

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:
 - i) propriedades físicas das seguintes substâncias: acetanilida, água, etanol, tolueno e acetona.
 - ii) toxicidade e descarte dos materiais
 - iii) 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. 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 e 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
2. Repita esse procedimento para os demais solventes, anotando suas observações.

3. 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.
4. 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.
5. Repita a etapa 4 para os outros solventes, seguindo a ordem crescente de temperatura de ebulição e aumentando a temperatura do banho-maria adequadamente.
6. Deixe os tubos resfriarem e observe em quais ocorreu a formação de sólido. Compare a aparência dos sólidos formados.
7. Organize, em seu caderno, uma tabela para anotar os resultados dos testes.

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. 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

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