



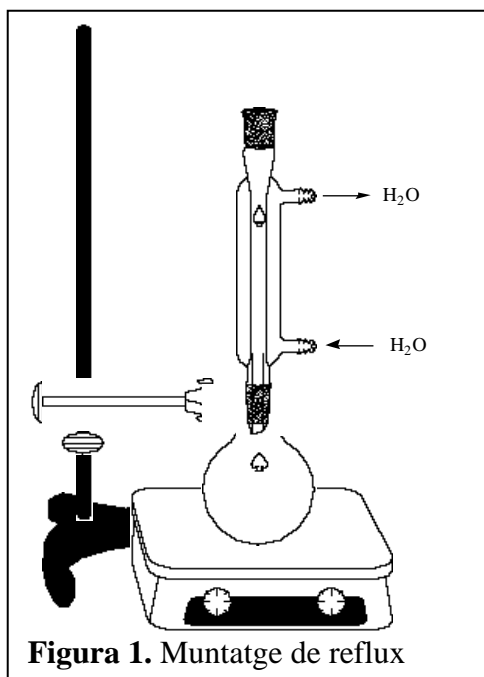
### Recristal·lització del naftalè

#### Objectius específics

Preparació de solucions en calent, filtració en calent, filtre de plecs, cristal·lització, filtració en Buchner, rendiment.

#### Material

- 1 Matràs d'una boca de 100 mL
- Plat poròs
- 1 Refrigerant
- 1 Manta calefactora
- 1 Embut de vidre de forma alemanya
- 1 Erlenmeyer de 100 mL
- 1 Vas de precipitats de 250 mL
- 1 Embut Büchner amb unió de goma cònica
- 1 Kitasato
- Paper de filtre
- 2 pinces
- 1 suport
- 2 nous dobles



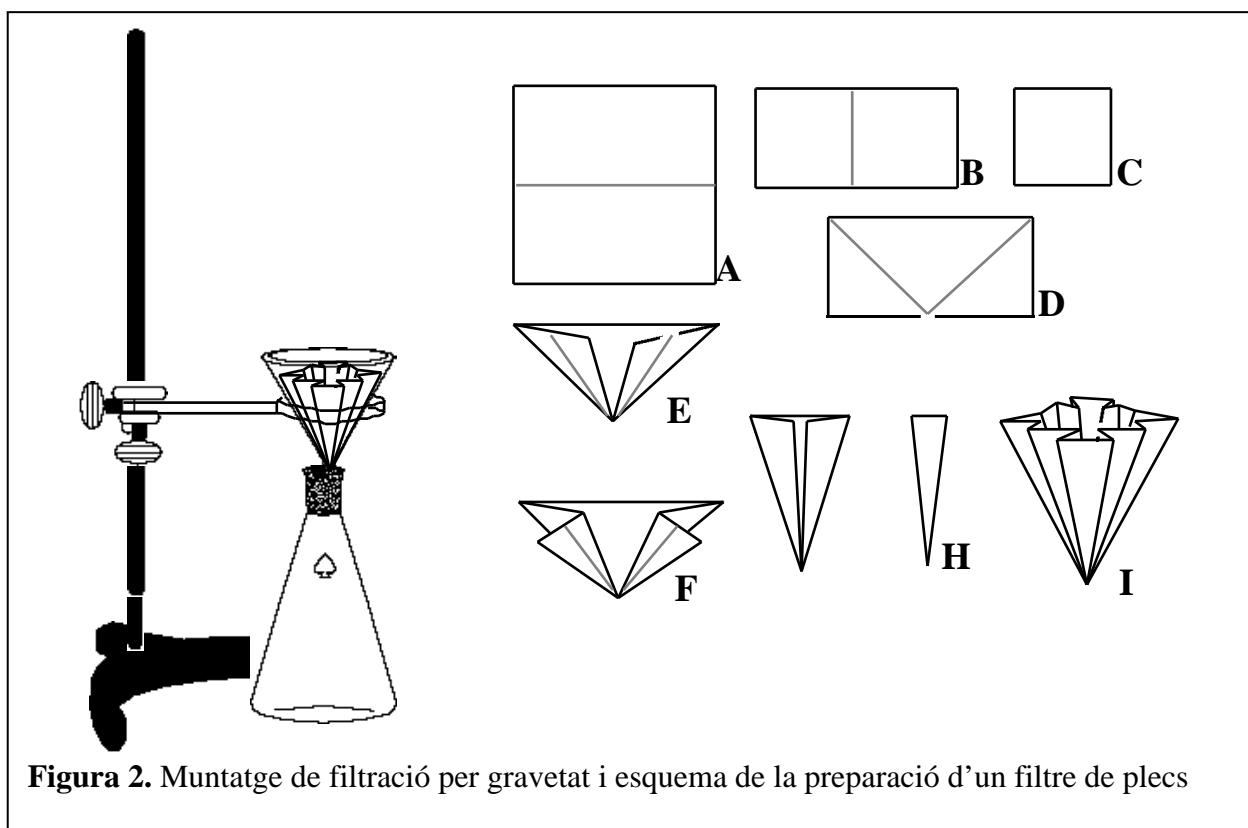
**Figura 1.** Muntatge de reflux

#### Introducció

La cristal·lització és una tècnica utilitzada per a la purificació de substàncies sòlides<sup>1</sup> basada, en general, en la major solubilitat que solen presentar els sòlids en un dissolvent<sup>2</sup> en calent que en fred. La manera més freqüent de realitzar una cristal·lització consisteix en preparar una dissolució saturada en calent del sòlid a purificar, utilitzant el dissolvent adequat, filtrar per eliminar les impureses insolubles i deixar que es separi per refredament la substància que estava dissolta. Les petites quantitats d'impureses solubles quedaran dissoltes en les aigües mares. Si la puresa que s'obté encara no és l'adequada es pot tornar a repetir el procés utilitzant el mateix o un altre dissolvent. Es parla llavors d'una recristal·lització.

### Procediment experimental

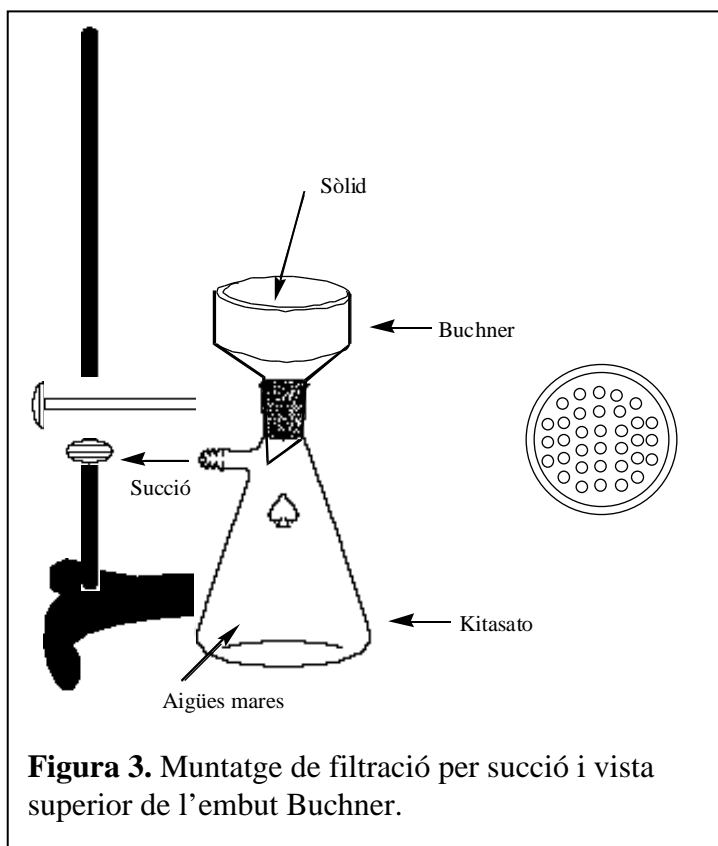
Peseu 5 g de naftalè i introduïu-los dins un matràs de 100 mL d'una boca. Afegiu 20 mL d'etanol del 95%, un poc de plat poròs o pedra tosca<sup>3</sup> i connecteu el matràs al refrigerant de reflux. Seguidament connecteu les gomes d'entrada i sortida d'aigua del refluxe de manera adient. Assegureu tot el muntatge i escalfeu<sup>4</sup> la suspensió fins que bulli utilitzant una manta elèctrica. Una vegada a reflux<sup>5</sup>, afegiu petites porcions d'etanol per la part superior del refrigerant fins que tot el naftalè s'hagi dissolt i tingueu una dissolució transparent.



**Figura 2.** Muntatge de filtració per gravetat i esquema de la preparació d'un filtre de plecs

Possiblement no totes les partícules sòlides es dissoldran. Normalment, no haurieu d'afegir més de 5 o 6 mL d'excés d'etanol una vegada que tot el naftalè s'hagi dissolt. Si la dissolució té coloració, separeu el matràs de la font de calor i amb molta cura afegiu un poc de carbó actiu.<sup>6</sup> Possiblement la mescla farà un poc d'escuma. Escalfeu una altre vegada la mescla fins ebullició i manteniu-la així durant uns minuts. En aquest temps, prepareu un embut de vidre, previament escalfat a l'estufa, un filtre de paper de plecs<sup>7</sup> ( o dos si heu utilitzat carbó actiu) i un erlenmeyer. Filtreu<sup>8</sup> la mescla en calent fent servir el filtre de plecs.(Figura 2)

***NOTA:** Si quan observeu la dissolució filtrada vegeu que encara hi ha restes de carbó actiu, tornar a escalfar la dissolució i repetiu l'operació de filtrat de la manera indicada anteriorment.*



**Figura 3.** Muntatge de filtració per succió i vista superior de l'embut Buchner.

Tapar la dissolució del filtrat amb un vas de precipitats invertit. Quan la dissolució vagi refredant el naftalé començarà a cristal·litzar, i quan arribi a temperatura ambient refredeu-la<sup>9</sup> amb un bany d'aigua amb gel per ajudar a la cristal·lització. Quan cregueu que tot el naftalè ha cristal·litzat, separeu els cristalls obtinguts per filtració<sup>10</sup> al buit amb Buchner. Renteu els cristalls de naftalè en el mateix filtre amb uns mililitres d'etanol fred. Continueu la succió durant uns minuts més fins que els cristalls estiguin un poc secs. A continuació, podeu transferir els cristalls a un recipient de vidre i deixar-los secar tot el vespre, preferentment dins un dessecador de buit. El dia següent peseu la quantitat de naftalè cristal·litzat,

calculeu el rendiment de l'operació i determineu el punt i l'intreval de fusió<sup>11</sup> del naftalè que heu obtingut.

<sup>1</sup> Quan s'aïllen compostos orgànics o es sintetitzen en el laboratori, normalment aquests s'han de purificar. Si el compost és un sòlid, un mètode convenient de purificació es la recrystal·lització. La recrystal·lització d'un sòlid es basa en el fet que substàncies diferents presenten diferents solubilitats en un dissolvent particular. Per dur a terme la purificació d'un sòlid es poden elegir tres condicions diferents; es pot triar un dissolvent que a) dissolgui el component majoritari i no el contaminant, b) dissolgui el contaminant i no el component majoritari o c) els dissolgui tots dos però que refredant el dissolvent es poden cristal·litzar selectivament.

Normalment es troben combinacions de les condicions abans esmentades. Idealment hom busca un dissolvent en el qual el producte majoritari es dissol en calent i cristal·litzat al refredar-se. La tècnica emprada és la que utilitzarem en aquesta pràctica.

<sup>2</sup> **Selecció de dissolvent:** El primer pas involucrat en qualsevol cristal·lització és la selecció del dissolvent adequat. Si la substància és coneguda, com en el nostre cas, llavors es pot trobar el dissolvent adequat a la literatura (p.e. Handbook). Si no es coneixen les propietats químiques i físiques del compost, l'únic mètode vàlid és l'assaig, començant pels dissolvents més usuals. Una regla útil pot ser que els dissolvents polars dissolen compostos polars, i els dissolvents no polars dissolven compostos no polars.

El dissolvent ideal per a una cristal·lització haurà de presentar les següents característiques:

1. Ha de tenir un gran coeficient de temperatura, o sigui, una gran quantitat de sòlid s'ha de dissoldre en una petita quantitat de dissolvent en calent, però no en fred.
2. Les impureses han de ser o insolubles en dissolvent calent o moderadament solubles en dissolvent fred.
3. Ha de tenir un punt d'ebullició baix.
4. No ha de reaccionar químicament en la substància a cristal·litzar.

La taula següent resumeix els dissolvents més utilitzats segons el tipus de compostos per a induir la seva cristal·lització;

Tipus de compots	Dissolvent
hidrocarburs	Hexà, toluè
Compostos carbonílics	Acetat d'etil, acetona
Alcohols, àcids	etanol
sals	aigua

---

<sup>3</sup> **Nucli d'ebullició (pedres poroses):** En molts recipients existeixen bosses microscòpiques d'aire *atrapades* en els porus i esclatxes de la superfície. Quan en el recipient hi ha un líquid, aquestes bosses d'aire contenen una certa quantitat de vapor del líquid. A mesura que la temperatura del recipient augmenta, la pressió d'aquest vapor *atrapat* augmenta fins que finalment aquesta excedeix la pressió externa aleshores una bombolla *puja* fins la superfície del líquid. Aquest procés es repeteix causant una ebullició suau.

Si en el líquid no hi ha bosses d'aire *atrapades*, les bombolles no es formen fàcilment i la temperatura del líquid pot arribar per sobre del punt d'ebullició. D'aquesta manera esdevé *sobreescalfat* i, quan es formen bombolles, la seva pressió interna excedeix ràpidament la pressió externa causant l'aparició d'una sobtada i violenta bombolla que fa que el líquid *salti*.

Aqueste efecte de *saltar* es pot evitar afegint nuclis d'ebullició a la solució. Aquests nuclis d'ebullició o pedres poroses presenten porus plens d'aire que serveixen com a llocs per a la formació de bombolles produint-se aleshores una ebullició suau.

Quan la temperatura del líquid disminueix o baixa per sota del seu punt d'ebullició, les bosses d'aire que s'han utilitzat per a promoure l'ebullició s'omplen de líquid i no són efectives si el líquid es reescalfat. Per tant, sempre que torneu a escalfar un líquid utilitzeu nuclis d'ebullició nous. Mai afegiu pedres poroses a un líquid calent, ja que es pot produir una evolució sobtada de vapor que podria fer *saltar* el líquid calent.

<sup>4</sup> En aquesta pràctica per raons de seguretat utilitzem una manta calefactora per a escalfar la suspensió. L'etanol és un solvent orgànic volàtil i molt inflamable. En general cal treballar en molta precaució amb líquids que presenten un punt d'inflamació inferior a 0° C i un punt d'ebullició màxim de 35° C. Recordeu: Mai escalfeu dissolvents orgànics, ni que siguin petites quantitats amb una flama.

<sup>5</sup> **Concepte de reflux:** Alguns processos químics a vegades requereixen una temperatura elevada constant. Això es pot aconseguir mantinguent el matràs de reacció a la temperatura d'ebullició del dissolvent. Si el sistema fora obert directament a l'atmosfera els dissolvent s'evaporaria i el matràs quedaria sec. Per a evitar la pèrdua del dissolvent (líquid) durant l'ebullició continuada s'utilitza un refrigerant de reflux convenientment acoblat a la part superior del matràs de reacció de manera que en arribar-hi els vapors del líquid condensin, es a dir el líquid reflueix. La finalitat química del reflux és de mantenir un sistema obert a temperatura constant, generalment la del punt d'ebullició del dissolvent emprat, conservant el volum. Anara que augmentem la temperatura de la font que suministre el calor al dissolvent (manta calefactora, sec Bunsen, bany d'oli etc.) la temperatura en l'interior del matràs serà la del punt d'ebullició del dissolvent.

El material necessari per a portar a terme el reflux és: un matràs esfèric, on s'hi introdueix la mescla a refluir i el nucli d'ebullició i un refrigerant de reflux o de Dimroth. Nosaltres utilitzarem el mateix refrigerant de destil·lació.

La figura 1 mostra el muntatge de reflux amb les peces acoblades. *En acoplar les peces recordeu lubricar les juntes esmerilades amb una pel·lícula fina de vaselina.*

Abans de començar el reflux controleu que:

- Les peces estiguin perfectament acoblades i aguantades en pinces i/o clips
- Les gomes del refrigerant estiguin ben posades utilitzant la pressió d'aigua necessària
- El corrent d'aigua en el refrigerant fluïxi de la part inferior cap a la part superior

Comenceu a escalfar el muntatge i ajusteu el termostat de la font de calefacció fins que la mescla de reacció bulli suaument (generalment la temperatura de la font de calefacció haurà d'estar uns 20-30° C per sobre de la temperatura d'ebullició). Un cop finalitzat el període de reflux, retireu el muntatge de la font de calefacció i si no cal filtrar la dissolució o suspensió del matrau en calent, deixeu que el sistema es refredi abans de desacoblar el refrigerant de reflux i realitzar la següent operació.

<sup>6</sup> **Decoloració (ús del carbó actiu):** el carbó finament dividit, carbó actiu, s'utilitza per treure el color o les impureses col·loïdals. El carbó actiu s'afegeix a la solució calenta amb agitació. Però abans d'afegir el carbó actiu a la solució calenta cal treure el matràs de la font de calor i esperar que la solució ja no bulli, ja que l'afegida de partícules de carbó a la solució bullint pot provocar que aquesta *salti*. Un cop afegida el carbó, la mescla es deixa bullint durant 5 minuts i la solució es filtra per gravetat en calent com indica la pràctica. Malgrat que el carbó actiu absorbeix preferencialment substàncies colorejades algunes molècules orgàniques (p.e. el compost que es vol recrist·litzar) també poden ser parcialment absorbides, per tant no utilitzeu un excés de carbó actiu.

<sup>7</sup> La filtració amb un filtre de plecs és més ràpida ja que els plecs augmenten la superfície de filtració. Per a preparar un filtre de plecs, talleu un tros de paper de filtre quadrat i el dobleu per les dues meitats per fer un quadrat més petit. Tot seguit dobleu en quarts després en vuitens i finalment en setzens, anat alternant els plegaments com en acordió o en ventall. Finalment, talleu-lo ajustant el tamany al de l'embut, el filtre no ha de sortir per damunt de l'embut.

<sup>8</sup> La filtració és la separació de les partícules d'un sòlid del líquid on es troben mitjançant un cos permeable i porós. En l'operació de filtració en calent, mentre el sòlid queda retingut el líquid travessa el cos permeable (filtre de plecs) a través del porus per acció de la gravetat. Col·loqueu l'embut com s'indica a la figura 2, de

---

forma que la seva canya toqui la paret del vas de precipitats, Recordeu que és convenient escalfar l'embut prèviament per a evitar la cristallització en ell. L'embut i el paper de filtre es poden escalfar afegint un petit excés de dissolvent calent. Cal remarcar que la filtració en calent es fa per gravetat, no per succió, ja que la filtració per succió encara evapora el dissolvent més ràpidament. Utilitzeu un drap per agafar el matràs calent.

<sup>9</sup> Un refredament massa ràpid dona cristalls menys perfectes.

<sup>10</sup> En l'operació de separació dels cristalls de la solució es realitza una filtració per succió. Per a filtrar amb buit o per succió l'aparell consisteix en un embut Buchner fixat amb un adaptador de goma a un flascó de filtració (Kitasato). Aquest està connectat a la trompa de buit mitjançant goma de buit. El paper de filtre de dins de l'embut de s'ha de tallar de manera que una vegada col·locat en la base del suport de porcelana quedi totalment pla i tapi tots els forats sense tocar amb les parets del Buchner. Molleu-lo amb unes gotes del mateix dissolvent perquè quedi adherit. Connecteu la trompa d'aigua i filtreu amb agitació constant de la mescla a filtrar. Els cristalls que queden al recipient es treuen amb una bareta de vidre. Els cristalls s'apreten amb l'espàtula, si es pot, contra el filtre per a treure les restes de dissolvent. Finalment, per a rentar els cristalls cal desconnectar la succió abocar dissolvent net i fred sobre els cristalls remenant en cura de no foradar el paper de filtre, deixar reposar i després reconnecta el buit per succionar el dissolvent. La succió s'interromp per a rentar els cristalls en l'objecte d'augmentar el temps de contacte entre el solvent i els cristalls. Una vegada nets deixeu eixugar els cristalls una estona amb la bomba connectada. No tanqueu mai l'aigua abans de desconnectar la goma per la que feim buit al matràs Kitasato. Si no ho feim així hi ha perill que entri aigua de l'aixeta al matràs i ens pot causar problemes (solubilitat, miscibilitat) amb la dissolució filtrada. De vegades la dissolució filtrada (aigües mares) es pot utilitzar per a obtenir una segona collita de recristallització.

<sup>11</sup> **Punt de fusió:** El punt de fusió és un dels mètodes més senzills i més importants per a identificar sòlids orgànics. Així com el punt d'ebullició (a una pressió donada) és una propietat característica d'un líquid pur, el punt de fusió és una propietat característica d'un sòlid cristal·lí. La majoria de sòlids orgànics fonen en l'interval entre 50 i 250° C, a diferència de les substàncies inorgàniques que, majoritàriament, fonen a temperatures molt més altes. El punt de fusió es defineix com la temperatura en la que un sòlid es torna líquid. Des d'un punt de vista termodinàmic, el punt de fusió és la temperatura en la que el sòlid i el líquid tenen igual pressió de vapor. Els sòlids orgànics purs normalment fonen bé. Com que la majoria d'aparells de punt de fusió tenen una transmissió de calor dolenta, s'obté un interval de fusió en lloc d'un punt de fusió, fins i tot en sòlids molt purs. Malgrat tot, el marge no ha de superar els dos graus per a una substància pura usant els aparells normals disponibles en el laboratori. Mentre que un compost pur fon en un marge estret, una mescla fon en un marge molt gran. Això es compleix fins i tot en barreges de substàncies del mateix punt de fusió. Per exemple, la urea i l'àcid cinàmic fonen a 133° C. Una barreja dels dos comença a fondre a 100° C i fon a uns 15 o 20° C de marge. Es pot dir, com a regla general, que dues substàncies fondran per sota del punt de fusió de les dues per separat. Com es pot deduir, no es pot identificar un sòlid només amb el punt de fusió, ja que hi ha molts de compostos orgànics amb el mateix punt de fusió. Molts compostos descomponen abans de fondre i, malgrat que les temperatures de descomposició són altament reproduïbles, pot complicar la determinació de l'autèntic punt de fusió. Es pot evidenciar descomposició per un canvi de color en el sòlid, emissió de gas, o fusió i resolidificació degut a la formació d'un compost amb punt de fusió més alt. Per a determinar punts de fusió en aquest laboratori farem servir un aparell Gallenkamp. Hi ha dos tipus diferents d'aquest aparells amb lector digital i amb termòmetre. L'instructor us ensenyarà a fer servir aquest aparell els primers dies de pràctiques. El punt de fusió d'un compost orgànic es determinarà escalfant una petita quantitat de sòlid posat en un capil·lar en el que un dels extrems està tancat.





**Universitat de les  
Illes Balears**

**Departament de Química**

4803-Operacions Bàsiques i Seguretat en el Laboratori Químic  
**Recristal·lització del naftalè.**

**Nom:**

**Data:**

**Full de questions. Entregar les respostes una vegada finalitzada la pràctica.**

1. Quina és la finalitat d'una cristal·lització?
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
2. Per què filtreu amb un filtre de plecs?
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
3. Comenteu de quina manera afecta la rapidesa en què es refreda la dissolució sobre la mida dels cristalls que s'obtenen.

4. Quines són les característiques d'una trompa d'aigua?
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
5. Es possible obtenir un rendiment del 100% en una recristal·lització?
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
6. Supposeu que heu de recristal·litzar una mostra d'àcid benzoic utilitzant aigua com solvent. La mostra original està contaminada amb arena de mar i sal. Expliqueu breument el procediment que faríeu servir. Expliqueu com es separarien les dues impureses de l'àcid benzoic mitjançant el vostre procediment.