

## 3 (3.1)

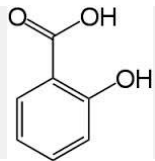
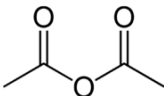
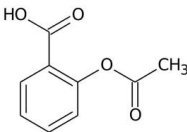
**EXPERIMENTO 3 – PURIFICAÇÃO DE SUBSTÂNCIAS POR RECRISTALIZAÇÃO**

Este experimento consta de duas práticas: a preparação e recristalização do ácido acetilsalicílico (AAS) e a recristalização de acetanilida. Os objetivos gerais dessas práticas são: desenvolver habilidades técnicas relativas a práticas de laboratório que envolvam recristalização e determinação de temperatura de fusão; desenvolver habilidades referentes a domínio de procedimentos, como selecionar o solvente apropriado para proceder a recristalização e planejar o procedimento a ser realizado.

**PRÁTICA 3.1 – preparação e purificação de aspirina****OBJETIVOS**

- fazer a síntese do ácido acetilsalicílico e proceder à recristalização do ácido;
- reconhecer e utilizar de forma adequada instrumentos para realizar medidas de volume e massa e as operações de filtração envolvidas nesse processo;
- conhecer a técnica de purificação de um sólido por recristalização;

A síntese será feita pela reação entre ácido orto-hidroxibenzoico, conhecido como ácido salicílico e anidrido acético. A recristalização será feita utilizando-se uma mistura de etanol e água.

|                                                                                                         |                                                                                                         |                                                                                                                |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Ácido salicílico<br> | Anidrido acético<br> | Ácido acetilsalicílico<br> |
| $C_7H_6O_3$                                                                                             | $C_4H_6O_3$                                                                                             | $C_9H_8O_4$                                                                                                    |

**ATIVIDADES PRÉ-LABORATÓRIO**

1. Rever os conceitos de: solubilidade, curva de solubilidade; temperatura de fusão, rendimento de uma transformação química, funções orgânicas a que pertencem as substâncias envolvidas (ácido salicílico e anidrido acético) e associar as fórmulas estruturais às respectivas substâncias.

2. Procurar informações sobre propriedades físicas e químicas das substâncias envolvidas (incluindo toxicidade e descarte);
3. Escrever a equação química balanceada da transformação;
4. Procurar informações sobre a solubilidade do ácido acetilsalicílico em solventes como água, etanol, hexano, acetona, em temperatura ambiente ou abaixo e a quente;
5. Estudar a técnica de recristalização (vide bibliografia).
6. Elaborar dois fluxogramas:
  - i) procedimento a ser seguido na preparação da aspirina;
  - ii) procedimento de recristalização do produto obtido.
- a) Elaborar um esquema da aparelhagem a ser utilizada em cada processo, especificando o nome e a capacidade (volume) das vidrarias empregadas e como o papel de filtro deve ser ajustado ao funil de Buchner.

***Para ser entregue no início da aula***

1. Fluxogramas
2. Esquemas das aparelhagens

**PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL**

**ATENÇÃO**

***O ácido fosfórico 85% é corrosivo. O manuseio deve ser feito com muita atenção e cuidado.***

| Quantidades a serem utilizadas |         |
|--------------------------------|---------|
| Ácido salicílico               | 4,0 g   |
| Anidrido acético               | 8,0 mL  |
| Ácido fosfórico 85%            | 6 gotas |

**PARTE A - Preparação da aspirina**

1. Prepare um banho de água para aquecimento da mistura reacional, utilizando como fonte de calor uma chapa elétrica.
2. Pese o ácido salicílico em um papel apropriado. Transfira para um erlenmeyer de 125 mL.
3. Adicione o anidrido acético lentamente.
4. Adicione o ácido fosfórico 85%, cuidadosamente.
5. Coloque o frasco com os reagentes no banho de aquecimento, se necessário utilize um suporte universal com garra e mufa para fixar o erlenmeyer, e deixe por cerca de 15 minutos, agitando, periodicamente, com auxílio de um bastão de vidro. A temperatura deve ficar por volta de 50°C.

6. Desligue a chapa de aquecimento, retire o erlenmeyer do banho, espere 5 minutos para que a temperatura do sistema diminua um pouco e adicione cuidadosamente cerca de 10 mL de água destilada.
7. Transfira a mistura reacional para um béquer de 125 mL. Adicione cerca de 10 mL de água destilada ao erlenmeyer em que a reação foi realizada e transfira para o béquer (remoção da mistura reacional que permaneceu no erlenmeyer).
8. Adicione ao béquer cerca de 40 mL de água destilada previamente resfriada e deixe a mistura esfriar. Depois de um tempo, pode-se colocar o frasco em um banho de gelo e água para que a cristalização ocorra mais rapidamente.
9. Monte o sistema de filtração a pressão reduzida e filtre a mistura reacional. Adicione uma pequena quantidade de água gelada no frasco de reação para remover o sólido remanescente. Repita essa operação mais algumas vezes, utilizando pequenas quantidades de água. Deixe por alguns minutos o sistema de filtração em funcionamento.
10. Retire o líquido residual do kitassato (descarte na bombona destinada a ácido/base) e adapte o sistema kitassato e funil de Buchner na saída do compressor, para terminar a secagem.
11. Determine a massa do produto obtido
12. Determine a temperatura de fusão de uma amostra da aspirina obtida.

#### **PARTE B – Recristalização**

1. O ácido acetilsalicílico obtido deve ser pesado e transferido para um erlenmeyer, tomando o cuidado para que não haja perda de material na transferência.
2. Para proceder à recristalização, o solvente deve ser aquecido previamente. Coloque cerca de 50 mL do etanol em um erlenmeyer e aqueça na chapa de aquecimento.
3. Transfira, com cuidado, usando uma proteção para segurar o erlenmeyer, uma pequena quantidade do etanol ao erlenmeyer, agitando delicadamente para auxiliar a dissolução. Repita esse procedimento algumas vezes, até que todo o produto tenha se dissolvido.
4. Adicione, a seguir, aos poucos, a água destilada até que se forme uma leve turvação. Aqueça o erlenmeyer até a dissolução, se for preciso, coloque mais um pouco de água. Retire do aquecimento e deixe esfriar lentamente.
5. Filtre à pressão reduzida, seguindo o procedimento anteriormente realizado.
6. Depois que o sólido estiver seco, determine a massa do produto recristalizado e a temperatura de fusão de uma amostra do sólido.

#### **BIBLIOGRAFIA**

1. VOGEL, A I. Química orgânica: análise orgânica qualitativa. Volume 1 (há várias edições na Biblioteca).
2. GONÇALVES, D., Química Orgânica Experimental, Editora McGraw-Hill, 1988 (há várias edições na biblioteca)
3. PAVIA, D. L.; LAMPMAN, G. M.; KRIZ, G. S. Química Orgânica Experimental: técnicas de escala pequena, LTC, 2009 (há várias edições na biblioteca).

## 3.1

### **RELATÓRIO**

Nome: \_\_\_\_\_ turma: \_\_\_\_\_

#### **A. Pré-Laboratório**

1. Anexe o fluxograma elaborado previamente à realização do experimento
2. Anexe os esquemas das aparelhagens utilizadas.

#### **B. Dados e Análises**

1. Apresente os dados de forma organizada. Por exemplo, monte uma tabela que contenha as quantidades iniciais dos reagentes, a quantidade prevista e a obtida após a recristalização.
2. Calcule o rendimento do processo. Que fatores podem ter contribuído para o valor obtido?
3. Compare as temperaturas de fusão obtidas entre si e com valores da literatura. Explique possíveis diferenças.

#### **C. Questões sobre o experimento**

1. Qual é a finalidade da adição de água à mistura de reação após o aquecimento (etapa 6)? A quantidade adicionada foi suficiente?
1. Explique a escolha da mistura de solventes utilizada na recristalização da aspirina.