

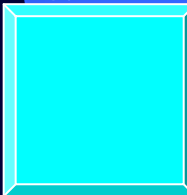
RECRISTALIZAÇÃO

ACETANILIDA

CONCEITOS

A purificação de substâncias sólidas através de recristalização baseia-se nas diferenças em suas solubilidades em diferentes solventes e no fato de que a maioria das substâncias sólidas é mais solúvel em solventes à quente do que a frio. A solubilidade de um soluto, em condições normais, corresponde à sua quantidade máxima que se dissolve numa dada quantidade de solvente, a uma certa temperatura.

O decréscimo da solubilidade da substância à medida que a temperatura diminui ocasiona a sua precipitação ou cristalização. As impurezas solúveis tendem a permanecer na solução.



PROCESSOS

Escolha do solvente e dissolução do sólido

Remoção de impurezas

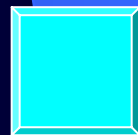
Aquecimento

Resfriamento

Lavagem dos cristais

Secagem dos cristais

- Verificação da polaridade ("semelhante dissolve semelhante")
- O solvente deve dissolver grande quantidade da substância em temperatura elevada e pequena quantidade em temperaturas baixas.
- O solvente deve dissolver as impurezas mesmo a frio, ou então, não dissolvê-las, mesmo a quente.
- Ao ser esfriado, o solvente deve produzir cristais bem formados do sólido purificado, dos quais deve ser facilmente removível
- O solvente não deve reagir com o sólido
- Outros fatores como a facilidade de manipulação, a volatilidade, a inflamabilidade e o custo também devem ser levados em conta.



Impurezas insolúveis:

Filtração à quente com papel de filtro pregueado. A solução a ser filtrada é levada à ebulição e transferida para o sistema filtrante em pequenas proporções

A operação deve ser feita rapidamente, evitando a cristalização da acetanilida no filtro ou no funil.(durante o processo o funil pode esfriar)

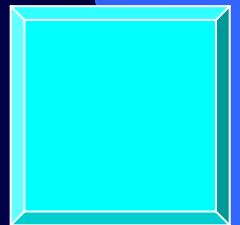
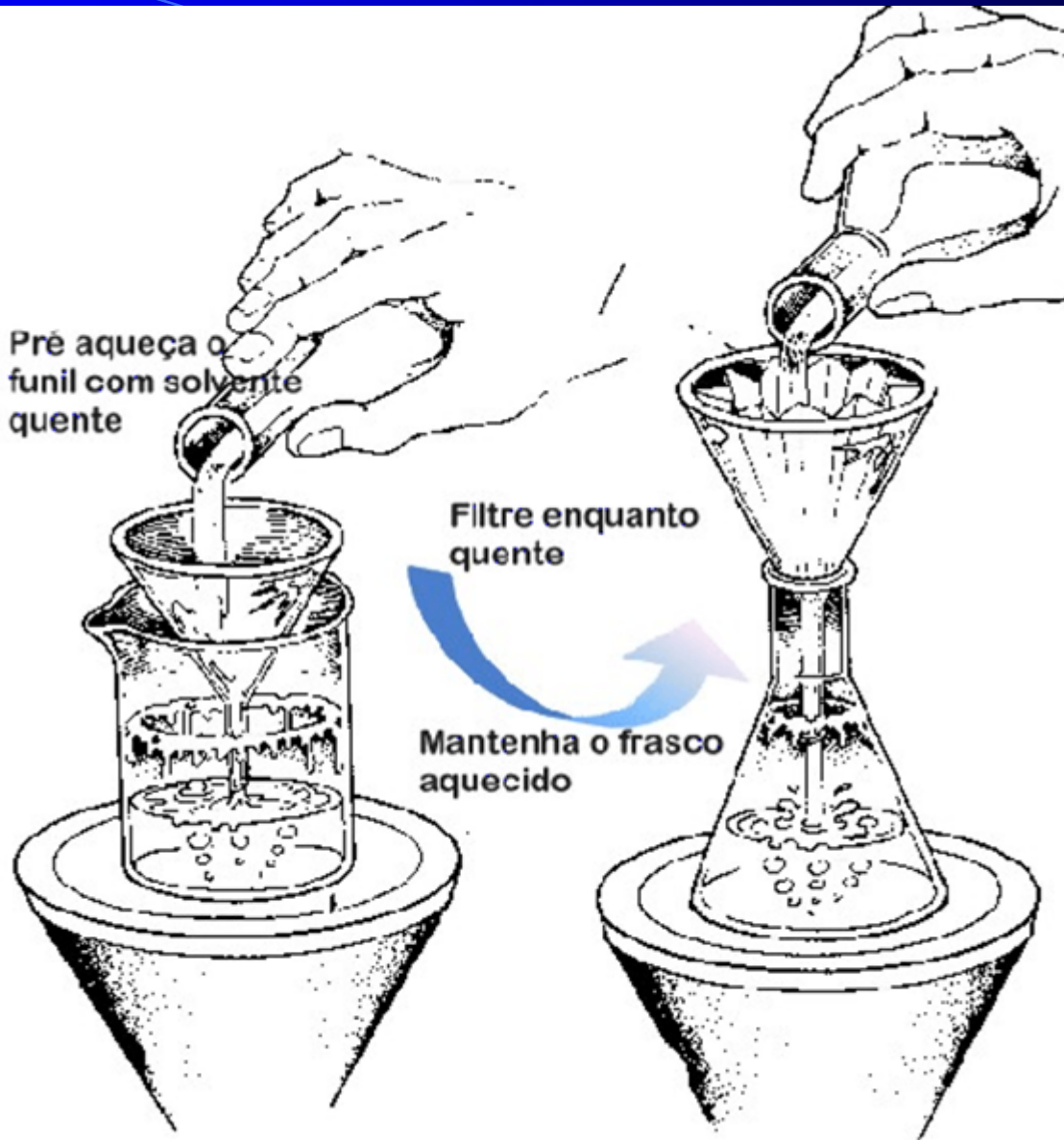
Impurezas solúveis:

Após a recristalização efetua-se a filtração à vácuo, no filtrado estarão as impurezas solúveis no solvente

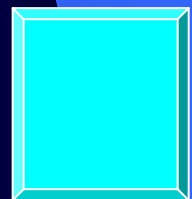
Pré aqueça o
funil com solvente
quente

Filtre enquanto
quente

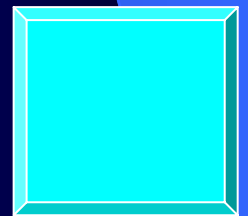
Mantenha o frasco
aquecido



Se a substância a ser aquecida for inflamável, então, é proibido usar qualquer tipo de chama. Se a substância for desconhecida, não se sabendo se é inflamável ou não, por medida de segurança também não se deve usar qualquer tipo de chama. Nesses casos, utiliza-se banho-maria.



A solução deverá repousar até a temperatura ambiente, para a recristalização. O resfriamento deve ser lento para que a solução fique em equilíbrio e forme cristais puros e perfeitos, pois se ocorrer o contrário acontecerá a precipitação e nesta a rede cristalina é formada tão rapidamente que as impurezas são presas dentro da rede. Por esse motivo não é utilizado o banho de gelo.



Figura

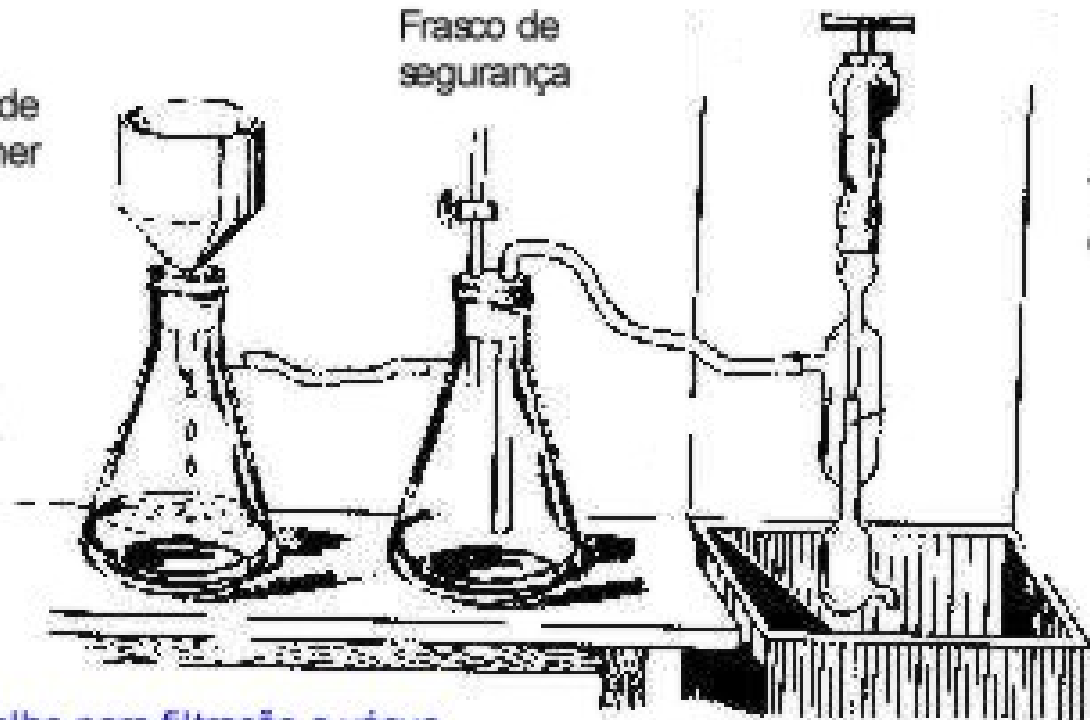
FILTRAÇÃO A VÁCUO

Quando desejamos pré-secar o sólido a ser separado necessita de uma filtração `a vácuo (filtração por sucção), que é feita utilizando um funil de Buchner acoplado a um frasco de Kitassato

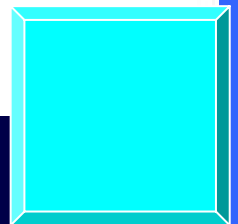
Funil de
Buchner

Frasco de
segurança

Trompa
de água



Aparelho para filtração a vácuo



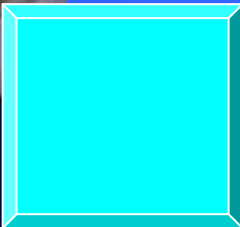
Funis de Buchner são feitos de porcelana e tem, internamente, uma plataforma, contendo diversos furos, no qual é colocado o papel de filtro. O papel de filtro deve ter diâmetro levemente menor que o diâmetro da plataforma de porcelana do funil de Buchner, mas suficiente para cobrir todos os furos.

Sucção

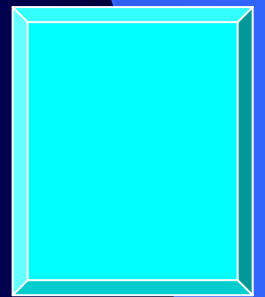
Trompa d'água



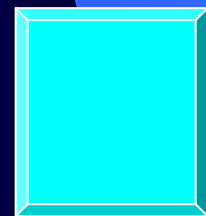
Para realizar uma filtração à vácuo, coloca-se o papel de filtro sobre a plataforma do funil, inicia-se a sucção e molha-se o papel com uma fração da própria solução a ser filtrada.



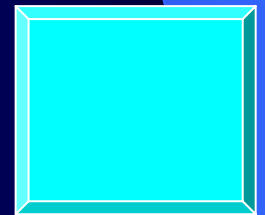
É importante ressaltar que numa filtração á vácuo, a sucção pode ser provida tanto por uma trompa de água como por uma bomba de vácuo ou uma bomba de água.



Os cristais devem ser lavados com uma pequena quantidade de solvente frio, para remover qualquer traço da solução água - mãe, que pode ter ficado aderida na superfície do cristal .



A secagem pode ser feita, por exemplo, numa estufa ou simplesmente pela exposição ao meio ambiente sobre o vidro de relógio coberto com papel de filtro para não perder a pureza.



Ponto de Fusão

Verificação do grau de pureza da acetanilida

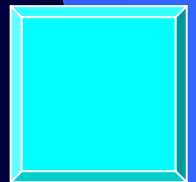


Correção do ponto de fusão

$$\Delta T = 0,00012 (760 - p)(t + 273)$$

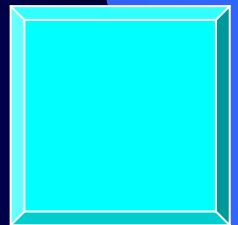
$$t^{760} = \Delta T + t$$

$$\text{Rendimento} = \frac{\text{massa da acetanilida final}}{\text{massa da acetanilida inicial}} \times 100$$



CARACTERÍSTICAS DOS REAGENTES

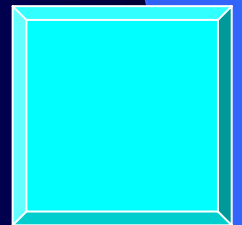
FLUXOGRAMA



CURIOSIDADES

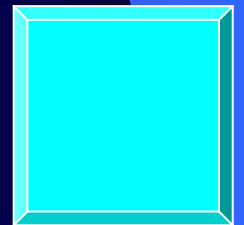
Como as impurezas geralmente afetam o ponto de fusão de uma amostra?

Quando isolamos um composto e queremos saber mais sobre ele, procuramos determinar o ponto de fusão. Em uma amostra que contém impurezas, diminui o ponto de fusão, por estas impurezas apresentarem outra composição e outro ponto de fusão. Se constatarmos a presença de 2% por exemplo de impurezas na amostra o ponto de fusão diminui aproximadamente 2°C, além de variar a temperatura durante a fusão da amostra.



Por que existe uma grande diferença na solubilidade do NaCl e da acetanilida?

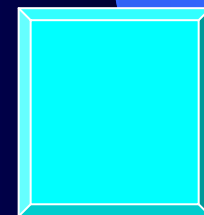
Pois a Água e o Cloreto de Sódio são substâncias muito polares e a Acetanilina é pouco polar. O NaCl dissolve-se em água, mas a acetanilida tem uma solubilidade pequena em água. Os solutos que possuem polaridades próximas a polaridade do solvente, são dissolvidos em maior quantidade do que compostos com polaridades diferentes.



BIBLIOGRAFIA

LITERATURA

- OHLWILER, O. A., *Química inorgânica*. São Paulo, Edgard Blucher Ltda. 1971.
- VOGEL, A. I., *Análise orgânica qualitativa*, 3 ed., Rio de Janeiro, Ao livro Técnico S.A., 1981. v. 1.
- SOARES, G. S.; SOUZA, N. A.; PIRES, D. X., *Química orgânica: teoria e técnicas de preparação, purificação e identificação de compostos orgânicos*, Rio de Janeiro, Guanabara S. A. 1988.

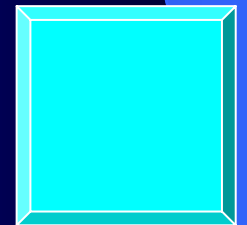


INTERNET

<http://campus.fortunecity.com/yale/757/cristali.htm>

<http://www.qmc.ufsc.br/organica/aula01/visualizacao.html>

http://br.geocities.com/alex_engenharia/quimicaexp.html



GRUPO

- Amanda C. Danuello (amandanu@grad.iq.unesp.br)
- Audrey de Arruda Falcão (audrfalc@grad.iq.unesp.br)
- Bianca Montanari (bianmont@grad.iq.unesp.br)
- Camila Abrão (camilabr@grad.iq.unesp.br)
- Carem C. Pedrino (carepedr@grad.iq.unesp.br)
- Marina Magnani (marimagn@grad.iq.unesp.br)

PURIFICAÇÃO DE UM COMPOSTO ORGÂNICO SÓLIDO

INTRODUÇÃO

Substâncias sólidas raramente são puras quando obtidas a partir de uma reação. Conseqüentemente, desde a época dos primeiros alquimistas, substâncias sólidas têm sido purificadas por RECRISTALIZAÇÃO a partir de um solvente adequado.

A recristalização é o método mais comum de purificação de substâncias sólidas.

O processo envolve as seguintes etapas:

- Escolha do solvente
- Dissolução da substância impura a uma temperatura próxima do ponto de ebulição do solvente
- Filtração à quente da solução de modo a eliminar qualquer material insolúvel
- Resfriamento do filtrado
- Separação dos cristais formados
- Secagem do material

A purificação de substâncias sólidas através de recristalização baseia-se nas diferenças em suas solubilidades em diferentes solventes e no fato de que a maioria das substâncias sólidas é mais solúvel em solventes quentes que em frios. A solubilidade de um soluto, em condições normais, corresponde à sua quantidade máxima que se dissolve numa dada quantidade de solvente, a uma certa temperatura.

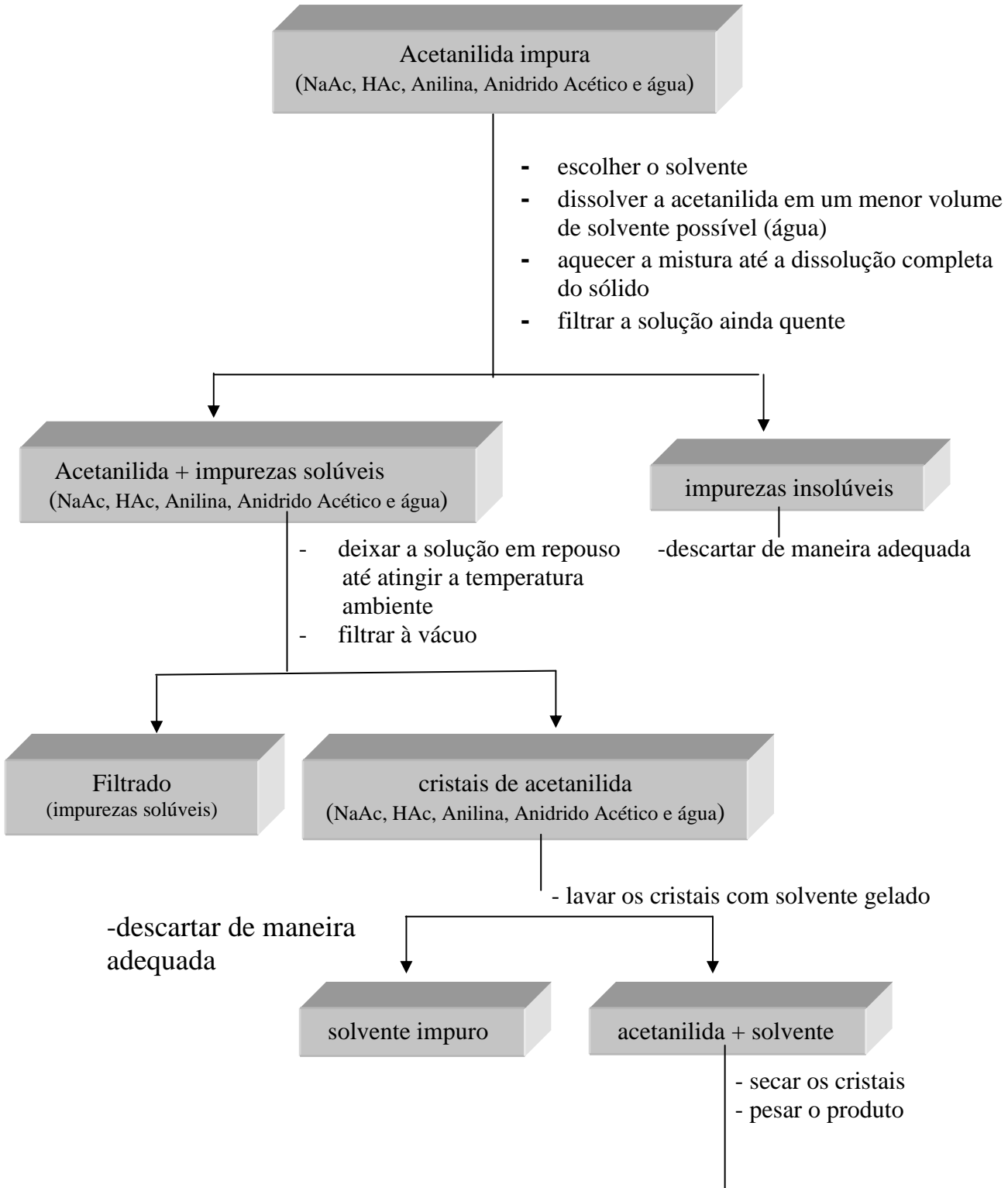
O decréscimo da solubilidade da substância à medida que a temperatura diminui ocasiona a sua precipitação ou cristalização. As impurezas solúveis tendem a permanecer na solução.

O processo de recristalização consiste, portanto, na dissolução do sólido a ser purificado em um solvente quente ou, até mesmo, em ebulição, (se necessário, a mistura quente é filtrada para a remoção de quaisquer impurezas insolúveis) e posteriormente, na sua cristalização, à medida que a solução resfria. Idealmente, somente a substância desejada precipita na forma cristalina e todas as impurezas solúveis permanecem na água-mãe (solução restante após a cristalização). O sólido cristalino pode ser separado da água-mãe por filtração em seguida, secado. Se uma única operação de recristalização não levar à substância pura, o processo pode ser repetido com o mesmo ou outro solvente.

Uma das razões do bom funcionamento do método de recristalização é que o crescimento de cristais em uma solução saturada (solução que contém numa dada temperatura, uma quantidade máxima de soluto dissolvido) é extremamente seletivo, isto é, em geral somente um mesmo tipo de substância se incorpora ao cristal em crescimento. A cristalização de diferentes substâncias num mesmo cristal é muito rara. Muitas vezes, no intuito de facilitar a cristalização da substância, pequenos cristais são

introduzidos na solução saturada. Esses pequenos cristais servirão como núcleos iniciais para a ocorrência da cristalização e por isto, são chamados de germes de cristalização.

FLUXOGRAMA



- determinar o ponto
de fusão



acetanilida purificada

DISCUSSÃO

- ESCOLHA DO SOLVENTE

Na seleção de um solvente adequado para o processo de recristalização, ainda vale o chavão utilizado pelos alquimistas: “semelhante dissolve semelhante”. Em geral, um solvente polar irá dissolver substâncias polares ou iônicas, e um solvente apolar somente substâncias apolares

Assim, no caso da água, a sua alta constante dielétrica (capacidade de atenuar campos elétricos e, portanto, interação entre cargas) e a sua grande capacidade de formar ligações de hidrogênio tornam-na um bom solvente para sais, mas também tornam-se um solvente ruim para compostos apolares. Em água pura, as moléculas orientam de modo tal que centros de cargas negativas e positivas fiquem próximos entre si.

Alguns pontos devem ser considerados para a escolha de um bom solvente:

- Verificação da polaridade ("semelhante dissolve semelhante")
- O solvente deve dissolver grande quantidade da substância em temperatura elevada e pequena quantidade em temperaturas baixas.
- O solvente deve dissolver as impurezas mesmo a frio, ou então, não dissolvê-las, mesmo a quente.
- Ao ser esfriado, o solvente deve produzir cristais bem formados do sólido purificado, dos quais deve ser facilmente removível
- O solvente não deve reagir com o sólido
- Outros fatores como a facilidade de manipulação, a volatilidade, a inflamabilidade e o custo também devem ser levados em conta.

- AQUECIMENTO

Se a substância a ser aquecida for inflamável, então, é proibido usar qualquer tipo de chama. Se a substância for desconhecida, não se sabendo se é inflamável ou não , por medida de segurança também não se deve usar qualquer tipo de chama. Nesses casos, utiliza-se banho-maria.

- FILTRAÇÃO

A filtração é um processo de separação de misturas heterogêneas, sólido - sólido, líquido-líquido, líquido-sólido ou gás-sólido.

Quando desejamos pré-secar o sólido a ser separado necessita de uma filtração à vácuo (filtração por sucção), que é feita utilizando um funil de Buchner acoplado a um frasco de Kitassato (fig 6.5). Funis de Buchner são feitos de porcelana e tem, internamente, uma plataforma, contendo diversos furos, no qual é colocado o papel de filtro. O papel de filtro deve ter diâmetro levemente menor que o diâmetro da plataforma de porcelana do funil de Buchner, mas suficiente para cobrir todos os furos. Para realizar uma filtração à vácuo, coloca-se o papel de filtro sobre a plataforma do funil, inicia-se a sucção e molha-se o papel com uma fração da própria solução a ser filtrada. Observa-se se o papel está perfeitamente fixado ao filtro e inicia-se a filtração. É importante ressaltar que numa filtração à vácuo, a sucção pode ser provida tanto por uma trompa de água como por uma bomba de vácuo ou uma bomba de água.

- LAVAGEM DOS CRISTAIS

Os cristais devem ser lavados com uma pequena quantidade de solvente frio, para remover qualquer traço da solução água - mãe, que pode ter ficado aderida na superfície do cristal .

- SECAGEM DOS CRISTAIS

Um método de secagem dos cristais é coloca-los num vidro de relógio e deixar secar em contato com o ar. Com esse método evitamos perdas por fusão, pois ele não usa aquecimento; mas por estar exposto a umidade pode causar hidratação de materiais higroscópicos. Outra forma de secagem dos cristais em vidro de relógio pode ser feita através da exposição deste a vapores de um líquido (este líquido pode ser água, desde que esse se decomponha abaixo de 100°C e não seja higroscópico).

Outro método de secagem é colocar os cristais sobre um papel absorvente ou leva-los para um dessecador em presença de agentes secantes.

- DETERMINAÇÃO DO PONTO DE FUSÃO

A temperatura na qual um sólido se funde, isto é, torna-se líquido é denominado de ponto de fusão. À pressão de 1 atm, essa temperatura é conhecida como ponto normal de fusão (o ponto de fusão é muito pouco afetado por variações de pressão). Um composto orgânico cristalino puro tem, em geral, um ponto de fusão bem definido, isto é, o intervalo de ponto de fusão (a diferença entre a temperatura na qual os cristais começam a fundir e aquela na qual se tornam líquido) não passa de 1,0 °C. Entretanto, a presença de pequenas quantidades de impurezas usualmente faz com que a temperatura em que os cristais começam a fundir seja mais baixa que aquela do ponto de fusão do composto puro.

Embora existam algumas exceções (mistura eutéicas), um ponto de fusão bem definido é considerado indicativo de grande pureza do composto; assim, essa

característica pode ser investigada para definir se um composto está puro ou não, especialmente após ter sido submetido a um processo de purificação – recristalização.

A diferença de temperatura entre os pontos de fusão dos dois tipos de compostos, o que claramente demonstra a influência do tipo de interação entre as entidades (moléculas ou íons) que compõem o sólido: interações fracas nos compostos covalentes (de Van der Waals) e fortes nos compostos iônico (interação entre cargas).

Nomenclatura	Fórmula	Densidade	PF (°C)	PE(°C)	Solubilidade	Toxidade	Propriedades físicas	Massa Fórmula
<u>Propanona</u>	C ₃ H ₆ O	0,7899	-95,3	56,2	água,éter, álcool, benzeno e cloro	Inflamável Calcinogênico	Líquido volátil, odor característico	58,08
<u>Etanol</u>	C ₂ H ₆ O	0,7893	-117,3	78,5	água, éter, acetona e benzeno	Inflamável Explosivo	Líquido volátil	46,07
<u>Benzeno</u>	C ₆ H ₆	0,8765	5,5	80,1	álcool, éter, acetona e ac. acético	Causa depressão, náusea	Líquido inflamável	78,11
<u>Etóxi-etano</u>	C ₄ H ₁₀	0,7138	-116,2	34,5	álcool, acetona, benzeno e cloro	Inflamável Irritação de mucosas	Líquido volátil e inflamável	74,12
<u>Triclorometano</u>	CHCl ₃	1,4832	-63,5	61,7	álcool, éter, acetona e benzeno	Causa náusea	Líquido volátil, odor característico	119,38
<u>*Acetanilida</u>	C ₈ H ₉ ON	1,2190	114,3	304	álcool,éter, acetona e benzeno	-	-	135,17

- Acetanilida

1g de acetanilida dissolve em :

SOLVENTE	VOLUME (mL)
Água	185
Água em ebulição	20
Álcool	3,4
Metanol	3
Álcool em ebulição	0,6
Clorofórmio	3,7
Acetona	4

Glicerina	5
Dioxano	8
Éter	18
Benzeno	47

BIBLIOGRAFIA

- GONÇALVES, D., WAL, E., ALMEIDA, R. R. *Química Orgânica Experimental*. São Paulo: McGraw Hill, 1988
- SILVA, R. R. DA *Introdução à Química Experimental*. São Paulo: McGraw Hill, 1990

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA

RECRISTALIZAÇÃO

DA

ACETANILIDA

AMANDA DANUELO
AUDREY DE A. FALCÃO
BIANCA MONTANARI
CAREN PEDRINO

CAMILA ABRÃO
MARINA MAGNANI

Nomenclatura	Fórmula	Densidade	PF (°C)	PE(°C)	Solubilidade	Toxidade	Propriedades físicas	Massa Fórmula
<u>Propanona</u>	C ₃ H ₆ O	0,7899	-95,3	56,2	água,éter, álcool, benzeno e cloro	Inflamável Calcinogênico	Líquido volátil, odor característico	58,08
<u>Etanol</u>	C ₂ H ₆ O	0,7893	-117,3	78,5	água, éter, acetona e benzeno	Inflamável Explosivo	Líquido volátil	46,07
<u>Benzeno</u>	C ₆ H ₆	0,8765	5,5	80,1	álcool, éter, acetona e ac. acético	Causa depressão, náusea	Líquido inflamável	78,11
<u>Etóxi-etano</u>	C ₄ H ₁₀	0,7138	-116,2	34,5	álcool, acetona, benzeno e cloro	Inflamável Irritação de mucosas	Líquido volátil e inflamável	74,12
<u>Triclorometano</u>	CHCl ₃	1,4832	-63,5	61,7	álcool, éter, acetona e benzeno	Causa náusea	Líquido volátil, odor característico	119,38
<u>*Acetanilida</u>	C ₈ H ₉ ON	1,2190	114,3	304	álcool,éter, acetona e benzeno	-	-	135,17

FLUXOGRAMA

