

## 2

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

Nesta parte do experimento, depois de ter escolhido o solvente para a recristalização na atividade precedente, você irá realizar a recristalização da acetanilida. No processo de recristalização deverá ser incluída uma filtração a quente.

**OBJETIVOS**

- proceder à recristalização da acetanilida; escolhendo o solvente adequado;
- reconhecer e utilizar de forma adequada instrumentos para realizar medidas de volume e massa e as operações de filtração envolvidas nesse processo;
- aplicar os conhecimentos sobre a técnica de purificação de um sólido por recristalização, incluindo a filtração a quente.

**ATIVIDADES PRÉ-LABORATÓRIO**

1. Procure informações sobre as propriedades físicas e toxicidade da acetanilida.
2. Pesquise sobre a filtração a quente, indicando em que situações relativas à recristalização ela deve ser utilizada.
3. Apresente um esquema da filtração a quente, explicando como deve ser realizada.

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

1. Fluxograma do experimento, assinalando as etapas do procedimento que oferecem maior risco ao operador, e os cuidados específicos que devem ser tomados.
2. Esquema da filtração a quente
3. Esquema da filtração em pressão reduzida
4. Identificação da vidraria e demais materiais de laboratório a serem utilizados na recristalização, que foram suprimidos do texto do procedimento (lacunas).

**PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL**

1. Pese cerca de 1,0 g da acetanilida e transfira para um \_\_\_\_\_, tomando o cuidado para que não haja perda de material na transferência.
2. Para proceder à recristalização, o solvente deve ser aquecido previamente. Coloque cerca de 50 mL do solvente em um \_\_\_\_\_ e aqueça na chapa de aquecimento.
3. Prepare o sistema para a filtração a quente, conforme o esquema que você planejou, utilizando a chapa de aquecimento para manter o sistema aquecido.
4. Transfira, com cuidado, usando uma proteção para segurar o recipiente, uma pequena quantidade do solvente ao frasco que contém a acetanilida, agitando delicadamente para auxiliar a dissolução. Repita esse procedimento algumas vezes, até que todo o produto tenha se dissolvido, ou restar uma parte que não se dissolve.

5. Realize a filtração a quente, e deixe a solução obtida esfriar lentamente.
6. Filtre à pressão reduzida, seguindo o procedimento que você pesquisou, utilize pequenas quantidades do solvente resfriado para auxiliar na retirada dos cristais do \_\_\_\_\_.
7. Deixe o sólido secar no sistema de filtração a vácuo, transfira para \_\_\_\_\_ previamente pesado, e coloque no dessecador por cerca de 10 minutos para secagem.
8. Depois que o sólido estiver seco, determine a massa do produto recristalizado e a temperatura de fusão de uma amostra do sólido.

### **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)
4. Portal LABIQ: <http://labiq.iq.usp.br>