

Purificação por dissolução ou recristalização

Química – 12º Ano

Vidros, plásticos e novos materiais
Actividades de Projecto Laboratorial

Maio 2018

Jorge R. Frade, Ana Teresa Paiva

Dep. Eng. Materiais e Cerâmica

Universidade de Aveiro

1. Objectivos:

- Identificar métodos de separação, purificação ou preparação de pós baseados em: (i) diferenças de solubilidade, (ii) variação de solubilidade com a temperatura, (iii) evaporação do solvente ou (iv) alteração do pH.
- Efectuar uma purificação de um sal por dissolução, filtração e evaporação de solvente.
- Efectuar uma separação por dissolução selectiva.

2. Fundamentos

A solubilidade de diversos sais num determinado líquido varia consoante a natureza do sal e do líquido. Por exemplo, a solubilidade do carbonato de sódio (Na_2CO_3) em água a baixa temperatura (cerca de 48,5 g/100 g de água a 100°C) é bastante superior à solubilidade do carbonato de cálcio CaCO_3 , (cerca de 0,002g/100g a 100°C). Diferentes sais também apresentam diferenças na variação da solubilidade com a temperatura. Por exemplo, a solubilidade do bicarbonato de sódio (NaHCO_3) em água aumenta de 6,9 g/100g a 0°C para 16,4 g/100g a 60°C, enquanto que a solubilidade do cloreto de sódio (NaCl) apenas aumenta de 35,7 g/100g a 0°C para 39,8 g/100g a 100°C. A solubilidade de determinado sal também varia consoante a natureza do solvente. Por exemplo, a solubilidade em álcool ou num solvente orgânico (p.e. acetona) pode ser bastante diferente da solubilidade em água. Por exemplo, a solubilidade do sulfato de cobre em água é muito mais elevada do que em etanol. Finalmente, o próprio valor do pH pode ser determinante da solubilidade. Por exemplo, o carbonato de cálcio é solúvel em meio ácido e é quase insolúvel em meio neutro ou alcalino.

Os tipos de efeitos acima descritos podem ser usados em processos de separação ou purificação baseados em diferenças de solubilidade, variações de solubilidade com a temperatura, evaporação do solvente ou alteração do pH. Métodos semelhantes podem também ser usados na obtenção controlada de pós de diversos materiais.

3. Equipamento, materiais e reagentes

- Material de vidro
- Balança
- Placa de aquecimento
- Termómetro
- Filtro e papel de filtro de café
- Cloreto de sódio (ou sal de cozinha)
- Bicarbonato de sódio
- Etanol

4. Realização experimental

4.1 Variação da solubilidade com a temperatura

a) Pese um copo de vidro com capacidade de 100 ml (m_{copo}), meça 50 ml de água para esse copo, adicione 10 g de bicarbonato de sódio (m_{bic}), agite com uma vareta durante 2 minutos e meça a temperatura com um termómetro. Verifique que não é possível dissolver a totalidade do bicarbonato.

b) Use um banho Maria para aquecer o copo que contém a água e o bicarbonato, enquanto agita com uma vareta de vidro. Vá medindo a temperatura com o termómetro até à dissolução completa do sal. Registe a temperatura (T_1) no instante em que ocorrer dissolução completa.

- c) Pese a massa total do copo com a solução de bicarbonato $m_T = m_{\text{copo}} + m_{\text{bic}} + m_{\text{água}}$ e determine a massa de água $m_{\text{água}} = m_T - m_{\text{bic}} - m_{\text{copo}}$. Registe os resultados na Tabela I e calcule a solubilidade do bicarbonato à temperatura T_1 , expressa em g/100g de solução, i.e., $m_{\text{bic}} / (m_{\text{bic}} + m_{\text{água}})$.
- d) Meça a temperatura ambiente (T_{amt}) com o termómetro e arrefeça a solução de bicarbonato até esta temperatura. Para este efeito introduza o copo com a solução numa tina de arrefecimento contendo gelo e agite a solução até atingir a temperatura ambiente. Nesse momento retire o copo da tina de arrefecimento.
- e) Deixe repousar e verifique que ocorreu recristalização de bicarbonato de sódio.
- f) Decante a maior parte do líquido para um segundo copo limpo, evitando verter os cristais depositados.
- g) Pese um papel de filtro de café bem seco (m_{papel}) e use-o para filtrar a suspensão restante obtida no passo f). Use o líquido decantado recolhido no passo f) de modo a transferir todos os cristais de bicarbonato para o papel de filtro.
- h) Use um aquecedor de cabelo para aquecer a parte inferior do filtro que contem o papel com o filtrado, de modo a acelerar a evaporação da água e a obtenção de um filtrado seco. Seguidamente, pese o papel de filtro com filtrado e determine a solubilidade à temperatura ambiente.

Tabela I:
Registo de resultados e cálculo de solubilidade.

T_1 (°C) =	T_0 (°C) =
$m_{\text{copo}} =$ _____ g	$m_{\text{papel}} =$ _____ g
$m_{\text{bic}} =$ _____ g	$m_{\text{papel+res}} =$ _____ g
$m_T =$ _____ g	$m_{\text{res}} = m_{\text{papel+res}} - m_{\text{papel}} =$ _____ g
$m_{\text{água}} = m_T - m_{\text{bic}} - m_{\text{copo}} =$ _____ g	$m_{\text{bic},0} = m_{\text{bic}} - m_{\text{res}} =$ _____ g
$S_1 = 100 \cdot m_{\text{bic}} / (m_{\text{água}} + m_{\text{bic}}) =$	$S_0 = 100 \cdot m_{\text{bic},0} / (m_{\text{água}} + m_{\text{bic},0}) =$

4.2 Purificação de sal por dissolução, filtração e evaporação do solvente

- a) Pese 35 g de sal de cozinha bem seco e suje-o adicionando-lhe cerca de 5 g de terra de jardim.
- b) Introduza o sal sujo num copo de vidro contendo 100 ml de água, agite com vareta e aqueça, sem ferver.
- c) Pese um segundo copo de vidro e filtre a solução obtida no passo b), recolhendo o líquido filtrado no copo previamente pesado.
- d) Ferva o líquido filtrado sobre um disco de aquecimento. Observe a deposição de sal limpo à medida que prossegue a evaporação da água, deixe ferver até que os cristais de sal fiquem a descoberto no fundo do copo. Aqueça o fundo do copo com um secador e deixe evaporar completamente. Pese o copo com o sal e determine a massa de sal recuperado.
- e) Avalie o rendimento da operação de purificação.

4.3 Efeito do ião comum na dissolução de sais

- a) Pese 3,5 g de bicarbonato de sódio, adicione a um copo contendo 50 ml de água, agite com vareta de vidro e aqueça em banho Maria, até à dissolução completa. Registe a temperatura T_1 . Seguidamente, arrefeça introduzindo o copo num recipiente com gelo.
- b) Adicione 25 g de cloreto de sódio a um copo com 50 ml de água, agite e aqueça em banho Maria até à temperatura T_1 . Seguidamente, arrefeça introduzindo o

copo num recipiente com gelo.

c) Adicione 3,5 g de bicarbonato de sódio e 25 g de cloreto de sódio a um copo com 50 ml de água, agite e aqueça em banho Maria até à temperatura T_1 .

Seguidamente, arrefeça introduzindo o copo num recipiente com gelo.

d) Verifique que não ocorreu precipitação em qualquer das soluções individuais preparadas nas alíneas a) e b), tendo ocorrido precipitação no caso da alínea c).

Discuta esta diferença tendo em conta a presença de um ião comum nos dois sais.

4.3 Separação de sais por dissolução selectiva, decantação e filtração

a) Misture 15 g de bicarbonato de sódio e 15 g de cloreto de sódio.

b) Adicione a mistura de sais a um copo com 50 ml de água, agite e aqueça em banho Maria até cerca de 70°C .

c) Arrefeça introduzindo o copo num recipiente com gelo, deixe repousar e decante a maior parte do líquido para um segundo copo limpo, tendo o cuidado de não verter o sal precipitado no fundo do copo.

d) Pese um papel de filtro de café e efectue a filtração para recolha do sal precipitado. Utilize o líquido recolhido no passo c) para ajudar a transferir todo o sal precipitado para o filtro.

e) Aqueça a parte inferior do filtro com um secador de cabelo durante 10 minutos, de modo a promover a secagem do filtrado. Seguidamente, pese o conjunto do papel de filtro com o filtrado e determine o rendimento da operação de separação dos sais admitindo que o resíduo apenas contém bicarbonato de sódio