: “semelhante dissolve semelhante”. Partindo deste princípio podemos testar a solubilidade da substância em pequena escala, fazendo uso de tubos de ensaio. A princípio testa-se 0,1g de amostra (a ponta de uma espátula) e 1,0 mL do solvente. Caso a substância seja solúvel a temperatura ambiente este não é um bom solvente para recristalizá-la. Em caso contrário aquece-se o tubo numa placa de aquecimento até a ebulição. Se a substância dissolver totalmente a quente então o solvente pode ser utilizado na recristalização. Caso não dissolva pode-se completar o volume para 3,0 mL e aquecer novamente, se não dissolver significa que o solvente não é bom para a recristalização, pois seria necessário o uso de grande quantidade do solvente para a completa dissolução, e conseqüentemente haveria grande perda do material sólido. Na tabela 1 estão listados os solventes mais comuns utilizados na recristalização.

Tabela 1 – Solventes mais comuns utilizados na recristalização listados em ordem decrescente de polaridade.

Solvente	P.E. (°C)	Características
Água	100	Barato, não inflamável, não tóxico, dissolve orgânicos polares. Difícil de remover.
Ácido acético	118	Reage com álcoois e aminas. Difícil de remover.
Dimetil sulfóxido	189	Mais utilizado para reações. Difícil de remover.
Metanol	64	Ótimo solvente para recristalização, dissolve moléculas altamente polares.
Etanol 95%	78	Ótimo solvente para recristalização, sendo utilizado para moléculas menos polares que as do metanol. Pode reagir com ésteres.
Acetona	56	Excelente solvente, porém seu baixo ponto de ebulição limita a diferença de solubilidade a quente e a frio.
2-Butanona	80	Bom solvente, porém não muito bom para recristalização.
Acetato de etila	78	Excelente solvente, com um ponto de ebulição não muito alto, fácil de remover.
Diclorometano	40	Ponto de ebulição muito baixo dificulta seu uso sozinho. Utilizado em conjunto com a ligroína.
Éter dietílico	35	Ponto de ebulição muito baixo dificulta seu uso sozinho. Utilizado em conjunto com a ligroína.
Metil, ter-butil éter	52	Muito barato, não forma peróxidos, menos volátil que o éter, porém com suas mesmas características.
Dioxano	101	Solvente muito bom, não é difícil de ser removido, porém forma peróxidos e é cancerígeno.

Tolueno	111	Excelente solvente, utilizado como substituto do benzeno (menos cancerígeno). Difícil de ser removido.
Pentano	36	Muito utilizado para substâncias apolares, porém sempre em combinação com outro solvente devido ao seu baixo ponto de ebulição.
Hexano	69	Freqüentemente utilizado para cristalizar substâncias apolares. Pode ser utilizado sozinho.
Ciclohexano	81	Similar ao hexano.
Éter de petróleo	30-60	Mistura de hidrocarbonetos onde predomina o pentano.
Ligroína	60-90	Mistura de hidrocarbonetos com as propriedades do hexano e ciclohexano.

DISSOLUÇÃO A QUENTE

Todo o processo de recristalização deve ser efetuado em erlenmeyeres, para reduzir as perdas do solvente por evaporação. O sólido a ser purificado é inicialmente transferido para um erlenmeyer e adicionada pequena quantidade do solvente a temperatura ambiente, levando-se então a aquecimento em placa. Não se deve aquecer o sólido a seco, pois o mesmo pode fundir ou se decompor, prejudicando a recristalização. Em outro erlenmeyer é colocado o solvente puro e levado a ebulição. Adicionam-se ao sistema pequenas porções do solvente em ebulição até completa dissolução do material sólido, de forma a saturar o sistema. Note que deve ser utilizada a menor quantidade possível do solvente, para assim minimizar as perdas do material sólido na água-mãe. Um erro muito comum nesta etapa é a adição de quantidades muito grandes do solvente. Isso ocorre muitas vezes devido ao solvente não estar suficientemente aquecido, portanto para minimizar isto devemos sempre levar o sistema a ebulição após a adição do solvente.

Esse erro pode ser potencializado caso existam impurezas insolúveis presentes no sistema, pois a tentativa continuada de dissolver essas impurezas leva a adição desnecessária de solvente. Caso a adição de pequenas porções de solvente não dissolvam o restante do material, não adicione mais solvente. Se por algum motivo for adicionado excesso de solvente, este pode ser eliminado por evaporação aquecendo-se a mistura até a sua ebulição. A turvação da mistura indica que esta atingiu seu ponto de saturação, sendo necessária a adição de pequena quantidade do solvente para que esta se torne límpida novamente.

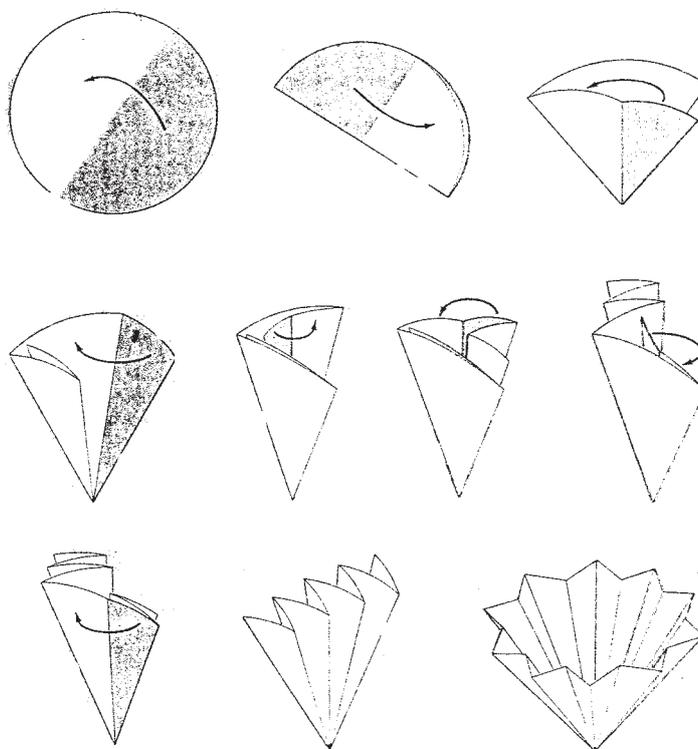
DESCOLORAÇÃO DA SOLUÇÃO

Algumas vezes a solução saturada obtida após a dissolução a quente apresenta coloração diferente da esperada para o produto. Esta cor é devido à presença de pequenas quantidades de impurezas coloridas, e pode ser removida com o uso de um adsorvente, sendo o mais utilizado para este fim o carvão ativo (Norit). Deve-se remover a solução do aquecimento e deixar parar a ebulição, em seguida adiciona-se pequena quantidade de

carvão ativo em pó (uma ponta de espátula), pois sua maior área superficial remove as impurezas mais eficientemente. Após a adição retorna-se a solução para a ebulição, com cuidado, pois a adição de Norit pode levar à formação de espuma ou projeção de líquido (erupção). Ferva a mistura por alguns minutos e em seguida filtre-a à quente para remover o carvão. Note que o carvão adsorve tanto as impurezas quanto a substância de interesse, portanto o uso de grandes quantidades não é recomendado. No caso de escala micro, deve-se utilizar Norit em grãos, pois apesar de sua menor superfície de contato, este pode ser removido mais facilmente e causa menores perdas do material.

FILTRAÇÃO A QUENTE

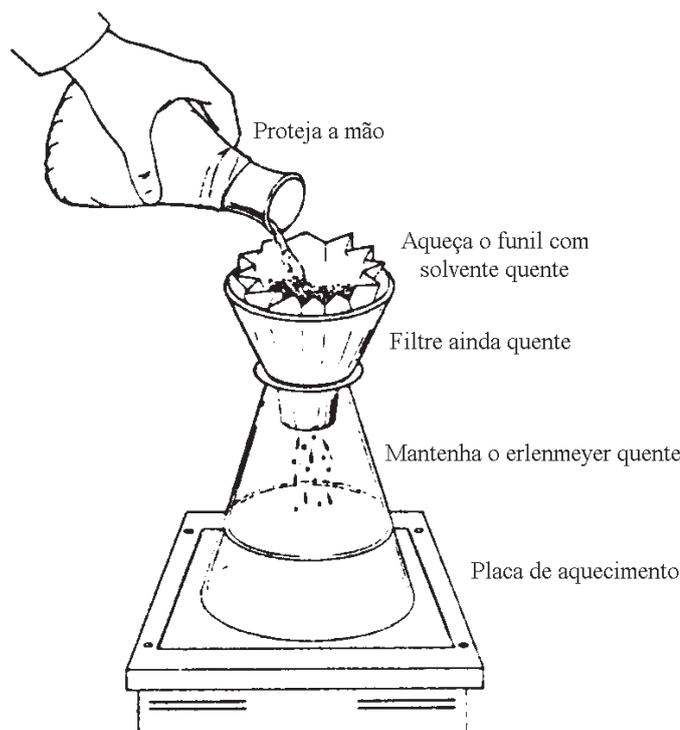
Esta etapa só deve ser efetuada caso a solução apresente impurezas insolúveis, ou caso tenha sido necessário efetuar a etapa de descoloração. A filtração é feita por gravidade e todo o material envolvido deve estar aquecido para evitar uma cristalização prematura. Para este procedimento é necessário um erlenmeyer, um funil de colo curto ou que tenha tido o seu colo removido (colo quebrado), papel de filtro pregueado e uma peça de arame ou de papel dobrado entre o erlenmeyer e o funil para equalizar a pressão interna e externa no erlenmeyer. Para aquecer o conjunto papel, funil e erlenmeyer, adiciona-se pequena quantidade do solvente e leva-se a ebulição por alguns minutos. Imediatamente antes de filtrar a solução, pode-se filtrar este solvente para outro erlenmeyer, aquecendo ainda mais papel e funil. O papel pregueado aumenta a superfície de contato com a solução, permitindo uma filtração mais rápida, o que é fundamental para evitar resfriamento com conseqüente cristalização do sólido no papel.



Papel de filtro pregueado.

(Fonte: EATON, D. C. Laboratory Investigations in Organic chemistry. McGraw-Hill, 1976, pg. 86).

De forma semelhante, o colo curto do funil impede que a amostra cristalice no colo, entupindo o funil. Caso haja alguma cristalização prematura no funil ou no papel, esta pode ser removida adicionando-se pequena quantidade do solvente em ebulição. Atenção para não adicionar muito solvente, ou se necessário remova o excesso de solvente por evaporação após a filtração.



Filtração a quente.

(Fonte: EATON, D. C. Laboratory Investigations in Organic chemistry. McGraw-Hill, 1976, pg. 85).

RESFRIAMENTO

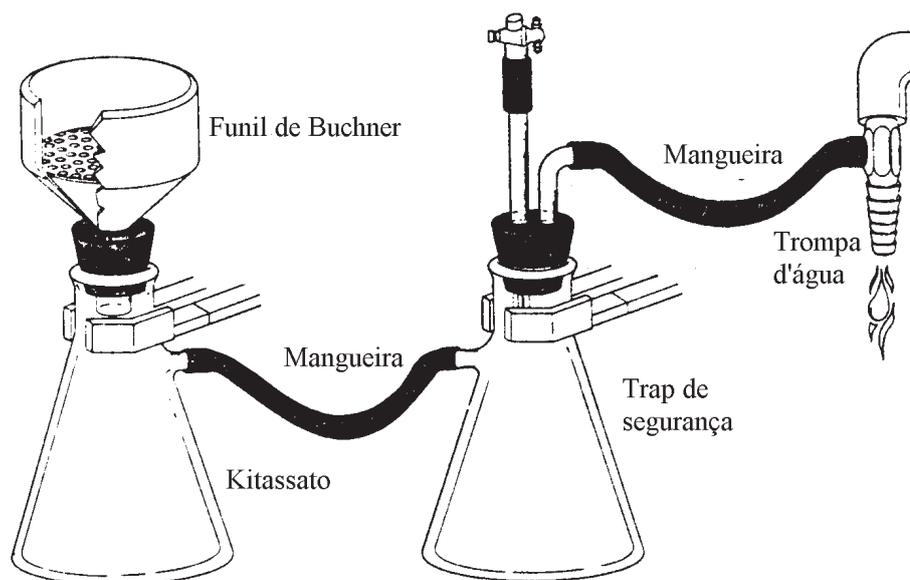
Esta é a etapa fundamental da técnica, pois é nela onde ocorre a cristalização e efetivamente o sólido é purificado. É preferível o uso de um erlenmeyer, pois sua boca menor reduz a perda do solvente por evaporação e dificulta a entrada de poeira. Mesmo assim pode-se proteger a boca do erlenmeyer utilizando um béquer invertido ou um vidro de relógio. A solução deve permanecer em repouso e o resfriamento deve ocorrer lentamente até atingir a temperatura ambiente. O solvente nunca deve evaporar por completo, pois nesse caso não haverá purificação já que as impurezas irão aderir à superfície dos cristais. O resfriamento brusco ocasiona a má formação dos cristais, retendo impurezas em seu interior, ou a precipitação de um material amorfo, o qual não se encontra purificado. O resfriamento lento permite que o cristal cresça, camada por camada, formando uma rede cristalina perfeita que não armazena em seu interior a água-mãe contendo

as impurezas solúveis. Após atingir a temperatura ambiente, pode-se resfriar mais a solução em banho de gelo para aumentar o rendimento do sólido obtido, já que sua solubilidade diminui com a temperatura.

Caso a solução atinja a temperatura ambiente sem ocorrência de cristalização, faz-se necessária a indução da cristalização. Para isto existem três técnicas: a primeira consiste em atritar um bastão de vidro nas paredes internas do erlenmeyer, entrando e saindo da solução, o que ocasiona superaquecimento localizado, gerando partículas do composto sólido que servirão de semente ou núcleo para iniciar a cristalização. A segunda técnica consiste em resfriar a solução em banho de gelo, o que ocasiona queda brusca da solubilidade do composto, forçando a cristalização. E a terceira técnica é denominada semeadura, e consiste na adição de pequenos cristais ou grãos da substância pura, que servem de sementes para o crescimento dos demais cristais. Caso as três técnicas falhem, o solvente deve estar em volume muito elevado. Neste caso faz-se necessário evaporar mais o solvente, reduzindo assim o seu volume e só depois tentar resfriar e cristalizar novamente.

FILTRAÇÃO A VÁCUO

Após a cristalização, a água-mãe contém as impurezas solúveis, juntamente com parte do material de interesse dissolvido. Para eliminar a água-mãe é feita uma filtração à vácuo do material resfriado. Os cristais ficam retidos no papel de filtro e a água-mãe é removida. Para efetuar a filtração a vácuo pode-se utilizar um kitassato com funil de Buchner para quantidades maiores, ou em menor escala um funil de Hirsch. Como fonte de vácuo pode-se utilizar uma bomba de vácuo ou uma trompa d'água.



Filtração a vácuo com funil de Buchner.

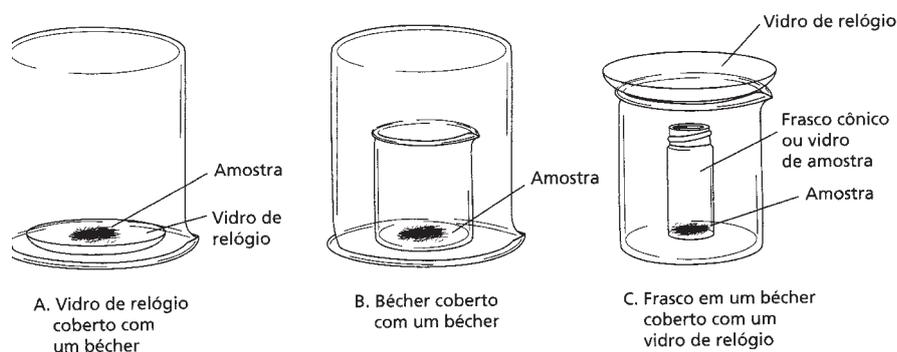
(Fonte: EATON, D. C. Laboratory Investigations in Organic chemistry. McGraw-Hill, 1976, pg. 88).

LAVAGEM

Os cristais recolhidos na filtração a vácuo contêm parte da água-mãe aderida em sua superfície. Para removê-la juntamente com as impurezas deve-se efetuar uma lavagem durante a filtração a vácuo, utilizando o solvente gelado em pequenas porções. O uso do solvente gelado evita a dissolução do produto, reduzindo perdas. O excesso de solvente deve ser removido deixando o vácuo ligado por mais 5-10 min, o que facilita a próxima etapa que é a secagem.

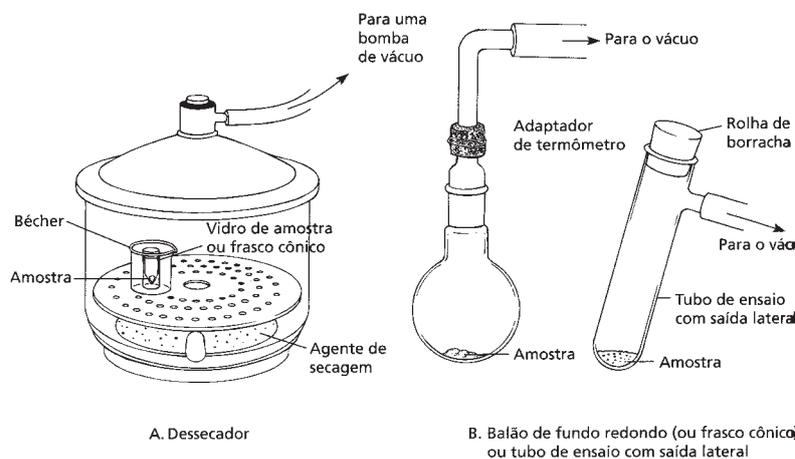
SECAGEM

Os cristais recolhidos após a lavagem contêm ainda solvente em sua superfície. Para remover este solvente é necessário efetuar uma secagem. A secagem pode ser feita ao ar, tomando cuidado para cobrir o material, evitando assim o acúmulo de poeira. Uma alternativa é secar em estufa, mas nesse caso deve-se observar o ponto de fusão do sólido, para evitar exceder esta temperatura. Sólidos que sublimam facilmente também não podem ser secos em estufa. Por fim, pode-se também secar o material a vácuo, em um dessecador. Após a secagem o material pode ser caracterizado e sua pureza confirmada por suas propriedades físicas.



Secagem ao ar.

(Fonte: PAVIA, D. L., LAMPMAN, G. M., KRIZ, G. S., ENGEL, R. G. Química Orgânica Experimental: Técnicas em escala pequena. 2ª. Ed. Bookman, 2009, pg. 591).



Secagem em dessecador.

(Fonte: PAVIA, D. L., LAMPMAN, G. M., KRIZ, G. S., ENGEL, R. G. Química Orgânica Experimental: Técnicas em escala pequena. 2ª. Ed. Bookman, 2009, pg. 592).

ATIVIDADES

1. Teste de Solubilidade

Materiais

- 6 tubos de ensaio
- 2 Espátulas
- Suporte para tubos de ensaio
- Placa de aquecimento
- 3 Pipetas Pasteur
- Pegador p/ tubo de ensaio
- 3 Bulbos para pipeta Pasteur

Reagentes

- Ácido ftálico
- Ácido benzoico
- Etanol
- Éter etílico
- Água destilada



Procedimento

Tome alguns cristais de ácido ftálico (0,1g) e transfira para três tubos de ensaio. Com o auxílio de uma pipeta Pasteur transfira cerca de 1,0 mL de etanol para o tubo 1, 1,0 mL de éter para o tubo 2 e 1,0 mL de água para o tubo 3. Agite dando leves pancadas com o dedo indicador e observe. Houve dissolução? Anote o resultado para cada tubo. Em seguida, nos tubos onde não houve dissolução, aqueça até a ebulição do solvente em placa de aquecimento, utilizando o pegador para tubos de ensaio. Houve dissolução? Anote o resultado para cada tubo. Retorne os tubos para o suporte e deixe resfriar. Anote o que você observou. Com base neste experimento, qual dos três solventes é o mais adequado para a recristalização do ácido ftálico? Justifique a sua resposta: Repita o procedimento acima para o ácido benzóico.

COMENTÁRIO SOBRE AS ATIVIDADES

Tanto o ácido ftálico quanto o ácido benzoico são pouco solúveis em água a temperatura ambiente. Pode-se observar que ambos ficarão no fundo do tubo. Em etanol ambos são muito solúveis, dissolvendo completamente a temperatura ambiente, o que descarta o etanol como solvente para recristalização. Por fim, ambos dissolvem muito pouco em éter. Ao aquecer a solução aquosa observa-se a completa dissolução de ambos os ácidos na temperatura de ebulição da água. O éter não pode ser muito aquecido, pois seu ponto de ebulição é 34°C, o que torna a diferença entre a solubilidade a temperatura ambiente e no ponto de ebulição muito baixa. Dessa forma o éter é descartado como solvente para recristalização, restando apenas a água. Após resfriados os tubos, observa-se a formação dos cristais de ambos os ácidos.

2. Cristalização do ácido ftálico

Materiais

- 2 Erlenmeyeres de 100mL
- Espátula
- Placa de aquecimento
- Balança semi-analítica
- Bastão de vidro
- Kitassato
- Funil de Buchner
- Adaptador de borracha
- Bomba de vácuo
- Pegador p/ erlenmeyer quente
- Papel de filtro

Reagentes

- Ácido ftálico
- Água destilada

Procedimento

Pese 5g de ácido ftálico num erlenmeyer de 100 mL, adicione pequena quantidade de água destilada e coloque sobre uma placa de aquecimento. Aqueça cuidadosamente até a ebulição, agitando de vez em quando para facilitar a dissolução. Aqueça também outro erlenmeyer com água destilada. Ao entrar em ebulição observe se houve dissolução, em caso negativo adicione pequenas porções de água em ebulição até total dissolução. Quando todo sólido houver se dissolvido desligue o aquecimento e deixe o erlenmeyer esfriar lentamente, a temperatura ambiente. Durante o resfriamento observe a formação dos cristais. Qual a sua forma? O que aconteceria se o resfriamento fosse brusco, em banho de gelo? Filtre a vácuo os cristais lavando com pequenas porções de água destilada gelada para eliminar a água mãe. Seque o produto ao ar sem removê-lo do papel de filtro, cobrindo com um béquero para evitar o acúmulo de poeira. Pese o material seco e calcule a percentagem de recuperação. Obtenha o ponto de fusão do ácido ftálico seco na aula seguinte.

COMENTÁRIO SOBRE AS ATIVIDADES

O ácido ftálico é muito solúvel em água quente, deve-se, portanto controlar cuidadosamente o volume adicionado para não diluir a solução com perda do sólido. Como não temos neste experimento a presença de impurezas insolúveis ou coloridas, as etapas 3 e 4 foram omitidas. A paciência é recompensada no experimento, pois formação

dos cristais é muito bonita, crescendo lentamente no formato de lâminas. Ao deixar o erlenmeyer em repouso deve-se sentar e observar cuidadosamente a solução enquanto esta resfria. Um resfriamento brusco, além de não permitir a formação dos cristais, deixa as impurezas no interior do sólido. Durante a filtração a vácuo a lavagem deve ser feita com porções pequenas de água gelada, para evitar perda do produto por dissolução. Uma boa dica é deixar o pisset de água destilada no freezer (cuidado para não congelar). O ponto de fusão de um sólido orgânico puro não deve variar mais do que 2°C entre o início da fusão e a fusão total.

3. Recristalização do ácido benzoico

Materiais

- 3 Erlenmeyeres de 125 mL
- Bastão de vidro
- Funil de colo curto
- Placa de aquecimento
- Balança semi-analítica
- Papel de filtro
- Proveta de 100 mL
- Pegador p/ erlenmeyer quente
- Kitassato
- Funil de Buchner
- Adaptador de borracha
- Bomba de vácuo

Reagentes

- Ácido benzóico
- Água destilada
- Carvão ativo

Procedimento

Pese 3,0 g de ácido benzoico impuro em um erlenmeyer de 125 mL. Adicione água fervendo gradualmente até que todo o ácido se dissolva. Lembre-se que algumas impurezas não se dissolvem, portanto quando a adição de nova porção de água não aparentar estar dissolvendo mais nada pare de acrescentar água. O ácido benzoico puro forma solução incolor, portanto se a solução apresentar coloração será necessário o uso de adsorvente. Remova o erlenmeyer do aquecimento, resfrie um pouco e adicione 0,1g de carvão ativo, agitando. Leve novamente ebulição por 2 min. Lembre-se, nunca adicione carvão ativo a um líquido em ebulição. Filtre a solução ainda quente com papel de filtro pregueado para o outro erlenmeyer num sistema previamente aquecido. Papel de filtro, funil e erlenmeyer devem estar quentes para evitar cristalização prematura e entupimentos. Deixe esfriar lentamente

a temperatura ambiente. Filtre a vácuo lavando com pequenas porções de água destilada gelada. Recolha o produto em papel de filtro e guarde na estufa para secar. Obtenha o ponto de fusão do produto na próxima aula.

COMENTÁRIO SOBRE AS ATIVIDADES

A adição do carvão ativo serve para eliminar as impurezas coloridas por adsorção, entretanto o uso de muito carvão pode levar a perdas do produto, pois este também pode ser adsorvido. A filtração a quente serve para eliminar as impurezas insolúveis e o carvão com as impurezas coloridas, mas se o sistema não estiver bem aquecido haverá perda significativa do produto por cristalização no papel ou no funil. O resfriamento lento e gradual leva a formação de cristais em forma de agulhas, muito bonitos de ser observados. Deve-se acompanhar de perto o resfriamento, e nunca resfriar bruscamente. Novamente é necessário lavar com pequenas porções de água gelada para minimizar perdas. O ponto de fusão variando até 2°C é indicativo de pureza.

CONCLUSÃO

A recristalização é o método mais utilizado para a purificação de sólidos, pois consegue remover impurezas solúveis, insolúveis e coloridas. Mas atenção, sempre haverá perda de um pouco do sólido que se deseja purificar, pois o mesmo será parcialmente solúvel a frio. Devemos também prestar muita atenção a escolha do solvente, visto que este é de fundamental importância para o sucesso da recristalização. Por último, devemos avaliar a necessidade de utilizar todas as etapas, pois a filtração a quente só é útil quando temos impurezas insolúveis, e deve ser evitada sempre que possível, pois ela leva a perda de material. Outra etapa que só deve ser utilizada se necessário é a decoração com o uso de adsorvente. Apenas amostras contaminadas com impureza colorida devem fazer uso desta etapa. Sabendo utilizar bem, a recristalização é um excelente método para purificar um composto orgânico sólido.

RESUMO

Na aula de hoje estudamos a recristalização. Ela é a técnica mais utilizada para a purificação de compostos orgânicos sólidos. A técnica se baseia na diferença de solubilidade a quente, a frio e no fato que moléculas cristalizadas mantêm as impurezas fora do interior de seu cristal. Consiste das seguintes etapas: escolha do solvente, dissolução a quente, descoloração da solução, filtração a quente, resfriamento, filtração a vácuo, lavagem e secagem. A escolha do solvente é uma etapa importante, já que o solvente deve dissolver bem a quente a pouco a frio. A dissolução deve ser feita com a menor quantidade de solvente quente necessária. A descoloração é feita com o uso de um adsorvente, o mais usado é o carvão ativo, e só deve ser efetuada se houver presença de impurezas coloridas. A filtração a quente é utilizada para eliminar impurezas insolúveis e o adsorvente da etapa de descoloração. Durante a filtração a quente todo o sistema deve estar aquecido para evitar cristalizações prematuras. O resfriamento é a etapa mais importante, nele se forma o cristal. Ele deve ser de forma lenta e gradual para dar tempo ao cristal de crescer, pois quanto maior e mais perfeito o cristal, menos impurezas ele conterá em seu interior. Caso a substância resfrie sem cristalizar, a cristalização pode ser forçada por choque térmico, semeadura ou atrito do bastão na parede do erlenmeyer. A filtração a vácuo serve para eliminar a água mãe, e a lavagem elimina a água mãe aderida a superfície do cristal. Por fim, com a secagem temos a substância pura, e a sua pureza pode ser confirmada pela obtenção de seu ponto de fusão.

**PRÓXIMA AULA**

Na próxima aula estudaremos a técnica da cromatografia, uma das mais versáteis técnicas de separação.

**AUTOAVALIAÇÃO**

1. O que é recristalização?
2. Quais as etapas da recristalização?
3. Como é feita a escolha do solvente?
4. Quais as características necessárias a um bom solvente para a recristalização?
5. Quais as características desejáveis para um bom solvente?
6. Como é feita a dissolução a quente?
7. Para que serve a filtração a quente?
8. Como são removidas as impurezas coloridas?
9. Como é feita a filtração a quente?
10. Para que serve o adsorvente?



11. Quando é necessário fazer uma filtração a quente?
12. Como deve ser feito o resfriamento?
13. Por que não devemos fazer um resfriamento brusco?
14. Como a rescristalização purifica um sólido?
15. Por que parte do material se perde na rescristalização?
16. Para que serve a filtração a vácuo?
17. Para que serve a lavagem?
18. Por que a lavagem deve ser feita com solvente frio ou gelado?
19. O que é água-mãe?
20. Como o material pode ser seco?

REFERÊNCIAS

- PAVIA, D. L., LAMPMAN, G. M., KRIZ, G. S., ENGEL, R. G. Química Orgânica Experimental: Técnicas de escala pequena. 2ª. Ed., Porto Alegre, Bookman, 2009.
- EATON, D. C. Laboratory Investigations in Organic Chemistry. USA, McGraw-Hill, 1989.
- FIESER, L. F., WILLIAMSON, K. L. Organic Experiments. 8th. Ed. USA, Houghton Mifflin, 1998.