EXPERIMENTOS DE QUÍMICA ORGÂNICA

na perspectiva da Química Verde

Vol. 2 – Sínteses

UEPG
Universidade Estadual de Ponta Grossa

proex
PRÓ-REITORIA DE EXTENSÃO E ASSUNTOS CULTURAIS

Experimentos de Química Orgânica na perspectiva da Química Verde vol. 2 - Técnicas

Universidade Estadual de Ponta Grossa
proex
PRÓ-REITORIA DE EXTENSÃO E ASSUNTOS CULTURAIS
Versus
universidade sem fronteiras
QUIMIDEX ambiental
beyondbenign green chemistry education

Autores: Beatriz Martins Torati, Cássia Gonçalves Magalhães, Célia Regina Carubelli, Elisson Olczewski, Fernanda Ossovski Podolan da Rosa, Gabriely Cristiny Braga, Juliane Pscheidt Alves, Leandra Silvéria Gonçalves, Lorena do Rocio Gebeluca, Marilei Casturina Mendes Sandri, Matheus José Prestes, Rosane Kauany Romão, Suellen Aparecida Alves e Ulisses Miranda Máximo

Revisoras: Cássia Gonçãlves e Larissa Sens

Universidade Estadual de Ponta Grossa

Reitor da Universidade Estadual de Ponta Grossa
Miguel Sanches Neto

Pró-Reitoria de Extensão e Assuntos Culturais
Beatriz Gomes Nadal

Diretora de Extensão Universitária
Marina Tolentino Marinho

E96 Experimentos de Química Orgânica na perspectiva da Química Verde: sínteses [livro eletrônico] / Cássia Gonçalves Magalhães ... [et al]. Ponta Grossa: UEPG / PROEX, 2025.

193p.; E-book: PDF. (Apostila, vol. 2)

ISBN: 978-85-66964-28-8

1. química. 2. química orgânica. 3. química - experiências. I. Magalhães, Cássia G. II. Carubelli, Célia R. III. Sandri, Marilei C. M. IV. Alves, Suellen A. V. Gonçalves, Leandra S. VI. Torati, Beatriz M. VII. Olczewski, Elisson. VIII. Rosa, Fernanda O. P. da. IX. Braga, Gabriely C. X. Alves, Juliane P. XI. Gebeluca, Lorena do R. XII. Prestes, José M. XIII. Romão, Rosane K. XIV. Máximo, Ulisses M. XVI. T.

CDD: 547

Elaborado por Rodrigo Pallú Martins – CRB 9/2034/O

Agradecimentos

Agradecemos à Secretaria de Estado de Ciência, Tecnologia e Ensino Superior (SETI), ao Programa de Extensão Universidade Sem Fronteiras (USF), e também ao Projeto CNPq Pró-Humanidades 420046/2022-4 Quimidex Ambiental, de Ciência para o Desenvolvimento Ambiental, pelas bolsas concedidas, que possibilitaram e incentivaram as ações necessárias para que este projeto fosse bem sucedido. Além disso, agradecemos também ao grupo Beyond Benign, que nos concedeu uma premiação fundamental para o progresso e aprimoramento de nossos objetivos.

A todos os profissionais, orientadores e orientandos, pelo apoio, contribuições e dedicação durante o desenvolvimento do projeto. Juntos, construímos não apenas experimentos notáveis, mas também uma experiência educacional enriquecedora que moldará nosso futuro acadêmico e profissional.

Apresentação

A apostila **Experimentos de Química Orgânica na Perspectiva da Química Verde** conta com experimentos que contemplam técnicas de separação e caracterização de compostos orgânicos, bem como protocolos de síntese que são trabalhados no ensino da Química Orgânica na maioria das universidades. Tratam-se de experimentos clássicos, mas que sofreram adaptações no intuito de deixálos ambientalmente mais seguros. Para cada um dos protocolos está apresentada a Estrela Verde, demonstrando graficamente o quão verde é cada procedimento e quais os princípios da Química Verde foram contemplados. Por se tratar de uma edição virtual, foi idealizado um layout mais descontraído e atraente para o público jovem. A proposta de atividades de pré- e pós-laboratório visa instigar o aluno sobre a necessidade do conhecimento prévio de características dos reagentes a serem utilizados durante a aula, bem como do cuidado com o descarte correto dos resíduos gerados. São elencadas questões relativas aos experimentos, que podem ser trabalhadas da forma que melhor convier ao professor.

Almeja-se, dessa forma, estimular a reflexão dos estudantes sobre como a Química Orgânica pode evoluir em consonância com a sustentabilidade.

Sumário

Informações gerais

1. Os princípios da Química Verde.....7
2. Análise da verdura de um experimento: o uso da estrela verde.....8
3. Métricas de Verdura.....11

Experimentos

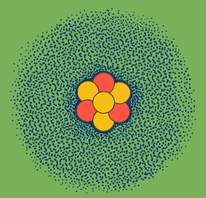
1. Síntese do Ácido Acetilsalicílico.....17
2. Síntese da Dibenzalacetona.....31
3. Síntese do Biodiesel.....44
4. Síntese do Acetado de Isopentila.....58
5. Síntese do Salicilato de Metila.....70
6. Síntese do Salicitato de Etila.....82
7. Síntese do Ciclohexeno.....94
8. Síntese do Cloreto de t-butila.....107
9. Síntese da Acetanilida.....120
10. Síntese da p-Nitroacetanilida.....133
11. Síntese da Ciclohexanona.....146
12. Preparo de Biopolímeros.....162
13. Reação de Saponificação.....174

Tabela GHS.....190

OS PRINCÍPIOS DA QUÍMICA VERDE

1

PREVENÇÃO DE RESÍDUOS

2

ECONOMIA ATÔMICA

3

SÍNTESES MENOS PERIGOSAS

4

DESENHO DE PRODUTOS SEGUROS

5

SOLVENTES E AUXILIARES SEGUROS

6

EFICIÊNCIA ENERGÉTICA

7

USO DE MATÉRIAS-PRIMAS RENOVÁVEIS

8

REDUÇÃO DAS DERIVATIZAÇÕES

9

CATÁLISE

10

DESENHO DE PRODUTOS DEGRADÁVEIS

11

ANÁLISE EM TEMPO REAL PARA PREVENÇÃO DE ACIDENTES

12

QUÍMICA INTRINSECAMENTE SEGURA PARA PREVENÇÃO DE ACIDENTES

Fonte: www.acs.org/content/acs/en/greenchemistry/principles/

ANÁLISE DA VERDURA DE UM EXPERIMENTO: O USO DA ESTRELA VERDE

A presente apostila tem como objetivo apresentar experimentos com base na Química Verde, trazendo opções de protocolos em que se tenta aplicar os seus princípios, melhorando, portanto, a verdura da química praticada pelos alunos. Para conseguirmos identificar se os experimentos apresentados são de fato mais sustentáveis comparados aos protocolos convencionais, utilizamos a chamada Estrela Verde. Essa métrica consiste na avaliação da verdura do experimento, ou seja, avaliar se ele é verde ou não. Para cada princípio é atribuído o valor de 1 a 3, sendo 3 o valor máximo de verdura. É importante ressaltar que esta avaliação faz uso de critérios previamente estabelecidos como risco a saúde e ao meio ambiente.

Inicia-se um estudo sobre o roteiro do experimento verificando todas as substâncias envolvidas; matéria-prima, produtos, subprodutos e substâncias auxiliares. Na sequência são avaliados os riscos para a saúde humana, ambiente e de possíveis acidentes químicos, são recolhidos os símbolos de perigo de cada substância, bem como informações para identificar se as substâncias são renováveis e se decompõem em produtos de degradação inócuos. Após a análise dos parâmetros estabelecidos, um gráfico é gerado: a Estrela Verde.

ANÁLISE DA VERDURA DE UM EXPERIMENTO: O USO DA ESTRELA VERDE

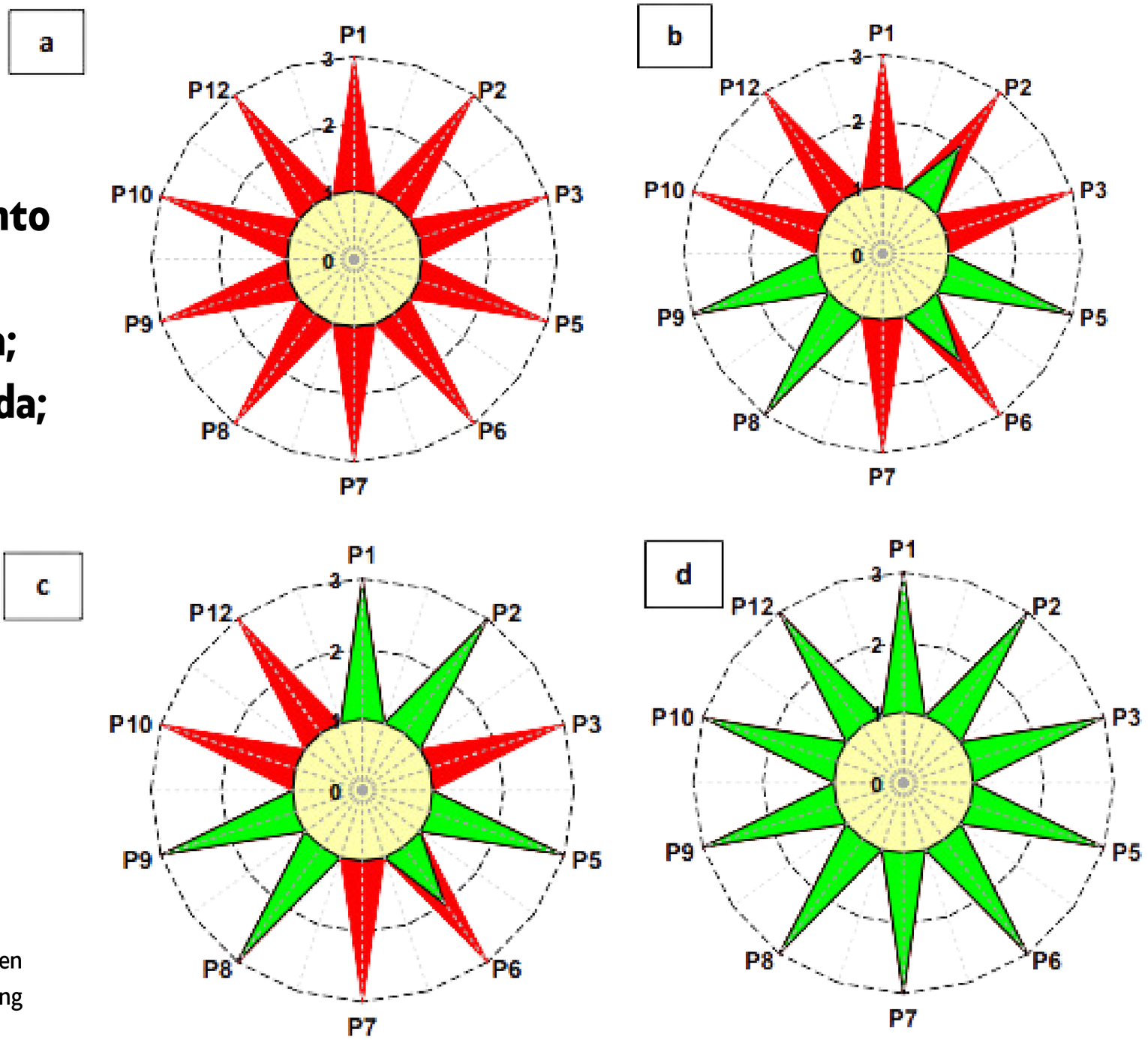
A Estrela Verde pode ser composta por 12 pontas em caso de sínteses e 6 pontas em atividades que não envolvem síntese. Cada ponta representa um princípio da química verde, que são: prevenção, economia atômica, síntese menos perigosa, produtos químicos mais seguros, solventes e auxiliares mais seguros, eficiência energética, matérias primas renováveis, reduzir os derivativos, catálise, design para degradação, análise em tempo real para prevenção da poluição e química inerentemente mais segura para prevenção de acidente. Caso o experimento não contemple os 12 princípios, o número de vértice da estrela será igual ao número de princípios usados para avaliar a reação química e o comprimento dos vértices será preenchido proporcional ao atingido a cada princípio aplicado (Figura 1). Portanto, quanto maior a área significa que mais verde é a reação. Vale lembrar que a estrela verde pode ser realizada antes do experimento ser executado.

Figura 1. Possibilidades de preenchimento da estrela.

a) estrela que não apresenta verdura;

b) e c) estrelas parcialmente preenchida;

d) estrela totalmente preenchida, apresentando uma verdura ideal.



Fonte: Ribeiro, M. G. T. C.; Costa, D. A.; Machado, A. A. S. C.; "Green Star": a holistic Green Chemistry metric for evaluation of teaching laboratory experiments; GC Letters & Reviews. 2010, 3, 149-159.

MÉTRICAS DE VERDURA QUÍMICA

A avaliação quantitativa dos processos químicos, no decorrer de quase toda a história da Química, esteve voltada exclusivamente para o produto principal, seu rendimento e sua viabilidade econômica. Contudo, atualmente, em decorrência das questões ambientais, faz-se necessário quantificar também os resíduos gerados e avaliar a possibilidade de atenuar sua geração. Disso decorre o surgimento das métricas de verdura química (VQ) [1]. Portanto, de maneira bastante simplificada, as chamadas métricas de VQ se encarregam de avaliar o quanto, ou em que extensão, um processo ou síntese cumpre os objetivos prescritos pelos princípios da QV. Ou ainda, as métricas da Química Verde ou métricas de VQ podem ser consideradas "ferramentas para aferir a concretização do objetivo fundamental da Química Verde, o decréscimo dos impactos negativos da Química sobre o ambiente MACHADO (2014, p. 15)".

[1] Na literatura são encontrados os termos equivalentes "verdura" (Machado, 2014); "grau verde" (Tasso, 2018) e greenness (Dicks, 2018).

MÉTRICAS DE VERDURA QUÍMICA

Essas métricas também permitem a identificação dos aspectos de baixa verdura química, tornando possível a elaboração de estratégias de intervenção que podem melhorar a verdura química global. As métricas de VQ podem ser categorizadas de acordo com seus diferentes propósitos – de massa, ambientais, energéticas, econômicas ou holísticas, sendo que neste volume nos deteremos às métricas de massa ou materiais.

Essas métricas foram originalmente concebidas para avaliar a eficácia na realização das reações quanto à obtenção de elevada produtividade atômica – que maximiza a utilização dos recursos naturais – e quanto a geração de resíduos.

Os processos químicos são altamente materializados, ou seja, todos os processos químicos envolvem grande e variada quantidade de matérias-primas o que resulta na geração de resíduos ao término processos. Daí decorre a importância de avaliar:

i) o consumo de matérias-primas e a sua incorporação no produto desejado;

ii) a geração de resíduos, tendo como objetivo final otimizar a utilização do material inicialmente emprego.

MÉTRICAS DE VERDURA QUÍMICA

Para tanto, neste material, propõe-se o uso das seguintes métricas Economia Atômica (EA), Eficiência de Massa de Reação (RME), Eficiência de Massa (ME) e Fator E (Environmental Factor), cujas fórmulas e finalidades são descritas a seguir.

MÉTRICA	FÓRMULA
EA	$EA = \frac{\text{MM produto principal}}{\Sigma\ \text{MM reag. estequiometricos}}$
RME	$\text{RME} = \frac{\text{m produto principal}}{\Sigma\ \text{m total reag. estequiometricos}} x100$
ME	$ME = \frac{\text{m produto principal}}{\Sigma\ \text{m total de reagentes} *} x\ 100$
FATOR E	$\text{E} = \frac{\text{m total de resíduos}}{m\ produto\ principal}$

*** INCLUI SOLVENTES, AUXILIARES E CATALISADORES QUANTO EM QUANTIDADES APRECIÁVEIS.**

MÉTRICAS DE VERDURA QUÍMICA

MÉTRICA	FINALIDADE
EA	Métricas direta e teórica de VQ. A EA indica qual seria o limite máximo de incorporação de reagentes ao produto. Pode ser calculada a priori, a partir dos dados da equação estequiométrica.
RME	Métrica direta de VQ e calculada a posteriori. Avalia a incorporação de reagentes ao produto. Emprega a massa de reagentes efetivamente utilizadas e a de produto efetivamente obtido. Sendo assim, os possíveis excessos de reagentes são considerados.
ME	Métrica direta de QV e a aplicada a posteriori. Inclui a totalidade de reagentes. RME e ME podem ter o mesmo valor em uma reação na qual não houver uso de solventes e auxiliares, além dos reagentes estequiométricos.
FATOR E	Métrica inversa à VQ. Avalia a extensão da formação de resíduos em um determinado processo químico.

REFERÊNCIAS

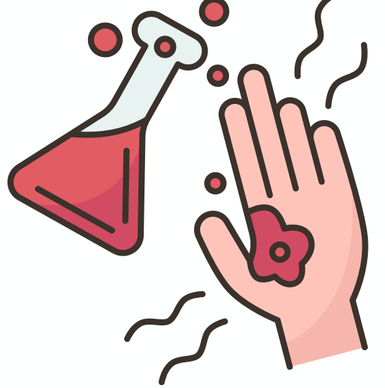
DICKS, A. P. Teaching reaction efficiency through the lens of green chemistry: Should students focus on the yield, or the process? Current Opinion in Green and Sustainable Chemistry. V.13, p.27–31, 2018.

MACHADO, A.A.S.C. Introdução às Métricas da Química Verde: uma visão sistêmica. Florianópolis: UFSC, 2014.

TASSO, J.F.N. A experimentação no curso de Licenciatura em Química da UFSCar (campus São Carlos): aproximações e distanciamentos à Química Verde. Dissertação (Mestrado). Programa de Pós-Graduação em Educação, da Universidade Federal de São Carlos, São Carlos. 139 p.

Não se esqueça da obrigatoriedade de se usar vidraria volumétrica! Todas as práticas devem ser realizadas!

SEGURANÇA NO LABORATÓRIO



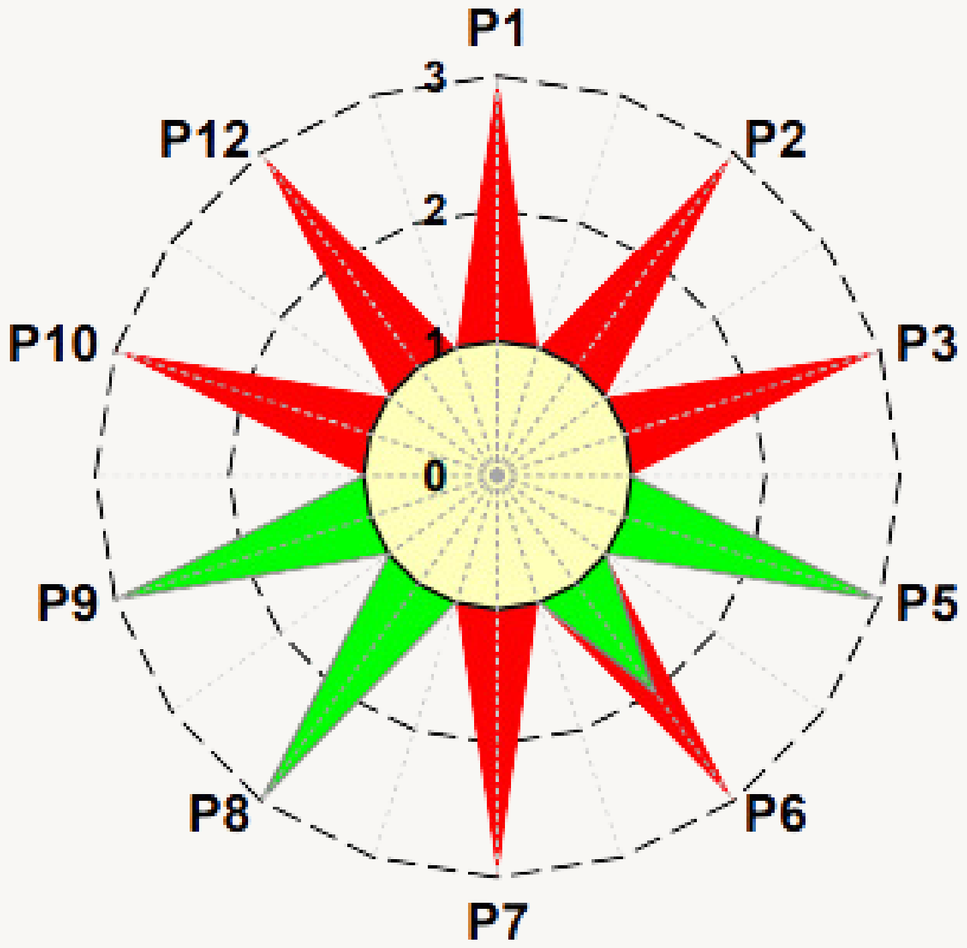
A FDS (Ficha de Dados de Segurança) é um documento, obrigatório pela lei, que descreve os perigos dos produtos químicos, indo desde as condições seguras de manuseio até as condições de armazenamento dos produtos.
O documento se utiliza de vários recursos, como pictogramas, frases de perigo, informações de transporte, entre outros.

Talvez você já tenha visto algo assim em algum lugar:

PORTANTO, SEMPRE UTILIZAR ESTE DOCUMENTO ANTES DAS AULAS PRÁTICAS, PARA AFERIÇÃO DOS PERIGOS DOS REAGENTES USADOS DURANTE A AULA!

SÍNTESE DO ÁCIDO ACETILSALICÍLICO (AAS)

ESTRELA VERDE DO EXPERIMENTO



IPE= 35%

PRÉ-LABORATÓRIO

1. Consultando a FDS, identifique os perigos físicos, químicos e de saúde dos produtos químicos usados durante a prática, de acordo com a GHS.

Substâncias	Código de perigo GHS	Medidas de proteção	Frase de perigo de acordo com a FDS	Renovabilidade e Degradabilidade

*A tabela GHS se encontra ao final da apostila.

PRÉ-LABORATÓRIO

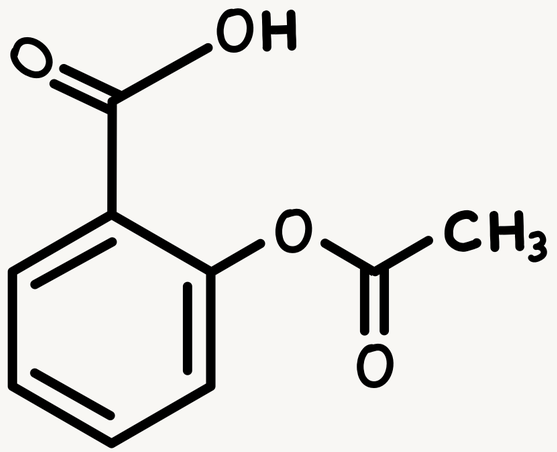
2. Qual é o efeito do grupo acetila no caráter ácido do ácido acetilsalicílico em comparação com o ácido salicílico? Como essa modificação química influencia a solubilidade do composto?

3. Qual a faixa de temperatura de fusão do ácido acetilsalicílico?

ÁCIDO ACETILSALICÍLICO

Há algumas divergências sobre quem foi responsável pela síntese do ácido acetilsalicílico. Uma das versões mais aceitas diz que o composto foi sintetizado pela primeira vez em 1897 pelo químico alemão Felix Hoffmann, que trabalhava para a empresa farmacêutica Bayer. Ele foi desenvolvido como uma alternativa mais suave e palatável ao ácido salicílico, que era usado para tratar dores e febres, mas causava irritação gástrica significativa.

O ácido acetilsalicílico possui fórmula química $C_9H_8O_4$.
A adição do grupo acetila torna a substância menos irritante para o estômago do que o ácido salicílico puro.
É caracterizado por se encontrar na forma de pequenos cristais ou pó branco, com gosto amargo e moderadamente solúvel em água.



ÁCIDO ACETILSALICÍLICO

A síntese do ácido acetilsalicílico, comercialmente conhecido como Aspirina, ocorreu por meio de uma reação entre o ácido salicílico e o anidrido acético, geralmente usando o ácido sulfúrico como catalisador, sendo formado também o ácido acético. Essa reação é chamada de reação de acetilação.

$$C_7H_6O_3(s) + C_4H_6O_3(l) \xrightarrow{H_2SO_4} C_9H_8O_4(s) + CH_3COOH(l)$$

OBJETIVOS

- Realizar a síntese do ácido acetilsalicílico por meio de reação da acetilação.

MATERIAIS E REAGENTES

MATERIAIS

- Erlenmeyer de 250 mL;
- Béquer de 100 mL;
- Béquer de 250 mL;
- Banho de vapor;
- Banho de gelo;
- Sistema para filtração a vácuo.

REAGENTES

- Ácido Salicílico;
- Anidrido Acético;
- Ácido Sulfúrico concentrado;
- Etanol 96%;
- $FeCl_3$ 1%;
- Acetato de Sódio;
- Água destilada.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL*

1 *Síntese*

1. Transferir 2,0 g de ácido salicílico (AS) para um erlenmeyer de 250 mL;
2. Pipetar 4 mL de anidrido acético. Na sequência, adicionar 0,40 g de acetato de sódio;
3. Agitar suavemente até dissolver o AS. Em seguida, aquecer em banho-maria por 40 minutos a 40°C com agitação contínua;
4. Deixar a mistura esfriar e adicionar 30 mL de água para precipitação do AAS;
5. Filtrar a vácuo;
6. Transferir o sólido para um béquer e acrescentar 3 mL de etanol 96%. Levar ao banho-maria em torno de 50°C até completa dissolução.

➤ *Purificação*

1. Adicionar 20 mL de água destilada para formação dos cristais. Filtrar a vácuo, deixar secar e pesar o material obtido;
2. Calcular o rendimento, o fator E e eficiência de massa (ME)

*Nota: experimento adaptado de Domingues, Magalhães, Sandri, 2022.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL*

- *Teste de pureza com cloreto férrico*

1. Realizar a mistura de uma pequena quantidade da amostra de AAS com água e aquecer por alguns minutos;
2. Resfriar e em seguida adicionar 5 gotas de cloreto férrico;
3. Para a presença de ácido salicílico, observa-se a coloração violeta.

*Nota: experimento adaptado de Pavia, *et al*, 2009.

REGISTROS PRÁTICOS

PÓS-LABORATÓRIO

1.Pela estequiometria da reação para produção do AAS, verifique se um dos reagentes se encontra em excesso.

2.Demonstre o mecanismo da reação entre o anidrido acético e o ácido salicílico.

3.Provavelmente, qual a impureza a ser removida do produto final (AAS)? Como isto poderia ser feito no laboratório?

4.Explique o papel do catalisador na síntese do AAS.

PÓS-LABORATÓRIO

5. Complete a tabela de gerenciamento de resíduos:

Reagentes usados nesta aula	Reaproveitamento	Tratamento	Descarte

*Classificar como: R.O.H: Resíduo Orgânico Halogenado; R.O.N: Resíduo Orgânico Não Halogenado; R.I.T: Resíduo Inorgânico Tóxico; R.I.N: Resíduo Inorgânico Não Tóxico.

Referências Bibliográficas

CARVALHO, R. B. **Munição contra dor, febre e inflamação.** Ciência Hoje, v. 26, n. 153, p. 76-77, 1999.

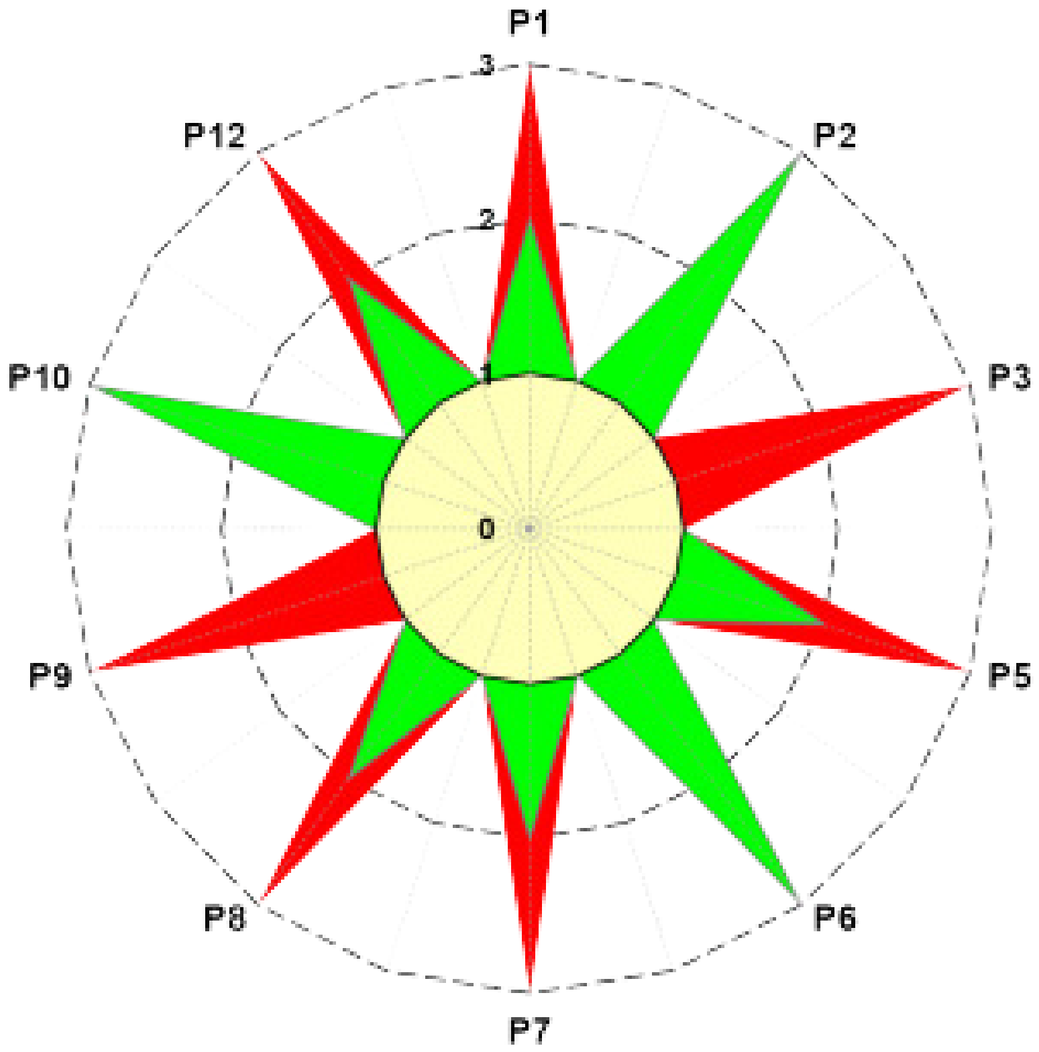
DOMINGUES, L. A.; MAGALHÃES, C. G.; SANDRI, M. C. M. **Síntese do Ácido Acetilsalicílico: Uma proposta para Laboratórios de Graduação empregando a Química Verde.** Futuro do Pretérito na Celebração do Ano Internacional das Ciências Básicas para o Desenvolvimento Sustentável da UNESCO: Reflexões a partir do Ensino de Química, Educação Química, Sustentabilidade e a Semana de Arte Moderna no Brasil, 2022.

PAVIA, D. L.; *et al*. **Química Orgânica Experimental**. 2. ed. Porto Alegre: Brookmam, 2009.

SÍNTESE DA DIBENZALACETONA

START

Estrela Verde do Experimento



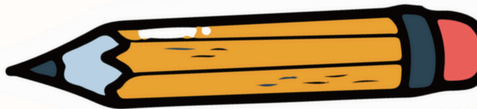
IPE = 55%

Pré-laboratório

1. Consultando a FDS, identifique os perigos físicos, químicos e de saúde dos produtos químicos usados durante a prática, de acordo com a GHS.

Substâncias	Código de perigo GHS	Medidas de proteção	Frase de perigo de acordo com a FDS	Renovabilidade e Degradabilidade

*A tabela GHS se encontra ao final da apostila.



Pré-laboratório

2.Escreva a reação que ocorre e indique os reagentes, o catalisador e o solvente.

3.Como se caracteriza uma reação de condensação aldólica??

4.Considerando a estrutura química da dibenzalacetona, explique por que ela pode ser utilizada em formulações de protetores solares.

A Dibenzalacetona

A Dibenzalacetona é uma substância orgânica com fórmula molecular $C_{17}H_{14}O$. Apresenta-se como um sólido de cor amarela que, a depender de sua pureza, pode se apresentar em cristais, possuindo propriedades hidrofóbicas e sendo solúvel em etanol, acetona e clorofórmio.

A dibenzalacetona é obtida por um mecanismo de condensação aldólica, também chamado de condensação de Claisen Schmidt.

Seu principal uso é na indústria de cosméticos, uma vez que essa substância é o principal componente dos protetores solares. Isso se deve ao fato de que, normalmente, os grupos conjugados contendo ligações duplas alternadas ou anéis aromáticos são eficazes na absorção de radiação UV. A dibenzalacetona possui dois anéis benzênicos conjugados, formando um sistema conjugado extenso. Essa conjugação de elétrons na molécula permite que ela absorva a luz UV, atuando como um filtro solar ao impedir que a radiação prejudicial alcance a pele.

Objetivos

- Realizar a síntese da dibenzalacetona por meio de uma reação de adição nucleofílica e condensação aldólica, e purificar a dibenzalacetona obtida através do processo de recristalização.

Materiais e reagentes

Materiais

- Erlenmeyer de 100 mL;
- Chapa de aquecimento;
- Barra de agitação magnética;
- Banho de gelo;
- Sistema de filtração a vácuo.

Reagentes

- Etanol;
- Hidróxido de sódio NaOH 10%;
- Benzaldeído;
- Acetona.

Procedimento Experimental

Síntese

1. Em um erlenmeyer de 100 mL, acrescentar uma barra de agitação magnética. Adicionar 7,5 mL de etanol, 5,4 mL de NaOH 10%, seguidos de 1,5 mL de benzaldeído e 0,5 mL de acetona;
2. Deixar o frasco reacional sob agitação à temperatura ambiente durante 15 minutos;
3. Filtrar a vácuo.

*Nota: experimento adaptado de Marques, Borges, 2012; Lazzarotto, 2020; Oliveira, 2022.

Procedimento Experimental

Purificação

1. Transferir o sólido para o erlenmeyer novamente, adicionar 7,5 mL de etanol e aquecer até a dissolução completa;
2. Deixar esfriar lentamente até atingir temperatura ambiente;
3. Finalizar com banho de gelo e filtrar;
4. Após secagem, calcular o rendimento, o fator E e eficiência de massa (ME).

Registros Práticos

Pós-laboratório

1. Complete a tabela de gerenciamento de resíduos:

Reagentes usados nesta aula	Reaproveitamento	Tratamento	Descarte

*Classificar como: R.O.H: Resíduo Orgânico Halogenado; R.O.N: Resíduo Orgânico Não Halogenado; R.I.T: Resíduo Inorgânico Tóxico; R.I.N: Resíduo Inorgânico Não Tóxico.

Pós-laboratório

2.Dê o mecanismo da formação da dibenzalacetona.

3.Explique a finalidade da reação ocorrer em meio básico.

Referências Bibliográficas

COTTA, G. *et al.* **Aplicação de rotas sintéticas no desenvolvimento e caracterização de moléculas potencialmente bioativas.** Curso Técnico em Química – ETEC Irmã Agostina. São Paulo, 2018.

LAZZAROTTO, M. **Química Orgânica Visual.** YouTube, 2020. Disponível em: <https://www.youtube.com/watch?v=nPIZKe41Eqs&t=41s. >Acesso em 25 de fevereiro de 2024<

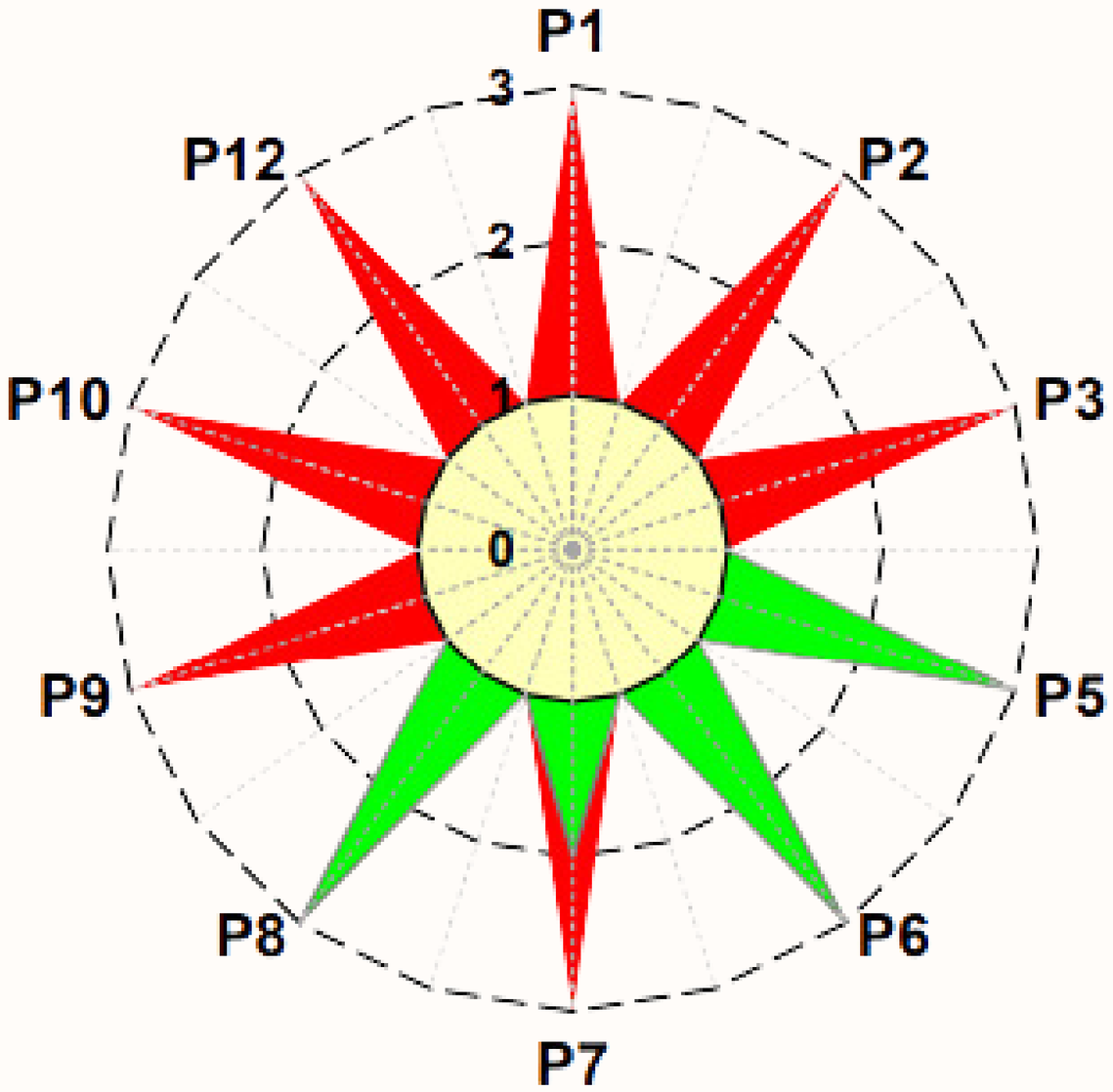
MARQUES, J.A.; BORGES C. P. F. **Práticas de química orgânica**, 2°edição. Campinas, 2012.

WIERZBA, F. G.; MAGALHÃES, C. G.; SANDRI, M. C. M.; ESPÍNDOLA, L. I**nvestigação Experimental da Síntese da Dibenzalacetona.** 28ª edição da Reunião da Sociedade Brasileira de Química - Regional Sul (SBQ-Sul), 2022.

Química Orgânica

SÍNTESE DO BIODIESEL

ESTRELA VERDE DO EXPERIMENTO



IPE = 35%

P R É – L A B O R A T Ó R I O

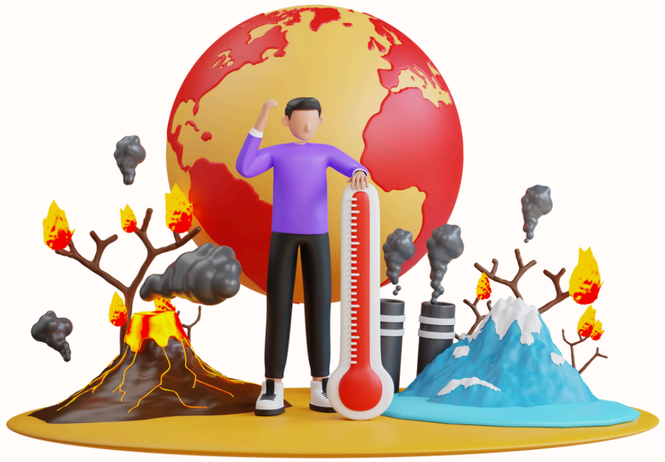
1. Consultando a FDS, identifique os perigos físicos, químicos e de saúde dos produtos químicos usados durante a prática, de acordo com a GHS.

Substâncias	Código de perigo GHS	Medidas de proteção	Frase de perigo de acordo com a FDS	Renovabilidade e Degradabilidade

*A tabela GHS se encontra ao final da apostila.

O Biodiesel

O uso de combustíveis fósseis tem aumentando consideravelmente nas últimas décadas. Hoje, se sabe-se que esses combustíveis são as principais causas do aumento da concentração de gases do efeito estufa na atmosfera, responsáveis pelo aquecimento global.



Um estudo publicado pela ONU revelou que a temperatura média da Terra aumentará entre 1,8 e 4 °C até o ano de 2100

Portanto, o emprego de combustíveis provenientes da biomassa tem sido abordado como uma alternativa viável para mitigar esses efeitos. Para tal, iniciativas que promovem a produção e utilização de biocombustíveis foram implementadas em diversas nações ao longo dos últimas anos, como por exemplo o uso de etanol no Brasil e nos Estados Unidos, bem como o biodiesel, cuja produção industrial foi impulsionada em várias partes do globo.

O Biodiesel

O primeiro relato do que hoje se denomina biodiesel é de uma patente belga de 1937, no qual foi realizada a transesterificação do óleo de palma em meio ácido. Porém, o termo biodiesel foi publicado pela primeira vez somente em 1988, em um trabalho chinês, ano no qual começou a se popularizar.

Assim, o biodiesel foi definido como um substituto natural e renovável do diesel de petróleo que pode ser produzido pela alcoólise de óleos vegetais e/ou gorduras animais.

OBJETIVOS

- **Sintetizar o biodiesel e compreender as reações químicas envolvidas na transesterificação de óleos vegetais ou gorduras animais, incluindo a utilização de catalisadores básicos, e discutir a sustentabilidade do biodiesel em comparação aos combustíveis fósseis.**

MATERIAIS E REAGENTES

MATERIAIS

- Erlenmeyer de 500 mL;
- Funil de separação de 500 mL;
- Proveta de 250 mL.

REAGENTES

- Óleo de soja comercial ou óleo residual de fritura (filtrado);
- Hidróxido de potássio;
- Etanol;
- Ácido acético 4%;
- Ácido clorídrico a 0,5% (v/v);
- Solução saturada de cloreto de sódio.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL*

Obtenção do Etóxido de sódio

1. **Em um erlenmeyer de 500 mL, colocar 5,0 g de hidróxido de potássio, adicionar 100 mL (79,8 g) de etanol e agitar magneticamente a temperatura ambiente até a solubilização completa da base.**

Síntese do Biodiesel

1. **Transferir 120 mL de óleo residual de fritura para o erlenmeyer de 500 mL e submeter à agitação por 30 minutos à temperatura ambiente;**
2. **Após esse tempo, adicionar ao meio reacional, sob agitação, 20 mL de ácido acético 4 %. Manter a agitação até a separação das fases.**
3. **Interromper a agitação e transferir a mistura para um funil de separação de 500 mL.**

*Nota: experimento adaptado de Stadler *et al*, 2024.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

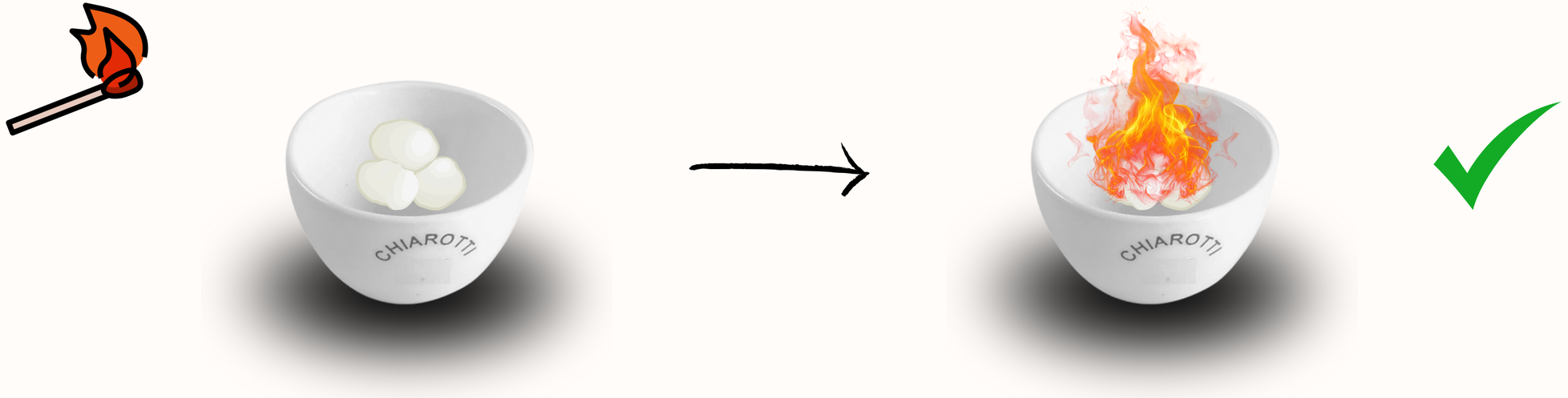
Purificação do Biodiesel

1. O volume de biodiesel (fase superior) deve ser medido em uma proveta de 250 mL e então retornado ao funil de separação para os procedimentos de lavagem;
2. Se o pH do biodiesel estiver maior que 7, lavar com 50 mL da solução aquosa, de ácido clorídrico a 0,5% (v/v);
3. Em seguida, realizar lavagem com 50 mL de solução saturada de cloreto de sódio e, finalmente, com 50 mL de água destilada. A ausência do catalisador básico no biodiesel pode ser confirmada através da medida do pH da última água de lavagem (pH próximo a 7).;
4. Quando houver a formação de emulsão, a mesma pode ser desfeita com auxílio de um bastão de vidro, agitando-se lentamente a camada emulsificada;
5. Para remoção dos traços de umidade, adicionar sulfato de sódio anidro ao biodiesel e filtrar

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

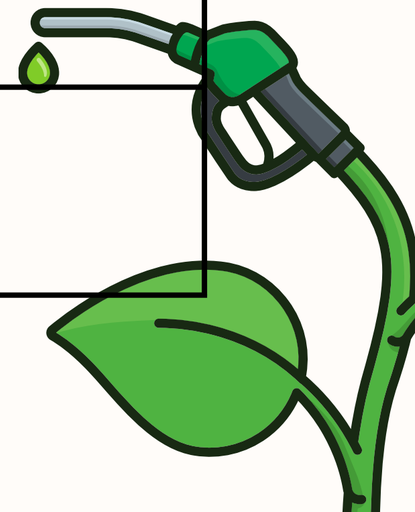
Identificação do Biodiesel

1. Colocar chumaços de algodão embebidos com o biodiesel, em cápsulas de porcelana ou cadinhos;
2. Como fonte de calor para promoção da combustão, pode-se usar um palito de fósforo.

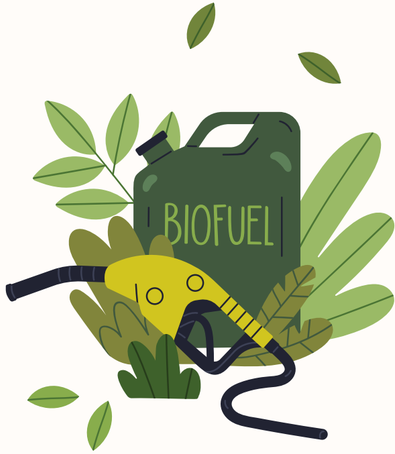


Registros Práticos

Reação Química	
Cálculo da relação estequiométrica	
Identificação do reagente limitante	
Identificação do reagente em excesso	



PÓS-LABORATÓRIO



1.Apresente o mecanismo de reação de formação do biodiesel.

2.Quais as limitações para produção e utilização do biodiesel em larga escala?

3.Calcular o rendimento, o fator E e eficiência de massa (ME).

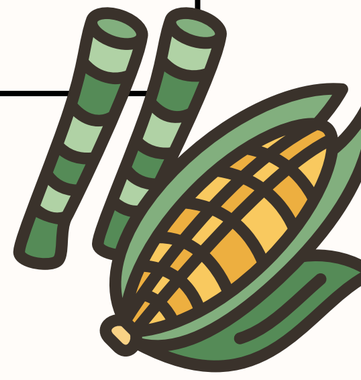
4.O resíduo gerado na reação poderia ser reaproveitado para outros fins?

PÓS-LABORATÓRIO

4. Complete a tabela de gerenciamento de resíduos:

Reagentes usados nesta aula	Reaproveitamento	Tratamento	Descarte

*Classificar como: R.O.H: Resíduo Orgânico Halogenado; R.O.N: Resíduo Orgânico Não Halogenado; R.I.T: Resíduo Inorgânico Tóxico; R.I.N: Resíduo Inorgânico Não Tóxico.



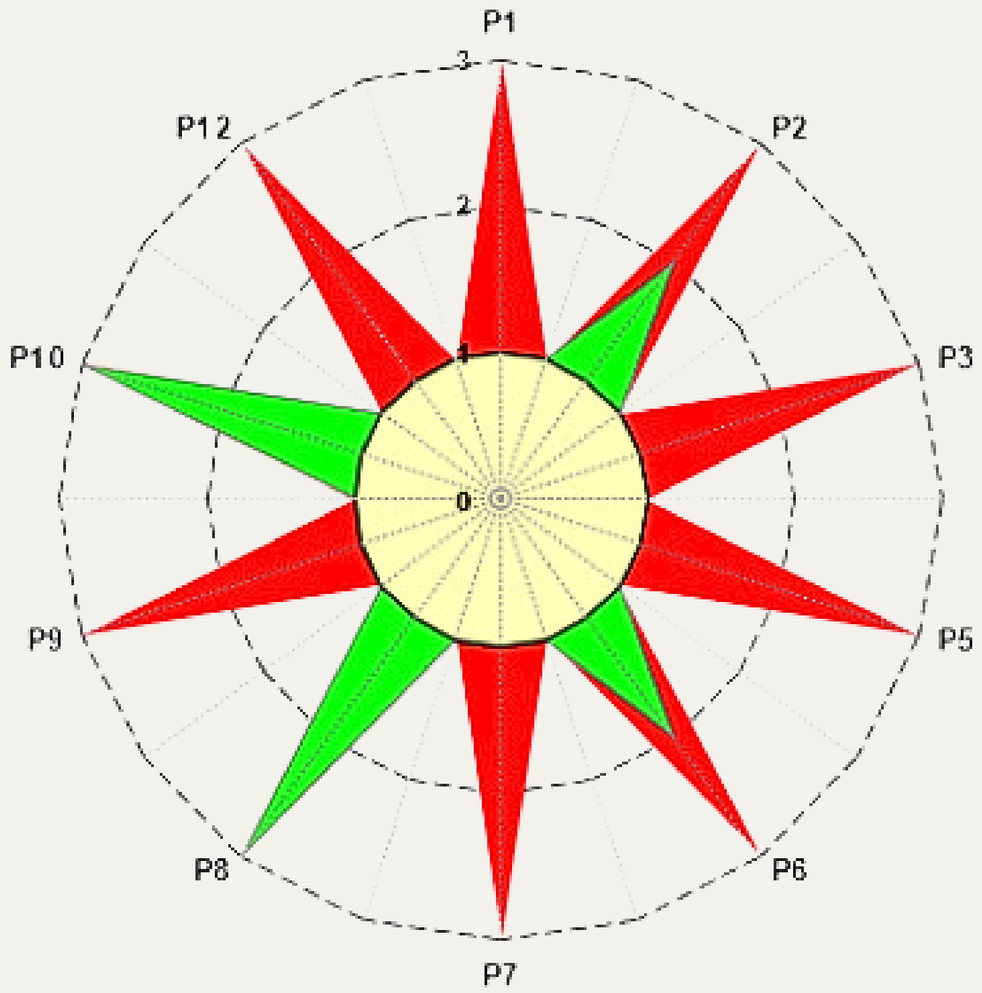
Referências Bibliográficas

STADLER, J. P. *et al.* **Síntese do biodiesel: pensando processos mais verdes para a produção de energia renovável.** Bioenergia em Revista: Diálogos (ISSN: 2236-9171), v. 14, n. 1, p. 86-113, 2024.

RAMOS, L. P. *et al*. **Tecnologias de produção de biodiesel.** Revista virtual de química, v. 3, n. 5, p. 385-405, 2011.

Síntese DO ACETATO DE ISOPENTILA

ESTRELA VERDE DO EXPERIMENTO



IPE = 30%

Pré-laboratório

1. Consultando a FDS, identifique os perigos físicos, químicos e de saúde dos produtos químicos usados durante a prática, de acordo com a GHS.

Substâncias	Código de perigo GHS	Medidas de proteção	Frase de perigo de acordo com a FDS	Renovabilidade e Degradabilidade

*A tabela GHS se encontra ao final da apostila.

Pré-laboratório

2. Quais são as aplicações práticas do acetato de isopentila na indústria?

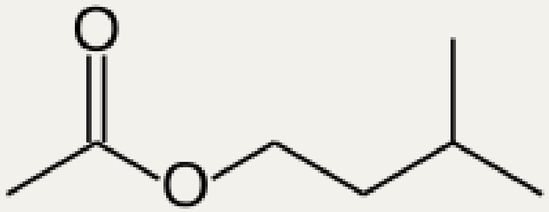
3.Defina uma reação de esterificação de Fisher.

4. Explique como a formação do produto é favorecida termodinamicamente.

A Química e os Flavorizantes

Os flavorizantes, também conhecidos como flavorizadores ou aromatizantes, são substâncias naturais ou sintéticas usadas para conferir sabor e aroma a alimentos e bebidas. Eles desempenham um papel essencial na indústria alimentícia, permitindo que os fabricantes melhorem ou criem novos sabores para produtos.

O acetato de isoamila é um éster, que possui um agradável aroma de banana. Este composto é amplamente utilizado na produção de aromatizantes, bem como em produtos alimentícios e bebidas, sendo que sua estrutura química e suas propriedades funcionais têm sido objeto de estudo em várias pesquisas.



Objetivos

- **Demonstrar uma esterificação de Fisher a partir da obtenção do acetato de isoamila.**

Materiais e Reagentes

MATERIAIS

- Balão de 250 mL;
- Sistema de refluxo;
- Funil de separação;
- Papel tornassol;
- Erlenmeyer de 250 mL;
- Papel filtro pregueado;
- Sistema de filtração.

REAGENTES

- Álcool isoamílico;
- Ácido acético glacial;
- Ácido sulfúrico;
- Solução de carbonato de sódio 10%.

Procedimento Experimental*

1 Síntese

1. **Em um balão de 250 mL, colocar 5,4 mL de álcool isoamílico, 3 mL de ácido acético glacial e 3 gotas de ácido sulfúrico;**
2. **Ao balão, colocado sob fonte de aquecimento, adaptar um condensador de refluxo;**
3. **Manter sob refluxo durante 45 minutos.**

2 Purificação

1. **Transferir o líquido do balão para um funil separador;**
2. **Adicionar 10 mL da solução de carbonato de sódio a 10%, com agitação;**
3. **Verificar o pH da fase aquosa (até pH alcalino no papel de tornassol);**
4. **Decantar, transferindo o produto a um Erlenmeyer contendo 2 g de sulfato de sódio anidro;**
5. **Feche o Erlenmeyer e agite periodicamente durante 15 min;**
6. **Filtre em papel pregueado (seco).**

*Nota: experimento adaptado de Oliveira *et al,* 2014.

Registros Práticos

Pós-laboratório

1. Complete a tabela de gerenciamento de resíduos:

Reagentes usados nesta aula	Reaproveitamento	Tratamento	Descarte

*Classificar como: R.O.H: Resíduo Orgânico Halogenado; R.O.N: Resíduo Orgânico Não Halogenado; R.I.T: Resíduo Inorgânico Tóxico; R.I.N: Resíduo Inorgânico Não Tóxico.

Pós-laboratório

2. Quais os métodos de análise que podem ser utilizados para verificar a pureza e identificar o acetato de isopentila como o produto final?

3. Calcular o rendimento, o fator E e eficiência de massa (ME).

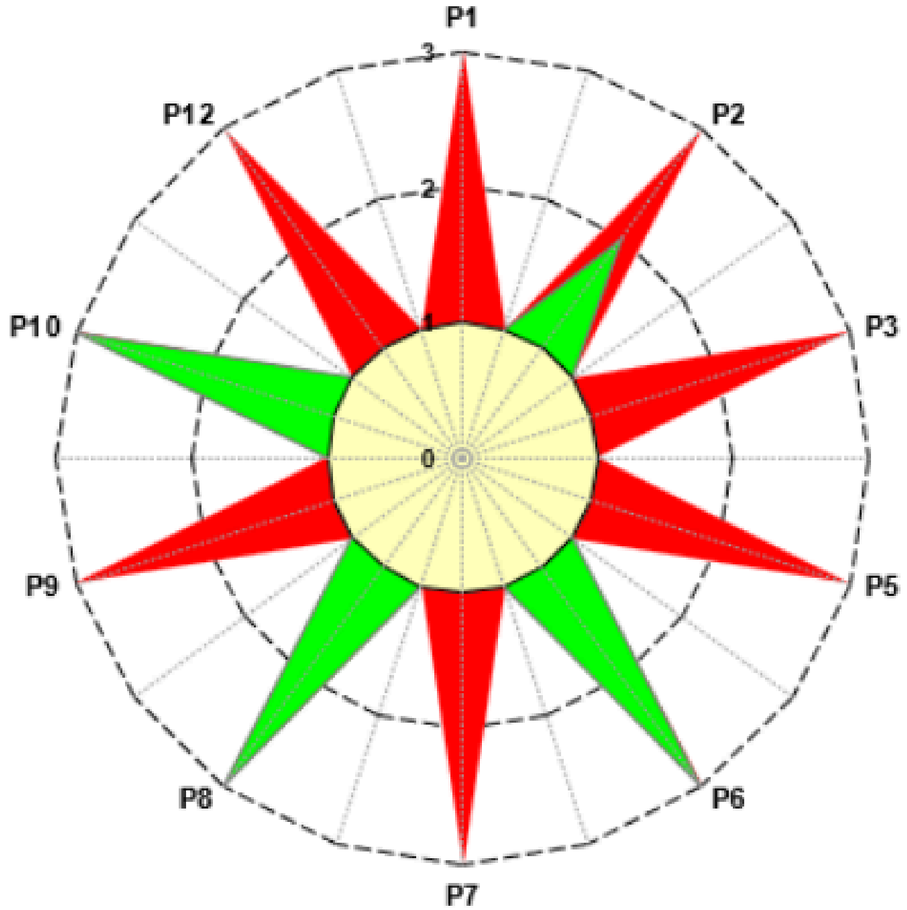
4. Descreva o mecanismo da reação.

Referências Bibliográficas

OLIVEIRA, C. A. et al. **Síntese de ésteres de aromas de frutas: um experimento para cursos de graduação dentro de um dos princípios da química verde.** Revista Virtual de Química, v. 6, n. 1, p. 152-167, 2014.

SÍNTESE DO SALICILATO DE METILA

ESTRELA VERDE DO EXPERIMENTO



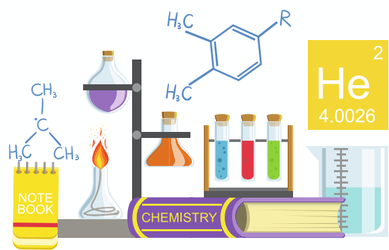
IPE = 35%

PRÉ-LABORATÓRIO

1.Qual o reagente limitante e qual o reagente em excesso na reação ser trabalhada nesse experimento? Justifique a utilização de excesso do reagente.

2.Explique o que é uma reação de esterificação e como se ela difere de outras reações de condensação. Quais são os principais fatores que influenciam a velocidade e o rendimento de uma reação de esterificação?

3. Qual é a vantagem na utilização do aquecimento da reação utilizando o forno de micro-ondas?



PRÉ-LABORATÓRIO

4. Consultando a FDS, identifique os perigos físicos, químicos e de saúde dos produtos químicos usados durante a prática, de acordo com a GHS.

Substâncias	Código de perigo GHS	Medidas de proteção	Frase de perigo de acordo com a FDS	Renovabilidade e Degradabilidade

*A tabela GHS se encontra ao final da apostila.

O SALICILATO DE METILA

O salicilato de metila é um composto orgânico que pertence à família dos salicilatos, que são ésteres ou sais do ácido salicílico. Ele é conhecido pelo seu odor característico semelhante ao do óleo de gaultéria ou do óleo de *wintergreen*, ou simplesmente Gelol®

A principal aplicação do salicilato de metila está relacionada ao seu efeito analgésico e anti-inflamatório. Quando aplicado na pele, ele é absorvido e atua como um agente de resfriamento, fator que pode ajudar a aliviar a sensação de dor e inflamação em músculos, articulações e tecidos moles.

A reação de síntese do salicilato de metila se trata de uma reação de esterificação de Fisher, no qual a fonte de aquecimento, necessária para que a reação ocorra, é a radiação por micro-ondas.

OBJETIVOS

- Demonstrar a reação de esterificação com a utilização do forno de micro-ondas como fonte de aquecimento.

MATERIAIS E REAGENTES

MATERIAIS

- Balão de fundo redondo de 25 mL;
- Forno de micro-ondas;
- Béquer 250 mL;
- Funil de separação de 125 mL;
- Erlenmeyers de 125 mL;
- Papel de filtro;
- Funil para filtração simples;
- Balão de 100 mL previamente pesado;
- Rotaevaporador.

REAGENTES

- Ácido salicílico;
- Metanol;
- Ácido sulfúrico;
- Água destilada;
- Acetato de etila;
- Solução saturada de $NaHCO_3$;
- Solução saturada de NaCl;
- Sulfato de sódio anidro (Na_2SO_4).

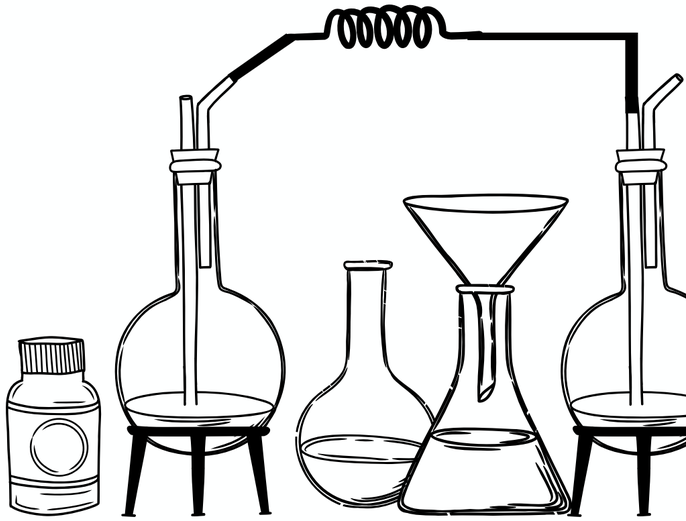
PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL*

SÍNTESE

1. Em um balão de fundo redondo de 25 mL, pesar 0,65g de ácido salicílico;
2. Adicionar 3 mL de metanol;
3. Adicionar 0,5 mL de ácido sulfúrico;
4. Levar a reação ao micro-ondas por 55 segundos a 50W de potência, juntamente com um béquer contendo 250 mL de água.

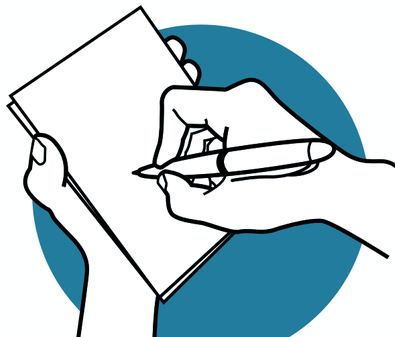
PURIFICAÇÃO

1.Ao término da reação, diluir a mistura reacional com 1 mL de acetato de etila;
2.Transferir o conteúdo da reação para um funil de separação de 250 mL;
3.Lavar o balão da reação com de acetato de etila, três vezes de 5 mL;
4.Adicionar ao funil 30 mL de acetato de etila;
5.Lavar com 15 mL de água destilada;
6.Lavar com solução saturada de $NaHCO_3$, quatro vezes de 15 mL;
7.Lavar com 15 mL de uma solução de NaCl;
8.Secar a fase orgânica com Na_2SO_4 anidro;
9.Filtrar fase orgânica em balão de fundo redondo de 100 mL previamente pesado;
10.Concentrar o éster obtido utilizando o rotaevaporador.



*Nota: experimento adaptado de Pavia, *et al*, 2009.

REGISTROS PRÁTICOS



PÓS-LABORATÓRIO

1.Calcular o rendimento, o fator E e eficiência de massa (ME).

2.Descreva o mecanismo da reação.

3.Qual é o método convencional de aquecimento para a obtenção de ésteres?

4.Quais métodos podem ser realizados para caracterização do produto?

PÓS-LABORATÓRIO

5. Complete a tabela de gerenciamento de resíduos:

Reagentes usados nesta aula	Reaproveitamento	Tratamento	Descarte

*Classificar como: R.O.H: Resíduo Orgânico Halogenado; R.O.N: Resíduo Orgânico Não Halogenado; R.I.T: Resíduo Inorgânico Tóxico; R.I.N: Resíduo Inorgânico Não Tóxico.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

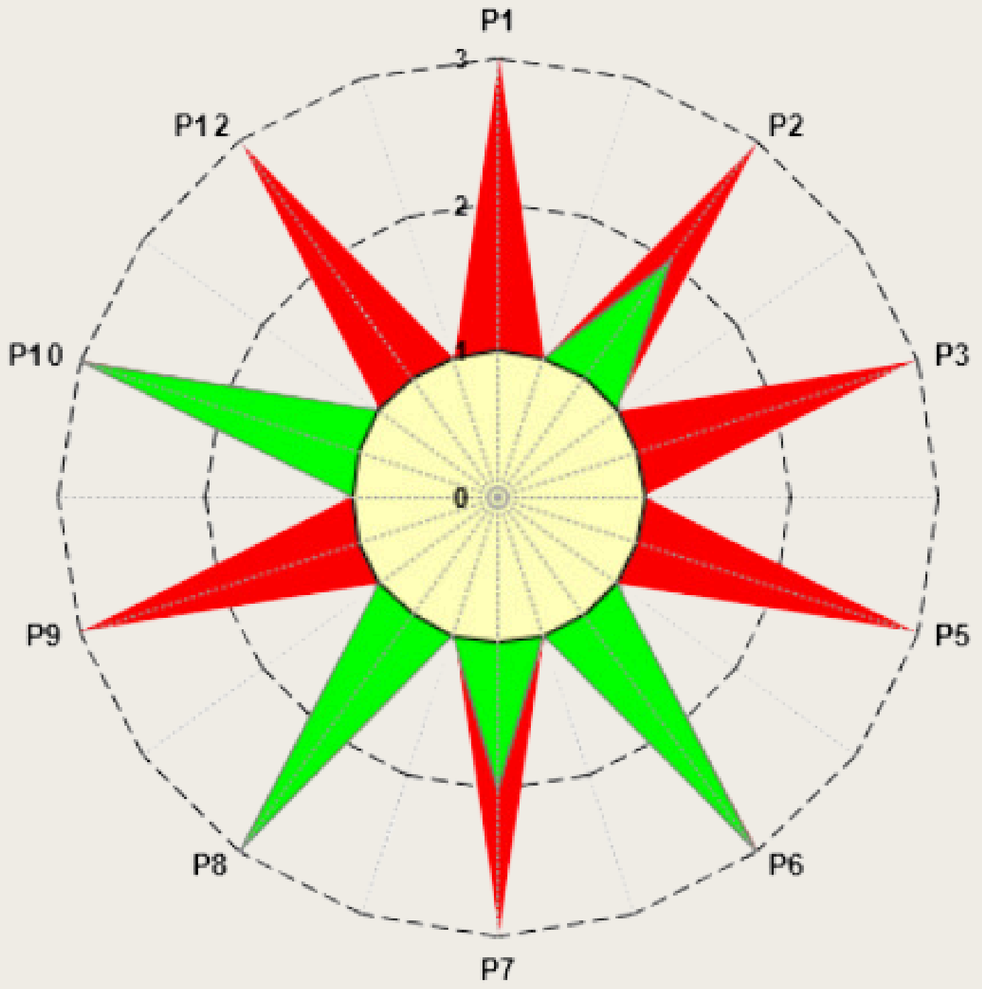
DA FARMACOPEIA, C.; *et al.* **Salicilato de metila - IF305-00.** 2019.

DOS SANTOS, F. B.; DOMINGUES, L. A.; MAGALHÃES, C. G.; SANDRI, M. C. M.; ESPÍNDOLA, L. **Avaliação da verdura química de protocolos de síntese do salicilato de metila.** 28ª edição da Reunião da Sociedade Brasileira de Química - Regional Sul (SBQ-Sul), 2022.

QUÍMICA ORGÂNICA

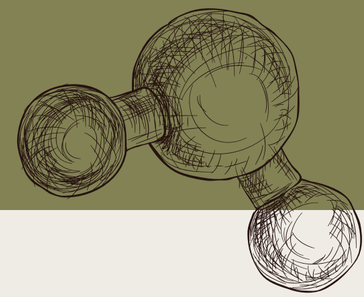
Síntese do SALICILATO DE ETILA

ESTRELA VERDE DO EXPERIMENTO



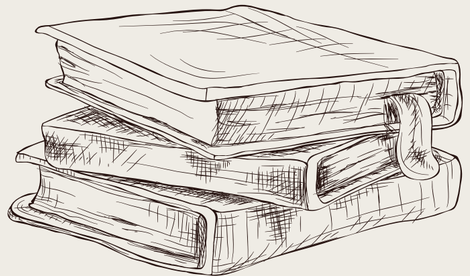
IPE = 40%

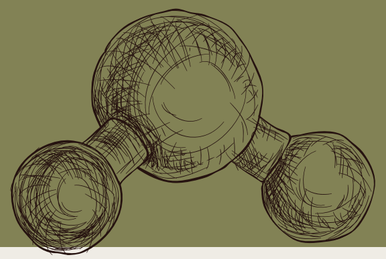
PRÉ-LABORATÓRIO



1.Quais são as aplicações do salicilato de etila?

2.Quais princípios da QV são melhorados quando a síntese do salicilato de etila é comparada com a síntese do salicilato de metila?





PRÉ-LABORATÓRIO

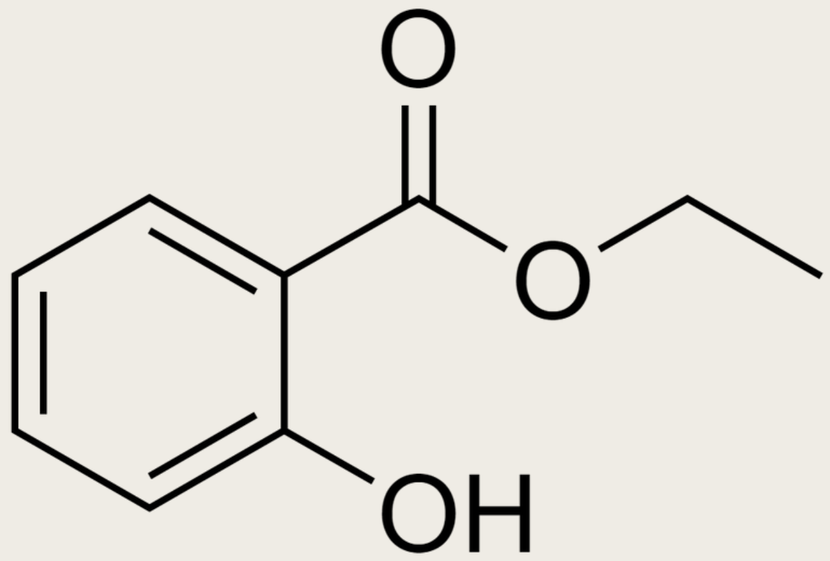
5. Consultando a FDS, identifique os perigos físicos, químicos e de saúde dos produtos químicos usados durante a prática, de acordo com a GHS.

Substâncias	Código de perigo GHS	Medidas de proteção	Frase de perigo de acordo com a FDS	Renovabilidade e Degradabilidade

*A tabela GHS se encontra ao final da apostila.

O SALICILATO DE ETILA

O salicilato de etila é um éster formado pela condensação de ácido salicílico e etanol, geralmente encontrado na forma de um líquido incolor a amarelado, com um odor doce e agradável que lembra o cheiro de *wintergreen.*
Historicamente, o salicilato de etila foi utilizado na medicina como um analgésico e antipirético, semelhante ao ácido salicílico. No entanto, seu uso medicinal foi substituído por outras substâncias devido a preocupações com toxicidade e segurança.
A síntese do salicilato de etila também se trata de uma **reação de esterificação de Fisher.**



OBJETIVOS

- Demonstrar a reação de esterificação com a utilização do forno de micro-ondas como fonte de aquecimento.

MATERIAIS E REAGENTES

MATERIAIS

- Balão de fundo redondo de 25 mL;
- Micro-ondas;
- Béquer 250 mL;
- Funil de separação de 125 mL;
- Erlenmeyers de 125 mL;
- Papel filtro;
- Funil para filtração simples;
- Balão de 100 mL previamente pesado;
- Rotaevaporador.

REAGENTES

- Ácido salicílico;
- Etanol;
- Ácido sulfúrico;
- Água destilada;
- Acetato de etila;
- Solução 5% de $NaHCO_3$;
- Solução saturada de NaCl;
- Sulfato de sódio anidro (Na_2SO_4).

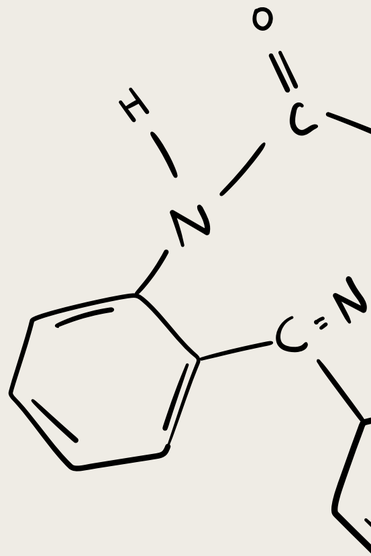
PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL*

SÍNTESE

1.Em um balão de fundo redondo de 25 mL, pesar 0,65g de ácido salicílico;
2.Adicionar 2 mL de etanol;
3.Adicionar 0,5 mL de ácido sulfúrico;
4.Levar a reação ao micro-ondas por 45 segundos a 70W de potência, juntamente com um béquer contendo 250 mL de água.

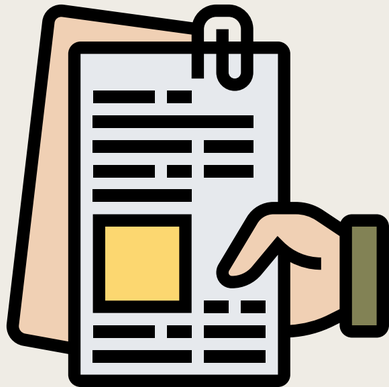
PURIFICAÇÃO

1.Ao término da reação, diluir a mistura reacional com 1 mL de acetato de etila;
2.Transferir o conteúdo da reação para um funil de separação de 125 mL;
3.Lavar o balão da reação com acetato de etila, três vezes de 5 mL;
4.Lavar com 7 mL de água destilada;
5.Lavar com uma solução de $NaHCO_3$ 5%, três vezes de 5 mL;
6.Lavar com 5 mL de uma solução saturada de NaCl;
7.Secar a fase orgânica com Na_2SO_4 anidro;
8.Filtrar fase orgânica em balão de fundo de redondo de 100 mL previamente pesado;
9.Concentrar no rotaevaporador o éster sintetizado.



*Nota: experimento adaptado de Pavia, *et al*, 2009.

REGISTROS PRÁTICOS



PÓS-LABORATÓRIO

1.Qual estratégia foi adotada a fim de melhorar o gasto energético do processo de obtenção do salicilato de etila em relação ao método convencional de aquecimento?

2.Quais métodos podem ser realizados para caracterização do produto?

3.Descreva o mecanismo da reação.

4.Calcular o rendimento, o fator E e eficiência de massa (ME).

PÓS-LABORATÓRIO

4. Complete a tabela de gerenciamento de resíduos:

Reagentes usados nesta aula	Reaproveitamento	Tratamento	Descarte

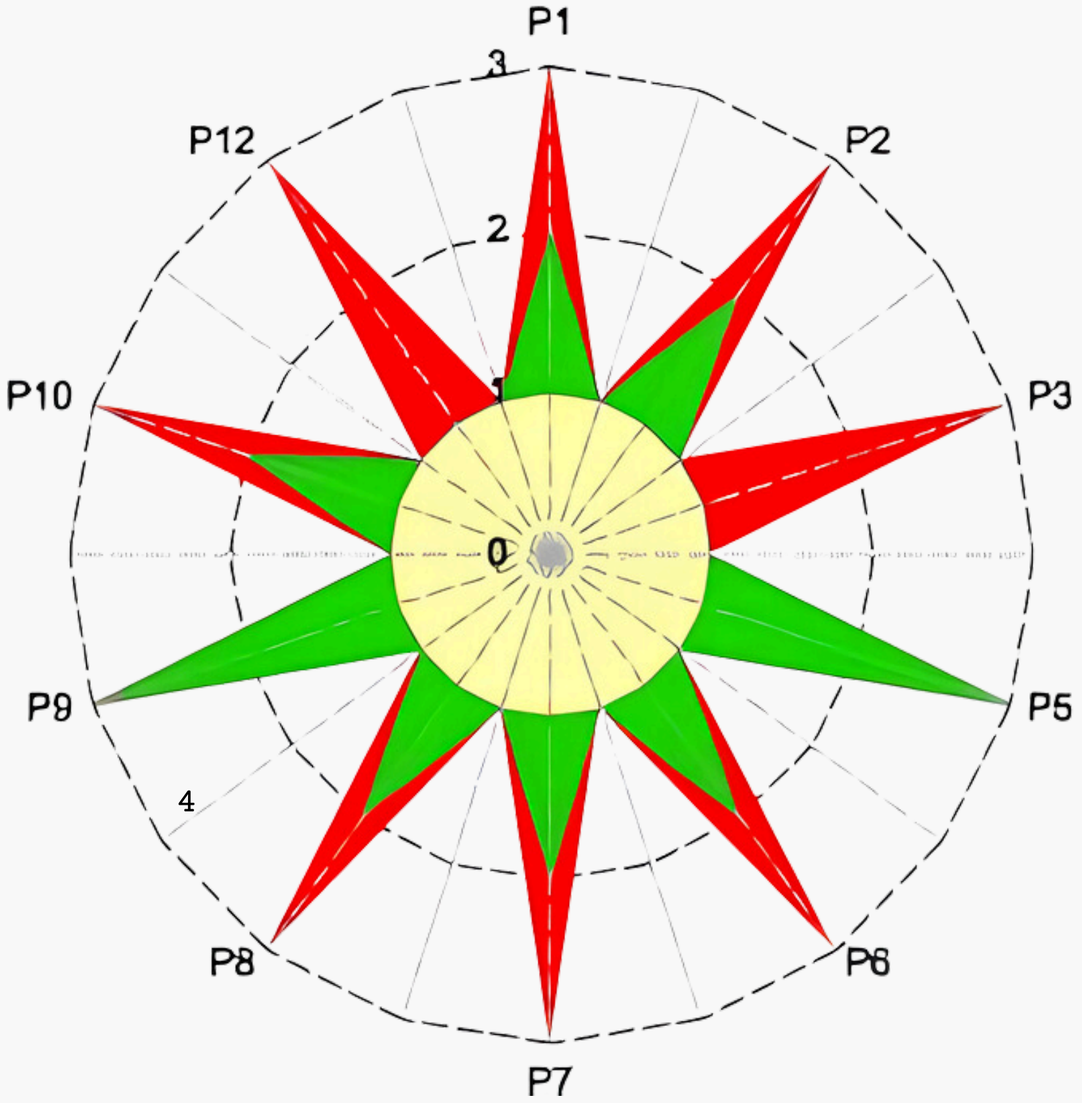
*Classificar como: R.O.H: Resíduo Orgânico Halogenado; R.O.N: Resíduo Orgânico Não Halogenado; R.I.T: Resíduo Inorgânico Tóxico; R.I.N: Resíduo Inorgânico Não Tóxico.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

PODOLAN, F.; DOMINGUES, L. A.; MAGALHÃES, C. G.; SANDRI, M. C. M.; ESPÍNDOLA, L. **Avaliação da verdura dos métodos sintéticos para obtenção do salicilato de etila para aplicação no ensino de Química.** 28ª edição da Reunião da Sociedade Brasileira de Química - Regional Sul (SBQ-Sul), 2022

SÍNTESE DO CICLOHEXENO

ESTRELA VERDE DO EXPERIMENTO



IPE = 50%

PRÉ-LABORATÓRIO

1. Consultando a FDS, identifique os perigos físicos, químicos e de saúde dos produtos químicos usados durante a prática, de acordo com a GHS.

Substâncias	Código de perigo GHS	Medidas de proteção	Frase de perigo de acordo com a FDS	Renovabilidade e Degradabilidade

*A tabela GHS se encontra ao final da apostila.

PRÉ-LABORATÓRIO

2. Qual a função das pérolas de aquecimento durante uma destilação?

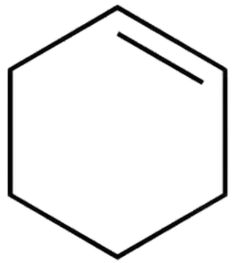
3. Faça um breve resumo sobre o método de caracterização de hidrocarbonetos insaturados de Bayer.

4. Como pode ser identificada a fase orgânica e a fase aquosa durante o experimento?

O CICLOHEXENO

O ciclohexeno é um hidrocarboneto com fórmula molecular C_6H_{10}. É um líquido incolor e inflamável, com odor característico.

O ciclohexeno pode ser sintetizado por meio de diferentes métodos, como a desidratação do ciclohexanol ou a desidrogenação do ciclohexano. Ele é amplamente utilizado na indústria química, principalmente na produção de plásticos, resinas, solventes e produtos farmacêuticos. Além disso, o ciclohexeno também é utilizado como intermediário na síntese de diversos compostos orgânicos. Na natureza, é geralmente encontrado no alcatrão de carvão.



OBJETIVOS

- **Sintetizar o composto ciclohexeno a partir da reação de desidratação de um álcool;**

MATERIAIS E REAGENTES

1 MATERIAIS

- Pérolas de aquecimento;
- Béquer de 100 mL;
- Capela;
- Aparelhagem para destilação simples;
- Banho de gelo;
- Funil de separação;
- Tubo de ensaio.

2 REAGENTES

- Ciclohexanol;
- Ácido fosfórico 85%;
- Solução saturada de cloreto de sódio;
- Solução de carbonato de sódio 10%;
- Sulfato de sódio anidro;
- Permanganato de potássio 2%;
- Água destilada;
- Etanol.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL*

01 SÍNTESE

1. Em um balão de 100 mL colocar 11,5 mL de ciclohexanol, 5 mL de ácido fosfórico 85% e algumas pérolas de aquecimento;
2. Agitar bem o balão e seguir para a etapa de destilação.

02 PURIFICAÇÃO

(Montar o sistema na capela e não deixar a temperatura exceder os 100°C)

1. Acoplar o balão de 100 mL em uma aparelhagem para destilação simples;
2. Deixar o frasco coletor em banho de gelo;
3. Aquecer o balão contendo o produto sintetizado até que sobre uma pequena quantidade de resíduo no fundo do recipiente;
4. Ao produto coletado adicionar 2 mL de solução aquosa saturada de cloreto de sódio e 1 mL de solução aquosa de carbonato de sódio a 10%;
5. Seguir para a etapa de separação.

*Nota: experimento adaptado de Rodrigues, Franco Júnior, 2023.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

03 SEPARAÇÃO

1. Transferir a solução bifásica para um funil de separação;
2. Separar a fase orgânica da fase aquosa;
3. Adicionar sulfato de sódio anidro à fase orgânica e filtrar;
4. Partir para a etapa de caracterização.

04 CARACTERIZAÇÃO

A caracterização se dará pelo Teste de Bayer para hidrocarbonetos insaturados da seguinte forma:

1. Em um tubo de ensaio, adicionar 2 mL de água destilada ou etanol;
2. Adicionar cerca de 0,2 mL do produto sintetizado. Adicionar, gota a gota, uma solução de $KMnO_4$ a 2%;
3. Verificar se a cor irá se alterar dentro de 30 a 60 segundos. Caso a cor não se altere, deixar em repouso por 5 minutos, agitando de vez em quando. Caso haja mudança de cor, comprova-se a formação do ciclohexanol.

REGISTROS PRÁTICOS

PÓS-LABORATÓRIO

1.No processo de destilação, pode-se observar uma pequena quantia de precipitado no fundo do balão de 100 mL. Do que é composto este precipitado?

2.Por que o frasco coletor foi submerso em banho de gelo?

3.Qual a reação que ocorre neste experimento? Escreva o mecanismo desta reação.

4.Qual a função do ácido fosfórico durante este procedimento?

5.Calcular o rendimento, o fator E e eficiência de massa (ME).

PÓS-LABORATÓRIO

5.Complete a tabela de gerenciamento de resíduos:

Reagentes usados nesta aula	Reaproveitamento	Tratamento	Descarte

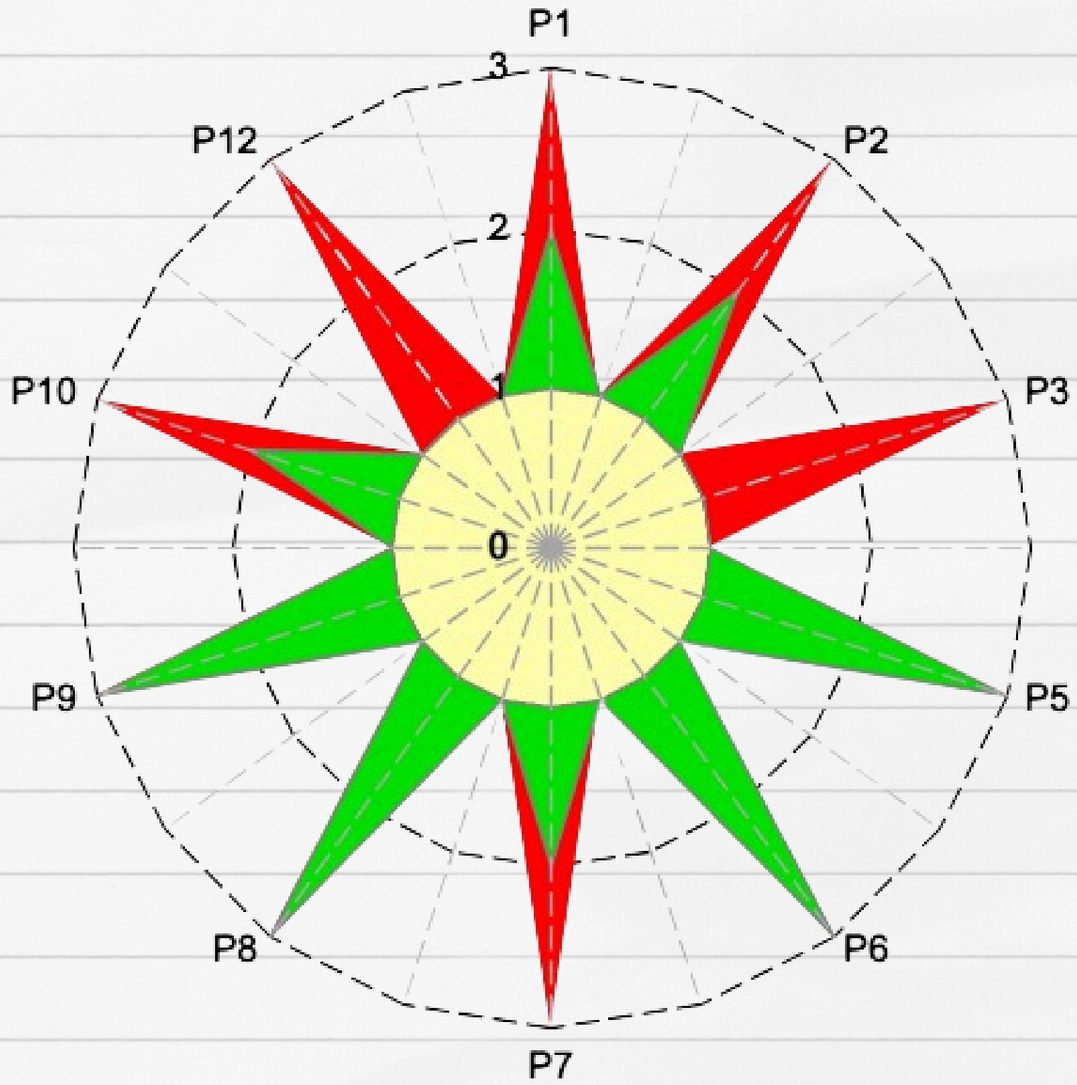
*Classificar como: R.O.H: Resíduo Orgânico Halogenado; R.O.N: Resíduo Orgânico Não Halogenado; R.I.T: Resíduo Inorgânico Tóxico; R.I.N: Resíduo Inorgânico Não Tóxico.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

RODRIGUES, A. F. R. N. ; FRANCO JUNIOR, M. R. **Desidratação do ciclohexanol para a obtenção do ciclohexeno - Testes experimentais em laboratório de ensino.** Rev. Íon [online]. 2023, vol.36, n.1, pp.7-13. Epub Feb 28, 2023.

Síntese do Cloreto de t-Butila

ESTRELA VERDE DO EXPERIMENTO



IPE = 60%

PRÉ-LABORATÓRIO

1. Consultando a FDS, identifique os perigos físicos, químicos e de saúde dos produtos químicos usados durante a prática, de acordo com a GHS.

Substâncias	Código de perigo GHS	Medidas de proteção	Frase de perigo de acordo com a FDS	Renovabilidade e Degradabilidade

*A tabela GHS se encontra ao final da apostila.

PRÉ-LABORATÓRIO

2. Por que motivo é indispensável o uso da capela ao decorrer do experimento?

3. Explique como o ponto de ebulição pode ser utilizado para a caracterização da síntese em questão.

O Cloreto de t-Butila

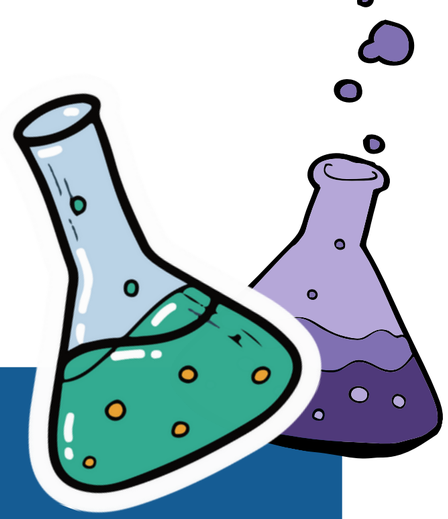
O cloreto de t-butila é um composto volátil formado devido a uma reação de substituição nucleofílica. As reações de substituição são extremamente importantes no desenvolvimento de muitos compostos dentro da Química Orgânica. O cloreto de t-butila é um composto que apresenta um baixo ponto de ebulição.

Além de tudo, por ser um haleto de alquila, apresenta certa sensibilidade a água, podendo ser hidrolisado, gerando o álcool t-butílico. Ele pode ser usado em reações de alquilação como agente clorante, além de poder participar na síntese de outros reagentes intermediários. Além disso, apresenta usos também para a produção de aditivos para gasolina, como por exemplo o metil terc-butílico éter (MTBE), que pode ser usado para aumentar a octanagem da gasolina.

OBJETIVOS

- Sintetizar o composto Cloreto de t–Butila;
- Ilustrar uma reação de substituição nucleofílica;
- Compreender o mecanismo da reação química envolvida.

MATERIAIS E REAGENTES



MATERIAIS

- Erlenmeyer 250 mL;
- Tubo de ensaio;
- Pipeta de Pasteur;
- Banho maria;
- Funil de separação;
- Béquer 250 mL;
- Termômetro;

REAGENTES

- Álcool t-butílico;
- Ácido clorídrico;
- Solução de bicarbonato de sódio 5%;
- Sulfato de sódio anidro;
- Solução de nitrato de prata 0,1 $mol.L^{-1}$.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL*

SÍNTESE

1. Misturar 15 mL de álcool t-butílico e 35 mL de HCl concentrado em um erlenmeyer de 250 mL;
2. Agitar a mistura durante 5 minutos;
3. Transferir o conteúdo para um funil de separação, e agitar suavemente. Aliviar a pressão e deixar a solução em repouso;
4. Retirar a fase aquosa em um béquer;
5. Lavar a fase orgânica com 2 ou 3 porções de 25 mL de bicarbonato de sódio a 5%;
6. Recolher a fase orgânica em um béquer e adicionar sulfato de sódio anidro;
7. Filtrar a solução para a obtenção do cloreto de t-butila.

*Nota: experimento adaptado de Solomons, Fryhle, Snyder , 2018.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

CARACTERIZAÇÃO POR NITRATO DE PRATA

1. Adicionar 1 mL do composto sintetizado em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 2 gotas de uma solução de nitrato de prata 0,1 $mol.L^{-1}$;
3. Caso não se forme um precipitado branco, levar para leve aquecimento em banho maria.

CARACTERIZAÇÃO POR PONTO DE EBULIÇÃO

1. Adicionar uma alíquota da substância sintetizada em um tubo de ensaio;
2. Levar em banho maria sob aquecimento lento;
3. Acoplar um termômetro sem deixar que ele encoste no vidro do tubo de ensaio;
4. Aferir a temperatura no termômetro até que a substância entre em ebulição.

REGISTROS PRÁTICOS

PÓS-LABORATÓRIO

1. Complete a tabela de gerenciamento de resíduos:

Reagentes usados nesta aula	Reaproveitamento	Tratamento	Descarte

*Classificar como: R.O.H: Resíduo Orgânico Halogenado; R.O.N: Resíduo Orgânico Não Halogenado; R.I.T: Resíduo Inorgânico Tóxico; R.I.N: Resíduo Inorgânico Não Tóxico.

PÓS-LABORATÓRIO

2.Classifique a reação como SN1 ou SN2. Justifique sua resposta.

3.Represente o mecanismo da reação.

4. Por que se faz necessário o uso de excesso de HCl?

5.Calcular o rendimento, o fator E e eficiência de massa (ME)

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

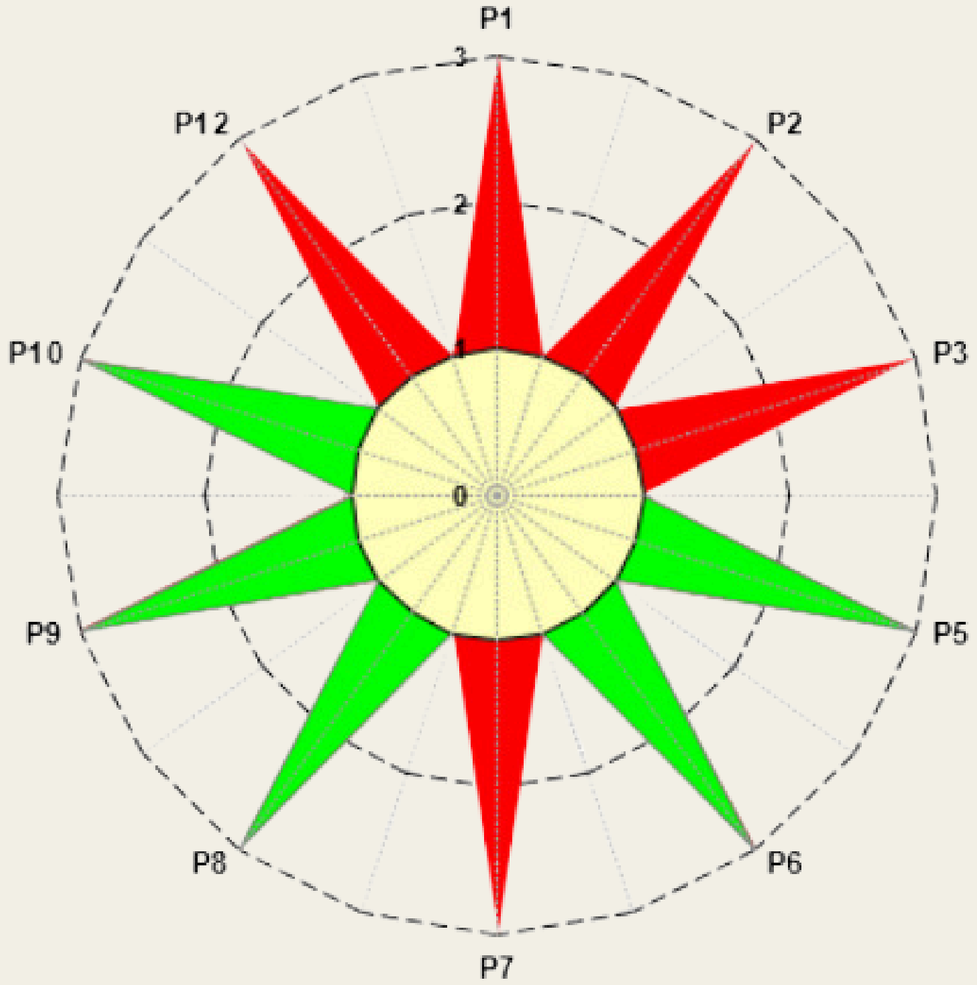
SOLOMONS, T.W G.; FRYHLE, Craig B.; SNYDER, Scott A. **Química Orgânica**. v.1. Rio de Janeiro: Grupo GEN, 2018. E-book. ISBN 9788521635536. Disponível em: https://app.minhabiblioteca.com.br/#/books/9788521635536/. Acesso em: 18 ago. 2024.

VOLLHARD, K., P.; NEIL, E. S. **Química orgânica: estrutura e função.** Disponível em: Minha Biblioteca, (6th edição). Grupo A, 2014.

Síntese da Acetanilida

Química Orgânica

ESTRELA VERDE DO EXPERIMENTO



IPE = 50%

Pré-laboratório

1. Consultando a FDS, identifique os perigos físicos, químicos e de saúde dos produtos químicos usados durante a prática, de acordo com a GHS.

Substâncias	Código de perigo GHS	Medidas de proteção	Frase de perigo de acordo com a FDS	Renovabilidade e Degradabilidade

*A tabela GHS se encontra ao final da apostila.

Pré-laboratório

2. Qual a aplicação da acetanilida?

3. Como a ausência de solvente pode influenciar o rendimento e a pureza do produto final?

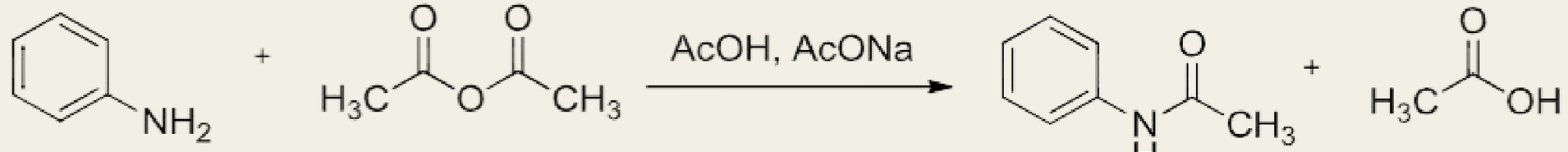
4. Pesquise o ponto de fusão para a acetanilida.

A Acetanilida

A acetanilida, também conhecida como N-fenilacetamida, pertence à classe das amidas e é derivada da anilina, possuindo fórmula molecular C_8H_9NO. Este composto foi um dos primeiros analgésicos a serem introduzidos, na Alemanha e na França, no ano de 1884. Naquela ocasião, o nome dado a ela foi de antifebrina, sendo utilizada com a finalidade de substituir a morfina. Atualmente, a mesma não é mais utilizada como analgésico, uma vez que é tóxica e ocasiona sérios problemas no sistema de transporte de oxigênio, sendo substituída por analgésicos salicilatos, como a aspirina.

A Acetanilida

A acetanilida é obtida através de uma reação de acetilação da anilina com anidrido acético, a partir do ataque nucleofílico do grupo amino sobre o carbono da carbonila do anidrido, seguido de eliminação de ácido acético, formado como sub-produto da reação, como mostrado abaixo.



Acetanilida

OBJETIVOS

- Praticar reações e técnicas básicas da síntese orgânica, como reação de acetilação, recristalização e purificação;
- Melhorar as habilidades em laboratório com controle de temperatura e manipulação de reagentes perigosos, como anilina e anidrido acético;
- Compreender o mecanismo de reação da síntese da acetanilida, com reação de acetilação, caracterizado por uma substituição nucleofílica.

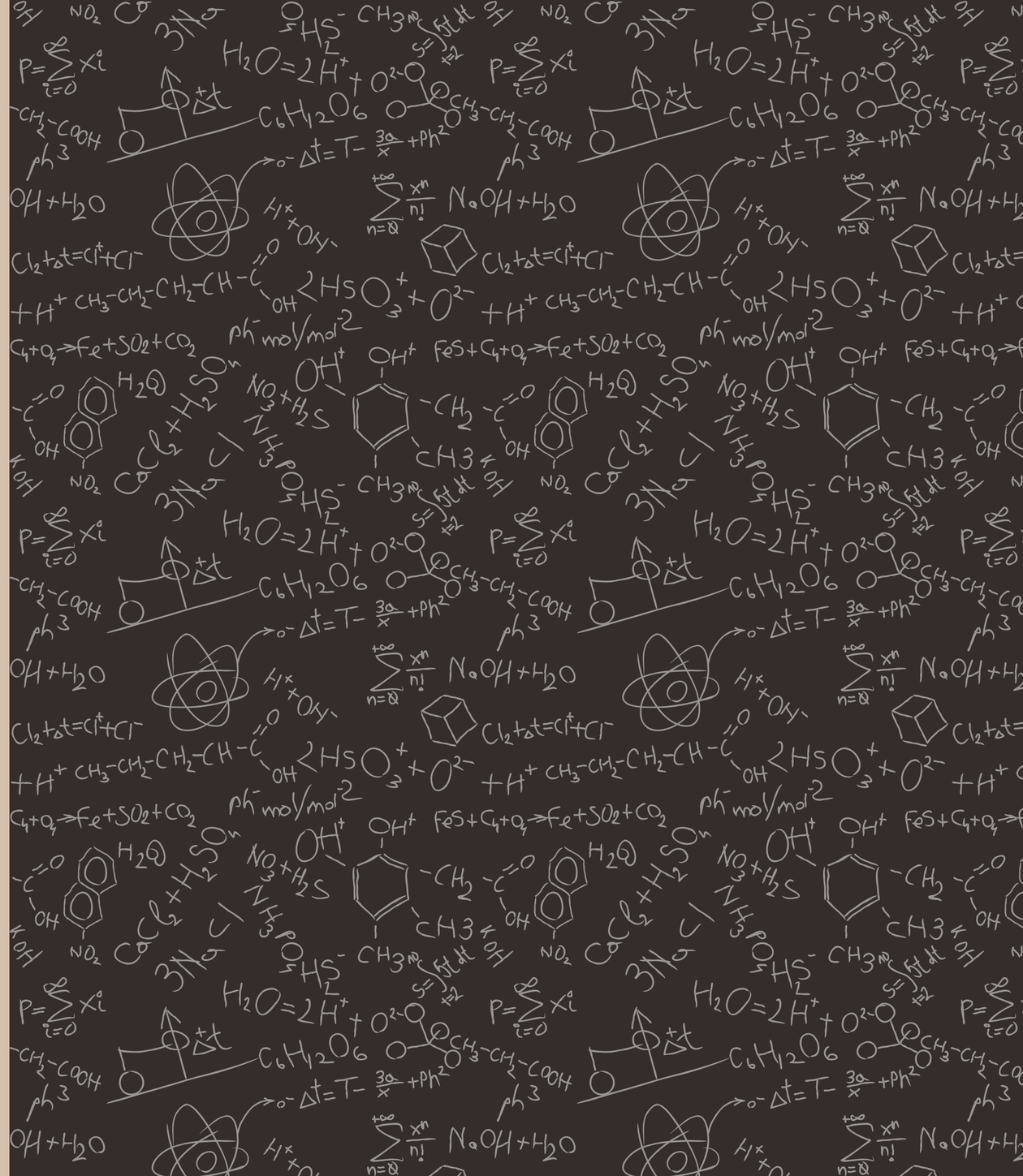
Materiais e Reagentes

Materiais

- Erlenmeyer de 250 mL;
- Termômetro;
- Banho de gelo;
- Sistema para filtração;
- Papel filtro pregueado.

Reagentes

- Anilina;
- Anidrido acético;
- Água destilada.



Procedimento Experimental*

SÍNTESE

1. **Em um Erlenmeyer de 250 mL, adicionar 4 mL de anilina;**
2. **Introduzir um termômetro (faixa 10-150°C) de forma que o bulbo toque no fundo e segurar o frasco pelo gargalo, mantendo-o inclinado em 30 graus durante todo o tempo e com o gargalo apontado para o lado oposto ao operador;**
3. **Medir a temperatura do líquido e adicionar 5 mL de anidrido acético;**
4. **Agitar suavemente a mistura, movimentando o Erlenmeyer como um pêndulo, mantendo o bulbo do termômetro submerso no meio reacional;**
5. **Anotar a temperatura máxima atingida;**
6. **Resfriar a mistura até temperatura ambiente e em seguida em banho de gelo.**

RECRISTALIZAÇÃO

1. **Recristalizar o produto obtido com 20 mL de água destilada.**

*Nota: experimento adaptado de Cunha, *et al*, 2015.

Registros Práticos

Pós-laboratório

1. Complete a tabela de gerenciamento de resíduos:

Reagentes usados nesta aula	Reaproveitamento	Tratamento	Descarte

*Classificar como: R.O.H: Resíduo Orgânico Halogenado; R.O.N: Resíduo Orgânico Não Halogenado; R.I.T: Resíduo Inorgânico Tóxico; R.I.N: Resíduo Inorgânico Não Tóxico.

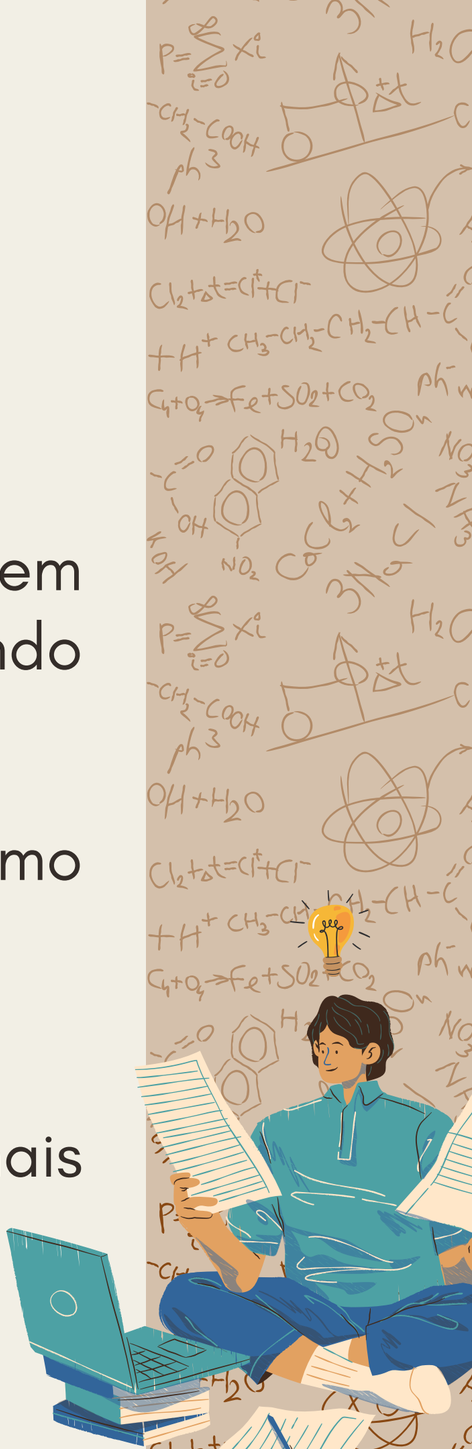
Pós-laboratório

2.Calcular o rendimento, o fator E e eficiência de massa (ME).

3.Como os resultados experimentais da síntese da acetanilida sem solvente se comparam com as expectativas teóricas, considerando rendimento e pureza?

4.Quais foram os desafios enfrentados durante a síntese, e como poderiam ser abordados ou melhorados em experimentos futuros?

5.Por que a síntese da acetanilida sem solvente é considerada mais verde em relação à síntese convencional?



Referências Bibliográficas

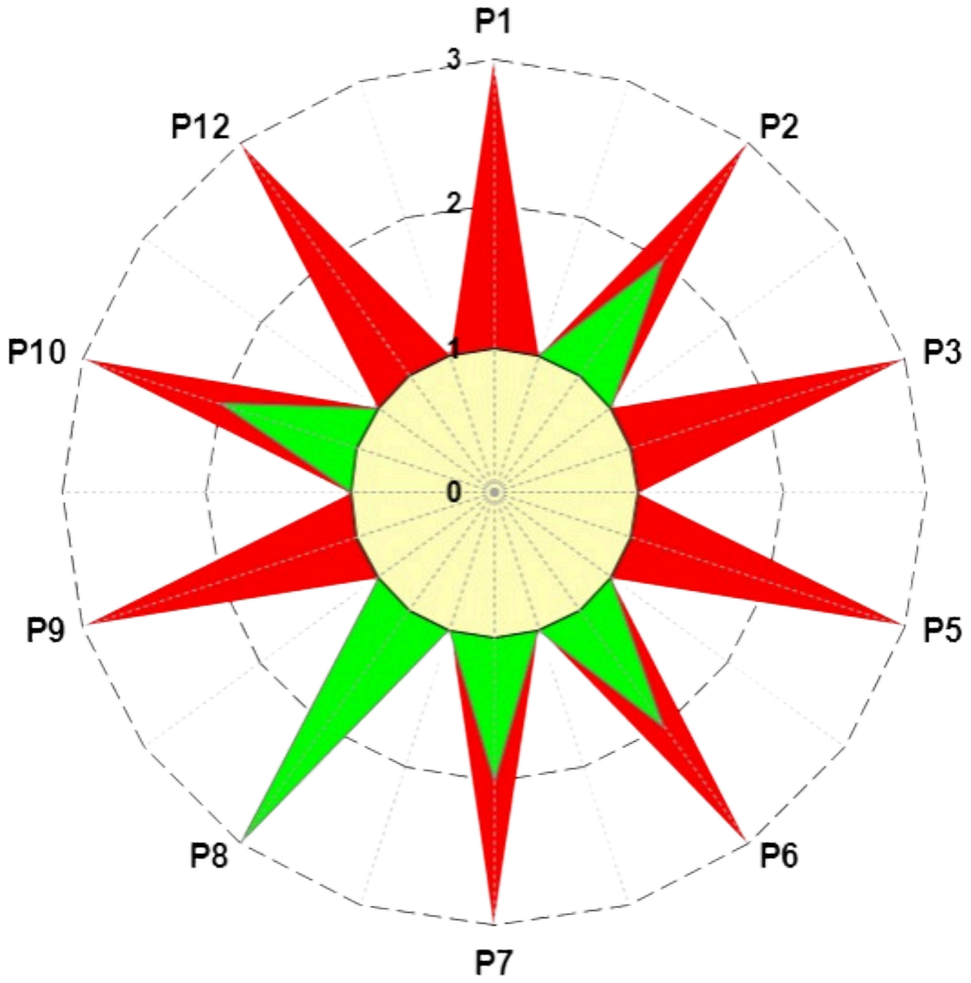
CUNHA, S. *et al*. **Acetanilida: síntese verde sem solvente**. Química Nova, v. 38, p. 874-876, 2015.

FOREZI, L. M. **Anilina (CAS No. 62-53-3).** Revista Virtual de Química, v. 3, n. 6, p. 496-503, 2011.

MORAIS, J. L.; VALVERDE, C. **Cálculo do espectro de absorção da acetanilida.** II Congresso Online Nacional de Química - CONDEQUI. Universidade Estadual de Goiás (UEG), 2020.

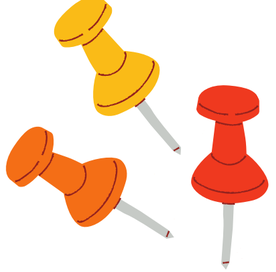
SÍNTESE DA P-NITROACETANILIDA

Estrela Verde do Experimento



IPE = 30%

PRÉ-LABORATÓRIO



1. Consultando a FDS, identifique os perigos físicos, químicos e de saúde dos produtos químicos usados durante a prática, de acordo com a GHS.

Substâncias	Código de perigo GHS	Medidas de proteção	Frase de perigo de acordo com a FDS	Renovabilidade e Degradabilidade

*A tabela GHS se encontra ao final da apostila.

PRÉ-LABORATÓRIO

2.Escreva a reação da síntese da p-nitroacetanilida.

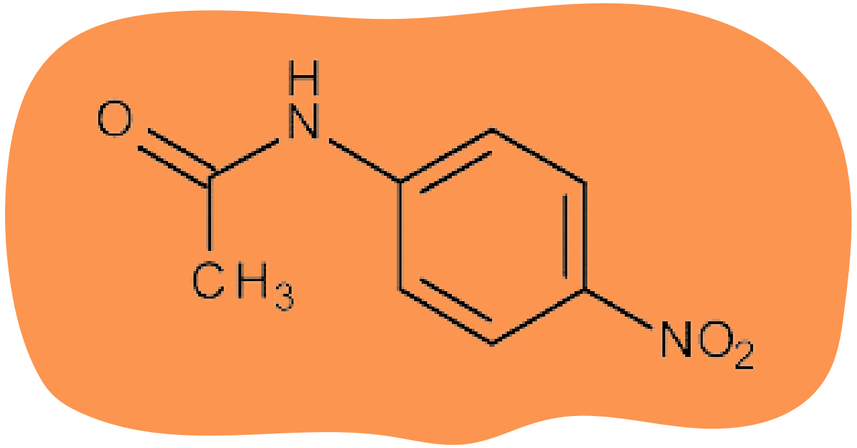
3.Classifique este tipo de reação.

4. Identifique o nucleófilo e o eletrófilo da reação.

5. Explique por que essa reação gera uma mistura de isômeros.

P-NITROACETANILIDA

Os hidrocarbonetos aromáticos são identificados como arenos, e as reações mais características que esses compostos podem experimentar são reconhecidas como reações de substituição eletrofílica aromáticas. Tais reações, possibilitam a incorporação de diversos grupos funcionais no anel aromático, e por essa razão, são valiosas na síntese de muitos compostos essenciais em nossa vida cotidiana, tais como fármacos, defensivos agrícolas, corantes têxteis e aditivos alimentares. As reações deste tipo mais conhecidas são as de halogenação, sulfonação, alquilação de Friedel-Crafts, acilação de Friedel-Crafts e a nitração. Para a produção da p-nitroacetanilida, ocorre a reação de nitração.



Fórmula molecular da p-nitroacetanilida.

OBJETIVOS

- Realizar a nitração da acetanilida com demonstrando o efeito do substituinte numa reação de substuição eletrofílica aromática.

MATERIAIS E REAGENTES

MATERIAIS

- Erlenmeyer de 125 mL;
- Banho de gelo;
- Termômetro;
- Béquer de 100 mL;
- Sistema para filtração a vácuo.

REAGENTES

- Acetanilida;
- Ácido acético glacial;
- Ácido sulfúrico concentrado;
- Ácido nítrico;
- Água gelada;

Procedimento Experimental*

1. Em um erlenmeyer de 125 mL, adicione 2,5 g de acetanilida e 5 mL de ácido acético glacial. Em seguida, adicione, sob agitação constante, 5 mL de ácido sulfúrico concentrado;
2. Coloque o erlenmeyer em banho de gelo, mantendo a temperatura abaixo de 10°C;
3. A seguir, adicione 1,5 mL de uma mistura contendo 1 mL de ácido nítrico e 0,5 mL de ácido sulfúrico concentrado;
4. Agite a mistura durante 15 minutos. Em seguida, despeje-a em um béquer de 100 mL contendo 25 mL de água gelada. Deixe em repouso por 10 minutos para que ocorra a precipitação do produto;
5. Filtre a vácuo o precipitado formado. Lave várias vezes os cristais com água gelada e deixe secar até a próxima aula;
6. Calcular o rendimento, o fator E e eficiência de massa (ME).

*Nota: experimento adaptado de Engel, *et al*, 2016.

REGISTROS PRÁTICOS

PÓS-LABORATÓRIO

1. Complete a tabela de gerenciamento de resíduos:

Reagentes usados nesta aula	Reaproveitamento	Tratamento	Descarte

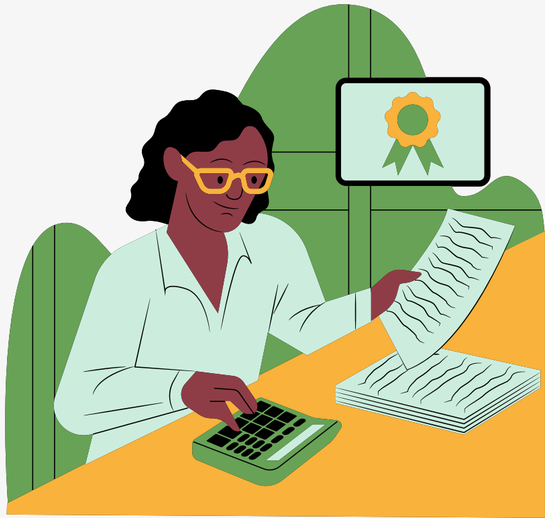
*Classificar como: R.O.H: Resíduo Orgânico Halogenado; R.O.N: Resíduo Orgânico Não Halogenado; R.I.T: Resíduo Inorgânico Tóxico; R.I.N: Resíduo Inorgânico Não Tóxico.

PÓS-LABORATÓRIO

2. Qual foi o rendimento da síntese realizada?

3. Explique o motivo de não ser formada a m-nitroacetanilida.

4. Existe alguma forma de se separar os isômeros formados nesta reação?



PÓS-LABORATÓRIO

5. Dê o mecanismo da reação.

6. Por que é necessário o controle da temperatura durante a adição da mistura de ácido nítrico e ácido sulfúrico?

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

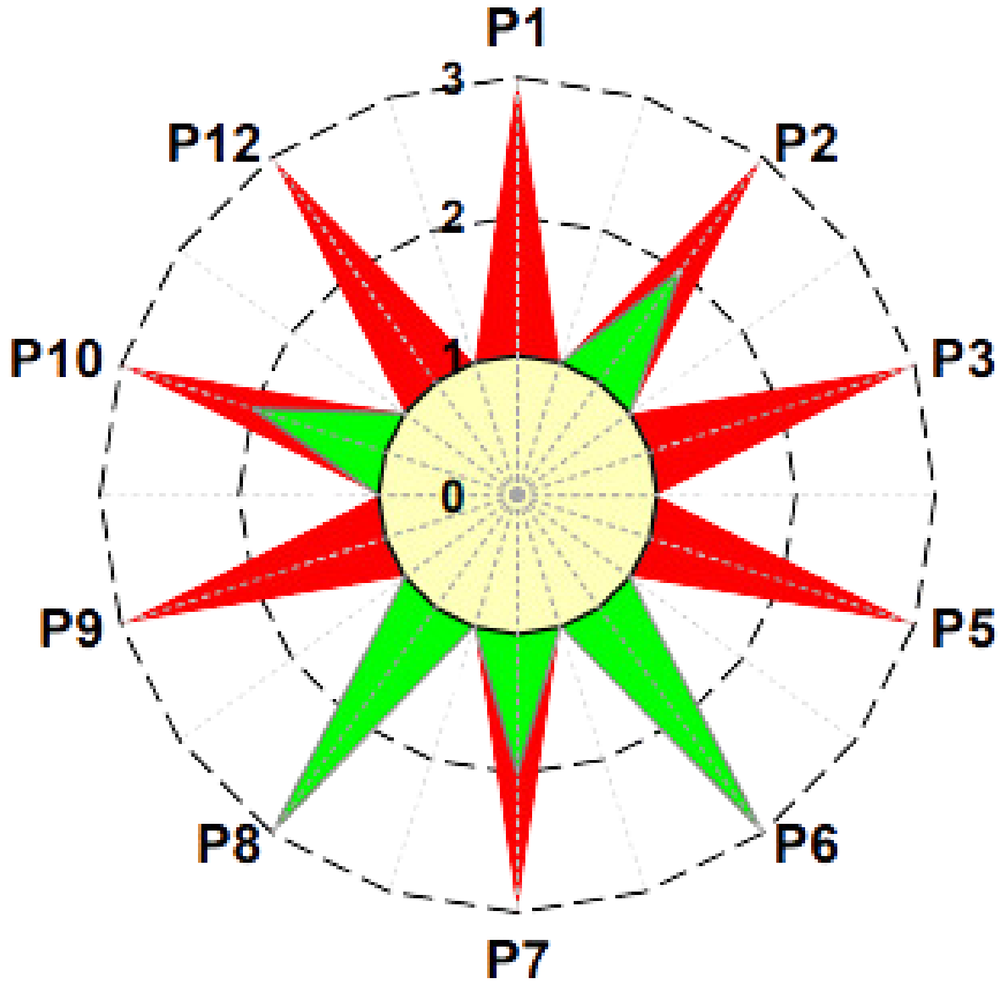
ENGEL, R. G. *et al.* **Química orgânica experimental: técnicas de escala pequena – Tradução da 3ª edição norte-americana.** São Paulo: Cengage Learning Brasil, 2016. E-book. ISBN 9788522123469. Disponível em: https://app.minhabiblioteca.com.br/#/books/9788522123469/. Acesso em: 18 ago. 2024.

FÁTIMA, A.; ALVES, R. B. **Química Orgânica Experimental II.** Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), 2009.

SÍNTESE

DA CICLOHEXANONA

ESTRELA VERDE DO EXPERIMENTO



IPE = 35%

PRÉ-LABORATÓRIO

1. Consultando a FDS, identifique os perigos físicos, químicos e de saúde dos produtos químicos usados durante a prática, de acordo com a GHS.

Substâncias	Código de perigo GHS	Medidas de proteção	Frase de perigo de acordo com a FDS	Renovabilidade e Degradabilidade

*A tabela GHS se encontra ao final da apostila.

PRÉ-LABORATÓRIO

2. Água sanitária é uma mistura contendo cloro gasoso, hidróxido de sódio, hipoclorito de sódio, cloreto de sódio e água. A adição de ácido acético à mistura promove a formação de ácido hipocloroso e acetato de sódio.

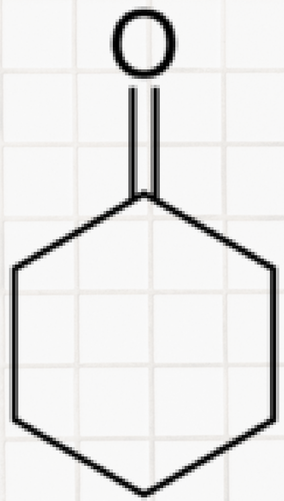
3.Qual é a espécie oxidante nesta reação? Escreva a reação abaixo.

4. Qual o meio industrial de obtenção do cicloexanol?

5. Em que tipo de indústria o cicloexanol e a cicloexanona são utilizados como material intermediário?

A CICLOHEXANONA

A Ciclohexanona (também conhecido como oxociclohexano, cetona pimélica, cetohexametileno, ciclohexilcetona ou cetociclohexano) é uma molécula cíclica de seis carbonos com um grupo funcional cetona. Este composto é incolor ou levemente amarelado, e apresenta cheiro característico de menta.



A ciclohexanona é obtida por meio de um processo químico conhecido como oxidação do cicloexanol. Ele é submetido a uma reação com um agente oxidante, como o ácido nítrico ou o permanganato de potássio, em presença de um catalisador, como o ácido sulfúrico.

Durante a reação, ocorre a oxidação do grupo hidroxila (-OH) do ciclohexanol, resultando na formação da ciclohexanona e água como subproduto.

OBJETIVOS

- Realizar a oxidação do cicloexanol utilizando hipoclorito de sódio em meio ácido, com o objetivo de sintetizar ciclohexanona;
- Isolar e purificar a ciclohexanona após a reação, utilizando técnicas de extração e secagem, garantindo a remoção de impurezas e solventes;

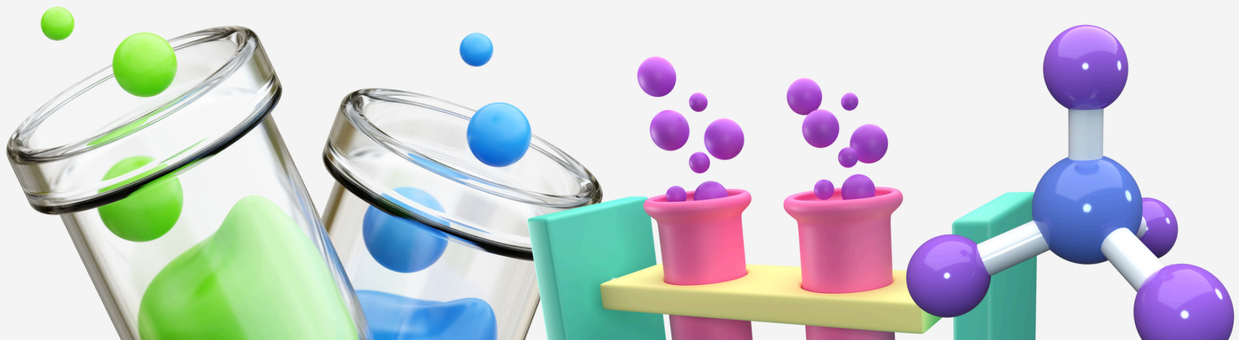
MATERIAIS E REAGENTES

REAGENTES

- Cicloexanol;
- Ácido acético glacial;
- Hipoclorito de sódio 2%;
- Solução saturada de bissulfito de sódio;
- Carbonato de potássio anidro (ou sulfato de sódio anidro);
- Bicarbonato de sódio;
- Diclorometano;
- Lugol;
- Água destilada;
- Hidróxido de sódio 5%.

MATERIAIS

- Balão de 3 bocas, de 500 mL;
- Condensador;
- Funil de adição;
- Tampa esmerilhada;
- Termômetro;
- Banho de gelo;
- Funil de separação;
- Filtro;
- Tubos de ensaio.



PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

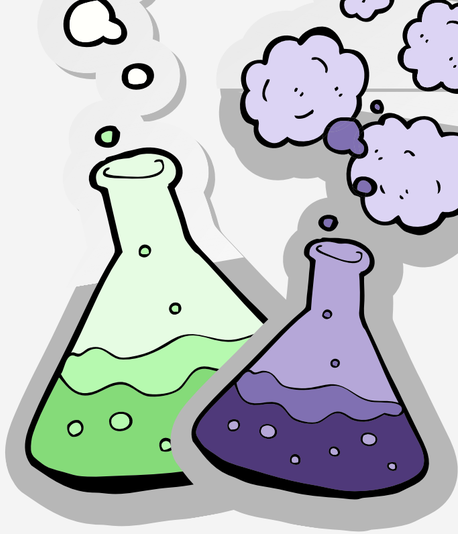
➤ SÍNTESE*

1. A um balão de 3 bocas de 500 mL conectar: um condensador, um funil de adição e uma tampa esmerilhada;
2. Adicionar ao balão 8 mL de cicloexanol e 4 mL de ácido acético glacial;
3. Ao funil de adição, transferir 130 mL de solução de hipoclorito de sódio 2% (água sanitária comercial);
4. Iniciar a adição de hipoclorito de sódio sobre a mistura cicloexanol-ácido acético, cuidadosamente, por um período de 20-25 minutos;
5. Ajustar a velocidade de adição de tal forma que a temperatura da reação seja mantida entre 40-50°C;

*Nota: experimento adaptado de Fiss, Oliveira, 2021.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

SÍNTESE



6.Esfriar a reação com o auxílio de um banho de gelo-água se a temperatura exceder 45°C, mas não permitir que a temperatura fique abaixo de 40°C;

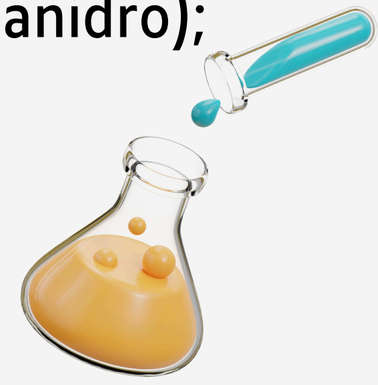
7.Agitar o sistema ocasionalmente enquanto a adição ocorre, permitindo melhor homogeneização do sistema;

8.Após a adição completa da solução de hipoclorito, deixar a reação em repouso por 15-20 minutos, agitando ocasionalmente.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

PURIFICAÇÃO

1. Adicionar 2-3 mL de uma solução saturada de bissulfito de sódio ao balão contendo o produto;
2. Agitar a mistura e transferir a mesma para um funil de separação;
3. Proceder as extrações com diclorometano (2X20 mL);
4. Lavar cuidadosamente o extrato orgânico com uma solução saturada de bicarbonato de sódio (2X20 mL);
5. Secar a fase orgânica com carbonato de potássio anidro (ou sulfato de sódio anidro);
6. Filtrar diretamente para um balão e evaporar o solvente.



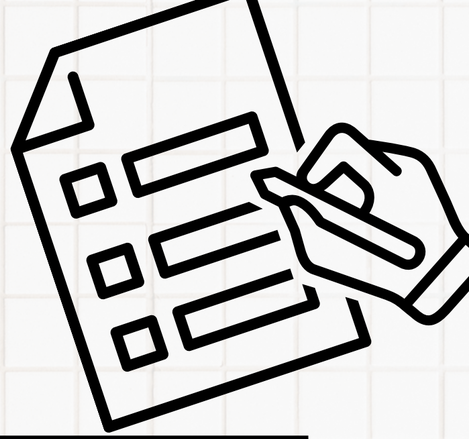
PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

➤ IDENTIFICAÇÃO: TESTE DO IODOFÓRMIO

1. Adicionar 2 mL de água destilada em um tubo de ensaio. Em seguida, adicionar mais 2 mL de ciclohexanona, e 1 mL de hidróxido de sódio 5%;
2. Gotejar a solução contendo Lugol no tubo de ensaio com ciclohexanona e hidróxido de sódio. A formação de um precipitado amarelo indica que a reação é positiva, porém, é necessário manter o gotejamento até que se observe a formação de uma solução escura.

REGISTROS PRÁTICOS

PÓS-LABORATÓRIO



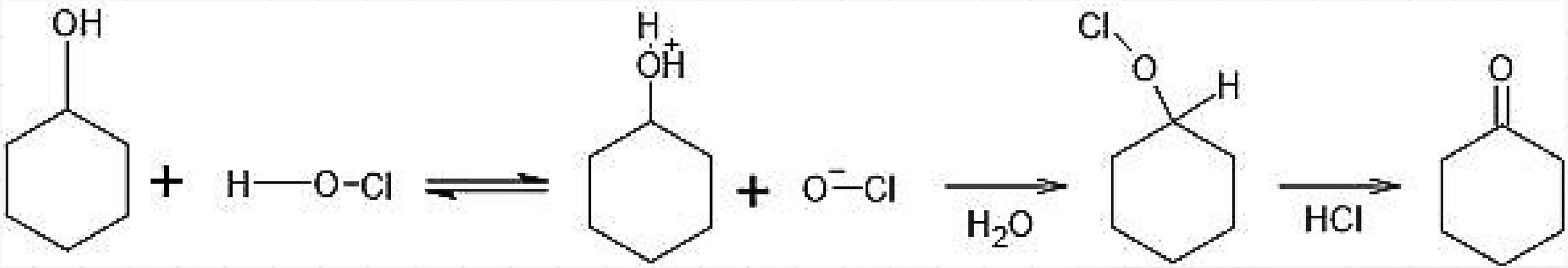
1. Complete a tabela de gerenciamento de resíduos:

Reagentes usados nesta aula	Reaproveitamento	Tratamento	Descarte

*Classificar como: R.O.H: Resíduo Orgânico Halogenado; R.O.N: Resíduo Orgânico Não Halogenado; R.I.T: Resíduo Inorgânico Tóxico; R.I.N: Resíduo Inorgânico Não Tóxico.

PÓS-LABORATÓRIO

2. Sugira setas de fluxo eletrônico no mecanismo reacional proposto a seguir:



3. A lavagem com diclorometano poderia ser substituída por uma lavagem com água destilada?

PÓS-LABORATÓRIO

4. Porque a reação deve ser mantida entre 40 a 45°C durante a adição de hipoclorito?

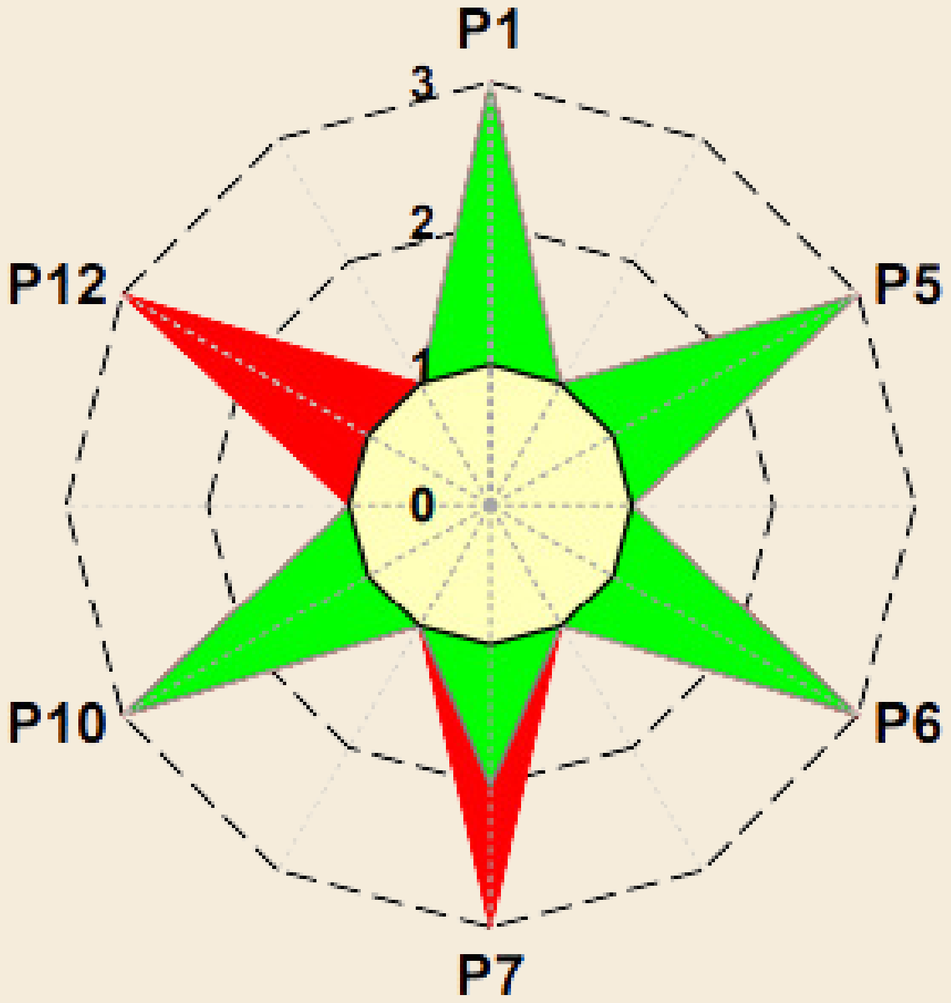
5. Há outra alternativa para a obtenção de ciclohexanona?

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

FISS, G. F.; OLIVEIRA, N. L. **Química orgânica experimental: experiências laboratoriais e vivenciadas.** João Pessoa: Editora UFPB, 2021. *E-book*. Disponível em: http://www.editora.ufpb.br/sistema/.

PREPARO DE BIOPOLÍMEROS

ESTRELA VERDE DOS EXPERIMENTOS



IPE = 75%

PRÉ-LABORATÓRIO

1. Consultando a FDS, identifique os perigos físicos, químicos e de saúde dos produtos químicos usados durante a prática, de acordo com a GHS.

Substâncias	Código de perigo GHS	Medidas de proteção	Frase de perigo de acordo com a FDS	Renovabilidade e Degradabilidade

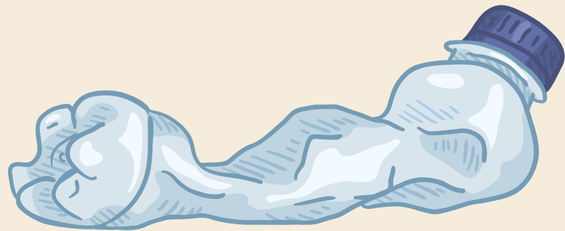
*A tabela GHS se encontra ao final da apostila.

A HISTÓRIA DOS POLÍMEROS

O conceito de "polímero" foi primeiramente introduzido pelo químico alemão Jöns Jacob Berzelius, no ano de 1832, quando o cientista tentou diferenciar moléculas orgânicas que possuíam propriedades químicas distintas, mas os mesmos elementos químicos.

Estes polímeros podem ser classificados como polímeros naturais ou sintéticos. Os polímeros naturais são formados durante o ciclo de crescimento de organismos vivos, em reações de síntese catalisadas por enzimas, em que há o crescimento de uma cadeia a partir de monômeros. Esses polímeros naturais são usados pela humanidade a um longo tempo, sendo estes a lã, a borracha e o couro, por exemplo.

Surgiram no final do século XIX com o objetivo de substituir polímeros naturais, e são geralmente oriundos de fontes não renováveis, como o petróleo. Os polímeros sintéticos tornaram-se commodities a partir dos anos 1950, e deram origem aos plásticos, e consequentemente microplásticos, que ao passar do tempo se tornaram cada vez mais agravantes, devido a seus impactos ambientais negativos.



OS BIOPOLÍMEROS

Nesse contexto, é crescente a busca por alternativas para diminuição deste prejuízo ambiental. Uma possibilidade são os biopolímeros, que são polímeros biodegradáveis com propriedades semelhantes aos materiais plásticos, mas com um tempo de degradação menor, com baixa toxicidade e baixo custo.

O Brasil, sendo um país que possui vasta biodiversidade, é um ambiente propício para estudos avançados de biopolímeros, uma vez que os mesmos podem ser desenvolvidos a partir de plantas, algas marinhas, bactérias e também de exoesqueleto de crustáceos.

Um exemplo disso é o Projeto Fênix Amazônico, que desenvolve novos materiais feitos da mistura de polímeros termoplásticos com as fibras de madeiras amazônicas de ciclo curto, como balsa, caroba, surucucumirá e marupá.

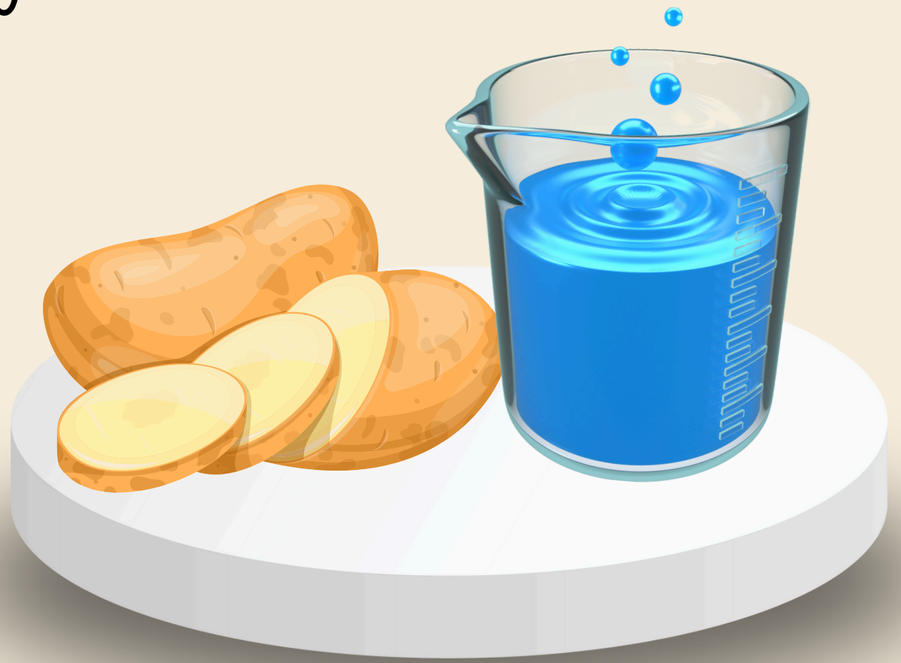
MATERIAIS E REAGENTES

MATERIAIS

- Chapa de aquecimento;
- Termômetro;
- Béquer de 250 mL;
- Balança;
- Espátula;
- Conta gotas;
- Bastão de vidro;
- Proveta de 100 mL;
- Placa de Petri;
- Estufa.

REAGENTES

- Amido;
- Ácido Acético 0,1 $mol.L^{-1}$;
- Glicerina;
- Água destilada.



PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL*

OPÇÃO A

1. Em um béquer de 250 mL pesar 5,0 g de amido;
2. Em outro béquer pesar 14,0 g de ácido acético 0,1 $mol.L^{-1}$;
3. Em um terceiro béquer pesar 15,0 g de glicerina;
4. No béquer em que foi pesado o amido, dissolve-lo com 100 mL de água, e adicionar o ácido acético e a glicerina;
5. Agitar a mistura com o auxílio de um bastão de vidro;
6. Levar esta mistura à chapa de aquecimento até aquecer entre 65-75°C. Manter nesta temperatura por 15 minutos, sempre com agitação durante todo o processo;
7. Após o tempo de aquecimento, espalhar o biopolímero sobre a placa de Petri. Transferir a placa petri para a estufa, a 40°C e aguardar por 48h ou até a secagem completa.

*Nota: experimento adaptado de Santos, 2021.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL*

OPÇÃO B

1. Em um béquer de 250 mL pesar 5,0 g de amido;
2. Em outro béquer pesar 0,5 g de glicerina;
3. No béquer em que foi pesado o amido, dissolvê-lo com 100 mL de água;
4. Levar amistura à chapa de aquecimento até aquecer entre 65-75°C. Manter nesta temperatura por 15 minutos, sempre com agitação durante todo o processo;
5. Adicionar a glicerina ao béquer, mexer com bastão de vidro e na sequência adicionar 0,75 mL de ácido acético 0,1 $mol.L^{-1}$. Agitar a mistura com o auxílio de um bastão de vidro;
6. Espalhar o biopolímero sobre a placa de Petri;
7. Transferir a placa de Petri para a estufa, a uma temperatura de 40°C e aguardar por 48h ou até a secagem completa.

*Nota: experimento adaptado de Shaeffer, 2020; Neves, *et al*, 2013.

REGISTROS PRÁTICOS

PÓS-LABORATÓRIO

1. Complete a tabela de gerenciamento de resíduos:

Reagentes usados nesta aula	Reaproveitamento	Tratamento	Descarte

*Classificar como: R.O.H: Resíduo Orgânico Halogenado; R.O.N: Resíduo Orgânico Não Halogenado; R.I.T: Resíduo Inorgânico Tóxico; R.I.N: Resíduo Inorgânico Não Tóxico.

PÓS-LABORATÓRIO

2. Quais as principais diferenças entre um polímero convencional e um biopolímero?

3. Quais observações podemos perceber na aparência do biopolímero após alguns dias?

4. Qual a unidade monomérica presente no biopolímero formado?

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

SANTOS, L. L. **Métodos de produção de biopolímeros de matérias-primas vegetais: uma revisão da literatura.** 2021.

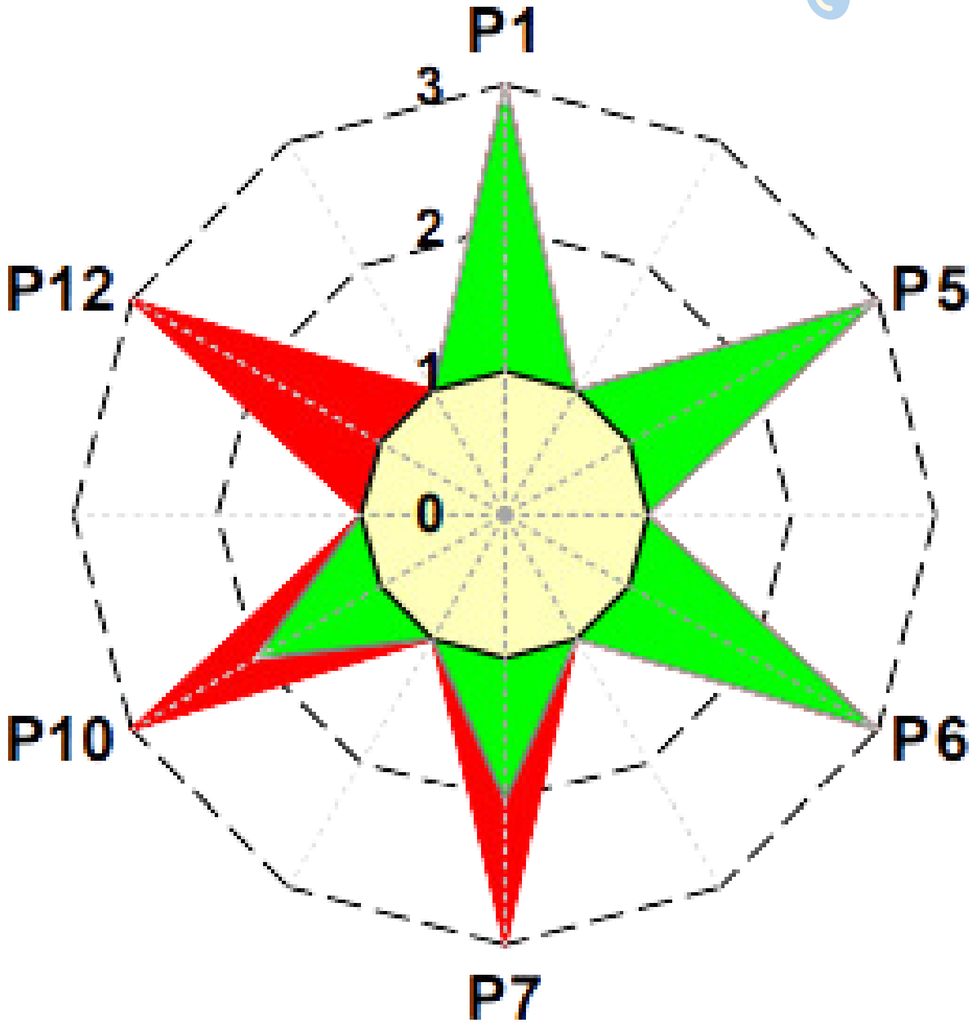
SCHAEFFER, D. **Obtenção e caracterização de biopolímeros a partir de fécula de mandioca e amido de milho.** 2020.

SILVEIRA DE FARIAS, S. *et al*. **Biopolímeros: uma alternativa para promoção do desenvolvimento sustentável.** Revista Geonorte. [S. l.], v. 7, n. 26, p. 61–77, 2016. Disponível em: //periodicos.ufam.edu.br/index.php/revista-geonorte/article/view/2759. Acesso em: 27 fev. 2024.

NEVES, J. M. *et al.* **Produção de bioplástico a partir da casca da batata (solanum tuberosum): o desenvolvimento de um protótipo interdisciplinar**. Rio Grande do Sul, 2013.

Reação de saponificação

ESTRELA VERDE DO EXPERIMENTO



IPE = 66%

PRÉ-LABORATÓRIO

1. Consultando a FDS, identifique os perigos físicos, químicos e de saúde dos produtos químicos usados durante a prática, de acordo com a GHS.

Substâncias	Código de perigo GHS	Medidas de proteção	Frase de perigo de acordo com a FDS	Renovabilidade e Degradabilidade

*A tabela GHS se encontra ao final da apostila.

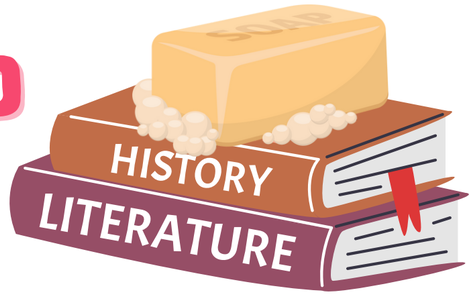
PRÉ-LABORATÓRIO

2. Diferencie óleo e gordura.

3. Como o processo de fabricação do sabão com óleo residual contribui para a sustentabilidade?

4. O que são ácidos graxos e como estão relacionados à fabricação de sabão?

EVOLUÇÃO HISTÓRICA E IMPACTO SOCIOCULTURAL DO SABÃO

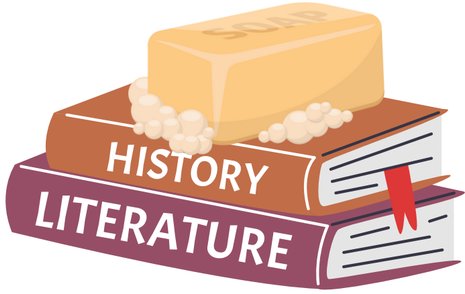


A produção de sabão é uma prática que remete à antigas civilizações. Segundo a lenda romana, o nome "sabão" surgiu por conta do Monte Sapo, local em que se realizavam sacrifícios de animais. Quando chovia, a gordura derretida proveniente desses animais se misturava com as cinzas do local, e eram levadas até o rio Tibre. Dessa forma, as mulheres que utilizavam o rio para lavagem de roupas perceberam que estas ficavam mais limpas do que quando se lavava em outros trechos do rio.

Porém, somente em 1791 o processo de fabricação de sabão foi patenteado, pelo químico francês Nicolas Leblanc, em um processo que se utilizava o sal das cinzas (carbonato de sódio) junto à gordura animal. Assim, o sabão começou a ser produzido em larga escala.

OBJETIVOS

- Estudo da reação de saponificação a partir da produção de sabões ecológicos por meio da reutilização de gorduras residuais.



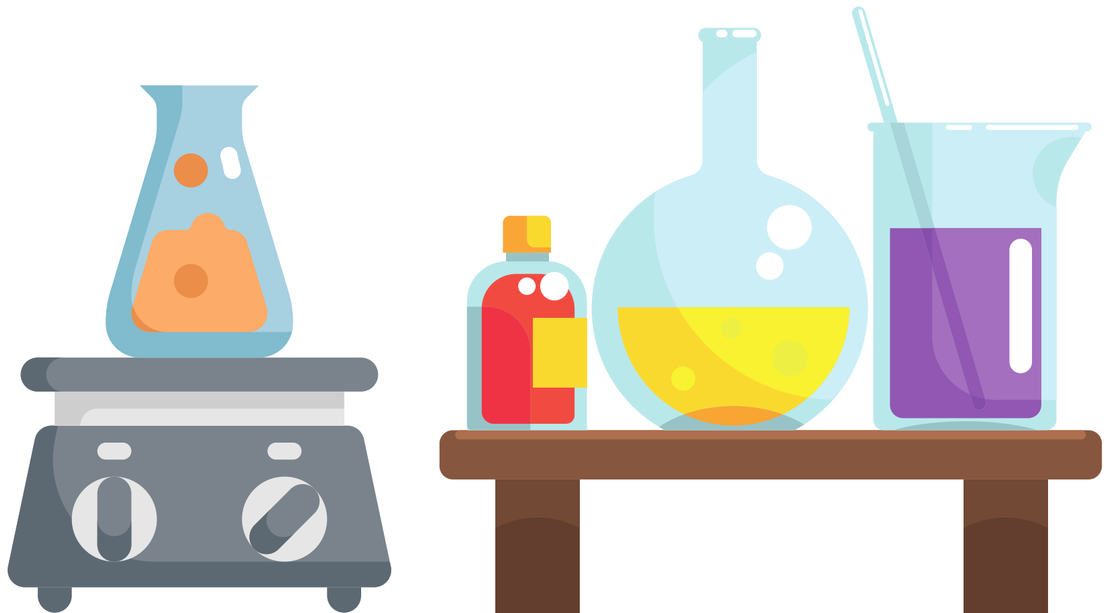
MATERIAIS E REAGENTES

MATERIAIS

- Proveta de 250 mL;
- Béquer de 100 mL e 1 L;
- 2 provetas de 100 mL;
- Espátula;
- Bastão;
- Recipiente para armazenamento do sabão

REAGENTES

- Óleo vegetal residual filtrado;
- Solução de hidróxido de sódio 99%;
- Água fria;
- Etanol 96%



PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL*

SABÃO ECOLÓGICO EM BARRA

1. Colocar 120 mL de óleo residual de frituras em um béquer de 1L – Aquecer o óleo residual de frituras entre 60°C a 65°C, mexer bem até homogeneizar;
2. Retirar do aquecimento e acrescentar 100 mL de etanol à mistura de óleo residual;
3. Misturar 25 g de soda cáustica em 67 mL de água. Dissolver bem (cuidado com os vapores);
4. Após dissolver a soda cáustica, adicioná-la à mistura óleo/álcool que deve estar 60°C a 65°C. Com o bastão de vidro mexer até obter um líquido escuro, transparente e que forme uma película na superfície da formulação ou um fio/gota de sabão na ponta do bastão de vidro ao erguê-lo;
5. Despejar em uma forma de plástico;
6. Deixar solidificar por um período de 24 horas e cortar os pedaços.

*Nota: experimento adaptado de Cavalheiro, *et al*, 2022.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL*

SABÃO ECOLÓGICO LÍQUIDO

1. Em um béquer de 2 L adicionar o óleo e o etanol, agitar até ambos se homogeneizaram;
2. No béquer de 100 mL dissolver o hidróxido de sódio (NaOH) com a água fria;
3. Adicionar o hidróxido de sódio dissolvido sobre a mistura álcool/óleo;
4. Homogeneizar a mistura até que comece a ocorrer a saponificação (líquido escuro e formação de um fio ou uma gota de sabão ao erguer o bastão de vidro;
5. Após saponificar, adicionar 1,5 L de água fervente e homogeneizar muito beM;
6. O produto deve ficar em repouso por 24 horas para obtenção de um líquido de alta viscosidade. Quando o detergente ficar muito viscoso, mais água fria pode ser adicionada;
7. Após este período o sabão pode ser acondicionado em frascos descartáveis de amaciantes por exemplo.

*Nota: experimento adaptado de Cavalheiro, *et al*, 2022.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL*

TESTES DE QUALIDADE DO SABÃO

❶ FORMAÇÃO DE ESPUMA

1. Preparar 50 mL de solução a 2% de cada formulação testada, utilizando água destilada ou deionizada a temperatura ambiente e isenta de dureza;
2. Transferir esse volume para uma proveta de 100 mL com tampa e promover 10 movimentos de inversão com a proveta em movimentos sincronizados;
3. Imediatamente após essa operação, determinar a altura (milímetros) de espuma formada, repetindo posteriormente essas determinações com intervalos de 5 minutos por mais duas vezes.
4. Comparar os valores obtidos com os valores das alturas de uma solução de lauril sulfato de sódio a 2% usada como padrão.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL*

TESTES DE QUALIDADE DO SABÃO

❶ DETERMINAÇÃO DO pH

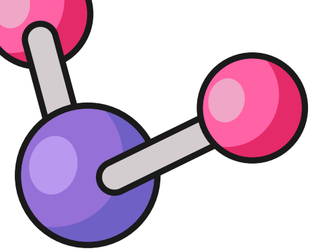
1. Para o sabão sólido deve-se cortar uma barra e retirar do seu centro pequenas lascas que devem ser dissolvidas em água quente (não fervente);
2. Mergulhar uma fita de pH nessa solução e avaliar o pH. Para o sabão líquido basta colocar algumas gotas em água a temperatura ambiente ou morna e aferir o pH com fita.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL*

TESTES DE QUALIDADE DO SABÃO

❶ Comportamento frente a água dura

1. Numere 2 tubos de ensaio. No primeiro coloque um terço do seu volume de água destilada e no segundo o mesmo volume de uma solução de óxido de cálcio diluída (cerca de 0,5 $g.L^{-1}$);
2. Em um béquer dissolva 1 cm^3 do sabão sólido em água morna. Logo após a dissolução, adicione gota a gota a solução de sabão ao tubo 1 e agite;
3. Determine quantas gotas são necessárias para produzir espuma. Faça o mesmo no tubo 2;
4. Para o sabão líquido, adicionar algumas gotas de sabão ecológico líquido em cada tudo, agitar, observar e registrar.



REGISTROS PRÁTICOS

PÓS-LABORATÓRIO

1. Complete a tabela de gerenciamento de resíduos:

Reagentes usados nesta aula	Reaproveitamento	Tratamento	Descarte

*Classificar como: R.O.H: Resíduo Orgânico Halogenado; R.O.N: Resíduo Orgânico Não Halogenado; R.I.T: Resíduo Inorgânico Tóxico; R.I.N: Resíduo Inorgânico Não Tóxico.

PÓS-LABORATÓRIO

2. Qual foi o tipo de reação que ocorreu durante o experimento? Dê o mecanismo desta reação.

3. Como o pH do sabão produzido é comparado ao pH do óleo ou gordura inicial?

4. Além do sabão, quais são os possíveis subprodutos formados durante a saponificação? Como esses subprodutos podem afetar a qualidade do sabão?

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

CAVALHEIRO, N. *et al.* **Produção de sabão líquido verde: uma iniciativa para articular os princípios da Química Verde no ensino de ciências da natureza.** Research, Society and Development, v. 11, n. 12, p. e29111234311-e29111234311, 2022.

CAVALHEIRO, N. *et al.* ***Ecological soap production using green chemistry principles.*** Acta Scientiarum. Technology, v. 46, n. 1, 2024.

DA SILVA, G. D. S. *et al.* **Fábrica escola de detergentes como forma de possibilitar a indissociabilidade entre ensino-pesquisa-extensão.** Revista Difusão, v. 1, n. 9, 2022.

CHENDYNSKI, L. T.; GOMES, S. I. A. A.; GIUSTI, E. D.; STADLER, J. P. **Formulações saneantes geis aromatizantes de ambiente, repelentes naturais e sabonetes alternativos** [Livro eletrônico]. São José dos Pinhais – Pr: Seven Evente, p. 110, 2023.

TABELA GHS

Perigos		Pontuação (p)	Perigos		Pontuação (p)
H200	Físico	3	H330	Saúde	3
H201	Físico	3	H331	Saúde	3
H202	Físico	3	H332	Saúde	2
H203	Físico	3	H333	Saúde	2
H204:	Físico	2	H334	Saúde	3
H205	Físico	3	H335	Saúde	2
H220	Físico	3	H336	Saúde	2
H221	Físico	2	H340	Saúde	3
H222	Físico	3	H341	Saúde	3
H223	Físico	2	H350	Saúde	3
H224	Físico	3	H351	Saúde	3
H225	Físico	3	H360	Saúde	3
H226	Físico	2	H361	Saúde	3

TABELA GHS

Perigos		Pontuação (p)	Perigos		Pontuação (p)
H227	Físico	2	H362	Saúde	2
H228 (category 1)	Físico	3	H370	Saúde	3
H228 (category 2)	Físico	2	H371	Saúde	3
H229	Físico	2	H372	Saúde	3
H230	Físico	3	H373	Saúde	3
H231	Físico	2	H400	Ambiente	3
H240	Físico	3	H401	Ambiente	3
H241	Físico	3	H402	Ambiente	2
H242 (Type C & D)	Físico	3	H410	Ambiente	3
H242 (Type E & F)	Físico	2	H411	Ambiente	3
H250	Físico	3	H412	Ambiente	2
H251	Físico	3	H413	Ambiente	2
H252	Físico	2	H420	Ambiente	3

TABELA GHS

Perigos		Pontuação (p)	Perigos		Pontuação (p)
H260	Físico	3	EUH001	Físico	3
H261(category2)	Físico	3	EUH006	Físico	3
H261(category3)	Físico	2	EUH014	Físico	3
H270	Físico	3	EUH018	Físico	3
H271	Físico	3	EUH019	Físico	3
H272(category2)	Físico	3	EUH029	Saúde	3
H272(category3)	Físico	2	EUH031	Saúde	3
H280	Físico	2	EUH032	Saúde	3
H281	Físico	2	EUH044	Físico	3
H290	Físico	2	EUH059	Ambiente	3
H300	Saúde	3	EUH066	Saúde	2
H301	Saúde	3	EUH070	Saúde	3
H302	Saúde	2	EUH071	Saúde	3

TABELA GHS

Perigos		Pontuação (p)	Perigos		Pontuação (p)
H303	Saúde	2	EUH201	Saúde	3
H304	Saúde	3	EUH201A	Saúde	2
H305	Saúde	2	EUH202	Saúde	3
H310	Saúde	3	EUH203	Saúde	2
H311	Saúde	3	EUH204	Saúde	2
H312	Saúde	2	EUH205	Saúde	2
H313	Saúde	2	EUH206	Saúde	3
H314	Saúde	3	EUH207	Saúde	3
H315	Saúde	2	EUH208	Saúde	2
H316	Saúde	2	EUH209	Físico	3
H317	Saúde	2	EUH209A	Físico	2
H318	Saúde	3			
H319	Saúde	2			
H320	Saúde	2			