



Recristalização

QFL0345 -2024

Tipos de precipitado

Precipitados grumosos – resultam da floculação de colóides hidrófobos. São bastante densos, pois eles arrastam pouca água.

Precipitados gelatinosos – resultam da floculação de colóides hidrófilos. São volumosos, tem a consistência de flocos e arrastam quantidades consideráveis de água. Oferecem dificuldades a filtração e lavagem.



Recristalização

Método de purificação de substâncias sólidas

- sólidos orgânicos
- dissolução do sólido a temperaturas elevadas em solvente apropriado e recristalização por abaixamento da temperatura
- impurezas: (1) mais solúveis do que o componente principal (2) menos solúveis do que o componente principal

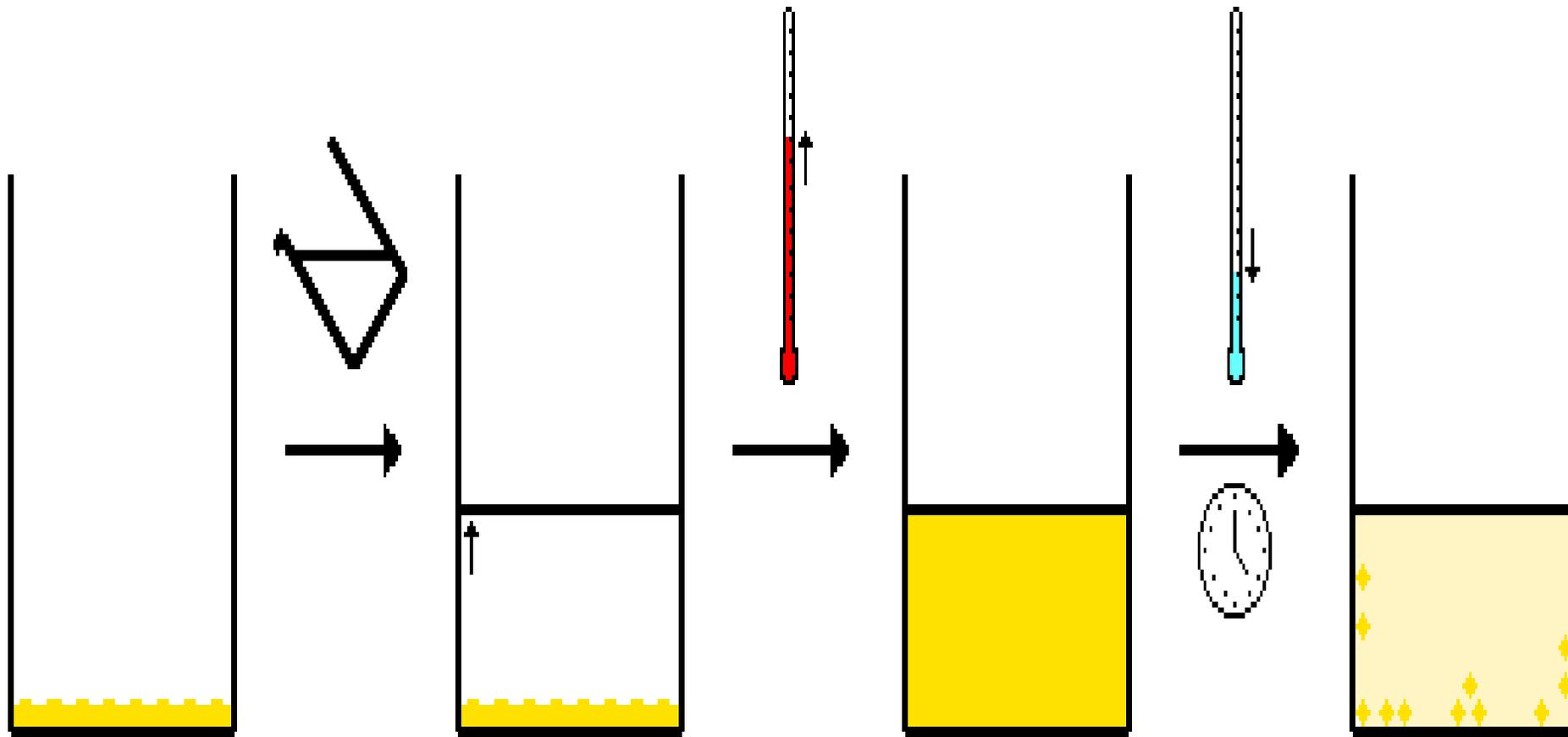
Processo

◊ Princípio: Dissolver a substância em um solvente a quente e deixar a solução esfriar lentamente.

◊ *Cristalização versus Precipitação*

Lento / seletivo	Rápido / não seletivo
equilíbrio / reversível	irreversível / inclusão de impurezas

Processo



Solvente único

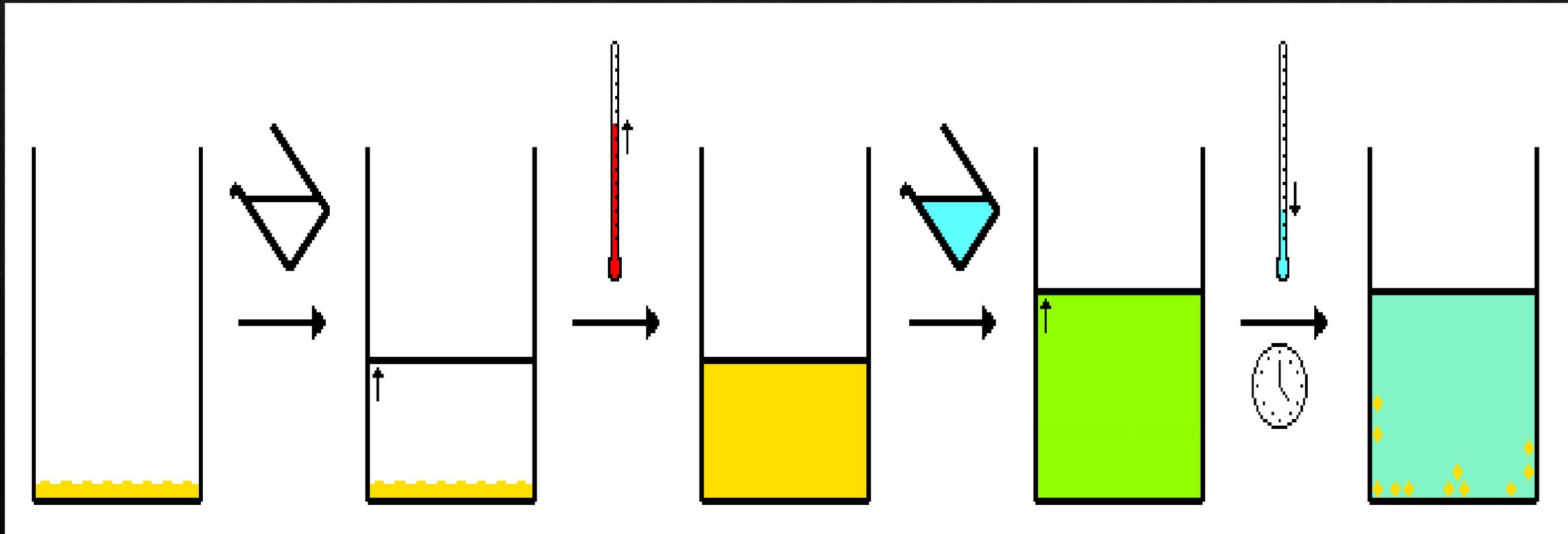
- ◇ Dissolução do sólido impuro a quente
- ◇ Cristalização por resfriamento da solução
- ◇ Pureza do sólido formado deve-se à seleção das partículas para a formação do retículo cristalino
- ◇ Depende da diferença de solubilidade das espécies envolvidas

Na situação ideal...o composto-alvo é completamente solúvel no solvente em temperatura próxima à de ebulição e totalmente insolúvel à temperatura ambiente ou a 0°C.

e o contrário para a impureza

No mundo real...isso nunca acontece e esse procedimento é tanto mais eficiente quanto mais praticado

Processo



Multi Solvente

◇ Recristalização multi-solvente

- ◇ Este método é o mesmo que o anterior, mas onde dois (ou mais) solventes são usados. Isso depende de tanto o "composto A" quanto a "impureza B" serem solúveis em um primeiro solvente.
- ◇ Um segundo solvente é adicionado lentamente. O "composto A" ou a "impureza B" serão insolúveis neste solvente e precipitar-se-ão, enquanto o outro do "composto A"/"impureza B" permanecerá em solução. Assim, a proporção de primeiro e segundo solventes é crítica.
- ◇ Normalmente, o segundo solvente é adicionado lentamente até que um dos compostos comece a cristalizar a partir da solução e, em seguida, a solução é resfriada. O aquecimento não é necessário para esta técnica, mas pode ser usado

Escolha do solvente (s)

A técnica se aproveita da diferença de solubilidade (da maioria) das substâncias a frio e a quente.

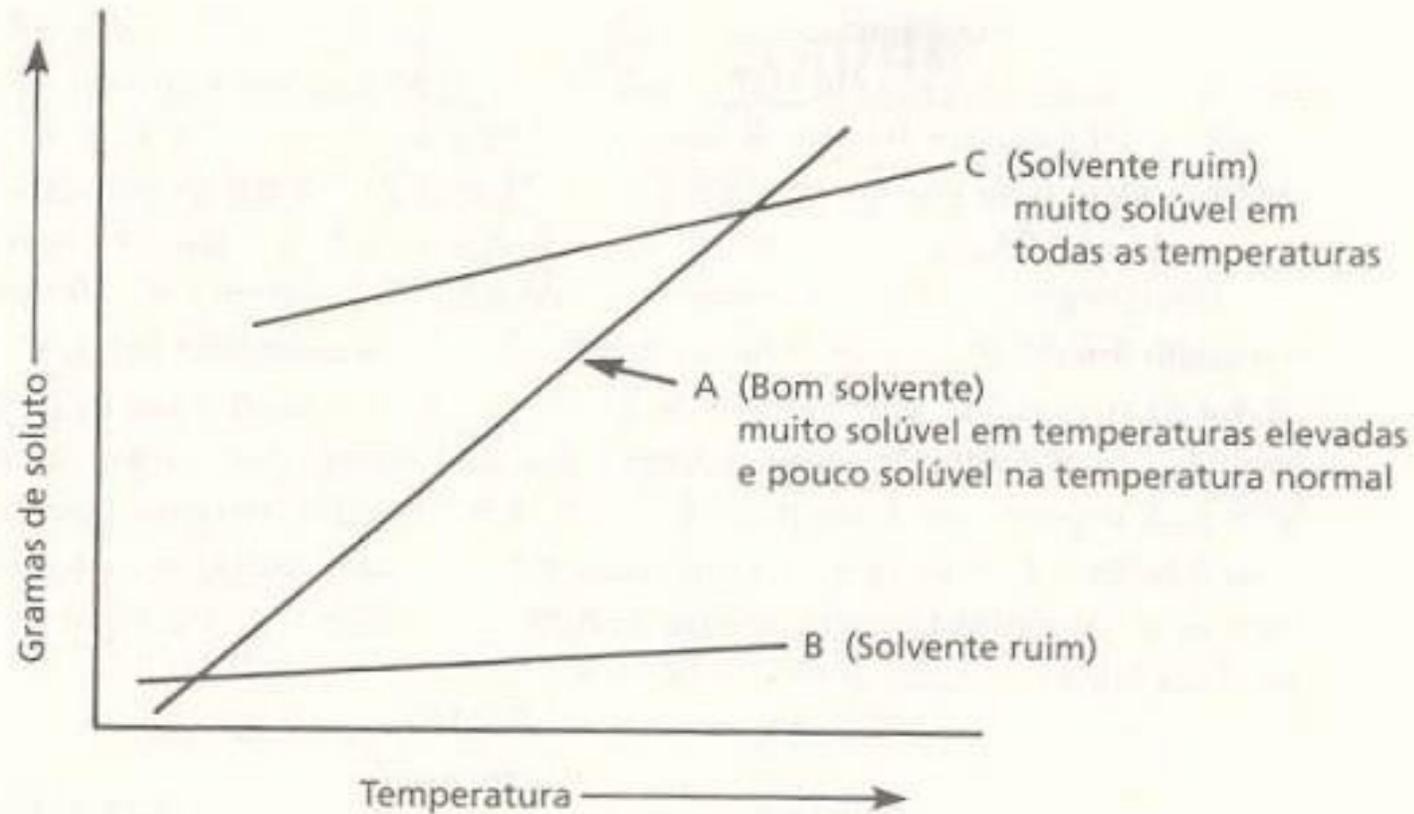


Figura 11.1 Gráfico de solubilidade *versus* temperatura.

Curva de solubilidade da sulfanilamida em álcool etílico

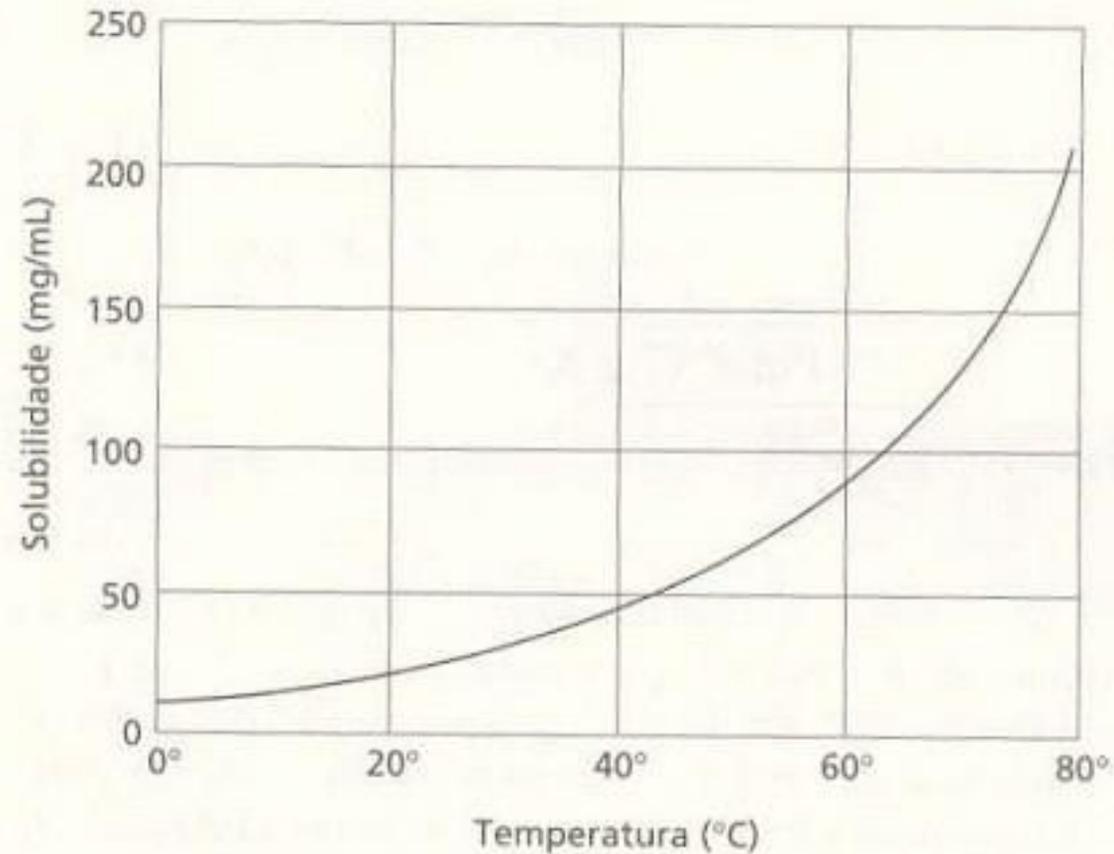
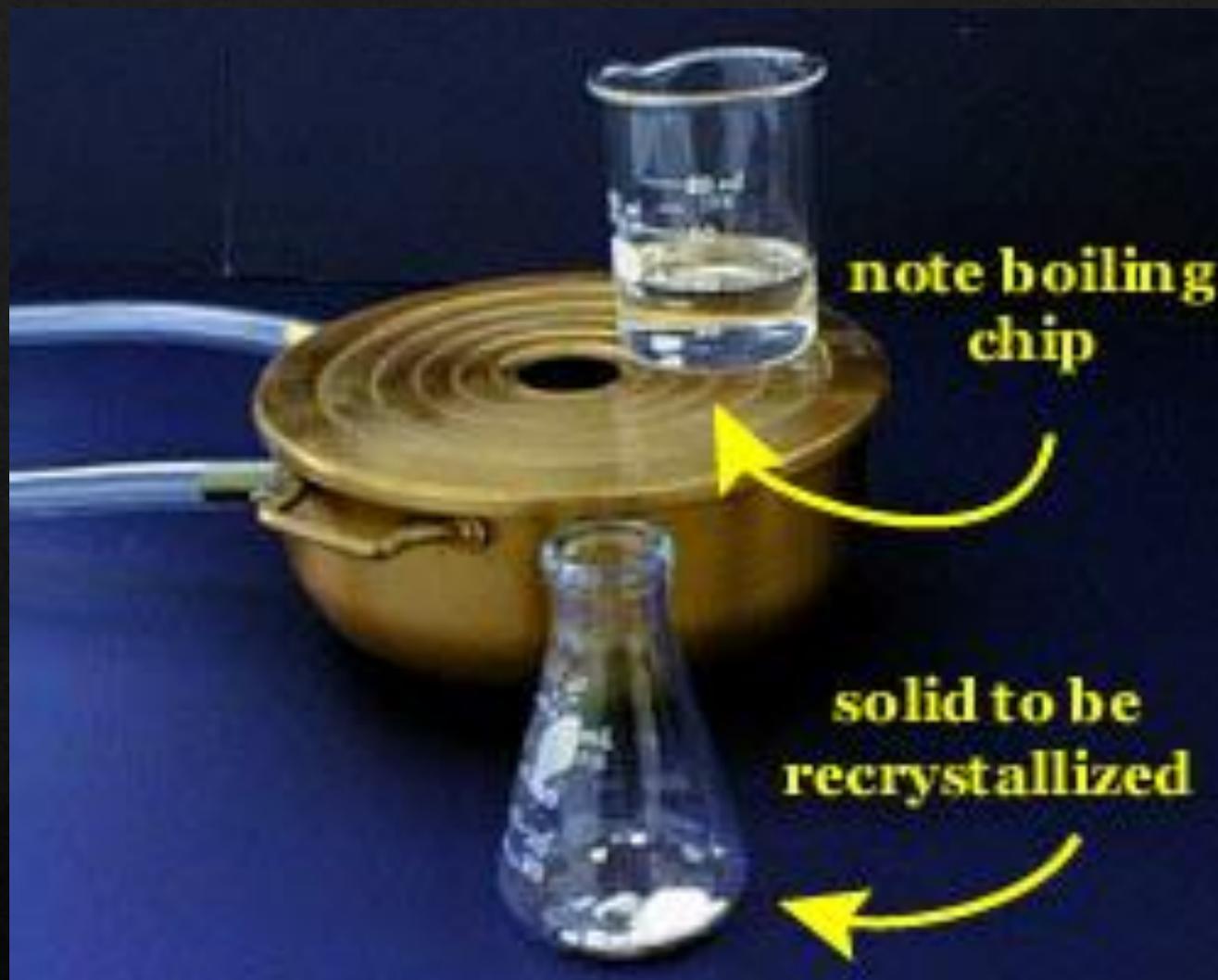


Figura 11.2 Solubilidade da sulfanilamida em álcool etílico a 95%.

Solventes comuns

<i>solvent</i>	<i>formula</i>	<i>polaridade</i>	<i>Ponto de ebulição (°C)</i>
<i>water</i>	H_2O	<i>muito polar</i>	100
<i>ethanol</i>	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$	<i>polar</i>	78
<i>methanol</i>	CH_3OH	<i>polar</i>	65
<i>dichloromethane</i>	CH_2Cl_2	<i>ligeiramente polar</i>	40
<i>diethyl ether</i>	$(\text{CH}_3\text{CH}_2)_2\text{O}$	<i>ligeiramente polar</i>	35







Pour a small amount of the hot solvent into the flask containing the solid.



Swirl the flask to dissolve the solid.



Place the flask on the hot plate to keep the solution warm.



If the solid is still not dissolved, add a tiny amount more solvent and swirl again.



When the solid is all in solution, set it on the bench top.
Do not disturb it!



After a while, crystals should appear in the flask.

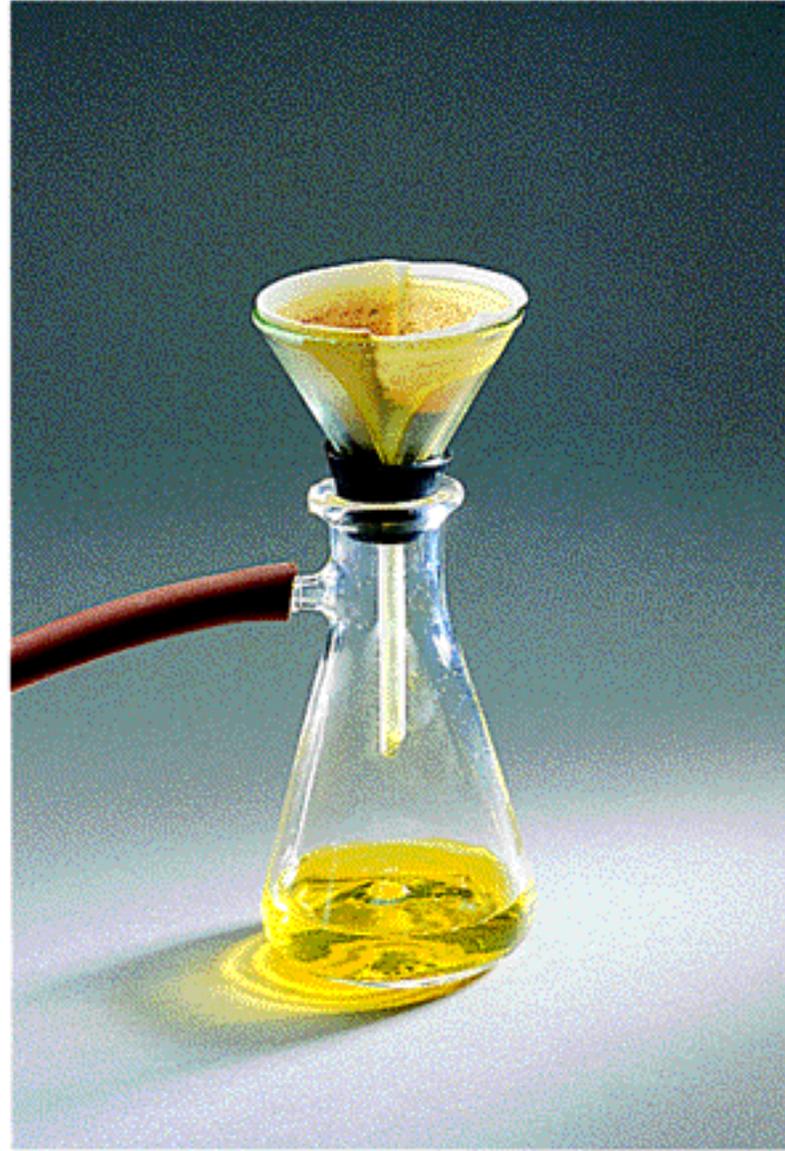


You can now place the flask in an ice bath to finish the crystallization process.





A



B



Suction Filtration Apparatus.

