|  |  |
| --- | --- |
| *QFL 1102 - Fundamentos de Química Experimental - 2017* | **Experimento 2**  **atividade 1** |
|  |  |

**EXPERIMENTO 2** – **PURIFICAÇÃO DE SUBSTÂNCIAS POR RECRISTALIZAÇÃO**

***ATIVIDADE 1: determinação da temperatura de fusão e escolha de solvente***

Nesta atividade, que faz parte do experimento 2, você irá escolher o solvente a ser utilizado na recristalização da acetanilida a partir de testes de solubilidade e dados da literatura e fará determinação da temperatura de fusão da amostra a ser recristalizada.

***OBJETIVOS***

* Aplicar conhecimentos sobre solubilidade e curva de solubilidade para a escolha do solvente para a recristalização da acetanilida;
* Reconhecer e utilizar de forma adequada instrumentos e procedimentos envolvidos no experimento, tanto no que se refere à escolha do solvente, quanto à determinação da temperatura de fusão.

***ATIVIDADES PRÉ-LABORATÓRIO***

1. Procure informações sobre:
2. propriedades físicas das seguintes substâncias: acetanilida, água, etanol, tolueno e acetona.
3. toxicidade e descarte dos materiais
4. Fórmula estrutural da acetanilida, do tolueno, do etanol e da acetona.

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

1. Fluxograma do experimento

***PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL***

**Parte A**. teste de solubilidade

1. Organize, em seu caderno, uma tabela para anotar os resultados dos testes.
2. Pese cerca de 0,1g da acetanilida e transfira para um tubo de ensaio. Adicione, à temperatura ambiente, 10 gotas de um dos seguintes solventes: etanol, água, tolueno ou acetona. Agite delicadamente o tubo e observe. Caso o sistema se mostrar heterogêneo, adicione mais 10 gotas e agite novamente. Adicione, se necessário, mais 10 gotas do solvente e agite. Anote suas observações
3. Repita esse procedimento para os demais solventes, anotando suas observações.
4. Prepare um banho-maria adicionando água a um béquer e colocando-o sobre a chapa de aquecimento. Inicie o aquecimento, controlando a temperatura para que fique cerca de 5°C abaixo da temperatura de ebulição do solvente a ser testado.
5. Decida, tendo em vista os resultados obtidos para o teste feito à temperatura ambiente, quais solventes devem ser utilizados no teste de solubilidade a quente.
6. Pese cerca de 0,1 g da acetanilida, transfira para um tubo de ensaio, adicione 10 gotas do solvente que apresenta a menor temperatura de ebulição e introduza o tubo no banho-maria, controlando a temperatura (deve estar próxima à temperatura de ebulição do solvente). Se necessário, adicione mais 10 gotas do solvente, tomando o cuidado de retirar o tubo do banho-maria para proceder à adição. Caso o sistema continue heterogêneo, adicione mais uma alíquota de 10 gotas do solvente.
7. Repita a etapa 4 para os outros solventes, seguindo a ordem crescente de temperatura de ebulição e aumentando a temperatura do banho-maria adequadamente.
8. Deixe os tubos resfriarem e observe em quais ocorreu a formação de sólido. Compare a aparência dos sólidos formados.

**Parte B** – determinação da temperatura de fusão da amostra bruta

1. Determine a temperatura de fusão da acetanilida bruta.

***BIBLIOGRAFIA***

1. VOGEL, A I. [Química orgânica: análise orgânica qualitativa.](http://dedalus.usp.br:80/F/KDY1TJJAXNJ7EUBAA7EDG8J6IXID6KPLDPX5KSB4J5JYBVBVQK-35877?func=full-set-set&set_number=002987&set_entry=000016&format=999) 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)

***OBSERVAÇÃO***

Os dados obtidos nesta atividade devem fazer parte do relatório do Experimento 2.