

CURSO de FARMÁCIA e BIOMEDICINA

ROTEIRO DE AULAS PRÁTICAS

QUÍMICA ORGÂNICA

Profa. Adriana Nascimento de Sousa

Belo Horizonte
2021

S725r Sousa, Adriana Nascimento de
Roteiro de aulas práticas: química orgânica / Adriana Nascimento
de Sousa. Belo Horizonte: FAMINAS, 2021.
40p.

1. Aulas práticas. 2. Ensino Superior. 3. Química orgânica. I.
Sousa, Adriana Nascimento de. II. FAMINAS. III. Título.

CDD 547

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Central

Para citar este documento:

SOUSA, Adriana Nascimento de. **Roteiro de aulas práticas**: química orgânica. Belo Horizonte: Faminas, 2021. 40p. Disponível em: <https://bibliotecadigital.faminas.edu.br>. Acesso em:

INFORMAÇÕES PRELIMINARES

AO ALUNO

1. Prepare-se antes de ir para o laboratório, leia previamente e cuidadosamente o texto relacionado à atividade a ser executada.
2. Confira o material recebido. Ao sair do laboratório deixe cada coisa em seu lugar, exatamente como foi encontrado.
3. Mantenha-se atento e concentrado durante a atividade para um melhor desempenho e faça um registro cuidadoso de todas as observações e resultados obtidos. Seja escrupuloso no registro das observações e não altere os valores obtidos com o intuito de forçar sua coerência com os dados do problema. **Não forje observações que não tenham sido feitas realmente.** Se o resultado final for insatisfatório, procure descobrir a causa do erro e, somente se necessário, refaça a experiência.
4. Siga as instruções fornecidas e em caso de algum problema ou dúvida quanto à realização do procedimento experimental, não tome nenhuma providência sem antes consultar o professor ou o responsável pelo laboratório.

AO GRUPO

1. Procure harmonizar-se durante a execução da atividade de maneira a evitar acidentes.
2. Procure manter-se nos limites da bancada e com o menor índice de barulho possível.
3. Organize a execução das atividades de modo a deixar a bancada sempre limpa e organizada.

INSTRUÇÕES GERAIS PARA TRABALHO EM LABORATÓRIO

Antes de começar qualquer atividade em um laboratório, o estudante deve estudar cuidadosamente os detalhes da experiência bem como sua respectiva teoria. Não deve somente ter a idéia do que deve ser feito e como se propõe a fazê-lo, mas em todas às vezes deve dar uma resposta inteligente a perguntas como: o que está fazendo e por quê? Pode-se então dizer que o exercício foi verdadeiramente científico e não do tipo livro de receitas para cozinha. O estudante logo perceberá que várias experiências dependem de um longo tempo de aquecimento ou repouso, durante os quais nem sempre é necessário voltar toda a atenção ao que ocorre. Um bom operador fará uso deste tempo, por exemplo, para fazer anotações, preparar o material e as condições necessárias para uma próxima etapa (se houver), limpar e secar vidrarias.

Os resultados de todas as experiências devem ser anotados em um caderno de notas, no momento em que as observações forem feitas. Se a atividade requer anotações de massa, de volume ou de outros resultados numéricos, estes devem ser colocados diretamente no caderno de notas e não em pedaços de papel, que podem vir a ser perdidos e desenvolverem atos de negligência no estudante.

Uma boa indicação da técnica do estudante será a aparência da sua bancada de trabalho. A parte superior da bancada deve sempre estar limpa e seca. Todas as vidrarias utilizadas devem ser lavadas e deixadas na bancada para secar.

1. SEGURANÇA NO TRABALHO

Qualquer laboratório pode ser considerado um lugar sem perigo, desde que se tome todo o cuidado e que se tenha toda a prudência para mantê-lo livre de acidentes. Quando não se toma precauções ou se trabalha sem cuidados, podem ocorrer intoxicações, lesões, incêndios ou explosões. É necessário, portanto, que se previnam tais acidentes

mediante à obediência às normas de segurança. Essas normas devem ser rigorosamente observadas e conscientemente seguidas:

1. Não trabalhar com material imperfeito ou defeituoso, principalmente com vidro que tenha pontas ou arestas cortantes.
2. Fechar cuidadosamente as torneiras dos bicos de gás depois de seu uso.
3. Não deixar vidros, metais ou qualquer outro material, em temperatura elevada, em lugares em que eles possam ser tocados inadvertidamente.
4. Não trabalhar com substâncias inflamáveis, especialmente solventes orgânicos, próximos à chama.
5. Não provar ou ingerir reagentes de laboratório.
6. Não levar alimentos para dentro do laboratório.
7. Não aspirar gases ou vapores, sem antes certificar-se de que não são tóxicos. Se for necessário cheirar algum reagente fazê-lo puxando com a mão um pouco do vapor em direção ao nariz.
8. Não aquecer tubos de ensaio com a boca virada para o seu lado, nem para o lado de outra pessoa.
9. Não aquecer reagentes em sistemas fechados.
10. Qualquer acidente deve ser comunicado ao professor imediatamente.
11. O uso de avental e outros acessórios de segurança exigidos pela atividade são obrigatórios.
12. Conservar limpo o local de trabalho.
13. Somente utilizar o material perfeitamente limpo.
14. Seguir cuidadosamente o roteiro da atividade.
15. Enxugar os frascos antes de aquecê-los.
16. Colocar o material no local de origem, na medida em que for sendo liberado, respeitando os critérios de limpeza.
17. Não descartar nenhum tipo de material (líquido ou sólido) nas pia. Orientar-se com o professor da prática sobre o destino que deve ser dado ao material.
18. Cuidar para que os restos de reagentes sejam devidamente destruídos ou armazenados (conforme instruções contidas nos roteiros das práticas ou fornecidas pelo professor).
19. Conservar os frascos sempre fechados.
20. Não misturar substâncias ao acaso e nem realizar experiências não autorizadas.
21. Não mexer em outros itens do laboratório que não estejam associados à prática.
22. Evitar levar as mãos à boca ou aos olhos.
23. Quantidades pequenas de líquidos tóxicos não devem ser pipetadas sem a ajuda de uma pêra de sucção. Na ausência desta utilize pequenas provetas. Nunca deve fazer uso da boca para pipetadas.
24. Manipular substâncias corrosivas ou gases tóxicos sempre dentro da capela ligada.
25. Lavar as mãos com água e sabão antes de sair do laboratório.
26. Trabalhar com atenção, método, prudência e calma.

2. EQUIPAMENTOS DE PROTEÇÃO INDIVIDUAL (EPI'S)

São todos dispositivos de uso individual, destinados a proteger a integridade física dos usuários dos laboratórios (professores, funcionários e alunos). Deve-se:

- Usá-lo apenas para a finalidade que se destina.
- Responsabilizar-se por sua guarda e conservação.
- Comunicar qualquer alteração que o torne impróprio para o uso.
- Tornar obrigatório o seu uso.
- Substituí-lo quando danificado ou extraviado.

EPI's no laboratório de química: Jaleco, luvas, óculos de segurança e máscara.



JALECO/AVENTAL

É recomendado para manuseio de substâncias químicas. Deve ser usado sempre fechado.

Material: algodão grosso (queima mais devagar, reage com ácidos e bases).

Modelo: mangas compridas ou curtas; comprimento até os joelhos, fechamento frontal, sem “detalhes soltos”.

LUVAS

A eficiência das luvas é medida através de 3 parâmetros:

- Mudança em alguma das características físicas da luva,
- Permeação: velocidade com que um produto químico permeia através da luva,
- Tempo de resistência: tempo decorrido entre o contato inicial com o lado externo da luva e a ocorrência do produto químico no seu interior.

Material constituinte das luvas:

- Luvas descartáveis de nitrila: para contato intermitente com produtos químicos.
- Borracha butílica: Bom para cetonas e ésteres, ruim para os demais solventes.
- Latex: são permeáveis a praticamente todos os produtos químicos. Bom para ácidos e bases diluídas, péssimo para solventes orgânicos.
- Neopreno: Bom para ácidos e bases, peróxidos, hidrocarbonetos, álcoois, fenóis. Ruim para solventes halogenados e aromáticos.
- PVC: Bom para ácidos e bases, ruim para a maioria dos solvente orgânicos.
- PVA: Bom para solventes aromáticos e halogenados. Ruim para soluções aquosas.
- Nitrila: Bom para uma grande variedade de solventes orgânicos e ácidos e bases.
- Viton: Excepcional resistência a solventes aromáticos e halogenados.

Nenhum material protege contra todos os produtos químicos.

PROTEÇÃO OCULAR (ÓCULOS DE SEGURANÇA)

- Não deve distorcer imagens ou limitar o campo visual.

- Devem ser resistentes aos produtos que serão manuseados.

Devem ser confortáveis e de fácil limpeza e conservação.

- Os Óculos de segurança com vedação são usados quando são manuseados produtos químicos perigosos ou corrosivos.

Conservação: Manter os equipamentos limpos, não utilizando para isso materiais abrasivos ou solventes orgânicos; Guardar os equipamentos de forma a prevenir avarias.

O uso de lentes de contato no laboratório:

Prós: - Melhor visão periférica. - Mais confortáveis. - Pode funcionar como barreira a alguns gases e partículas. - Melhor do que óculos em atmosferas úmidas. - Melhor para trabalhar com instrumentos ópticos. - Não têm problemas de reflexo, como os óculos.

Contras: - Partículas podem ficar retidas sob as lentes de contato. - Podem descolorir ou tornar-se turvas em contato com alguns vapores químicos. - Lentes gelatinosas podem secar em ambientes com pouca umidade. - Alguns vapores

e gases podem ser absorvidos nas lentes e causar irritação. - Algumas lentes de contato impedem a oxigenação dos olhos.

PROTEÇÃO RESPIRATÓRIA (MÁSCARAS)

- Deverão ser utilizadas em casos especiais: - Em acidentes, nas operações de limpeza e salvamento - Em operações de limpeza de almosarifados de produtos químicos - Em procedimentos onde não seja possível a utilização de sistemas exaustores

OS RESPIRADORES SOMENTE DEVEM SER USADOS QUANDO AS MEDIDAS DE PROTEÇÃO COLETIVA: - Não são viáveis; - Não atingem níveis aceitáveis de contaminação; - Estão em manutenção; - Estão em estudo ou sendo implantadas.

3. ACIDENTES MAIS COMUNS EM LABORATÓRIOS E PRIMEIROS SOCORROS

QUEIMADURAS

Pessoas com queimaduras profundas podem correr sério risco de vida. Quanto maior a extensão, maiores os perigos para a vítima. Existem diferentes graus de lesão. Leve em conta que uma pessoa pode apresentar, ao mesmo tempo, queimaduras de terceiro, segundo e primeiro, graus e cada tipo de lesão pede um socorro específico.

É proibido passar gelo, manteiga ou qualquer coisa que não seja água fria no local, em qualquer caso. Também não se deve estourar bolhas ou tentar retirar a roupa colada à pele queimada.

Queimaduras de primeiro grau:

As queimaduras deste tipo atingem apenas a epiderme, que é a camada mais superficial da pele. O local fica vermelho, um pouco inchado, e é possível que haja um pouco de dor. É considerada queimadura leve, e pede socorro médico apenas quando atinge grande extensão do corpo.

1. Use água, muita água. É preciso resfriar o local. Faça isso com água corrente, um recipiente com água fria ou compressas úmidas. Não use gelo.
2. Depois de cinco minutos, quando a vítima estiver sentindo menos dor, seque o local, sem esfregar.
3. Com o cuidado de não apertar o local, faça um curativo com uma compressa limpa.
4. Em casos de queimadura de primeiro grau - e apenas nesse caso - é permitido e recomendável beber bastante água e tomar um remédio que combata a dor.

Queimaduras de segundo grau

Já não é superficial: epiderme e derme são atingidas. O local fica vermelho, inchado e com bolhas. Há liberação de líquidos e a dor é intensa. Se for um ferimento pequeno, é considerada queimadura leve. Nos outros casos, já é de gravidade moderada. É grave quando a queimadura de segundo grau atinge rosto, pescoço, tórax, mãos, pés, virilha e articulações, ou uma área muito extensa do corpo.

Queimaduras de terceiro grau

É grave - elas atingem todas as camadas da pele, podendo chegar aos músculos e ossos. Como os nervos são destruídos, não há dor - mas a vítima pode reclamar de dor devido a outras queimaduras, de primeiro e segundo grau, que tiver. A aparência deste tipo de ferimento é escura (carbonizada) ou esbranquiçada.

1. Retire acessórios e roupas, porque a área afetada vai inchar. Atenção: se a roupa estiver colada à área queimada, não mexa!
2. É preciso resfriar o local. Faça isso com compressas úmidas. Não use gelo.
3. Nas queimaduras de terceiro grau pequenas (menos de cinco centímetro de diâmetro) - só nas pequenas! você pode usar água corrente ou um recipiente com água fria. Cuidado com o jato de água - ele não deve causar dor nem arrebentar as bolhas.
4. Atenção: a pessoa com queimadura de terceiro grau pode não reclamar de dor e, por isso, se machucar ainda mais - como dizer que o jato de água não está doendo, por exemplo.

5. Se a queimadura tiver atingido grande parte do corpo, tenha o cuidado de manter a vítima aquecida.
6. Com o cuidado de não apertar o local, faça um curativo com uma compressa limpa. Em feridas em mãos e pés, evite fazer o curativo você mesmo, porque os dedos podem grudar um nos outros. Espere a chegada ao hospital.
7. Não ofereça medicamentos, alimentos ou água, pois a vítima pode precisar tomar anestesia e, para isso, estar em jejum.
8. Não perca tempo em remover a vítima ao hospital. Ela pode estar tendo dificuldades para respirar.

QUEIMADURAS TÉRMICAS - causadas por calor seco (chama e objetos aquecidos) - cobrir com gaze esterilizada umedecida com soro fisiológico e encaminhar logo à assistência médica.

QUEIMADURAS QUÍMICAS - causadas por ácidos, álcalis, fenol

Por ácidos - lavar imediatamente com água em abundância. Em seguida, lavar com solução de bicarbonato de sódio a 1% e, novamente com água.

Por álcalis - lavar a região imediatamente com água. Tratar com solução de ácido acético a 1% e, lavar novamente com água.

Por fenol - lavar com álcool absoluto e, depois com sabão e água.

ATENÇÃO - não retire corpos estranhos ou graxas das lesões. Não fure as bolhas existentes. Não toque a área atingida. Procure um médico imediatamente.

QUEIMADURAS NOS OLHOS

Lavar os olhos com água em abundância ou, se possível, com soro fisiológico, durante vários minutos, e em seguida aplicar gaze esterilizada embebida com soro fisiológico, mantendo a compressa até a consulta médica.

INTOXICAÇÃO POR GASES OU VAPORES

- O socorrista deve tomar todas as precauções, como o uso dos devidos equipamentos de proteção individual, para entrar na área do acidente.
- Remover o acidentado do local do acidente para local arejado e afrouxar as vestes, principalmente próximas ao pescoço.
- Manter o acidentado deitado e moderadamente aquecido.
- Praticar respiração artificial boca-a-boca, a não ser que se trate de substâncias do tipo gás cloro, SO₂, inalado para os pulmões.
- Aplicar ressuscitação cardiopulmonar, se necessário.
- Solicitar assistência médica urgente.

INGESTÃO ORAL DE AGENTES QUÍMICOS

A droga não chegou a ser engolida: deve-se cuspir imediatamente e lavar a boca com água em abundância. Levar o acidentado para respirar ar puro.

A droga foi engolida: Normalmente, quando certas soluções são ingeridas deve-se induzir o vômito. A melhor maneira para provocá-los é a excitação mecânica da garganta. Em alguns casos, o vômito não deve ser provocado, como nas intoxicações em consequência da ingestão de substâncias cáusticas e derivados de petróleo.

- Conservar o corpo aquecido pela aplicação de cobertores. Evitar calor externo.
- Guardar o tóxico suspeito no recipiente original e colocar qualquer material vomitado num recipiente limpo. Levar os espécimes, com o paciente, para possível identificação.
- Providenciar assistência médica imediata, levando junto o recipiente original do produto e a Ficha de Informação da Segurança do Produto (FISP).

FERIMENTOS COM MATERIAIS PERFURO-CORTANTES

Se a hemorragia decorrente de um ferimento qualquer é intensa, deve ser interrompida imediatamente. O estancamento de hemorragia pode ser feito aplicando-se uma compressa ao ferimento com pressão direta. Se for possível, o local afetado deve ser elevado até que se controle a hemorragia.

Tratando-se de corte leve, a hemorragia não é grande. Nestes casos, deve-se remover todo material estranho que se encontre no ferimento, lavando-se cuidadosamente a região com sabão e água corrente e limpa. A seguir, deve ser aplicado anti-séptico em todas as partes do ferimento até aproximadamente 2 cm da pele ao redor do corte. Não se deve nunca remover materiais estranhos que estejam muito profundos nos ferimentos. Em todos os tipos de ferimentos as bandagens devem ser firmes, nunca apertadas.

Em casos de ferimentos por perfuração a vítima deve ser enviada a um hospital, pois há perigo da existência de materiais estranhos no corte e a impossibilidade de se alcançar o fundo do ferimento com anti-sépticos.

DERRAMAMENTOS ACIDENTAIS DE PRODUTOS QUÍMICOS

Embora não sejam freqüentes algumas precauções fazem-se necessárias, principalmente quando se trabalha com produtos de alta toxidez. Em caso de um derrame, recomenda-se:

- Isolar a área e comunicar todos que estão no laboratório;
- Comunicar o responsável pela segurança;
- Proteger-se com máscaras de respiração, luvas, óculos e outros EPIs (equipamentos de proteção individual) adequados;
- Desligar os aparelhos, aquecedores elétricos, estufas e mufas;
- Apagar as chamas;
- Permitir ventilação ou exaustão no ambiente;
- Adicionar um absorvente neutralizante, quando em caso de derramamento de ácidos ou bases;
- Utilizar carvão ativo para o caso de solventes orgânicos;
- Remover com uma pá a massa resultante em sacos plásticos ou recipientes metálicos convenientes, caso o produto reaja com plástico;

Providenciar a limpeza do local e deixar ventilar até não se ter mais vapores residuais no ar.

Todo frasco de reagente deve conter no seu rótulo o boletim de garantia específico, condições de manuseio e classe de perigo. Existem símbolos que identificam a periculosidade do produto.



Fonte: Harris, D. C. Análise Química Quantitativa. Rio de Janeiro: LTC. 2008.

Equipamentos de proteção individual e suas utilidades nos laboratórios. Disponível em: <http://www.unifal-mg.edu.br/riscosquimicos/?q=epis>. Acessado em: 29/07/2013.

AULA 1-BOAS PRÁTICAS DE LABORATÓRIO E EQUIPAMENTOS BÁSICOS DE LABORATÓRIO

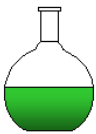
1. INTRODUÇÃO

A execução de qualquer tarefa em um laboratório de química envolve geralmente uma variedade de equipamentos que, devem ser empregados de modo adequado, para evitar danos pessoais e materiais. A escolha de um determinado aparelho ou material de laboratório depende dos objetivos e das condições em que o experimento será executado. Entretanto, na maioria dos casos, pode ser feita a seguinte associação entre equipamento e finalidade.

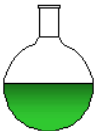
O objetivo do nosso curso não é o de ensinar ao aluno técnicas complicadas que envolvam aparelhagem sofisticada, mas sim no emprego correto de determinados equipamentos e vidraria, tais como os que serão abordados nos tópicos seguintes.

2. OBJETIVOS

- Apresentar os equipamentos básicos de um laboratório de química, bem como suas aplicações.
- Apresentar as principais montagens de vidrarias utilizadas no laboratório.

3. MATERIAIS DE LABORATÓRIO**Material de vidro:****1. Balão de fundo chato ou de Florence**

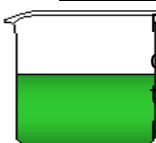
Utilizado no armazenamento e no aquecimento de líquidos, bem como em reações que se processam com desprendimento de gás. Deve ser aquecido sobre a tela de amianto ou em manta de aquecimento.

2. Balão de fundo redondo

Muito usado em destilações ou para a coleta do líquido após a condensação do vapor. Pode se apresentar também na forma de balão de destilação, que possui gargalo longo e é provido de saída lateral por onde passam os gases e vapores.

3. Balão volumétrico

Recipiente calibrado, de precisão, destinado a conter um determinado volume de líquido, a uma dada temperatura. É utilizado no preparo de soluções de concentração definida. Não é recomendado colocar soluções aquecidas no seu interior, nem submetê-los a temperaturas elevadas.

4. Béquer

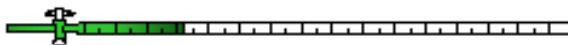
Recipiente com ou sem graduação. Usado no preparo de soluções que não exigem precisão, na pesagem de sólidos, no aquecimento de líquidos, em reações de precipitação e de recristalização. Resiste a temperaturas elevadas. Apesar disso, não resiste a choques nem a variações bruscas de temperatura. Pode ser aquecido sobre a tela de amianto.

5. Bastão de vidro

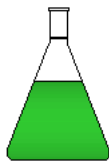
Usado na agitação e na transferência de líquidos e para remoção quantitativa de precipitados.

6. **Bureta**

Equipamento calibrado para medida precisa de volume. Permite o escoamento de líquido e é muito utilizada em titulações. Possui uma torneira controlada de vazão na sua parte inferior.

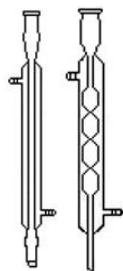


7. **Erlenmeyer**



Recipiente largamente utilizado na análise titulométrica, no aquecimento de líquidos e na dissolução de substâncias. Pela sua forma cônica, é muitas vezes utilizado para conter soluções durante reações conduzidas sob agitação.

8. **Condensador**

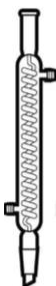


Equipamento destinado a condensação de vapores, utilizado em destilações ou aquecimentos sob refluxo. Os mais comuns são:

(A) condensador reto: não é apropriado para o resfriamento de líquidos de baixo ponto de ebulição.

(B) condensador de bolas: empregado em refluxos.

(C) condensador de serpentina: proporciona maior superfície de condensação e é usado principalmente no resfriamento de vapores de líquidos de baixo ponto de ebulição

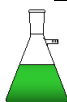


9. **Dessecador**



Usado para armazenar substâncias que devem ser mantidas sob pressão reduzida ou em condições de umidade baixa.

10. **Kitassato**



Frasco cônico de paredes reforçadas, munido de saída lateral. É usado em filtrações sob sucção (ou pressão reduzida).

11. **Funil de separação**



Vidraria largamente utilizada em extração, decantação, separação de líquidos imiscíveis e adição gradativa de líquidos reagentes durante uma reação química.

12. **Funil simples**



Empregado na transferência de líquidos e em filtrações simples, utilizando papel de filtro adequado

13. Tubo de ensaio



Geralmente utilizado em reações tipo teste e em ensaios de precipitação, cristalização e solubilidade. Pode ser aquecido, com cuidado, diretamente sobre a chama do bico de gás.

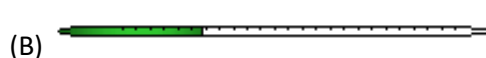
14. Proveta



Frasco destinado para realizar medidas aproximadas de volume. São encontradas no comércio provetas com volume nominal variando de cinco mililitros a alguns litros.

15. Pipetas

Instrumento calibrado para medida precisa e transferência de determinados volumes de líquidos, a dada temperatura. Existem basicamente dois tipos de pipetas: as volumétricas ou de transferências (A) e as graduadas (B). As primeiras são utilizadas para escoar volumes fixos, enquanto as graduadas são utilizadas para escoar volumes variáveis de líquidos.



16. Vidro de relógio



Utilizado no recolhimento de sublimados, na pesagem de substâncias sólidas, em evaporações e na secagem de sólidos não higroscópicos.

17. Pesa filtro: para pesagem de sólidos e armazenamento de substâncias no dessecador.



18. Termômetro: Instrumento apropriado para medida de temperatura.



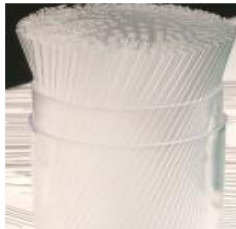
19. Frasco conta-gotas: para armazenar líquidos que serão utilizados em gotas.



20. Frasco para reagentes: com tampa e usado para armazenar soluções.



21. Tubo capilar: tubo de vidro (capilar) utilizado em determinação de ponto de fusão, cromatografia.



22. Gral de vidro e pistilo: pulverização de sólidos.



23. Cálice graduado: empregado para medidas aproximadas de volumes



MATERIAL DE PORCELANA

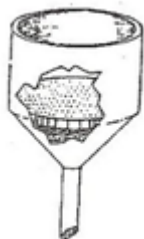
24. Cadinho: utilizado para a calibração de substâncias.



25. Cápsula: para evaporação de líquidos.



26. Funil de Buchner: para filtrações por sucção devendo ser acoplado em um kitassato.



27. Gral (almofariz) e pistilo: pulverização de sólidos.



MATERIAIS DIVERSOS:

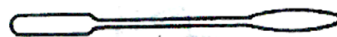
27. Bico de Bunsen



Fonte de calor destinada ao aquecimento de materiais não inflamáveis. A chama de um bico de gás pode atingir temperatura de até 1500°C. Existem vários tipos de bicos de gás, mas todos obedecem a um mesmo princípio básico de funcionamento: o gás combustível é introduzido numa haste vertical, em cuja parte inferior há uma entrada de ar para suprimento de oxigênio, o gás é queimado no extremo superior da haste. Tanto a vazão do gás quanto a entrada de ar podem ser controladas de forma conveniente.

28. Espátula

Utilizada para transferir substâncias sólidas, especialmente em pesagens. Pode ser fabricada em aço inoxidável, porcelana ou plástico.

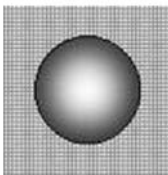


29. Pinças



É muito empregada para segurar objetos aquecidos, especialmente cadinhos. Podem ser metálicas ou de madeira.

30. Tela de amianto com arame



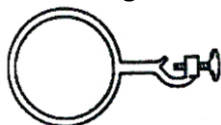
Tela metálica, contendo amianto, utilizada para distribuir uniformemente o calor durante o aquecimento de recipientes de vidro ou metal expostos à chama do bico de gás.

31. Tripé de ferro



Utilizado como suporte, principalmente de telas de amianto e triângulos de porcelana.

32. Anel ou argola



Utilizada como suporte para funis de separação ou simples.

33. Garras



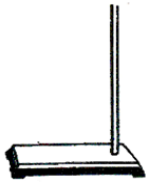
São feitas de alumínio ou de ferro, podendo ou não ser dotadas de mufas. Ligam-se ao suporte universal por meio de parafusos e destinam-se à sustentação de utensílios com buretas, condensadores etc.

34. **Mufa**



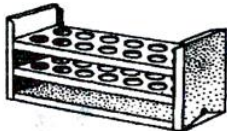
Adaptador de ferro ou de alumínio com parafusos nas duas extremidades, utilizada para a fixação de garras metálicas ao suporte universal.

35. **Suporte Universal**



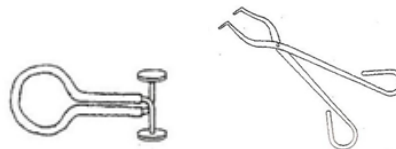
Serve para sustentar equipamentos em geral.

36. **Suporte (ou estante) para tubos de ensaio**



Pode ser feita de metal, acrílico ou madeira.

37. **Pinças:** peças de vários tipos como Mohr e Hofmann, usadas para reduzir o fluxo de líquidos ou gases através de tubos flexíveis. Outras: para segurar objetos



Pinça de Madeira Utilizada para segurar tubos de ensaio, geralmente durante aquecimento

38. **Pisseta ou frasco lavador**

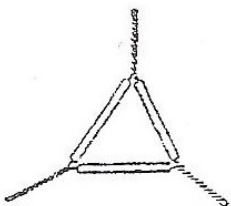


Frasco próprio para armazenamento de pequenas quantidades de água destilada, álcool ou outros solventes. É usado para efetuar a lavagem de recipientes ou precipitados com jatos do líquido nele contido

40. **Escova para lavagem ou cepilho.**



41. **Triângulo:** peça de ferro com porcelana usada como suporte em aquecimento de cadinhos

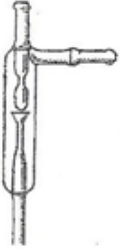


42. Tripé de ferro



Utilizado como suporte, principalmente de telas de amianto e triângulos de porcelana.

43. Trompa: dispositivo utilizado para aspirar o ar e reduzir a pressão no interior de um recipiente. Muito utilizado em filtrações por sucção (a vácuo).



44. Furador de rolhas de cortiça ou borracha.

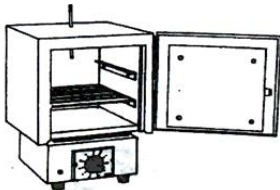


45. Funil de cobre: para filtrações à quente.



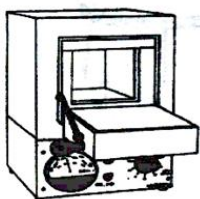
EQUIPAMENTOS:

46. Estufa



Equipamento empregado na secagem de materiais por aquecimento. Atinge, em geral, temperaturas de até 50 a 400 °C.

47. Mufla ou forno



Utilizada na calcinação de substâncias. Atinge em geral, temperaturas na faixa de 1000 a 1500°C

48. Balança analítica



Instrumento de elevada precisão utilizado para determinação de massa. As balanças analíticas podem ser classificadas em duas categorias: a) balança de braços iguais: efetua a pesagem mediante a comparação direta e b) Balança de prato único: possui um contrapeso que balanceia as massas conhecidas e o prato. Um objeto é pesado através da remoção de massas conhecidas até que o equilíbrio com o contrapeso seja restabelecido o valor da massa desconhecida é igual ao total das massas removidas.

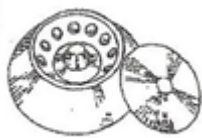
49. Banho-maria: para aquecimento.



50. Manta elétrica: utilizada no aquecimento de líquidos inflamáveis contidos em balão de fundo redondo.



51. Centrífuga: aparelho que acelera a sedimentação de sólidos em suspensão líquida.



52. Chapa elétrica aquecedora.



53. Agitador magnético.



54. Bomba de vácuo: aparelho destinado à produção de vácuo ou à redução adicional da pressão de um vácuo já existente.



4. LIMPEZA DE MATERIAL

Todo material de vidro deve ser limpo e seco antes do início do trabalho no laboratório.

Os recipientes podem ser considerados limpos se o exame rigoroso não revelar vestígios de poeira e, se ao enchê-lo com água e esvaziar rapidamente a água restante, ao correr por suas paredes, formar uma película uniforme sobre a superfície, não ocorrendo formação de pequenas gotas de água (gordura, gomas).

É importante criar o hábito de limpar todo o material de vidro imediatamente antes e após o uso. A natureza da sujeira é geralmente conhecida no momento do trabalho e, poderá com certeza comprometê-lo. Além disso, o processo de limpeza torna-se mais difícil se o material sujo for deixado de lado por um considerável período de tempo.

TÉCNICA DE LAVAGEM

A técnica mais simples, quando é possível o uso de um cepilho (escova adequada) para recipientes de vidro, é empregar um sabão em pó ou detergente (comerciais ou de formulações especiais), obedecendo a sequência:

- Adicionar pequena quantidade de água de torneira ao frasco para remover resíduos.
- Verter o frasco, com cuidado no ralo da pia. Manter a torneira aberta.
- Umedecer o cepilho em água corrente.
- Introduzi-lo no detergente e a seguir no frasco a ser limpo.
- Efetuar a escovação do frasco previamente umedecido.
- Eliminar o detergente do cepilho com água e dependurá-lo para secagem adequada.
- Proceder a remoção de detergente do frasco lavando-o com água, por várias vezes seguidas.
- Empregando a pisseta, passar de 5 a 10 mL de água destilada nas paredes internas do frasco.

Caso não se obtenha o resultado esperado de limpeza, verificar a natureza da impureza:

a) Impureza conhecida: Adiciona-se aos poucos uma outra substância (geralmente ácida) que, reagindo, forme uma solução de fácil remoção. Após remoção da impureza, repetir a operação de lavagem pela técnica simples.

b) Impureza desconhecida: Mistura sulfocrômica: solução saturada de K_2CrO_7 ou Na_2CrO_7 em H_2SO_4 conc. Deixar o material a ser limpo em contato com esta solução por várias horas, remover e lavar com água várias vezes, deixar escorrer e seguir o processo de lavagem normal.

OBSERVAÇÕES:

Contato de mistura sulfocrômica com a pele pode provocar queimadura imediata. Se isso ocorrer lavar imediatamente a região atingida com grande quantidade de água e em seguida com solução de $NaHCO_3$ (bicarbonato de sódio).

- Substituintes de solução sulfocrômica:

- Mistura 1:1 de uma solução de KMnO_4 a 0,1 mol/L e H_2SO_4 conc.
- Solução alcalina de KMnO_4
- Soluções alcoólicas de KOH ou NaOH .

a) Impureza orgânica: empregam-se solventes orgânicos: tetracloreto de carbono - CCl_4 ; benzina – benzol; xilol - $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2$

Após o uso do solvente apropriado, empregar a técnica de lavagem simples.

b) Gorduras: na eliminação de gorduras, empregar soluções de álcalis (KOH , etc).

SECAGEM:

Técnica de Secagem Simples: deve-se secar os recipientes na parte exterior. Usualmente, o material é seco naturalmente em algumas horas ou de um dia para o outro. Se houver necessidade de secá-los internamente, emprega-se estufa aquecida eletricamente à temperatura de 100 – 120°C por 2 horas (necessidade rápida do material).

Nunca usar este processo quando se tratar de material volumétrico!!!

Técnica de secagem de material volumétrico (Pipetas, buretas, etc.)

- Secagem por evaporação à temperatura ambiente (rotineira).

- Por corrente de ar, por exemplo, ar aspirado por meio de uma trompa de água ou bomba de vácuo.

- Uma secagem mais rápida pode ser obtida após enxaguar o material repetidas vezes com pequenas porções com álcool ou acetona.

Material volumétrico não deve ser seco em estufa, nem deve ser aquecido.

SOLUÇÕES PARA LIMPEZA

Solução sulfocrômica: Dissolver 20g de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ em 17 mL de H_2SO_4 concentrado em água e eleva-se o volume a 100 mL. A temperatura elevar-se-á a 70-80°C. Deixe a mistura esfriar até cerca de 40°C e transferir para um frasco de vidro seco com rolha de vidro.

Antes de usar a mistura sulfocrômica para limpeza, o recipiente deve ser lavado com água para remoção de matéria orgânica e particularmente, agentes redutores.

A mistura tem propriedade de solvente e de poderoso oxidante, sua exaustão é prontamente reconhecida pela mudança de cor do castanho-avermelhado para o verde. Periodicamente é aconselhável filtrar a mistura através de lã de vidro colocado no fundo de um funil de vidro (removem-se assim pequenas partículas que poderão entupir a ponta de buretas).

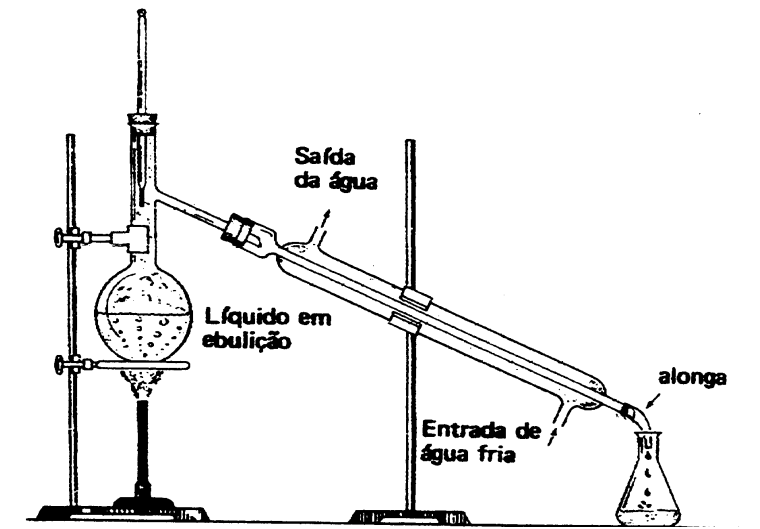
Solução alcoólica de hidróxido de potássio: Uma solução de KOH em etanol a 95% ou 20 mL de solução saturada de KOH em 80 mL de etanol é útil para eliminar substâncias gordurosas ou carbonizadas. Não deixe em contato com material volumétrico mais do que 5 minutos, pois, ela ataca lentamente o vidro. Mantenha em frascos de polietileno. Seu uso pode ser repetido mesmo após escurecimento.

Solução ácida: solubilizar a frio 70 ml de ácido sulfúrico em 30 ml de água oxigenada 30 v. aquecer a aproximadamente 80°C para a utilização; deixar agir por 15 a 20 min. após o seu uso conservar em geladeira.

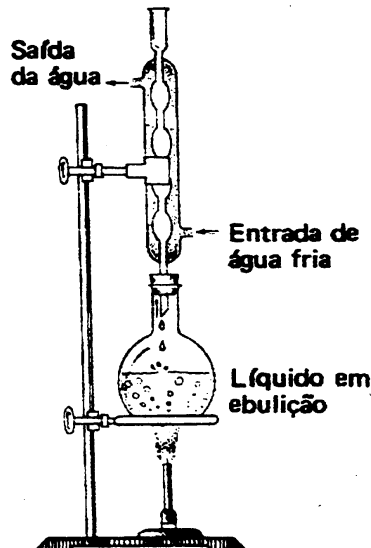
ATIVIDADE PRÁTICA:

1. Numere e dê nome a todos os materiais presentes nas montagens abaixo:

a) Montagem para destilação simples



b) Montagem para aquecimento sob refluxo



2. RESPONDER AOS "DESAFIOS" ENTREGUES PELO PROFESSOR.

AULA 2- ESTUDO DA ESTRUTURA DE MOLÉCULAS ORGÂNICAS COM O AUXÍLIO DE MODELOS

Os compostos orgânicos podem ser representados de diversas formas, como por meio de uma fórmula estrutural plana, de uma fórmula estrutural simplificada ou condensada ou de uma fórmula de traços. No entanto, a representação mais simples é por meio da fórmula molecular.

As ligações **simples** são representadas pelos bastões retos, a ligação **dupla** é representada por 2 bastões curvos e a ligação **tripla** por 3 bastões curvos.



A convenção de cores utilizadas nos modelos atômicos é esfera:

- Branca (hidrogênio) = 1 ligação
- Vermelha (**oxigênio**) = 2 ligações
- Azul (**nitrogênio**) = 3 ligações
- Preta (carbono) = 4 ligações

As cadeias carbônicas podem ter seu tipo (aberta, fechada, aromática) previsto pela relação entre número de C e H, na fórmula molecular:

- Cadeia aberta: o número de H é = $2 \times C + 2$
- Cadeia fechada: o número de H é = $2 \times C$
- Cadeia aromática: o número de H é = C

ATIVIDADE:

1. Represente, com o modelo molecular, a estrutura química das moléculas a seguir.
2. Represente a fórmula de traços das moléculas a seguir.

a) H ₂	b) O ₂	c) N ₂
d) H ₂ O	e) NH ₃	f) CH ₄
g) C ₂ H ₆	h) C ₂ H ₄	i) C ₆ H ₁₄
j) C ₆ H ₁₂		k) C ₆ H ₆

AULA Nº 3 - COMPOSTOS ORGÂNICOS: PROPRIEDADES FÍSICAS E ESTRUTURA MOLECULAR**TESTE DE SOLUBILIDADE****1. OBJETIVOS:**

Observar como as propriedades físicas dos compostos orgânicos variam de acordo com sua estrutura molecular. Observar as diferenças entre as propriedades físicas dos compostos orgânicos e inorgânicos.

2. PROCEDIMENTO

-
- Identificar os 12 tubos de ensaio de 1 a 12.
- Nos tubos de 1 a 6 colocar 2 mL de hexano
- Nos tubos de 7 a 12 colocar 2 mL de água
- Colocar nos tubos, de 1 a 6, 2 mL das substâncias na ordem A, B, C, D, E, F
- Colocar nos tubos, de 7 a 11, 2mL das substâncias A, B, C, D, E, F
- Preencher a tabela abaixo:

	TUBO A	TUBO B	TUBO C	TUBO D	TUBO E	TUBO F
Composto	Metanol	Etanol	Isopropanol	Butanol	Heptano	Cloreto sódio
Fórmula estrutural						
Polaridade do composto						
Solubilidade em hexano						
Solubilidade em água						

3. QUESTIONÁRIO:

a) justifique a solubilidade ou não de cada composto, de A a F, em hexano.

A.
B.
C.
D.
E.
F.

b) justifique a solubilidade ou não de cada composto, de A a F, em água.

A.
B.
C.
D.
E.
F.

1. INTRODUÇÃO

Fusão é o nome do processo de passagem de uma substância do estado sólido para o estado líquido. Um sólido é chamado cristalino quando se funde bruscamente a uma temperatura determinada, que se mantém constante (se a pressão permanecer constante), até que a mudança de fase se complete. Os sólidos não cristalinos (sólidos amorfos) vão amolecendo gradativamente durante a fusão, pois durante o processo a temperatura vai aumentando.

O ponto ou faixa de fusão depende das forças existentes entre as moléculas (ou entre os íons, no caso de cristais iônicos) da substância sólida. Se estiverem fortemente ligadas umas às outras, a temperatura necessária para separá-las deve ser elevada, para dispô-las em sua nova forma, o líquido. Neste estado, as partículas não podem se afastar muito umas das outras e nem se avizinhar demais. Por isso, suas características físicas são intermediárias entre sólidos e gases.

Substâncias diferentes em geral possuem temperaturas de fusão diferentes, que as caracterizam. Por exemplo, compostos orgânicos com propriedades semelhantes como os hidrocarbonetos parafínicos são difíceis de se distinguir, pois têm reatividades químicas idênticas. No entanto, o ponto de fusão não é o mesmo, e sua determinação serve para identificar um hidrocarboneto, separando-o dos demais.

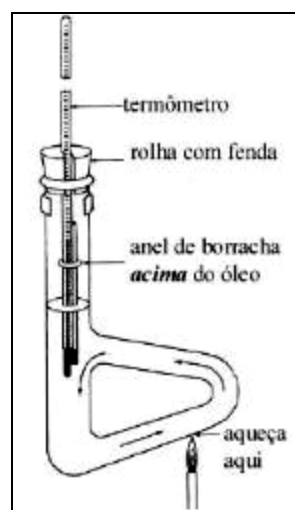
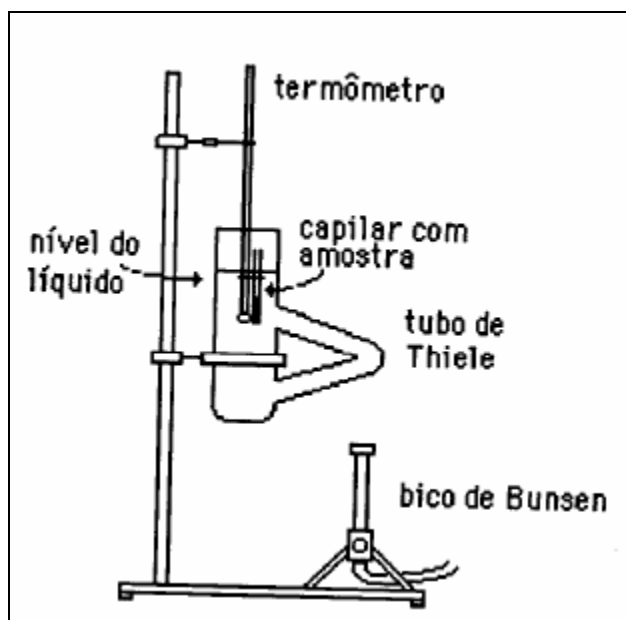
A pureza de uma substância também influi grandemente no valor de seu ponto de fusão, podendo reduzi-lo ou aumentá-lo. Portanto, através da determinação da temperatura de fusão pode-se também avaliar o grau de pureza de um sólido. Para algumas substâncias não existe ponto de fusão, pois elas se decompõem antes de se fundirem. A madeira, por exemplo, quando é aquecida não se funde, mas carboniza-se. A lignina e a celulose, constituintes da madeira, decompõem-se e se transformam em substâncias voláteis. Muitas substâncias orgânicas e inorgânicas manifestam comportamento análogo.

Quando se aquece um sólido a partir de uma temperatura muito inferior à do seu ponto de fusão, esta sobe gradualmente até alcançar esse ponto. Ainda que o fornecimento de calor prossiga, a temperatura mantém-se inalterada por um certo intervalo de tempo. O calor que, antes da substância atingir o seu PF era utilizado para aumentar a vibração molecular (ou iônica), agora é empregado para arrancar as partículas das posições que ocupavam. Ou seja, a energia calorífica destina-se apenas a destruir o retículo cristalino, não contribuindo para o aumento da temperatura. Nessa fase, a energia calorífica empregada é chamada de calor latente de fusão. A substância encontra-se parte no estado sólido e parte no estado líquido, isto é, numa fase de transição para o estado líquido.

Na teoria, o ponto de fusão de um sólido puro deve ocorrer sempre à mesma temperatura. Na prática, entretanto, equilíbrio entre sólido e líquido quase nunca é atingido, devido a fatores como quantidade da amostra, tamanho do cristal, razão de aquecimento, tipo de aquecimento usado, etc. Em geral, podemos dizer que um composto puro tem um ponto de fusão bem definido (a substância funde-se inteiramente dentro da faixa de 1 a 2°C, enquanto uma substância impura tem o ponto de fusão indefinido e, portanto, funde-se lenta e gradualmente numa faixa de vários graus). Por isso, o procedimento de determinação do ponto de fusão de um composto impuro deverá ser repetido após purificação, normalmente, por recristalização. É importante lembrar que alguns compostos orgânicos muito polares, como aminoácidos, sais de ácidos ou aminas, carboidratos, etc. fundem-se com decomposição num intervalo de temperatura considerável, mesmo estando puros.

2. PARTE EXPERIMENTAL

1. Dessecar a amostra em estufa a cerca de 100°C (exceto para substâncias que fundam a temperaturas até 100°C) pelo tempo especificado e deixá-la resfriar em dessecador.
2. Triturar uma pitada da amostra em gral com auxílio do pistilo até obter um pó com a mínima granulometria possível.
3. Selar três tubos de ensaio em uma de suas extremidades na chama do bico de bunsen, tomando o cuidado de girar o tubo constantemente para que ele não se entorte ao fundir.
4. Inserir cerca de 1 cm de pó nos tubos capilares, compactando o mesmo por batidas firmes da extremidade fechada contra a bancada ou com auxílio de uma proveta.
5. Proceder à montagem mostrada na ilustração a seguir, na seguinte sequência: suporte universal, tripé, tela de amianto, béquer, glicerina, garra, termômetro com capilares e elástico e, por fim, bico de bunsen.
6. Acender a chama do bico de bunsen e regulá-la de forma que não seja nem fraca nem muito intensa.
7. Agitar vez ou outra a glicerina com bastão de vidro para homogeneização do calor.
8. Observar atentamente a temperatura inicial (aquela em que se começa a perceber gotículas de líquido sendo formadas) e a temperatura final de fusão (aquela na qual todo o sólido fundiu). Registrá-las.
9. Apagar a chama do bico de bunsen fechando os registros de gás da bancada. Retirar o termômetro com cuidado e apoiá-lo sobre papel toalha, a fim de remover excesso de glicerina. Ao esfriar, retirar os capilares e descartá-los em recipiente adequado para material perfuro-cortante.
10. Comparar o valor obtido com o valor tabelado segundo na literatura científica.



3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL:

Preparo do tubo capilar:

- ligar o bico de bunsen.
- aquecer na chama do bico de bunsen, uma das extremidades do tubo capilar fazendo um movimento de rotação nesse tubo, até que apareça um pequeno nódulo - nesse momento o capilar deverá estar fechado em um dos lados.

Preparo da amostra:

- colocar a amostra **desconhecida**, que se quer determinar o ponto de fusão em um vidro de relógio, pulverizar com o pistilo e colocar a amostra dentro do tubo capilar até altura máxima de 1 cm no tubo. Fazer o mesmo para os padrões α -naftol e ácido benzoico.
- manter o tubo capilar o mais horizontal possível, empurrar sua extremidade aberta de encontro à amostra e acomodar a amostra no tubo.

- em um tubo de vidro grande, soltar o capilar do extremo superior do tubo de vidro até o fundo, com a ponta fechada voltada para baixo. Repetir esta operação até que se forme uma camada compacta da amostra no fundo do tubo capilar.

Determinação do Ponto de Fusão:

- introduzir um termômetro, em rolha furada, até a metade do tubo de Thiele.
- prender no termômetro, os tubos capilares que já deverão estar com as amostras (desconhecida, α -naftol e ácido benzoico), utilizando um elástico, tomando cuidado de deixar as amostras o mais perto possível do bulbo do termômetro.
- adaptar uma garra e fixar o termômetro.
- Adicionar o líquido ao tubo de Thiele até acima do gargalo da alça.
- aquecer lentamente o banho de óleo com bico de Bunsen, agitando constantemente o óleo. Próximo ao ponto de fusão a temperatura do banho deve aumentar de 2 a 3 graus por minuto.
- registrar a temperatura na qual aparece a primeira gota de líquido e a temperatura na qual desaparece o restante da porção sólida, para cada amostra. Essa faixa de temperatura representa o ponto de fusão para a substância pura usada.
- Registrar os valores das temperaturas de início e final da fusão no quadro a seguir:

AMOSTRA	TEMPERATURA INICIAL (oC)	TEMPERATURA FINAL (oC)	TEMPERATURA TABELADA (oC)
DESCONHECIDO			
ALFA-NAFTOL			
ÁCIDO BENZÓICO			

4. QUESTIONÁRIO:

- Que se entende por ponto de fusão? Com que finalidade é usado?
- Por que se recomenda que a determinação do ponto de fusão seja realizada inicialmente com o α -naftol e não com o ácido benzóico?
- Tendo em vista a estrutura molecular do α -naftol, do ácido benzóico, apresente uma explicação para as diferenças de seus pontos de fusão.
- De acordo com os valores obtidos no experimento, quem é a substância desconhecida? Justifique.

5 - BIBLIOGRAFIA:

1. VOGEL, A. I., *Química orgânica: análise orgânica qualitativa*. 3. ed, Rio de Janeiro, Ao Livro Técnico SA, 1981. v. 1.
2. Physical Chemistry HANDBOOK, 57 th Edition.

1. INTRODUÇÃO

Substâncias sólidas contaminadas com pequenas quantidades de impureza geralmente são purificadas por cristalização com um solvente apropriado ou com uma mistura de solventes. O processo baseia-se na diferença de solubilidade do sólido no solvente quente e frio. O sólido a ser purificado deve se dissolver totalmente no solvente quente e ser insolúvel no solvente à temperatura ambiente, assim, ao resfriar a solução, o sólido se recristaliza e é separado por filtração. O método é composto, portanto, das seguintes etapas:

1. Dissolução do sólido a ser purificado em um solvente ou em uma mistura de solventes apropriados no ponto, ou próximo do ponto de ebulição do solvente, O solvente apropriado é aquele em que o coeficiente de solubilidade do sólido é grande quando ele está quente e pequeno quando ele está frio. Os solventes mais utilizados são: éter etílico, hexano, etanol, metanol, acetona, clorofórmio, diclorometano, acetato de etila e água. Quando se tratar de substâncias muito solúveis em um solvente e pouco solúveis em outro, podem-se obter bons resultados utilizando uma mistura dos dois solventes, caso eles sejam miscíveis entre si.
2. Descoloração: impurezas coloridas podem ser eliminadas pela adição de uma pequena quantidade de carvão ativado, que adsorve substâncias coloridas.
3. Filtração da substância a quente para a retirada das impurezas insolúveis em temperaturas elevadas.
4. Resfriamento da solução para permitir a recristalização da substância dissolvida. O tamanho dos cristais formados depende do tempo de resfriamento da solução: um resfriamento lento leva à formação de cristais maiores, com formas bem definidas.
5. Separação dos cristais por filtração a vácuo.

2 - PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

1. Colocar aproximadamente 0,1 g de ácido benzóico em um béquer de 50 mL.
2. Adicionar aproximadamente 15 mL de água fria e misturar bem. Observar.
3. Aquecer a mistura e observar.
 - 3.1. O ácido benzóico é solúvel em água fria? E em água quente?
4. Quando começar a ebulição, colocar o funil de vidro sem haste, emborcado sobre o béquer. ISSO É FEITO PARA AQUECER O FUNIL.
 - 4.1. Por que o funil deve ser aquecido?
5. Preparar um papel de filtro pregueado, para filtração da solução a quente.
6. Preparar a montagem para filtração.
7. Colocar o papel de filtro no funil, sem adaptá-lo com água.
8. Retirar a mistura em ebulição e filtrar imediatamente.
9. Recolher o filtrado em outro béquer de 100 mL.
10. Após a filtração se completar, deixar o béquer com o filtrado em repouso, observar o que acontece quando a solução vai se esfriando, (para acelerar o resfriamento colocar na geladeira ou em banho de água gelada).
11. Preparar a montagem para uma nova filtração, desta vez uma filtração simples, em funil com haste e sem usar o papel de filtro pregueado. Pesar antes o papel de filtro.
12. Filtrar a mistura com os cristais formados e lavar com pequena quantidade de água fria.
 - 12.1. Por que se deve usar água fria e em pequena quantidade?
13. Estender o papel de filtro sobre uma placa de petri e secar os cristais na estufa a uma temperatura de aproximadamente 100 °C.
14. Depois de seco pesar os cristais.

3 – QUESTIONÁRIO

1. Que se entende por recristalização?
2. Descrever todas as etapas de uma recristalização.
3. A recristalização é uma operação física ou química? Por quê?
4. Citar algumas características que um solvente deve apresentar para que seja empregado na recristalização.
5. Por que é mais indicado que a solução seja esfriada espontaneamente, após aquecida?
6. Citar os métodos usados para acelerar a cristalização de uma determinada substância.
7. Como é possível determinar o grau de pureza de uma substância cristalina?

4. BIBLIOGRAFIA

- 01.OHLWILER, O. A., *Química inorgânica*. São Paulo, Edgard Blucher Ltda. 1971.
- 02.VOGEL, A. I., *Química orgânica: análise orgânica qualitativa*, 3 ed., Rio de Janeiro, Ao livro Técnico S.A., 1981. v. 1.
- 03.SOARES, G. S.; SOUZA, N. A.; PIRES, D. X., *Química orgânica: teoria e técnicas de preparação, purificação e identificação de compostos orgânicos*, Rio de Janeiro, Guanabara S. A. 1988.

1. INTRODUÇÃO

A identificação de compostos orgânicos, que contém o átomo de carbono como elemento central, é facilitada pela organização em funções. Cada grupamento funcional tem propriedades específicas, associadas às suas estruturas e que podem ser generalizadas para todos os compostos que apresentam o mesmo grupamento, isto é, pertencem à mesma função orgânica.

As funções orgânicas mais comuns são os alcanos (hidrocarbonetos saturados), alquenos, alquinos e hidrocarbonetos aromáticos, haletos de alquila, alcoóis, aldeídos, cetonas, ácidos carboxílicos, ésteres, aminas e fenóis. Cada uma dessas classes de compostos apresenta reações químicas específicas que podem ser utilizadas para sua caracterização.

Nesta prática serão utilizadas algumas reações para identificar a presença de alguns grupamentos funcionais.

2. OBJETIVO: identificação e confirmação de alguns grupos funcionais através de reações químicas específicas.

3. PROCEDIMENTOS

3.1- REAÇÕES PARA DIFERENCIAÇÃO DE HIDROCARBONETOS SATURADOS E INSATURADOS

Teste com permanganato de potássio (teste para insaturação)

Amostras a serem testadas: ciclohexano, ciclohexeno e amostra X.

Coloque 1 mL do ciclohexano em um tubo de ensaio e adicione 0,5mL de solução aquosa de KMnO_4 a 4%. Repita para o ciclohexeno e para a amostra X. Observe. O descoloramento da solução de KMnO_4 e a formação de um precipitado marrom caracterizam um hidrocarboneto insaturado ou indicam a presença de ligação múltipla entre carbonos num composto que não seja hidrocarboneto.

3.2 - REAÇÃO PARA IDENTIFICAÇÃO DE FENÓIS

Reação com cloreto férrico

Amostras a serem testadas: fenol, etanol, ácido acético e amostra X.

Coloque 1 mL da amostra em um tubo de ensaio, adicione 2 gotas de solução de cloreto férrico e observe se há formação de precipitado colorido (preto ou azul escuro até vermelho). A variação de cor revela a presença de fenol no meio.

3.3- REAÇÕES PARA IDENTIFICAÇÃO DE ALDEÍDOS E CETONAS

Reação com 2,4-dinitrofenilhidrazina (identificação do grupo carbonila)

Amostras a serem testadas: formaldeído, acetona, etanol e amostra X.

Em um tubo de ensaio, adicionar 3 mL do reagente e 3 gotas da primeira substância a ser testada. Agitar e observar se há formação de precipitado colorido (ou mudança de cor do meio). Repetir para as demais amostras a serem testadas. A maioria dos aldeídos e cetonas formam dinitrofenilhidrazonas, que são sólidos insolúveis (normalmente apresentam coloração que varia de vermelho a amarelo).

3.4- REAÇÕES PARA DIFERENCIAR CARBONILAS DE ALDEÍDOS E CETONAS

a) Teste de Tollens (formação do espelho de prata)

Amostras a serem testadas: formaldeído, solução de glicose a 1%, acetona, amostra X.

Em um tubo de ensaio adicionar 1 mL do reagente de Tollens. Gotejar 0,5 mL da amostra teste sobre o reagente de Tollens. Agitar e observar. Se a reação não ocorrer à temperatura ambiente, aquecer ligeiramente em banho-maria.

A formação de um precipitado escuro de prata e/ou a formação de espelho de prata são resultados indicativos da presença de aldeído ou de outro grupo redutor. Repetir para as demais substâncias a serem testadas.

OBS - CUIDADO! Lave bem os tubos de ensaio. O espelho de prata é explosivo!

b) Ensaio com Reagente de Fehling

Amostras a serem testadas: ácido acético, solução de glicose a 1% e amostra X.

Em um tubo de ensaio, adicionar 1 mL da solução de Fehling A e 1 mL da solução de Fehling B. Agitar o tubo. Em seguida, adicionar 3 gotas da primeira amostra, aquecer cuidadosamente o tubo em um bico de gás (da superfície para o fundo, nunca diretamente no fundo, pois pode ocorrer projeção) e observar. Repetir o mesmo procedimento com as demais amostras. O aparecimento de um precipitado marrom tijolo (ou um espelho de cobre nas paredes do tubo), comprova a presença de carbonila de aldeído.

3.5- TESTE PARA IDENTIFICAÇÃO DE ÁCIDO CARBOXÍLICO

Amostras a serem testadas: ácido acético, formaldeído e amostra X.

Colocar 1 mL da amostra em um tubo de ensaio e adicione cerca de 1 mL de solução de NaHCO₃. A evolução de dióxido de carbono (borbulhamento) indica a presença de grupo carboxila.

5. QUESTIONÁRIO

Anotar os resultados de todas as reações realizadas em uma tabela.

1. Desenhar as estruturas de todas as substâncias (amostras) empregadas nos ensaios.
2. Identificar todos os grupos funcionais presentes na amostra desconhecida.
3. Escrever as reações químicas envolvidas nos ensaios realizados.
4. Em que se baseia o teste de Lucas? Qual é a ordem de reatividade dos alcoóis neste ensaio?
5. Em que se baseia o ensaio empregando o reativo de Fehling?
7. Suponha que você tenha três frascos sem rótulos que contenham o 3-hepteno, o benzeno e o etanol, não misturados. Proponha uma forma de identificá-los.
8. Qual composto é a substância desconhecida? Justifique.

TESTE	AMOSTRAS	FÓRMULA ESTRUTURAL	RESULTADO OBTIDO
Teste com permanganato de potássio Teste para insaturação	ciclohexano ciclohexeno amostra X		
Reação com cloreto férrico	fenol etanol amostra X		
Reação com 2,4-dinitrofenilhidrazina identificação do grupo carbonila	formaldeído acetona etanol amostra X		
Teste de Tollens formação do espelho de prata	formaldeído, acetona amostra X		
Ensaio com Reagente de Fehling	formaldeído, acetona amostra X		
Teste para identificação de ácido carboxílico	ácido acético formaldeído amostra X		

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- DUARTE, L. P., VIEIRA, H. S. *Prática de Química Orgânica I*. Departamento de Química. ICEX.UFMG. 2011. Identificação e confirmação de grupos funcionais. Disponível em: <http://www2.fc.unesp.br/lvq/LVQ>. Acessado em 30/3/2011.
- SOLOMONS, T. W. Graham. *Química orgânica*. 8. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2005. v.I.
- SOLOMONS, T. W. Graham; FRYHLE, Craig B. *Química orgânica*. 7. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2002. v.II.
- ALLINGER, N. L.; CAVA, M. P.; JONGH, D. C. de. *Química orgânica*. 2. ed. Rio de Janeiro: LTC, 1976.

1. INTRODUÇÃO

Existem numerosos métodos de separação de substâncias, todos eles baseados nas diferenças que essas substâncias apresentam nas suas propriedades físico-químicas (estado físico, solubilidade, etc). Um dos métodos universais de separação de compostos é a cromatografia. As técnicas cromatográficas destinam-se a separar componentes de misturas e baseiam-se todas na diferente distribuição (diferencial) dos vários componentes de uma mistura entre duas fases – a fase móvel e a fase estacionária. A separação ocorre devido aos diferentes graus de partição dos diversos componentes entre as duas fases. A fase móvel pode ser um líquido ou um gás e a fase estacionária pode ser sólida ou líquida. As diversas combinações entre estas duas fases originam os diferentes tipos de técnicas cromatográficas, conforme o critério de classificação considerado.

Assim, entre outros, pode-se falar de cromatografia líquida ou gasosa, se se considera o estado físico do eluente, de cromatografia de adsorção ou de partição, se se considera o fenómeno que dá lugar às interações entre o soluto e as fases cromatográficas, ou ainda de cromatografia em coluna ou em camada fina, se se toma o suporte cromatográfico como critério de classificação.

Na cromatografia em coluna, a fase móvel (eluente) é obrigada a percorrer uma coluna cheia com a fase estacionária. Coloca-se no topo da coluna uma solução concentrada, contendo os componentes a separar, de modo a formar uma banda pouco espessa. Adiciona-se então o eluente que arrasta os componentes através da coluna, com velocidades diferentes consoante a afinidade relativa dos componentes da mistura para o adsorvente (fase estacionária) e a sua solubilidade.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

a) Empacotamento da coluna:

- Prepare uma coluna para cromatografia utilizando sílica gel como fase fixa, da seguinte maneira: em um erlenmeyer, coloque 5g de sílica gel em clorofórmio (ou diclorometano), até obter uma pasta fluida, homogênea e sem bolhas de ar.
- Encha a terça parte da coluna cromatográfica com o mesmo solvente e derrame a pasta fluida de modo que ela sedimente aos poucos e de forma homogênea. Caso haja bolhas de ar oclusas na coluna, golpeie-a suavemente, de modo a expulsá-las.
- Controle o nível do solvente abrindo ocasionalmente a torneira da coluna.
- Terminada a preparação, o nível de solvente (eluente) deve estar 1 cm acima do topo da coluna de sílica gel.

b) separação dos componentes de uma mistura:

Distribua homogeneamente sobre o topo da coluna de sílica gel, com auxílio de uma pipeta ou conta-gotas, 1mL de uma mistura de alaranjado de metila e azul de metileno.

Após a adsorção pela coluna, proceda a eluição com etanol, vertendo cuidadosamente o solvente pelas paredes internas da coluna, tomando cuidado para não causar distúrbios ou agitação na coluna. Ao mesmo tempo, abra a torneira para escoar o solvente.

Eluir todo com etanol. Observe que a ordem de eluição é o alaranjado de metila sai com etanol enquanto o azul de metileno fica retido na coluna.

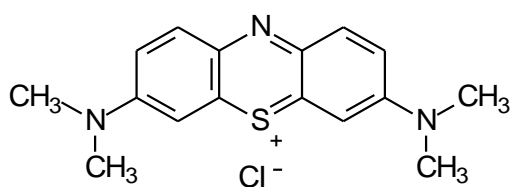
3. QUESTIONÁRIO

1- Cite as características do solvente para lavar ou arrastar os compostos adsorvidos na coluna cromatográfica.

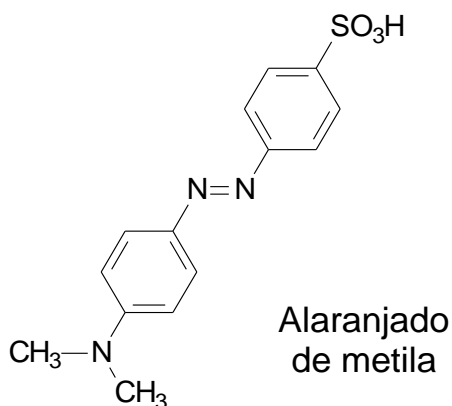
2- Qual é o princípio básico que envolve a técnica de cromatografia:

3. Justifique que a ordem de eluição é o alaranjado de metila sai com etanol enquanto o azul de metileno fica retido na coluna.

4- A alumina, ou óxido de alumínio, tem ação básica e interage fortemente com espécies ácidas; por sua vez, a sílica gel interage com espécies básicas devido a natureza ácida do óxido de silício. Baseado nessas informações, explique o comportamento distinto dos dois corantes empregados quando se usa alumina ou sílica como fase fixa. A estrutura dos dois produtos está apresentada abaixo:



Azul de Metileno



Aloaranjado de metila

4. BIBLIOGRAFIA:

1. VOGEL, A.I. *Química orgânica: análise orgânica qualitativa*. Rio de Janeiro, Ao Livro Técnico S. A, 1985. V. 1.
COLLINS, C. H.; BRAGA, G. L.; BONATO, P.S.; *Introdução a Métodos Cromatográficos*, 6ª ed., Ed. UNICAMP, Campinas, 1995.

1. INTRODUÇÃO

Cromatografia é uma das técnicas mais versáteis para a separação de misturas complexas de substâncias. A técnica foi usada, inicialmente, para a separação de substâncias coloridas, de onde adveio sua denominação. O desenvolvimento do método, a partir de 1930, tornou possível sua utilização também para a separação de substâncias incolores. O método baseia-se na migração diferencial das substâncias em um sistema cromatográfico, constituído pela mistura a ser separada, pela fase móvel e pela fase estacionária. A fase móvel é composta de um gás ou um líquido, os quais arrastam a amostra através da fase estacionária, sendo esta constituída de um sólido ou um filme líquido suportado em um sólido. Considerando-se o mecanismo de separação por processos físicos, os métodos cromatográficos podem ser de adsorção ou de partição.

Cromatografia em Camada Delgada (CCD)

A cromatografia em camada delgada é uma das técnicas analíticas mais utilizadas por ser simples, rápida, sensível, de baixo custo e requerer somente miligramas de amostra. O método é usado para determinar o número de componentes de uma mistura, verificar a identidade de substâncias e acompanhar o curso de reações químicas.

A técnica é realizada em placas que contém em uma de suas superfícies um material adsorvente, que constitui a fase estacionária. Os adsorventes são aplicados na forma de suspensão em água, manualmente ou com espalhadores encontrados comercialmente – os mais utilizados são a sílica gel ($\text{SiO}_2 \times \text{H}_2\text{O}$) e o óxido de alumínio (alumina) (Al_2O_3).

As amostras são aplicadas com tubos capilares em uma das extremidades da placa, que é, em seguida, colocada em uma cuba contendo solvente, denominado eluente. As se deslocar pela placa cromatográfica, o eluente arrasta os constituinte da amostras a diferentes alturas da placa, de acordo com a polaridade das substâncias presentes na mistura. **As substâncias menos polares se deslocam mais rapidamente pela placa do que as mais polares.** O deslocamento de uma substância na placa cromatográfica é expresso como valor de R_f , do inglês “ratio to the front”, que é a relação entre a distância percorrida pela substância e a distância percorrida pelo eluente na placa. A visualização das substâncias é conseguida pela revelação das placas por métodos físicos, químicos e até mesmo biológicos, com a utilização de reações enzimáticas.

Exemplos de alguns reveladores:

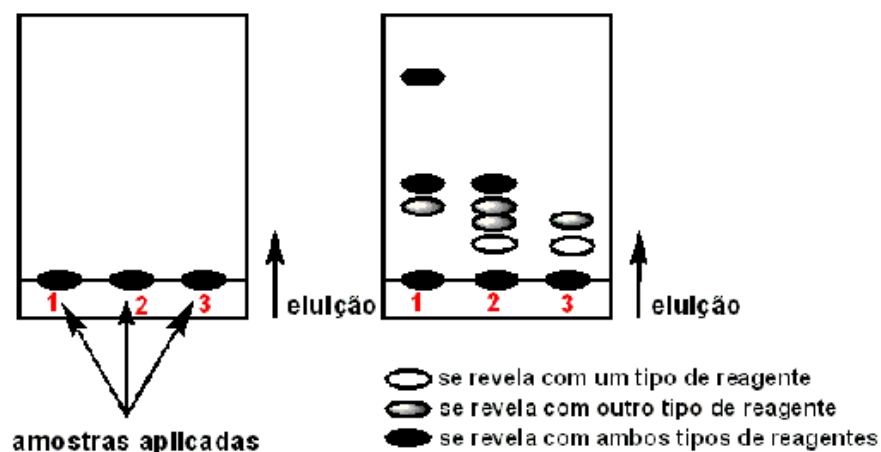
**Vapores de iodo*: revelador para substâncias orgânicas no geral.

**Solução alcoólica de H_2SO_4* : revelador específico para derivados de carboidratos.

**Solução alcoólica de ninhidrina*: revelador específico para aminas.

**Solução alcoólica de 2,4-dinitrofenilhidrazina*: revelador específico para aldeídos e cetonas.

**Luz ultravioleta*: revelador para compostos com sistemas de ressonância extensos.



2. PARTE EXPERIMENTAL:

a. Aplicação da amostra na placa

- Dissolver em béqueres ou vidrinhos, uma pequena quantidade das amostras, alaranjado de metila e azul de metileno.
- Utilizando um capilar, aplicar duas ou três porções da solução de pigmentos sobre uma placa de sílica (2,5 x 7,5 cm) a 1,0 cm de uma das extremidades, conforme orientado pelo professor. Evitar a difusão da mancha de forma que seu diâmetro não deva ultrapassar a 2 mm durante a aplicação da amostra. . Lembrar que as aplicações devem ter o menor diâmetro possível. Deixar o solvente evaporar.
- Traçar uma linha reta na extremidade superior da placa e fazer uma pequena marca lateralmente no nível das aplicações.
- Eluir a placa com as mostras aplicadas na cuba contendo o eluente (clorofórmio).
- Revelar a placa utilizando vapores de iodo como revelador.

b. Desenvolvimento do cromatograma

Preparar uma cuba colocando uma tira de papel de filtro de 4 x 5cm e 5mL de clorofórmio. Esperar o tempo suficiente para que ocorra a completa saturação. Colocar cuidadosamente a placa na cuba, evitando que o ponto de aplicação da amostra mergulhe no solvente. Quando o solvente atingir cerca de 0,5cm do topo da placa, remover a placa e marcar a frente do solvente (linha de chegada da fase móvel). Deixar secar ao ar e observar o número de manchas coloridas.

Observação: As manchas observadas no cromatograma, são normalmente identificadas, em ordem decrescente de valores de R_f .

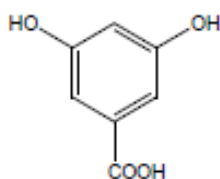
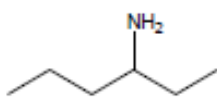
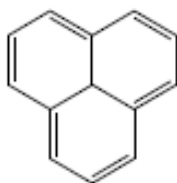
c. Aplicar em outra placa cromatográfica o extrato de cravo, obtido em aula anterior, e o padrão Eugenol.

3. QUESTIONÁRIO:

1) Qual é o significado dos termos FASE MÓVEL, FASE ESTACIONÁRIA, ELUIÇÃO E CROMATOGRAMA?

2) O que é r_f ? Como ele é calculado? Que condições podem modificar seu valor?

3) Observe as estruturas abaixo. Qual delas você esperaria encontrar, após eluição de uma placa com elas, mais retida e menos retida? Por quê?



4. Copiar o cromatograma obtido com os corantes, obedecendo fielmente a distância entre o ponto de aplicação, bem como a distância percorrida por cada substância, iniciando pelo ponto de aplicação até o centro de maior concentração da mancha.



linha traçada

marcação no nível da aplicação

5. Copiar o cromatograma obtido com os extrato de cravo e eugenol, obedecendo fielmente a distância entre o ponto de aplicação, bem como a distância percorrida por cada substância, iniciando pelo ponto de aplicação até o centro de maior concentração da mancha.



linha traçada

marcação no nível da aplicação

4- BIBLIOGRAFIA

1. COLLINS, C. H.; BRAGA, G. L.; BONATO, P. S., *Introdução a métodos cromatográficos*, 6. ed, Campinas, Editora da UNICAMP, 1995.

1. INTRODUÇÃO

A destilação é um método de separação de líquidos misturados com sólidos ou com outros líquidos, baseado nas diferenças dos pontos de ebulição dos diferentes componentes da mistura. O processo consiste no aquecimento de um líquido até seu ponto de ebulição, fazendo-o passar para o estado gasoso e, em seguida, retornar à forma líquida (condensação) por meio da refrigeração do vapor. O líquido obtido da condensação do vapor é chamado de destilado.

O ponto de ebulição é definido como a temperatura na qual a substância passa do estado líquido para o gasoso, ou seja, a temperatura na qual a pressão de vapor do líquido se iguala à pressão externa exercida sobre a superfície do líquido. A pressão de vapor de um líquido é a pressão exercida pelo líquido sobre a sua vizinhança, resultante da saída de moléculas da superfície do líquido na forma gasosa. O aumento da temperatura provoca o aumento da pressão de vapor do líquido, pois o aquecimento aumenta a energia cinética das moléculas, deslocando o equilíbrio para o sentido de formação de gás. A uma determinada temperatura, a pressão de vapor é constante, sendo normalmente expressa pela altura de uma coluna de mercúrio que produza a mesma pressão. As impurezas podem aumentar ou diminuir o ponto de ebulição, dependendo do tipo de interação existente entre elas e o líquido.

Cuidado a ser tomado: no processo de destilação, o aquecimento forma bolhas de vapor na superfície inferior do líquido em contato com o vidro aquecido do balão de destilação. A presença de ar dissolvido no líquido, ou aderido como uma película na superfície áspera do vidro, facilita a formação de bolhas. Com o aquecimento, a pressão dentro da bolha eleva-se acima da pressão atmosférica e, em consequência, a bolha é expelida. Dessa maneira, a presença de pequenas bolhas de ar ou de outros núcleos promove uma destilação regular, na qual a formação de bolhas de vapor ocorre harmoniosamente. Por outro lado, se a mistura líquida não contiver ar dissolvido ou se as paredes do balão de destilação estiverem muito lisas, as bolhas se formarão com dificuldade e a temperatura poderá elevar-se acima do ponto de ebulição do líquido, tornando-o superaquecido. Nessas condições, quando eventualmente se forma uma bolha, a pressão de vapor correspondente à temperatura do líquido é muito maior do que a soma das pressões da atmosfera e da coluna de líquido. Ocorre desprendimento de vapor, a bolha aumenta de tamanho rapidamente e a temperatura do líquido cai ligeiramente, resultando em uma destilação tumultuosa ou irregular. O método mais utilizado para prevenir ou reduzir a destilação tumultuosa é a adição de alguns fragmentos de porcelana não-vidrada (porosa) no balão de destilação. A porcelana libera pequenas quantidades de ar, promovendo uma ebulição regular. A adição dos fragmentos de porcelana deve ser feita antes que a destilação seja iniciada e nunca quando o líquido estiver aquecido, pois poderá ocorrer desprendimento repentino de vapor e o líquido ser projetado para fora do balão de destilação. Caso a destilação tenha que ser interrompida, deve-se adicionar dois ou três fragmentos de porcelana nova antes de reiniciar o aquecimento, pois a porcelana adicionada inicialmente se torna ineficaz devido à absorção de líquido que ocorre durante o resfriamento.

A **destilação simples** envolve apenas um ciclo de vaporização/condensação e é aplicada para separar líquidos com pontos de ebulição muito diferentes, ou seja, que diferem em pelo menos 60°C a 70°C. Geralmente, o método é a última etapa da purificação de uma substância líquida que contenha impurezas não-voláteis ou pequenas quantidades de impurezas voláteis cujos pontos de ebulição sejam muito diferentes do líquido a ser purificado.

Destilação fracionada: é usada para separar líquidos com pontos de ebulição próximos. O ponto de ebulição depende das pressões de vapor dos seus componentes. Uma mistura de dois ou mais fluidos entra em ebulição quando a pressão de vapor total sobre a mistura se iguala à pressão externa. Na destilação fracionada são utilizados os mesmos materiais da destilação simples, acrescentando-se uma coluna de fracionamento.

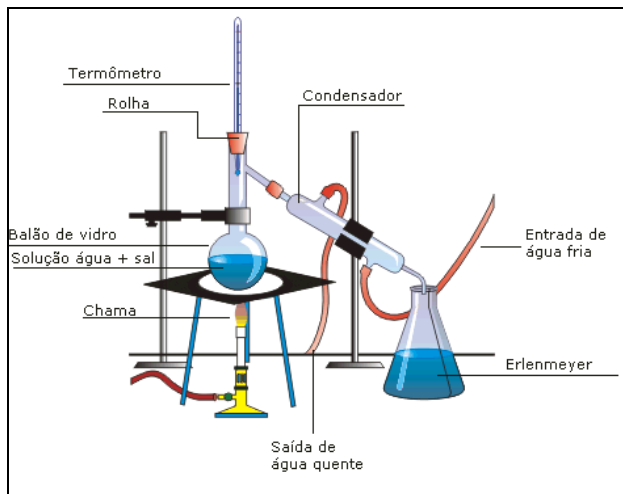


Figura 1: Destilação simples

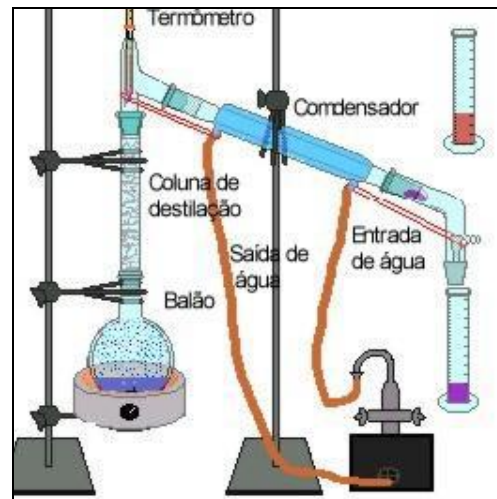


Figura 2: Destilação fracionada

Destilação com evaporador rotatório: a remoção rápida de um solvente, com recuperação do mesmo, é conseguida com o uso de um evaporador rotatório, conforme ilustração mostrada abaixo. Como o evaporador rotatório é adaptado a um sistema de vácuo e possui um sistema de rotação do balão de destilação, o solvente é destilado a baixa temperatura e num certo período. O sistema de rotação torna desnecessário o uso de fragmentos de porcelana, pois a agitação da mistura previne a destilação tumultuosa.



Figura 3: Destilação com rotavapor.

Procedimento de destilação:

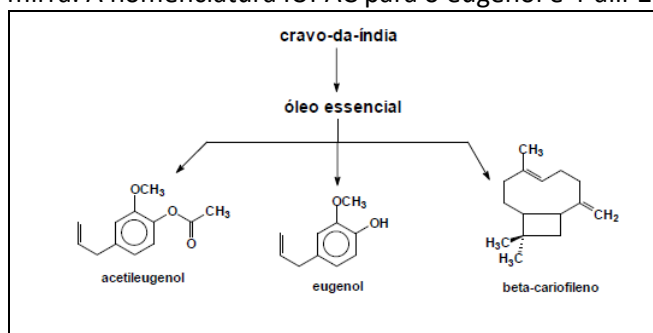
1. Montar a aparelhagem de destilação conforme a ilustração acima. Cuidado: as peças de vidro usadas em destilação são muito frágeis e devem ser manipuladas com cuidado para evitar ferimentos a você e quebras.
2. Iniciar a montagem pelas garras e suporte universal.
3. Adicionar a mistura a ser destilada ao balão fora da manta aquecedora para evitar que, caso ocorra derramamento de líquido, ele não atinja o tecido da manta. Acrescentar algumas pérolas de vidro.
4. Conectar o balão à garra do suporte e fixá-lo a uma altura em que ele fique próximo ao fundo da manta sem tocá-la. Conectar a junta de destilação.
5. Adaptar as mangueiras ao condensador antes de fixá-lo ao suporte. Atenção: a entrada da corrente de água é na parte inferior dele.
6. Conectar o condensador à junta de destilação e à garra do suporte.
7. Conectar o termômetro à junta de destilação.
8. Ligar o aquecimento após certificar-se que todo o material está conectado e a torneira de água aberta.
9. Anotar a temperatura de ebulição (temperatura na qual as gotas de destilado começar a se formar).
10. Recolher o destilado até um volume que não leve à secura no balão com a mistura.
11. Desligar o aquecimento e, quando não houver mais gotejamento de destilado, fechar a torneira de água.

2. EXTRAÇÃO DO OLÉO ESSENCIAL DO CRAVO

O cravo é uma planta usada como tempero desde a antiguidade: era uma das mercadorias entre as especiarias da China, que motivaram inúmeras viagens de navegadores europeus para o continente asiático. Na China, os cravos eram usados não só como condimentos, mas também como anti-séptico bucal: qualquer pessoa com audiência com o imperador precisava mascar cravos para prevenir o mau hálito.

Os principais consumidores de cravo, no mundo, são os habitantes da Indonésia, responsável pelo consumo de mais de 50% da produção mundial. No entanto, o principal uso não é na cozinha: cigarros aromatizados com cravo são extremamente populares e quase todos os homens da Indonésia são usuários.

O conteúdo total de óleo em cravos (de boa qualidade) chega a 15%. O óleo é constituído, basicamente, por eugenol (70 a 80%), acetileugenol (15%) e beta-cariofileno (5 a 12%). O eugenol é um composto aromático que está presente também na canela, sassafrás e mirra. A nomenclatura IUPAC para o eugenol é 4-alil-2-metoxifenol.



O cravo também tem sido utilizado, há mais de 2000 anos, como uma planta medicinal. Os chineses acreditavam em seu poder afrodisíaco. O óleo de cravo é um potente anti-séptico. Seus efeitos medicinais compreendem o tratamento de náuseas, flatulências, indigestão, diarreia, tem propriedades antibacterianas, e é também usado como anestésico e anti-séptico para o alívio de dores de dente.

O processo de extração do eugenol é baseado na sua lipossolubilidade, podendo ser facilmente extraído por um solvente orgânico (lipossolúvel).

3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL:

1. Pesar 2 g de cravo-da-índia, picá-lo em pequenas partes com as mãos ou tesoura, e transferi-lo para um erlenmeyer de 125 mL com tampa;
2. Adicionar 20 mL de diclorometano, medidos em proveta, e agitar o frasco tampado por 10 minutos;
3. Filtrar a mistura em papel de filtro pregueado para béquero de 50 mL previamente tarado, lavando resíduo no papel com 10 mL de diclorometano;
4. Evaporar o solvente no aparelho de rotavapor;
5. Analisar o resíduo obtido quanto ao cheiro e cor. Guardar o resíduo e identificá-lo

4. QUESTIONÁRIO:

1. Que funções químicas existem na estrutura do eugenol?
2. Qual é a fórmula molecular do eugenol? E a massa molecular?
3. Por que o ponto de ebulição da mistura em uma destilação a vapor é menor do que o ponto de ebulição de cada componente puro?

4. Que propriedades deve ter uma substância para ser “arrastável” por vapor?

5. Quais as vantagens de uma destilação a vapor?

6. Quando se deve utilizar a destilação a vapor?

7. Quando se deve utilizar a destilação simples?

8. Guardar o extrato para a aula de cromatografia em camada.

5. BIBLIOGRAFIA:

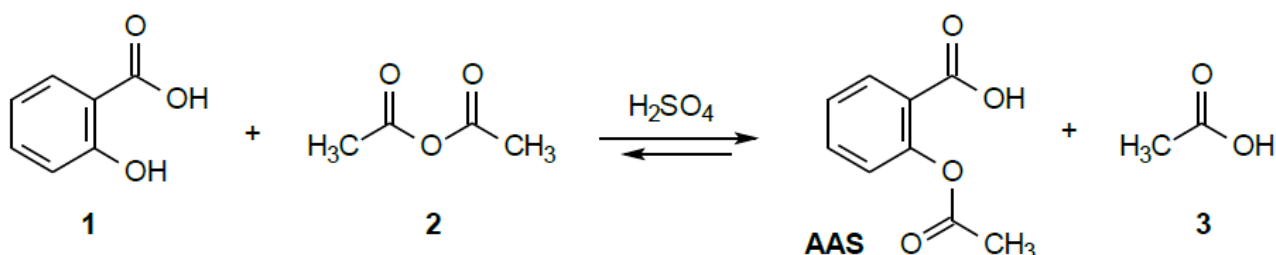
1. SOARES, B.G.; SOUSA, N.A. da; PIRES, D.X. *Química orgânica: teoria e técnicas de preparação purificação e identificação de compostos orgânicos*. Rio de Janeiro, Guanabara, 1988.
2. VOGEL, A. I. *Química orgânica: análise orgânica qualitativa*. 2. ed., Rio de Janeiro, Ao Livro Técnico S. A., 1981.
3. ALLINGER, N. L.; CAVA, M. P.; JONG, D. C. de; et al. *Química orgânica*. 2. ed., Rio de Janeiro, Guanabara Dois. 1976.
4. SANTOS, C.A. M; TORRES, K.R.; LEONART, R., *Plantas medicinais: herbarium, flora et scientia*. São Paulo: Ícone. 1988
5. ROBBERS, J. E.; SPEEDIE, M. K.; TYLER, V. E. *Farmacognosia biotecnologia* São Paulo: Editorial Premier, 1997.

1. INTRODUÇÃO

O ácido acetilsalicílico (AAS), também conhecido como Aspirina®, é um dos remédios mais populares mundialmente. Milhares de toneladas de AAS são produzidas anualmente, somente nos Estados Unidos. O AAS foi desenvolvido na Alemanha há mais de cem anos por Felix Hoffmann, um pesquisador das indústrias Bayer. Este fármaco de estrutura relativamente simples atua no corpo humano como um poderoso analgésico (alivia a dor), antipirético (reduz a febre) e antiinflamatório. Tem sido empregado também na prevenção de problemas cardiovasculares, devido à sua ação vasodilatadora.

A síntese da aspirina é possível através de uma reação de acetilação do ácido salicílico **1**, um composto aromático bifuncional (ou seja, possui dois grupos funcionais: fenol e ácido carboxílico). Apesar de possuir propriedades medicinais similares às do AAS, o emprego do ácido salicílico como um fármaco analgésico e antipirético é severamente limitado por seus efeitos colaterais, ocasionando profunda irritação na mucosa da boca, garganta, e estômago.

A reação de acetilação do ácido salicílico **1** ocorre através do ataque nucleofílico do grupo -OH fenólico sobre o carbono carbonílico do anidrido acético **2**, seguido de eliminação de ácido acético **3**, formado como um sub-produto da reação. É importante notar a utilização de ácido sulfúrico como um catalisador desta reação de esterificação, tornando-a mais rápida e prática do ponto de vista comercial.



A maior impureza no produto final é o próprio ácido salicílico, que pode estar presente devido a acetilação incompleta ou a partir da hidrólise do produto durante o processo de isolamento. Este material é removido durante as várias etapas de purificação e na recristalização do produto. O ácido acetilsalicílico é solúvel em etanol e em água quente, mas pouco solúvel em água fria. Por diferença de solubilidade em um mesmo solvente (ou em misturas de solventes), é possível purificar o ácido acetilsalicílico eficientemente através da técnica de recristalização.

2. PROCEDIMENTO

Preparo do ácido acetil salicílico

1. Pesar 1 g de ácido salicílico e transferir para um erlenmeyer de 150 mL.
2. Medir, com cuidado e sob a proteção da capela, 5 mL de anidrido acético e juntar ao sólido, sob agitação manual. Adicionar à mistura 5 gotas de ácido sulfúrico concentrado. **CUIDADO:** Anidrido acético e ácido sulfúrico causam graves queimaduras.
3. Tampar o erlenmeyer com vidro de relógio pequeno e submetê-lo a agitação e aquecimento MUITO brando.
4. Manter a mistura reagente dessa forma por 15 minutos.
5. Desligar o aquecimento e agitação e resfriar o frasco com a mistura reagente sob água corrente e agitação manual.

6. Adicionar ao erlenmeyer cerca de 50 mL de água destilada gelada, tampá-lo e agitar vigorosamente. Deixar o sistema em repouso e verificar, de tempo em tempo, se um sólido é formado. Caso o mesmo demore a surgir, atritar as paredes internas do frasco com bastão de vidro.
7. Uma vez solidificado, filtrar a mistura a vácuo em papel de filtro tarado e transferir o sólido para o vidro de relógio grande. Filtrar sob sucção utilizando funil de Buchner e lavar duas vezes com 5 mL de água gelada.
8. Deixar secar ao ar livre para, na próxima aula determinar-se o rendimento bruto da reação e proceder a purificação do produto.
9. Secar a aspirina, ao ar ou na estufa a 50 °C, pesar o produto e determinar o rendimento percentual da reação.

Purificação do Ácido Acetil Salicílico

Dissolver o produto bruto em béquer de 100 mL usando 10 mL de álcool etílico, aquecendo em banho-maria. Verter a solução alcoólica quente sobre 22 mL de água quente contida em um béquer de 100 mL. Caso haja precipitação, dissolver por aquecimento em banho-maria. Deixar em repouso na geladeira. Cristais sobre a forma de agulha serão obtidos. Filtrar em Buchner, lavar com alguns mL de água gelada e depois com alguns de álcool gelado. Secar ao ar ou em estufa a 50°C. Pesar e determinar o rendimento da aspirina. Fazer uma placa cromatográfica usando padrão de ácido salicílico e ácido acetilsalicílico.

2. QUESTIONÁRIO

1. Escreva a reação que mostra o mecanismo de formação do ácido acetilsalicílico?

2. Calcule a quantidade em mols de cada reagente. Há algum excesso?

3. O que pode ser esperado em termos de hidrossolubilidade do produto formado em comparação ao material de partida? Por quê?

4. BIBLIOGRAFIA

1. MANO E.B.; SEABRA, A.P. *Práticas de química orgânica*. 3. ed, São Paulo, Edgard Blücher LTDA, 1987.
2. ALLINGER, N. L.; CAVA, M. P.; JONG, D. C. de; et al. *Química orgânica*. 2. ed., Rio de Janeiro, Guanabara Dois. 1976.
3. SILVERSTEIN, R.M.; BASSLER, G.C.; MORRIL, T.C., *Identificação espectrométrica de compostos orgânicos*. 5. ed, Rio de Janeiro, Guanabara Koogan S. A. 1994.