

Purificação de Solventes

Éter dietílico

Trabalhar na capela

Principais impurezas: alcoóis (principalmente etanol), água e produtos de oxidação como peróxidos e aldeídos;

Tratamento:

- (i) Refluxo com ácido sulfúrico concentrado (1 hora): Em um balão de fundo redondo de 500 mL adicionar 40 mL de ácido sulfúrico concentrado (proveta) a 350 mL de éter etílico com agitação mecânica e banho de gelo; adaptar um condensador de refluxo com tubo secante ao balão e iniciar o refluxo de 1 hora,
- (ii) destilação fracionada com coluna de Vigreux;
- (iii) prensar fios de Na ao destilado, refluxar por 1/2 hora e destilar.

Diclorometano

Trabalhar na capela

Principais impurezas: metanol e compostos halogenados

Tratamento:

- (i) Lavagem de CH_2Cl_2 (300 mL) com 100 mL de água, 100 mL de carbonato de sódio (5%) e 100 mL de água, no funil de separação de 0,5 L.
- (ii) Secagem com cloreto de cálcio.
- (iii) destilação com pentóxido de fósforo (5 g/L) ou sulfato de cálcio (10 g/L).

Hexano

Trabalhar na capela

Principais impurezas: compostos aromáticos e Hidrocarbonetos insaturados.

Tratamento:

- (i) Agitação de 300 mL de hexano(s) com 30 mL de ácido sulfúrico concentrado por 2 horas.
- (ii) Separação de fases (funil de separação), lavar 2 vezes com 100 mL de água, 1 vez com 100 mL de NaOH (2 mol/L) e 1 vez com 100 mL de água.
- (iii) Secagem com sulfato de sódio à noite.
- (iv) Após filtração, prensar fios de Na e destilar com coluna de Vigreux.

Etanol

Principais impurezas: alcoóis mais pesados, traços de benzeno, aldeídos, ésteres, cetonas e água.

Tratamento:

- (i) Pré-secagem com CaSO_4 ou CaO.
- (ii) Em um balão de 3 bocas de 500 mL, com condensador de refluxo com tudo secante e funil de adição de 250 mL, contendo 5 g de raspas de Mg e 0,5 g de iodo, adicionam-se cerca de 50 mL de etanol (seco com CaSO_4 ou CaO) de maneira a manter o leve refluxo da mistura. Após desaparecimento de (quase) todo Mg adicionam-se mais 300 mL do etanol.
- (iii) A mistura é refluxada por mais 2 horas e o etanol destilado através de uma coluna Vigreux.

Tetra-hidrofurano

Trabalhar na capela

Principais impurezas: produtos de oxidação como peróxidos e aldeídos

Tratamento:

- (i) Refluxo de 300 mL de THF com KOH (3 g) em presença de FeSO₄ (2 g) por 1 h;
- (ii) destilação com coluna Vigreux,
- (iii) Prensar fios de Na ao destilado, refluxo na presença de benzofenona (até coloração azul) e destilação.

Acetona

Principais impurezas: óxido de mesitila (produto de condensação Aldólica da cetona), aldeídos e metanol, conteúdo de água cerca de 1 %.

Tratamento:

- (i) Pré-secagem com CaSO₄ ou CaO.
- (ii) Em um balão de 250 mL, destilação fracionada de 200 mL de acetona *via* coluna de Vigreux a partir de CaSO₄ (10 g).

Acetato de etila

Principais impurezas: água, etanol e ácido acético.

Tratamento: Lavar 300 mL de acetato de etila com 100 mL de solução aquosa de carbonato de sódio (5%) seguida da lavagem com 100 mL de solução saturada de cloreto de sódio.

- (ii) Secagem com carbonato de potássio à noite.
- (iii) Destilação fracionada com pentóxido de fósforo (10 g/L) ou CaSO₄ (10 g).

Tolueno

Principais impurezas: metiltiofeno e outros tiocompostos.

Tratamento:

- (i) Pre-secagem com sulfato de magnésio.
- (ii) Destilação fracionada de 200 mL.
- (iii) Prensar fios de Na ao destilado, refluxar por 1 h e destilar.