

EXPERIMENTOS DE QUÍMICA ORGÂNICA

na perspectiva da Química Verde

Vol. 1 – Técnicas



Experimentos de Química Orgânica na perspectiva da Química Verde vol. 1- Técnicas



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 Gonçalves 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: técnicas [livro eletrônico] / Cássia Gonçalves Magalhães ... [et al]. Ponta Grossa: UEPG / PROEX, 2025.

175p.; E-book: PDF. (Apostila, vol. 1)

ISBN: 978-85-66964-27-1

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. Gebelucá, 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 Quimindex 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 deixá-los 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 veracidade de um experimento: o uso da estrela verde.....	8
3. Segurança no laboratório.....	11

Experimentos

1. Extração e caracterização do paracetamol.....	13
2. Extração e identificação da cafeína.....	30
3. Extração ácido-base.....	45
4. Solubilidade de compostos orgânicos.....	58
5. Solubilidade: identificação de grupos funcionais.....	69
6. Recristalização.....	83
7. Extração de óleos essenciais.....	96
8. Extração contínua.....	108
9. Extração líquido-líquido.....	120
10. Teste do lodofórmio.....	133
11. Teste de Lucas.....	145
12. Cromatografia em coluna.....	158
Tabela GHS.....	172

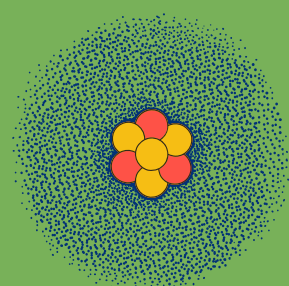
OS PRINCÍPIOS DA QUÍMICA VERDE

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**

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, métrica essa que visa avaliar a verdura do experimento. A métrica consiste na avaliação da verdura da reação, ou seja, avaliar se a reação 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-se 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 mesmas 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

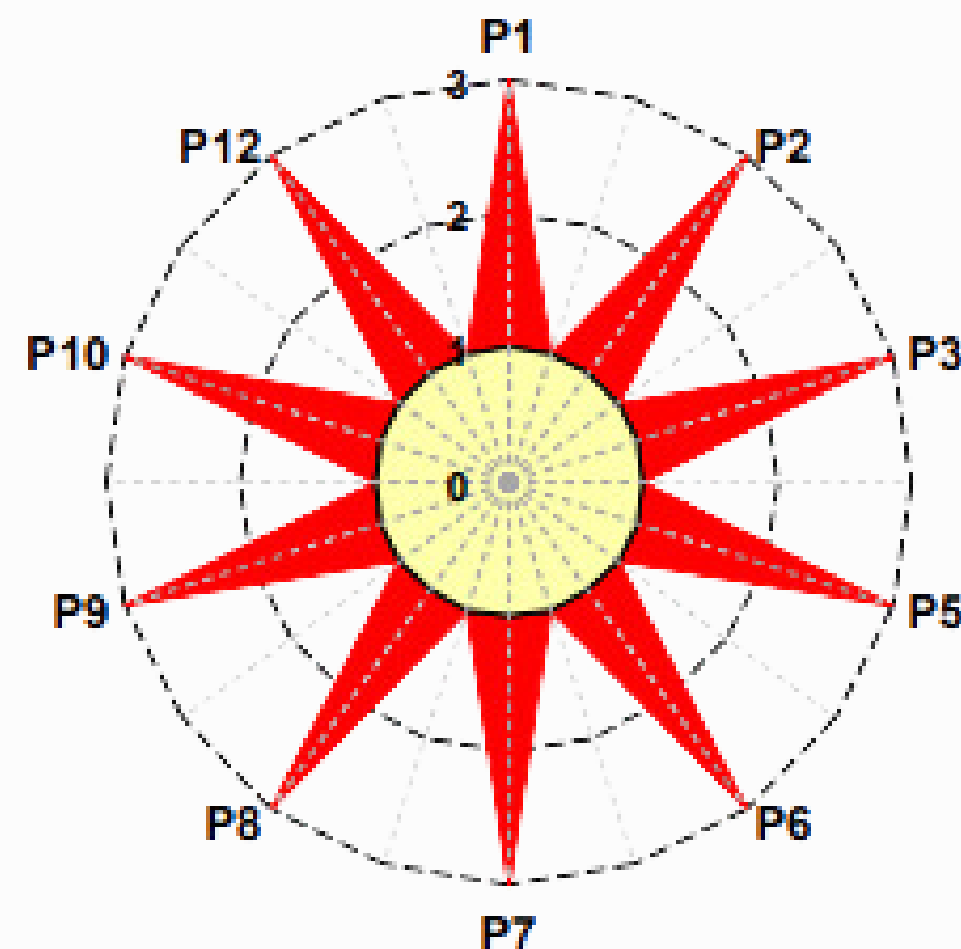
A Estrela Verde pode ser composta por 12 pontas em caso de sínteses e 6 pontas em atividades que não envolvem síntese. Cada ponta representa um princípio da química verde, que são: prevenção, economia atômica, síntese menos perigosa, produtos químicos mais seguros, solventes e auxiliares mais seguros, eficiência energética, matérias primas renováveis, reduzir os derivados, 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 proporcionalmente ao atingido a cada princípio aplicado (Figura 1). Portanto, quanto maior a área, mais verde é a reação. Vale lembrar que a estrela verde pode ser realizada antes do experimento ser executado.



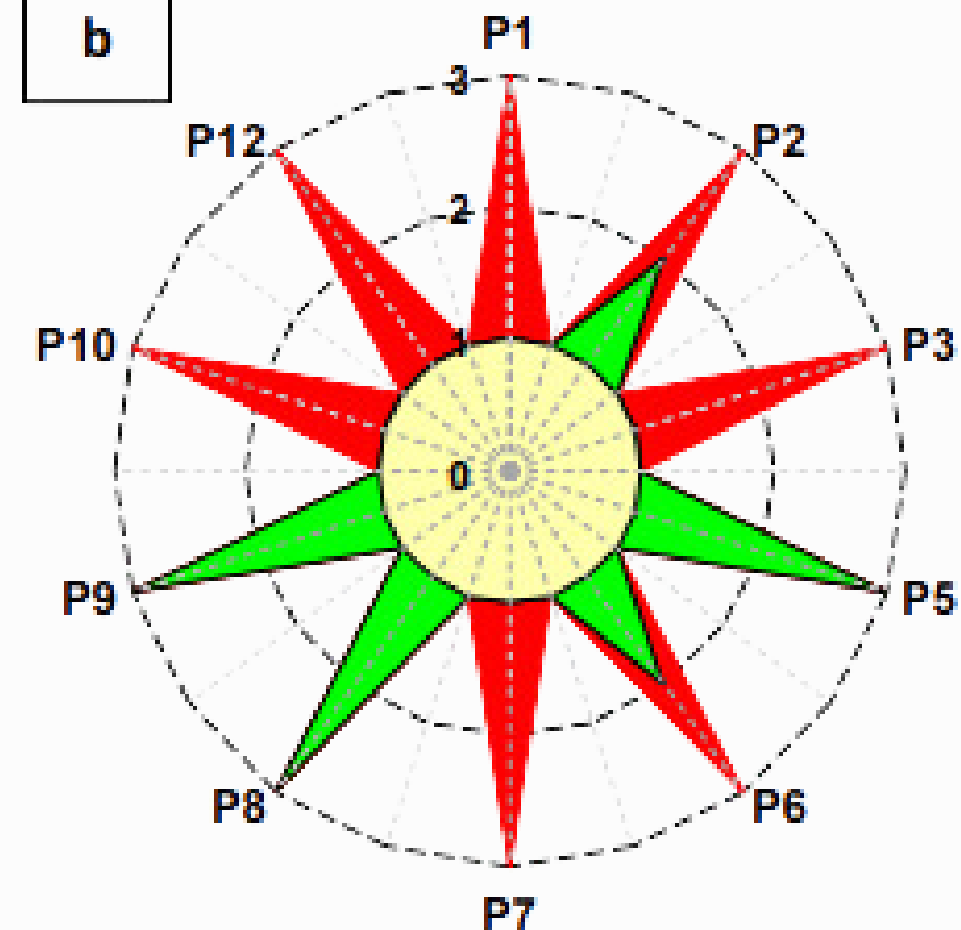
Figura 1 . Possibilidades de preenchimento da estrela.

a: estrela que não apresenta verdura;
b e c: estrelas parcialmente preenchidas;
d: estrela totalmente preenchida,
apresentando uma verdura ideal.

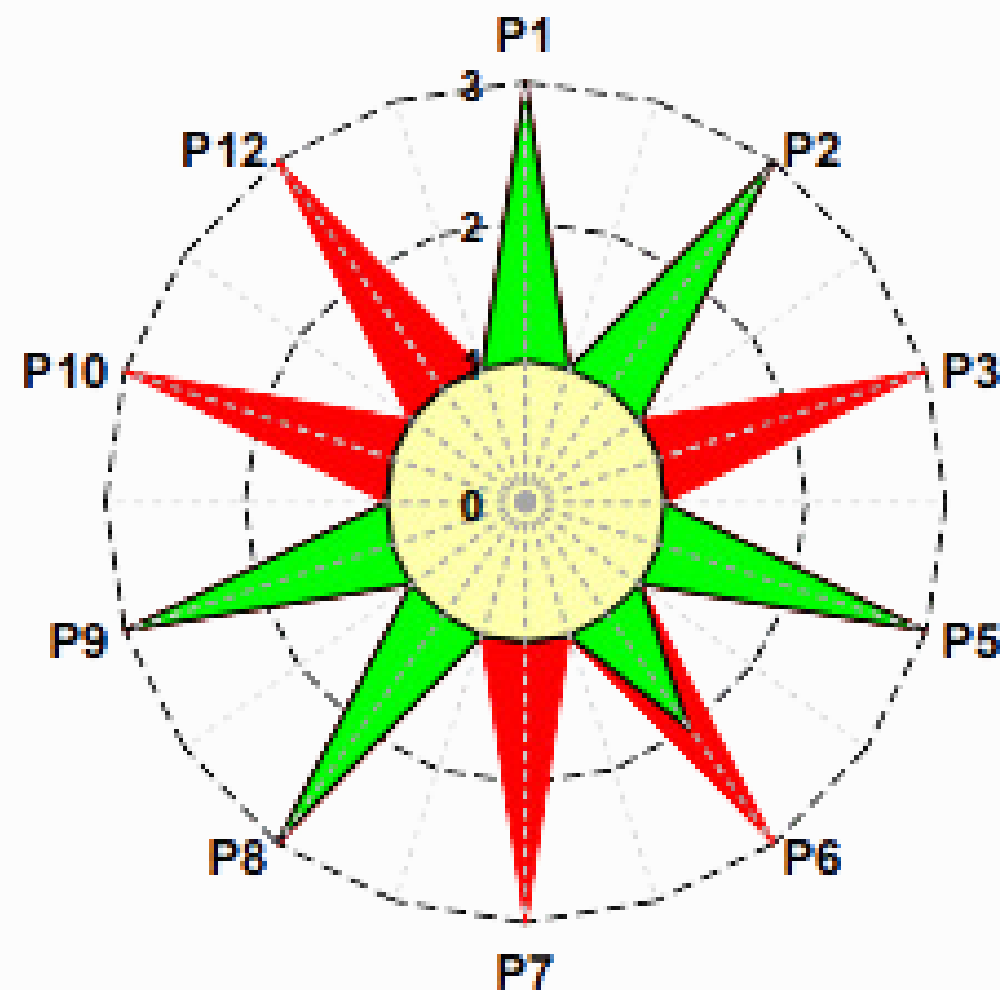
a



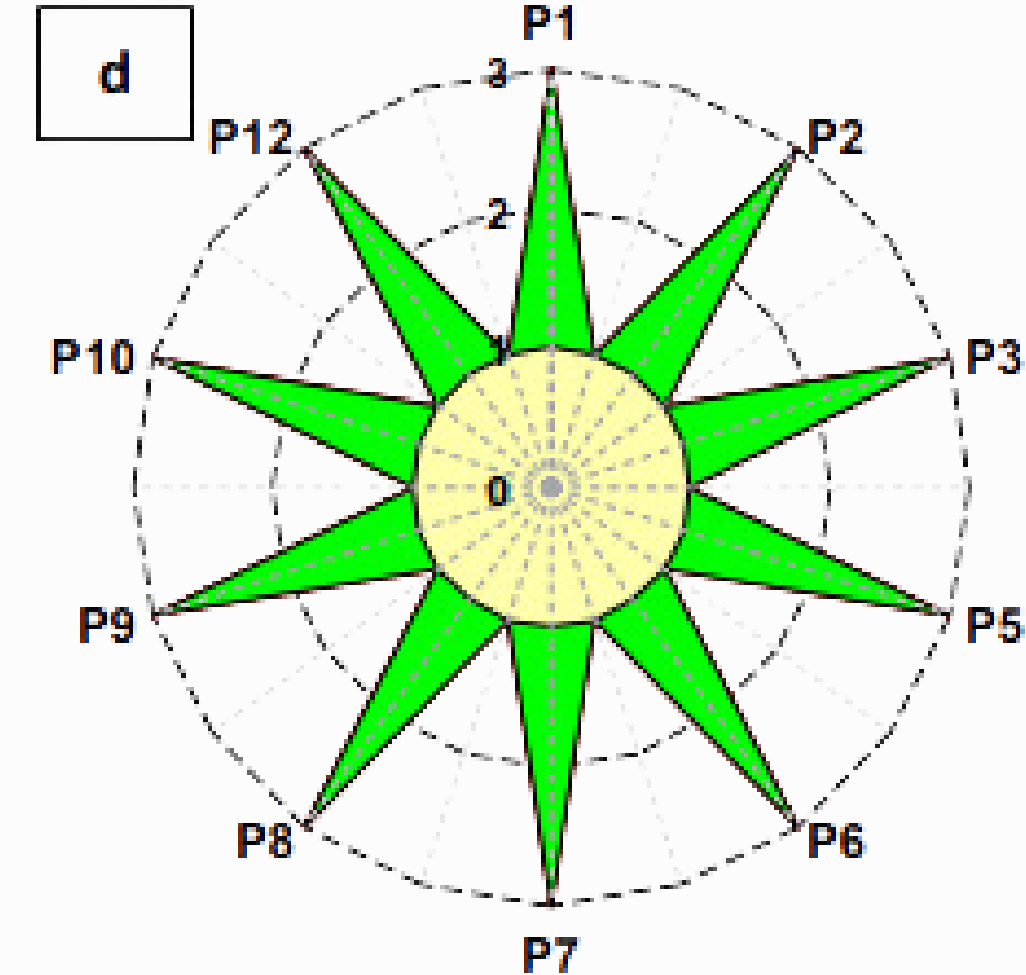
b



c



d



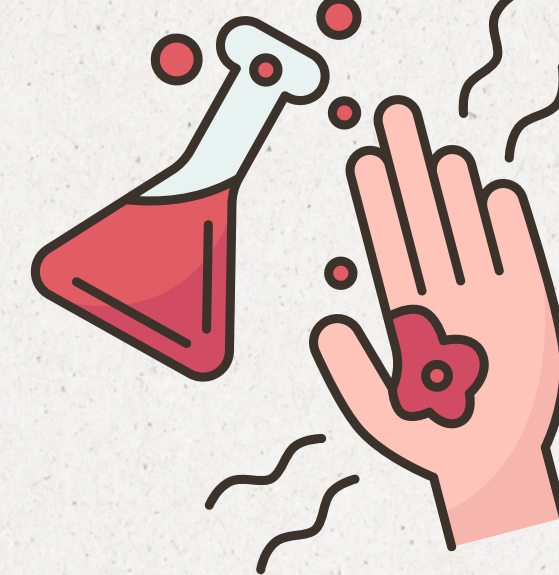
Fonte: Ribeiro, M. G. T. C.; Costa, D. A.; Machado, A. A. S. C.; "Green Star": a holistic Green Chemistry metric for evaluation of teaching laboratory experiments. GC Letters & Reviews. 2010, 3, 149-159.



Não se esqueça da
obrigatoriedade de se usar
jaleco em todas as práticas
realizadas!

MAS PRIMEIRO...

...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:

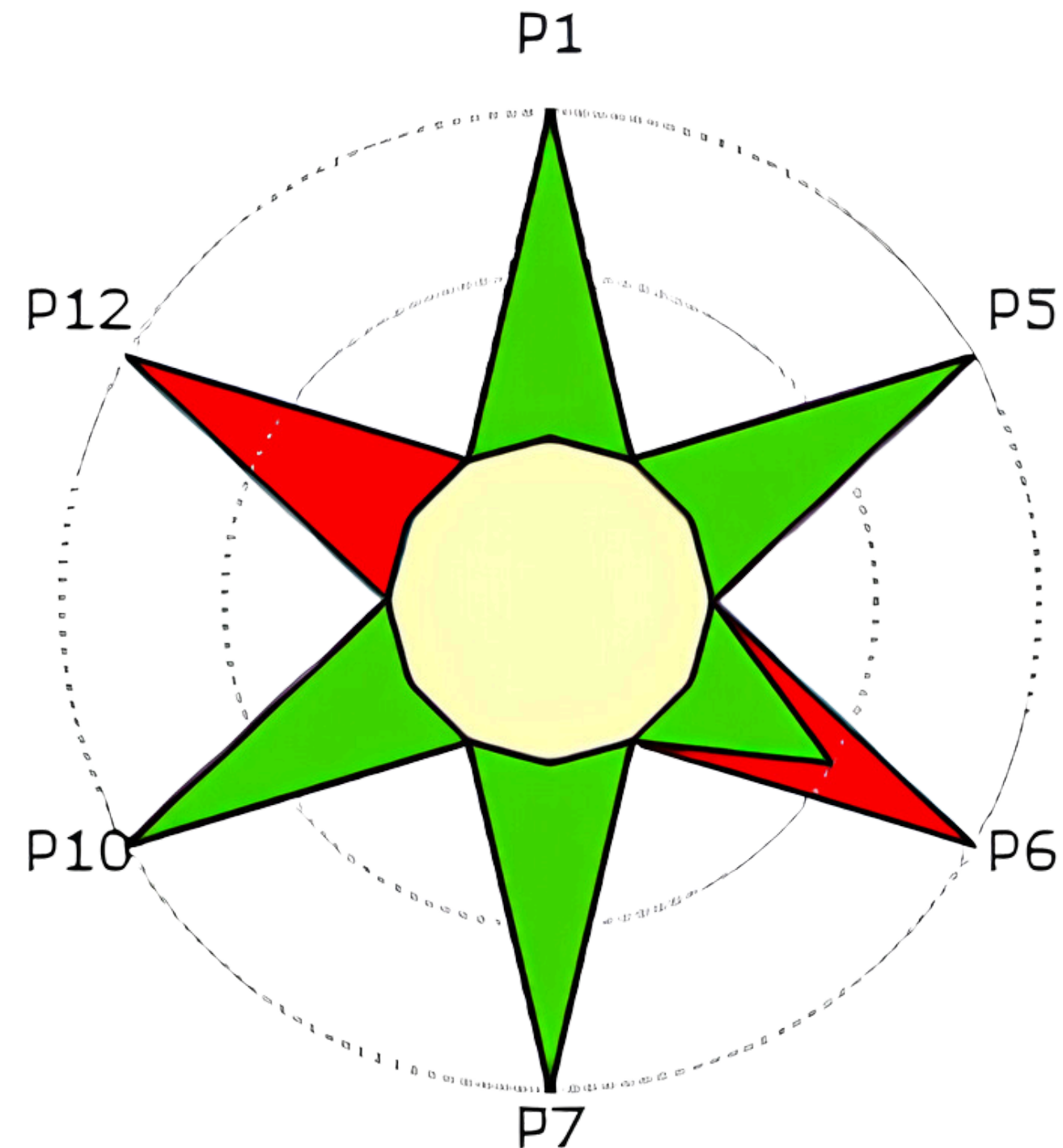


PORTANTO, SEMPRE UTILIZAR A FDS ANTES DAS AULAS PRÁTICAS, PARA AFERIÇÃO DOS PERIGOS DOS REAGENTES USADOS DURANTE A AULA!

EXTRAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DO PARACETAMOL



ESTRELA VERDE DO EXPERIMENTO



ÍNDICE DE PREENCHIMENTO DA ESTRELA (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

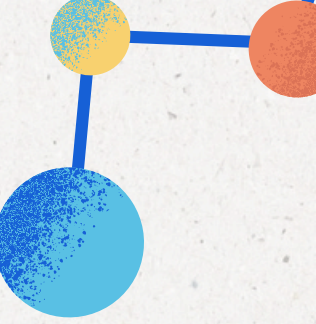
*A tabela GHS se encontra ao final da apostila.

PRÉ-LABORATÓRIO

2. Pesquise e descreva o que representa cada pictograma presente no documento Ficha de Dados de Segurança (FDS).
3. Pesquise e descreva o que é a técnica de extração simples.
4. Pesquise sobre as propriedades químicas do paracetamol e indique:
 - a) Sua fórmula molecular e estrutural;
 - b) Qual a faixa de solubilidade do paracetamol e quais são os solventes mais adequados para sua solubilização;
 - c) Temperatura de fusão do paracetamol;
 - d) Por qual motivo o paracetamol não é tão solúvel em água fria;
 - e) Quais as relações entre as interações intermoleculares e a solubilidade do paracetamol.



HISTÓRIA DO PARACETAMOL



As primeiras observações sobre as propriedades do paracetamol foram realizadas há mais de 180 anos, em um período em que várias drogas estavam sendo testadas para o tratamento de febre e infecções. Muitos princípios ativos de medicamentos utilizados até hoje eram extraídos de plantas. Como exemplo, das folhas da chinchona eram extraídas as **quininas**, e dos salgueiros era extraído o **ácido salicílico**. Devido à grande demanda de remédios, os recursos naturais estavam ficando escassos, fator que impulsionou a experimentação de fármacos sintéticos.

Assim, em 1886-1887, a **acetanilida** e a **fenacetina** foram introduzidas ao mercado, por serem muito mais potentes que as quininas. Em 1893, o paracetamol foi sintetizado, possuindo expressivas propriedades **antipiréticas e analgésicas**.

Contudo, em 1948, os cientistas Brodie e Axelrod constataram que o paracetamol era análogo à fenacetina e à acetanilida. Aquele trabalho permitiu concluir que tanto a acetanilida quanto a fenacetina são convertidas ao paracetamol no organismo!



O QUE SÃO PROPRIEDADES ANTIPIRÉTICAS?

PROPRIEDADES QUE AGEM CONTRA A FEBRE!



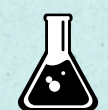
EXTRAÇÃO DO PARACETAMOL



OBJETIVOS

- Realizar a extração do paracetamol de um comprimido comercial.

EXTRAÇÃO DO PARACETAMOL



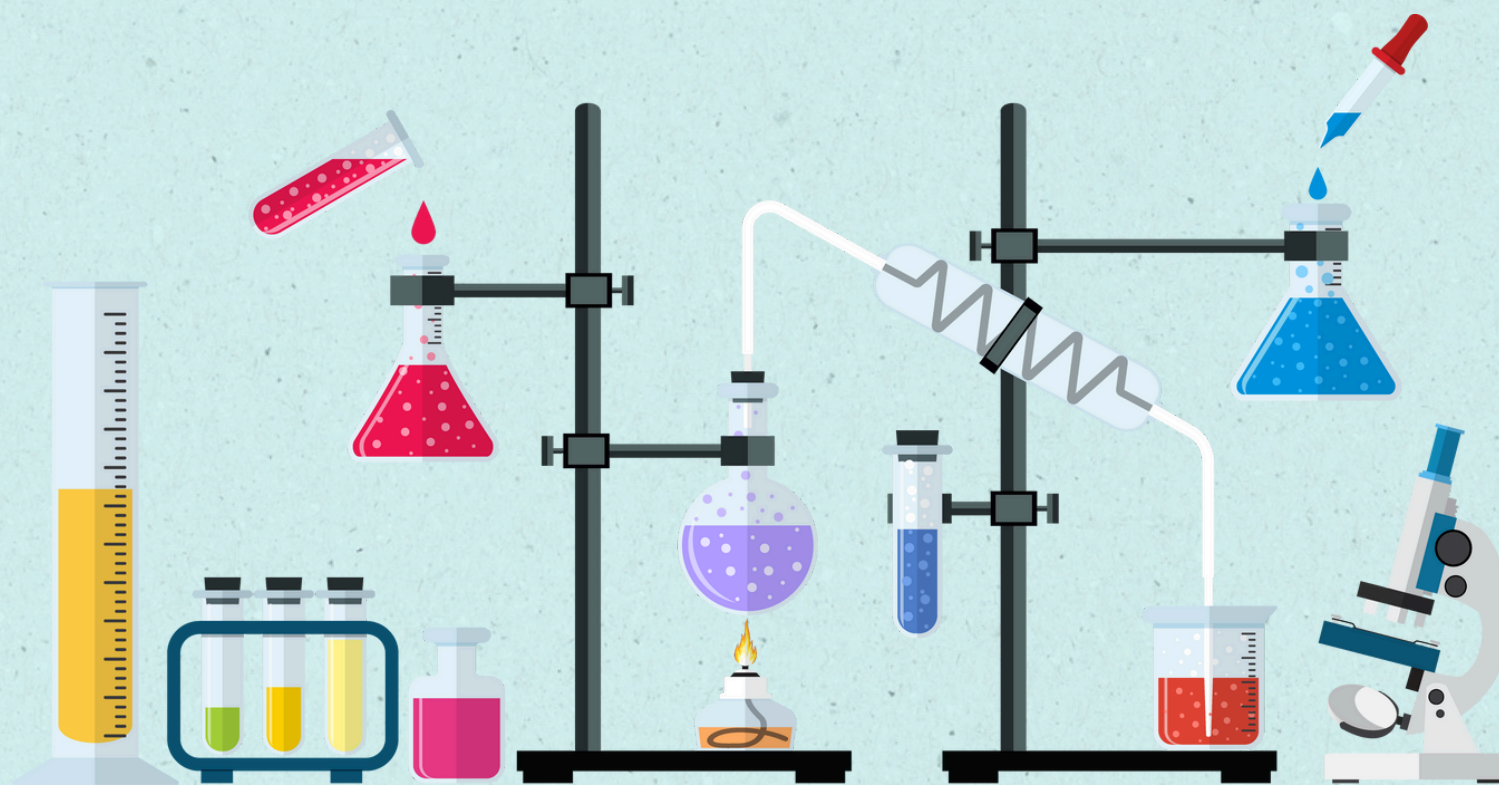
MATERIAIS E REAGENTES

MATERIAIS

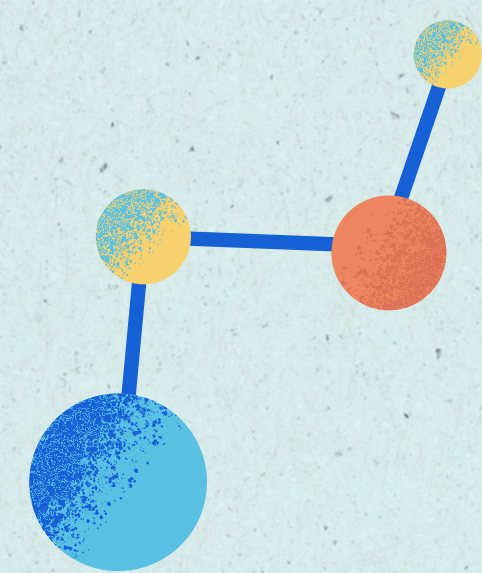
- Comprimidos de paracetamol;
- Cadinho de porcelana;
- Erlenmeyer de 100 mL;
- Béquer;
- Capela;
- Tubo capilar;
- Termômetro;
- Tubo de Thiele;
- Vidro de relógio;
- Anel de borracha;
- Bico de Bunsen.

REAGENTES

- Etanol Absoluto (C_2H_6O);
- Cloreto férrico ($FeCl_3$);
- Glicerina.



EXTRAÇÃO DO PARACETAMOL



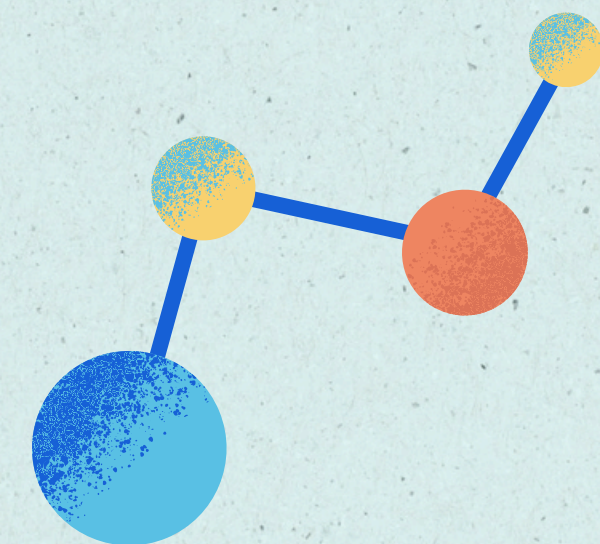
PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL*

Extração:

1. Pesar 0,5 g de amostra de paracetamol;
2. Pulverizar a amostra em um cadinho de porcelana;
3. Dissolver a amostra em 10 mL de etanol absoluto em um erlenmeyer de 100 mL, agitando por 5 minutos;
4. Filtrar a amostra;
5. Deixar o filtrado na capela, em temperatura ambiente, por uma semana;
6. Determinar o rendimento percentual da extração.



EXTRAÇÃO DO PARACETAMOL



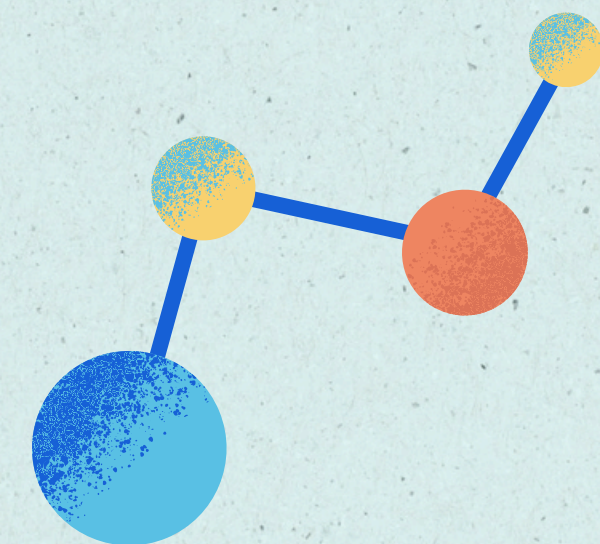
PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Identificação:

- Por cloreto de ferro (III)
 1. Em uma solução a 1% (p/V) da amostra extraída de paracetamol, adicionar uma gota de cloreto férrico 1%;
 2. Caso haja uma mudança da solução para coloração violeta, confirma-se a presença de paracetamol.



EXTRAÇÃO DO PARACETAMOL



PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Identificação:

- Por determinação do ponto de fusão
 1. Monte uma aparelhagem para a determinação do ponto de fusão com tubo de Thiele e termômetro;
 2. Triture uma pequena quantidade da substância cujo ponto de fusão será determinado e coloque-a num vidro relógio; transfira uma pequena quantidade do composto triturado para um tubo capilar; empacote o sólido no tubo capilar até haver cerca de 5 mm do sólido no fundo do capilar; una o tubo capilar a um termômetro com o auxílio de um anel de borracha e leve o conjunto (termômetro + tubo capilar contendo a substância) ao banho de glicerina;
 3. Aqueça o tubo de Thiele com o Bico de Bunsen;
 4. Observe e anote a faixa de temperatura do primeiro indício de líquido até a fusão completa.
 5. Realizar o procedimento três vezes.

REGISTROS PRÁTICOS

1. Descrição dos experimentos:

Extração	
Tempo de aquecimento	
Temperatura de aquecimento	
Massa final de paracetamol	

REGISTROS PRÁTICOS

1. Descrição dos experimentos:

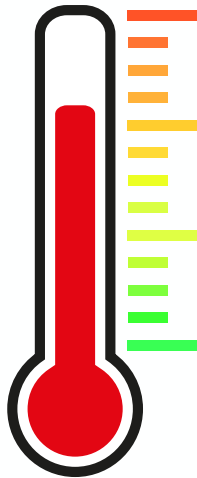


Extração
Cálculo do rendimento

REGISTROS PRÁTICOS

2. Descrição dos experimentos:

Identificação por ponto de fusão			
Temperatura de fusão inicial	I)	II)	III)
Temperatura de fusão final	I)	II)	III)



REGISTROS PRÁTICOS

3. Descrição dos experimentos:

Identificação por adição de cloreto de ferro (III)

Mudança de coloração

Positivo ()

Negativo ()

PÓS-LABORATÓRIO

1. O experimento foi realizado com etanol absoluto. Caso no lugar do etanol fosse utilizada a acetona, quais seriam as diferenças em relação às questões de segurança e a renovabilidade da procedimento?
2. De quais maneiras o uso em excesso de reagentes podem causar impactos ambientais?
3. Qual a reação envolvida no teste referente à adição de cloreto de ferro (III)?
4. Qual a relação entre o ponto de fusão do produto obtido e seu grau de pureza?

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

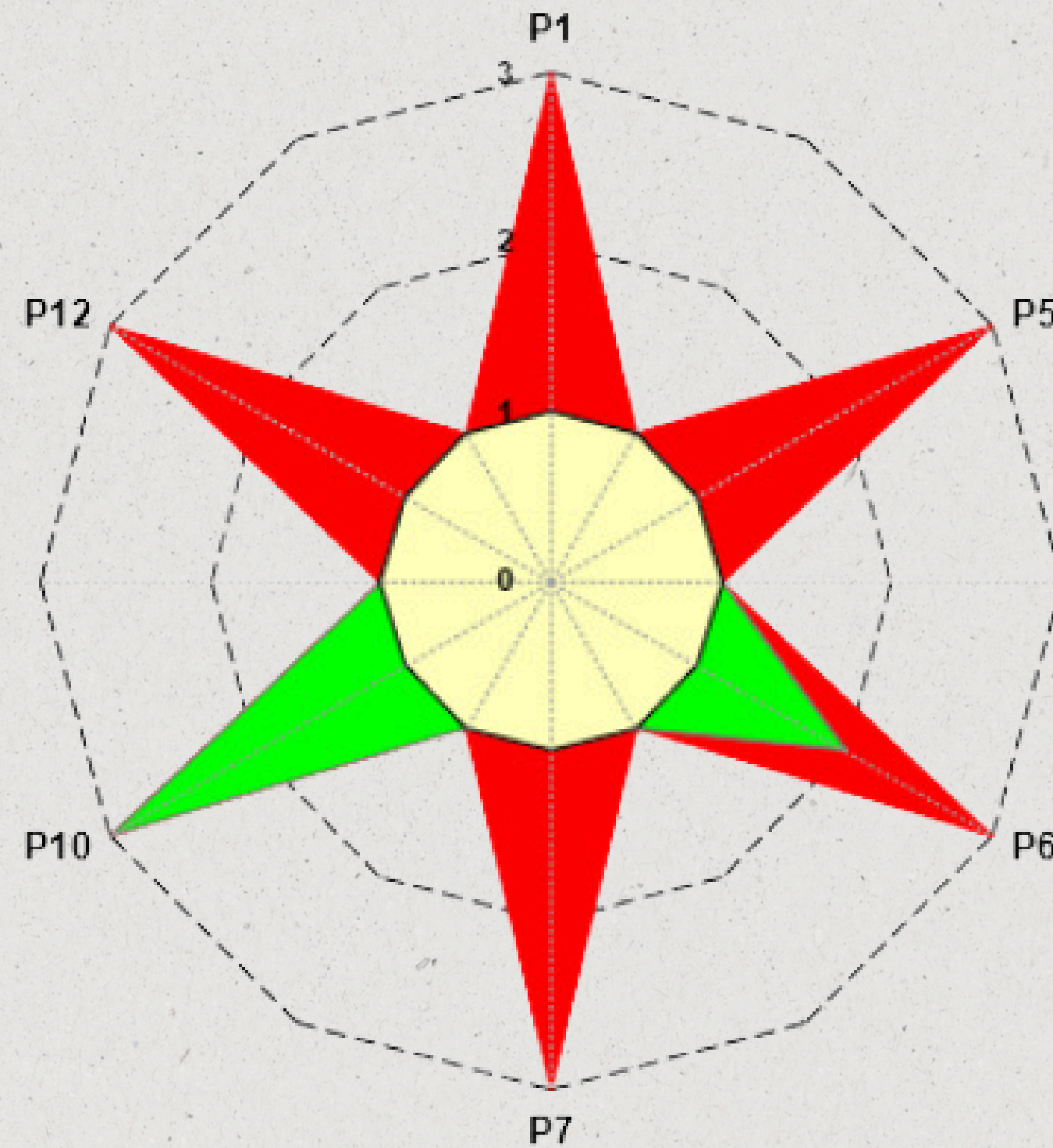
BOLZAN, J. A.; GOMES, S. I. A. A.; SANDRI, M. C. M. Extração do paracetamol comprimidos: uma técnica verde para o ensino de química farmacêutica. Revista Brasileira de Ensino de Ciência e Tecnologia, v. 13, n. 1, 2020.

DOMINGOS, H.; GARRETT, R. Paracetamol. Química Nova Interativa, 2010.

EXTRAÇÃO E IDENTIFICAÇÃO DA CAFEÍNA



ESTRELA VERDE DO EXPERIMENTO



IPE = 25%

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 os principais componentes presentes no chá preto?



EXTRAÍND0 HISTÓRIA

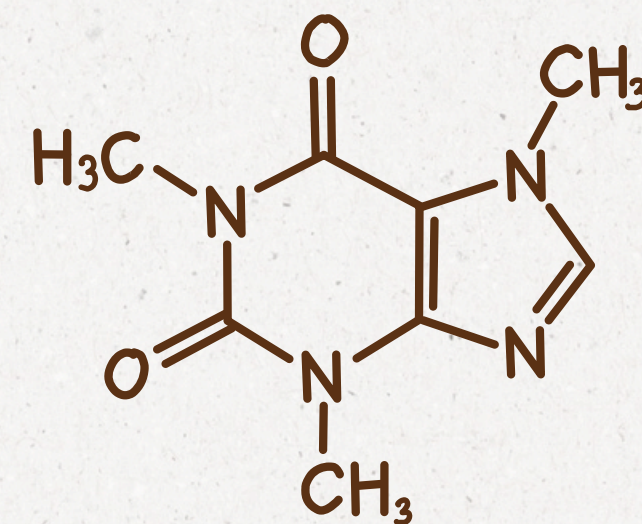


As origens do chá e do café, como bebidas, são extremamente antigas, tendo uma das suas primeiras datações de uso em 900 a.C, proveniente de um livro médico árabe.

O ingrediente ativo que torna o café e o chá tão valiosos para os seres humanos é a cafeína, que se encontra presente também nas nozes de kola, folhas de mate, guaraná e no cacau.

A cafeína é um alcaloide do grupo das xantinas, que foi isolado pela primeira vez em 1821, pelo químico francês Pierre Jean Robiquet.

As xantinas são conhecidos estimulantes que atuam sobre o sistema nervoso central e também sobre os músculos do esqueleto. Esse estímulo faz com que o corpo tenha um aumento de agilidade, além de inibição do sono e aumento na capacidade de pensar.



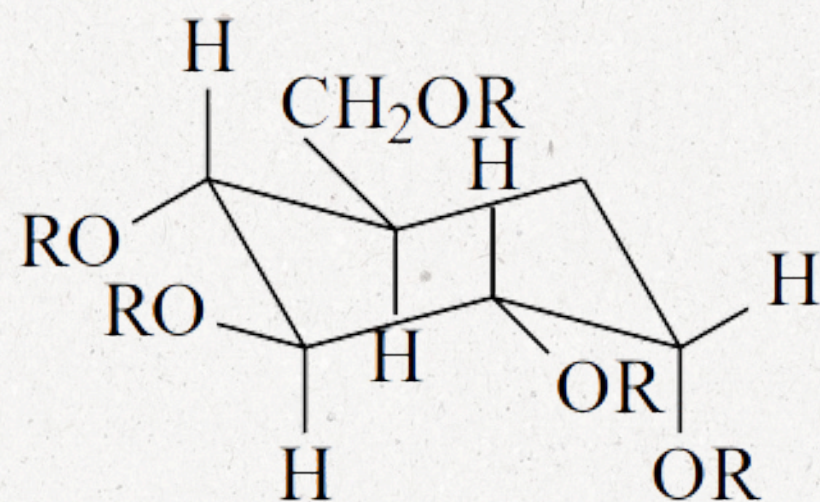
ISOLAMENTO DA CAFEÍNA DO CHÁ



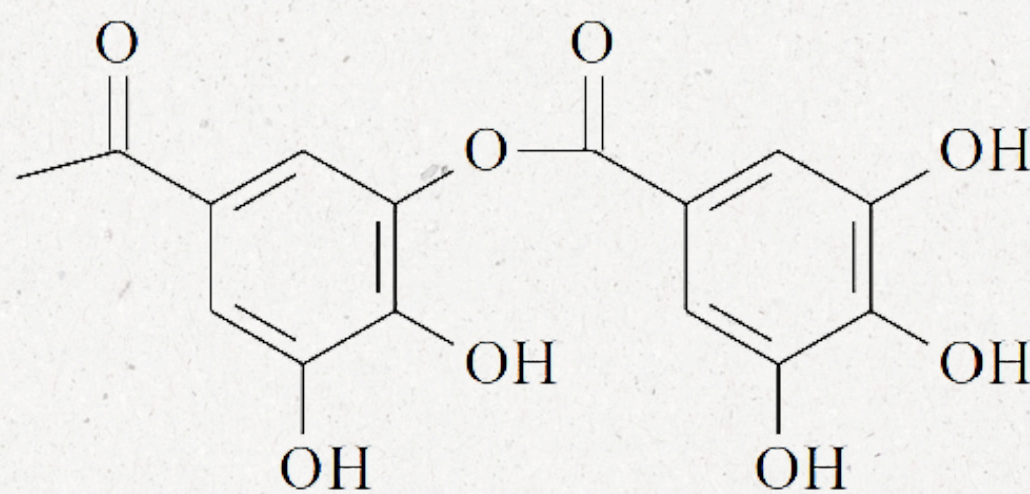
O problema principal no isolamento é que não existe só cafeína nas folhas de chá. Ela é acompanhada por outras substâncias naturais, das quais deve ser separada. O componente principal de folhas de chá é a celulose, que é o material estrutural principal de todas as células das plantas. A celulose é um polímero da glicose. Considerando-se que a celulose é insolúvel em água, ela não apresenta nenhum problema no procedimento de isolamento da cafeína.

Os taninos também são solúveis em água quente e são também extraídos das folhas no preparo do chá. Taninos são compostos fenólicos amplamente utilizados no tratamento de couro. Eles também são usados para precipitar alcaloides e proteínas de soluções aquosas. Os taninos normalmente são divididos em duas classes: os que podem ser hidrolisados (reagem com a água) e os que não reagem com a água. Os taninos do primeiro tipo, que geralmente são encontrados no chá, fornecem glicose e ácido gálico quando hidrolisados. Os taninos não hidrolisáveis, encontrados no chá, são polímeros de condensação da catequina.

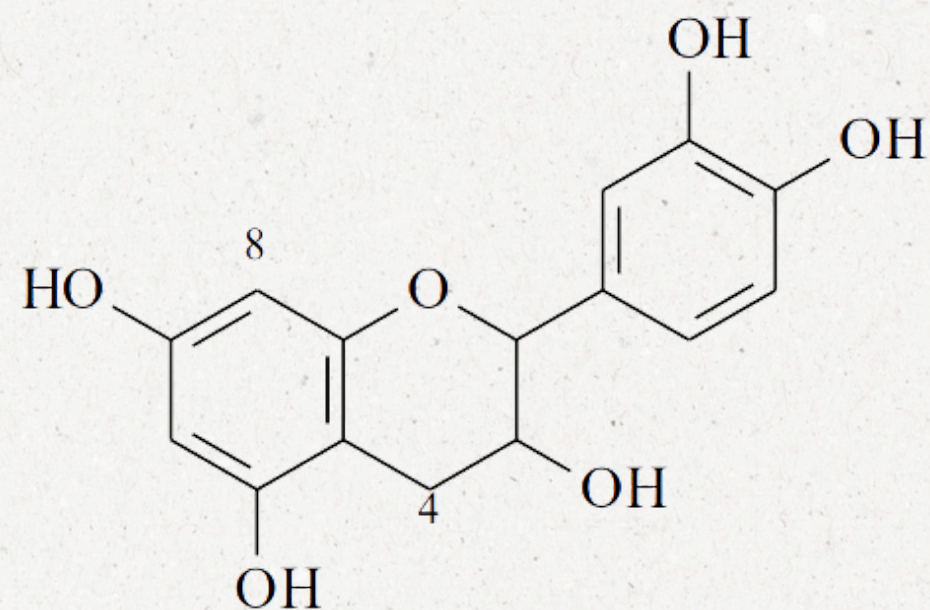
Quando taninos são extraídos em água quente, alguns destes compostos são parcialmente hidrolisados para formar ácido gálico livre. Os taninos, por causa dos grupos fenólicos, do ácido gálico, e dos grupos carboxil, são considerados ácidos. Se o carbonato de sódio, uma base, é adicionado à água do chá, estes ácidos são convertidos em sais de sódio que são altamente solúveis em água. Embora a cafeína seja solúvel em água, ela é muito mais solúvel no solvente orgânico cloreto de metileno (diclorometano). Pode-se então, extrair a cafeína da solução de chá com cloreto de metileno, mas os sais de sódio do ácido gálico e os taninos permanecerão na fase aquosa. A cor marrom do chá é devido aos flavonoides, clorofilas e seus respectivos produtos de oxidação. Embora as clorofilas sejam solúveis em cloreto de metileno, as demais substâncias não o são. Assim, a extração da solução básica, com cloreto de metileno, retira do chá a cafeína quase pura. O cloreto de metileno é removido facilmente por evaporação (pe 40°C) deixando a cafeína bruta. A cafeína então pode ser purificada por diversos métodos.



Glicose R = H



Um grupo digaloil



Catequina

OBJETIVOS

- Realizar a técnica de extração da cafeína presente no chá preto utilizando solventes orgânicos.

MATERIAIS E REAGENTES

MATERIAIS

- Chá preto;
- Béquer de 50 mL;
- Vidro de relógio;
- Banho de gelo;
- Funil simples.

REAGENTES

- Água destilada;
- Carbonato de sódio Na_2CO_3 ;
- Diclorometano CH_2Cl_2 .



PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

1. Colocar 30 mL de água em um béquer de 50 mL; Cobrir com vidro de relógio e aquecer a água até quase ferver;
2. Colocar uma porção de chá preto previamente pesado na água quente, e ferver por 15 minutos. Se necessário, acrescentar água, no mesmo volume evaporado;
3. Cinco minutos depois, resfriar a solução em banho de gelo;
4. Proceder a técnica de extração em funil de separação com 3 porções de CH_2Cl_2 ;
5. Recolher a fase orgânica em béquer, previamente tarado;
6. Remover o solvente no rotaevaporador;
7. Pesar o material seco e realizar o cálculo do rendimento.



*Nota: experimento adaptado de Vogel, 1981.

REGISTROS PRÁCTICOS

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. Resuma a técnica de extração da cafeína.



3. Porque somente a cafeína migra para a fase orgânica no processo de extração?

4. Quais foram as técnicas empregadas neste processamento?

PÓS-LABORATÓRIO



5. Qual o rendimento obtido de cafeína pura?

6. Qual a finalidade do uso do carbonato de sódio?

Referências Bibliográficas

BRAIBANTE, M. E. F., *et al.* **A química dos chás.** Química Nova na Escola - QNEsc, São Paulo, 2014.

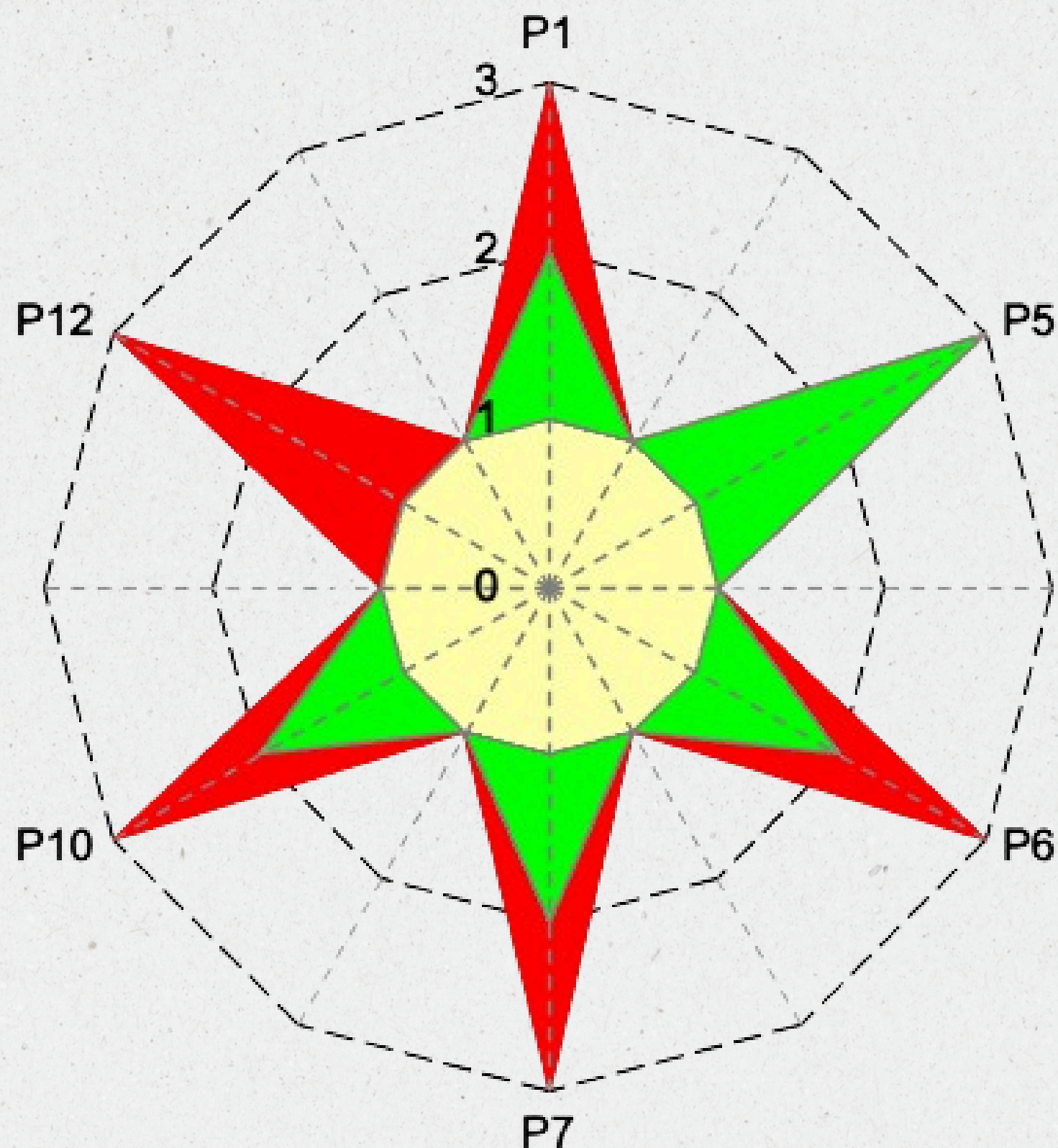
LORENÇONE, J. A. *et al.* **Impacto das mudanças climáticas no período 2040-2080 sobre a aptidão do cultivo de *Coffea arabica* no Brasil.** Congresso Brasileiro de Agroinformática (SBIAGRO), Porto Alegre, 2021.

VOGEL, A. I. **Química orgânica: Análise Orgânica Qualitativa.** 3. ed, Rio de Janeiro, Livro Técnico SA. v. 1. 1981.

,EXTRAÇÃO ÁCIDO-BASE



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. Em algumas propostas encontradas na literatura, faz-se o uso de diclorometano em vez de acetato de etila como solvente extrator. Quais as vantagens do acetato de etila em relação ao diclorometano quanto à química verde?

3. Para que é utilizada a filtração a vácuo?



EXTRAÇÃO ÁCIDO-BASE

O método de extração ácido-base é um procedimento de extração líquido-líquido, fundamentado na purificação de substâncias ácidas e básicas através da diferença de solubilidade em um determinado solvente, de espécies químicas que formam um par ácido-base conjugado.

A maioria dos fármacos apresenta características ácidas ou básicas fracas. Portanto, ao se controlar o pH do meio pela adição de ácidos ou bases, estas substâncias podem reagir se transformando em sais. Ao ser transformada em sal, esta passa a ser solúvel na fase aquosa. Assim, é feita a separação desta substância das outras que são solúveis na fase orgânica.





OBJETIVOS

- **Aplicar conceitos sobre ácidos e bases para a separação de compostos orgânicos.**



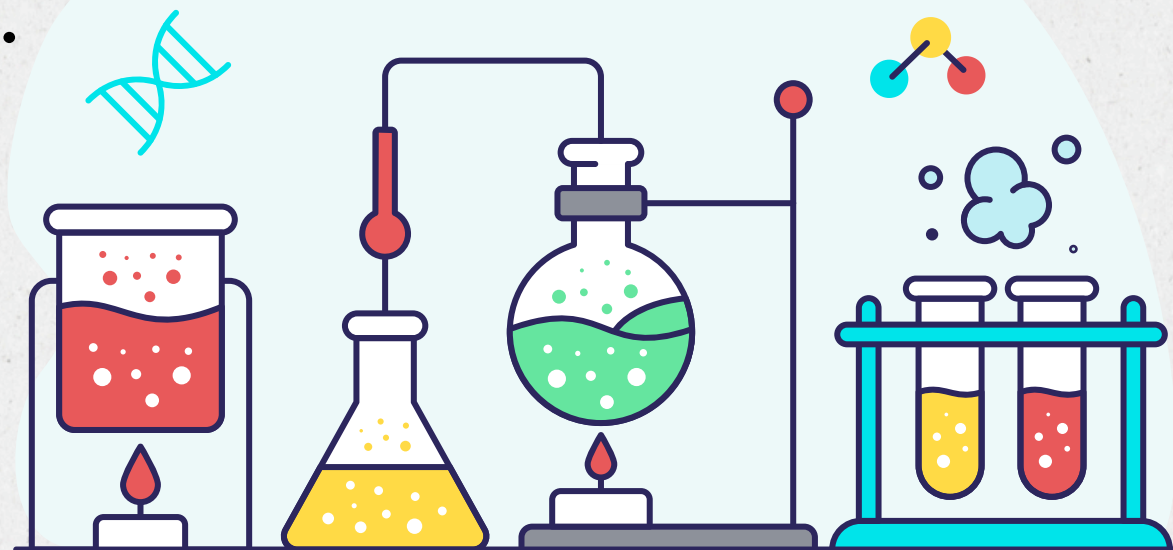
MATERIAIS E REAGENTES

MATERIAIS

- Béquer de 100 mL;
- Bastão de vidro;
- Funil de Buchner;
- Kitassato;
- Papel de filtro;
- Placa de Petri;
- Funil de separação;
- Rotaevaporador.

REAGENTES

- Ácido acetilsalicílico (AAS);
- Sacarose;
- Acetanilida;
- Acetato de etila;
- NaOH 1mol.L⁻¹;
- HCl 6mol.L⁻¹;
- Sulfato de sódio anidro.





PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL*

PARTE I

1. Misturar 1 g de cada um dos compostos em um béquer de 100 mL: ácido acetilsalicílico, acetanilida e sacarose;
2. Adicionar 50 mL de acetato de etila e seguir o procedimento de separação.



*Nota: experimento adaptado de Vogel, 1981.



PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

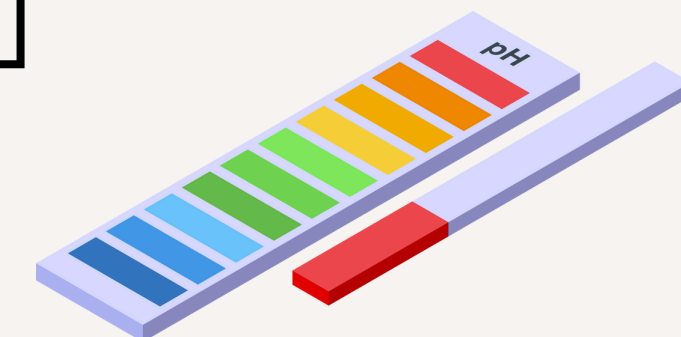
PARTE II

1. Após adicionar o solvente e agitar a mistura, filtrar a vácuo para separar o primeiro componente;
2. Coletar este composto e colocar em uma placa de Petri. Deixar secar no interior da capela;
3. Transferir o filtrado para um funil de separação de 100 mL;
4. Adicionar três porções de NaOH 1mol.L⁻¹ de 5 mL à fase orgânica, recolhendo a fase aquosa a cada adição;
5. Adicionar uma solução de HCl 6mol.L⁻¹ à fase aquosa até que se atinja o pH 2 (será observada a formação de um precipitado);
6. Filtrar a vácuo a solução de forma a separar o precipitado;
7. Recolher o precipitado (**segundo produto**) em uma placa de Petri e rotular;
8. Tratar a fase orgânica com sulfato de sódio anidro e filtrar;
9. Rotaevaporar a fase orgânica para se obter o **terceiro produto**;
10. Após secar, pesar os compostos obtidos e verificar o rendimento.



REGISTROS PRÁTICOS

Indique as substâncias isoladas durante o experimento	
Substância 1	
Substância 2	
Substância 3	



PÓS-LABORATÓRIO

1. Em quais etapas **ocorrem reações químicas**? Quais são essas reações?
2. Explique como é possível saber qual é o primeiro composto a ser separado, sem a necessidade de qualquer teste de identificação.
3. Por qual motivo na etapa de **acidificação** da fase aquosa forma-se um precipitado?

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.

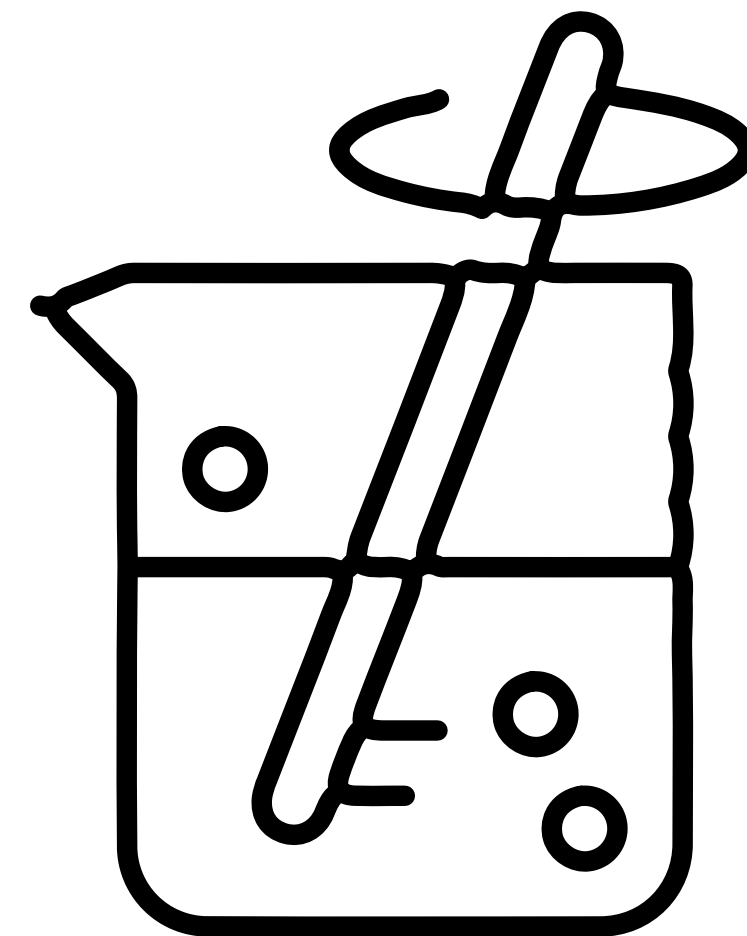
Referências Bibliográficas

VOGEL, A. I. **Química orgânica: Análise Orgânica Qualitativa**. 3. ed, Rio de Janeiro, Livro Técnico SA.
v. 1. 1981.

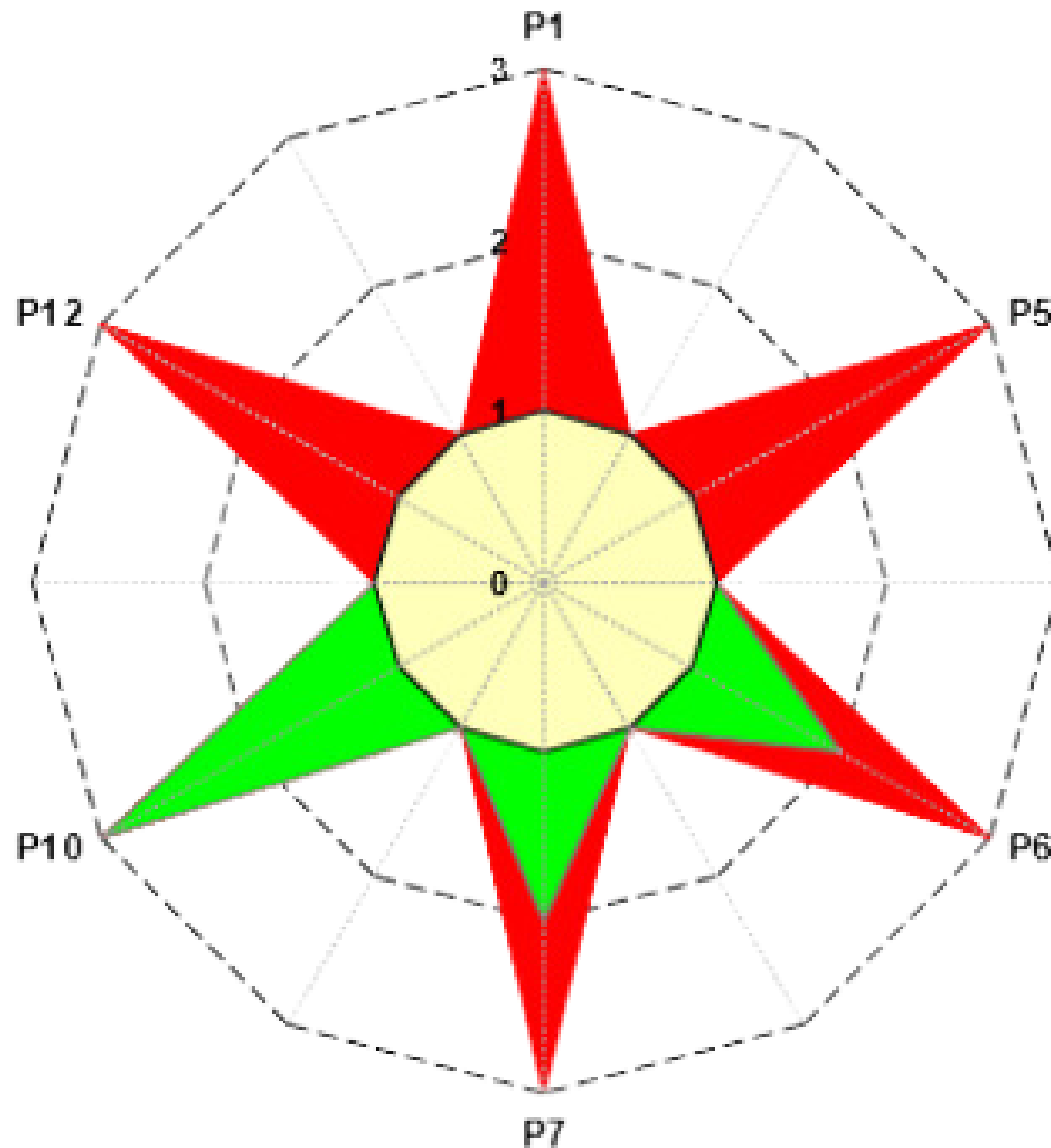


SOLUBILIDADE:

COMPOSTOS
ORGÂNICOS



Estrela Verde do experimento



IPE= 33%

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. Defina resumidamente os seguintes conceitos:

a) Polaridade de ligações e moléculas.

b) Geometria molecular.

c) Forças intermoleculares.





Objetivos



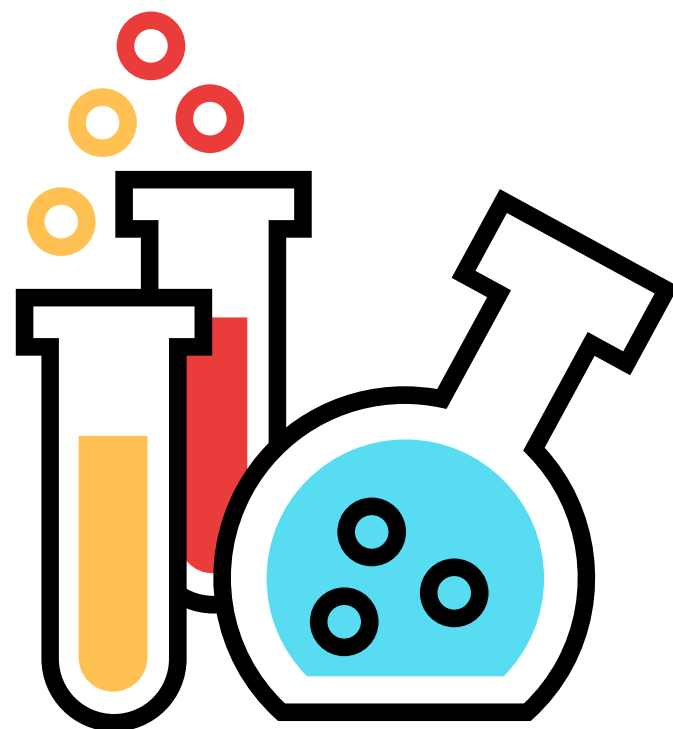
- Determinar a solubilidade de algumas substâncias em solventes de polaridade crescente e explicar esse fenômeno em função das interações soluto-solvente.



Materiais e Reagentes

→ Materiais

- Tubos de ensaio;
- Espátula.

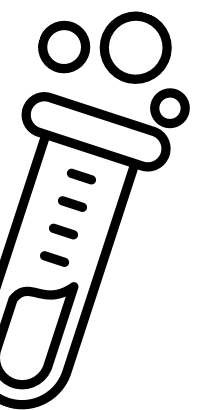


→ Reagentes

- Sacarose;
- Acetanilida;
- Álcool isoamílico;
- Acetato de sódio;
- Hexano;
- Acetato de etila;
- Água.

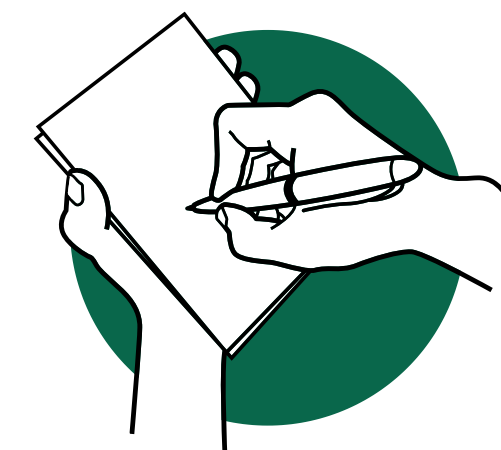
Procedimento Experimental*

1. Numere quatro tubos de ensaio e coloque em cada 3 mL dos solventes especificados no quadro. Siga a ordem estabelecida nos materiais e reagentes.
2. Em cada um dos tubos, coloque cerca de 100 mg do soluto indicado no quadro. Observe a solubilidade desse composto em cada um dos solventes à temperatura ambiente e anote o resultado no mesmo quadro, colocando (+) para solúvel, (-) para insolúvel e (- ; +) para insolúvel a frio e solúvel a quente. Aqueles tubos nos quais não houve solubilização a frio deverão ser levados ao banho-maria, observando-se possíveis mudanças de solubilidade com o aumento de temperatura. Repita o mesmo procedimento com os demais solutos e anote.



Registros Práticos

Amostras	Hexano	Acetato de Etila	Água
Sacarose			
Acetanilida			
Álcool Isoamílico			
Acetato de Sódio			

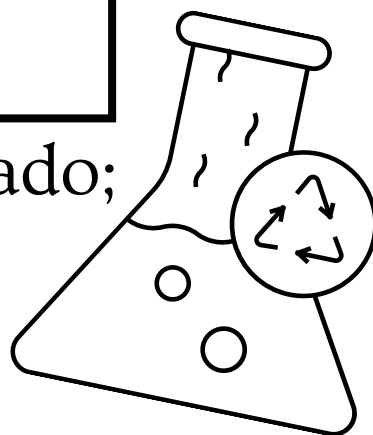


Pós-laboratório

1. Complete a tabela de gerenciamento de resíduos:

Reagentes usados nesta aula	Reaproveitamento	Tratamento	Descarte

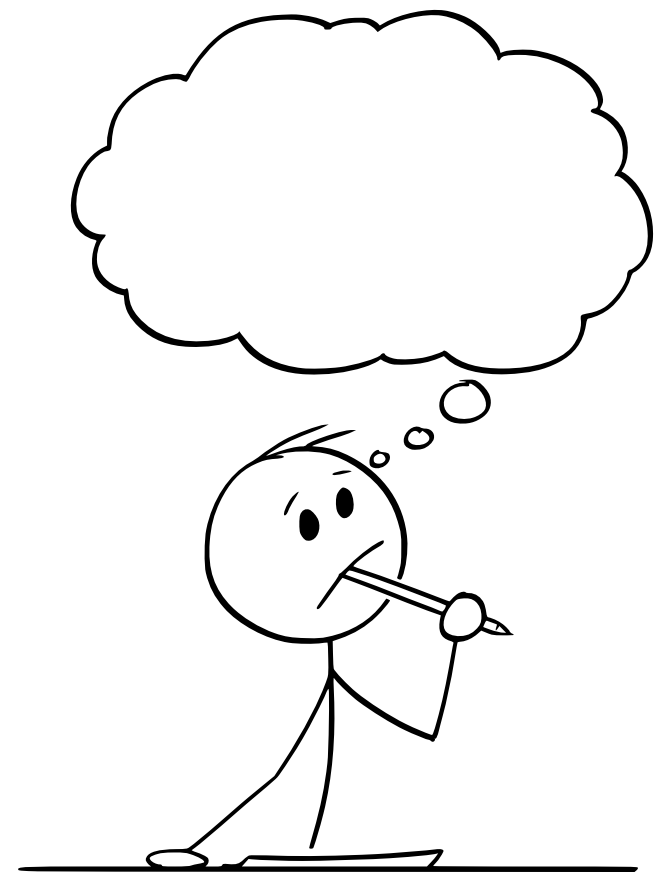
*Classificar como: R.O.H: Resíduo Orgânico Halogenado; R.O.N: Resíduo Orgânico Não Halogenado; R.I.T: Resíduo Inorgânico Tóxico; R.I.N: Resíduo Inorgânico Não Tóxico.



Pós-laboratório

2.Explique o resultado de cada teste experimental por meio dos conceitos de polaridade e interações intermoleculares.

3.De que forma a temperatura influencia na solubilidade de um composto?

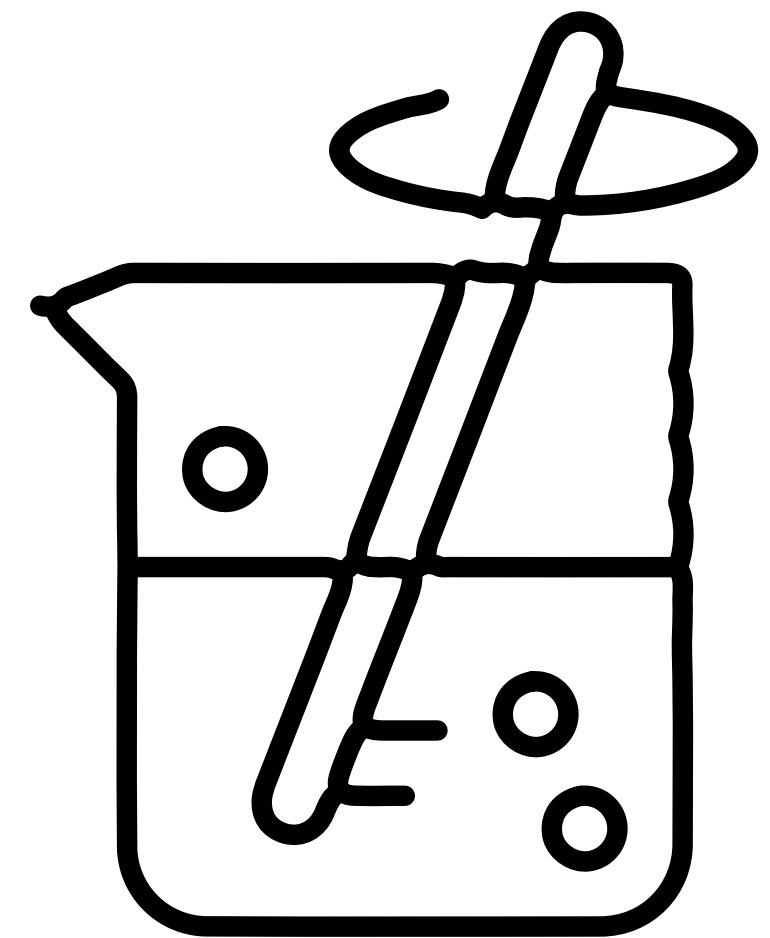


Referências Bibliográficas

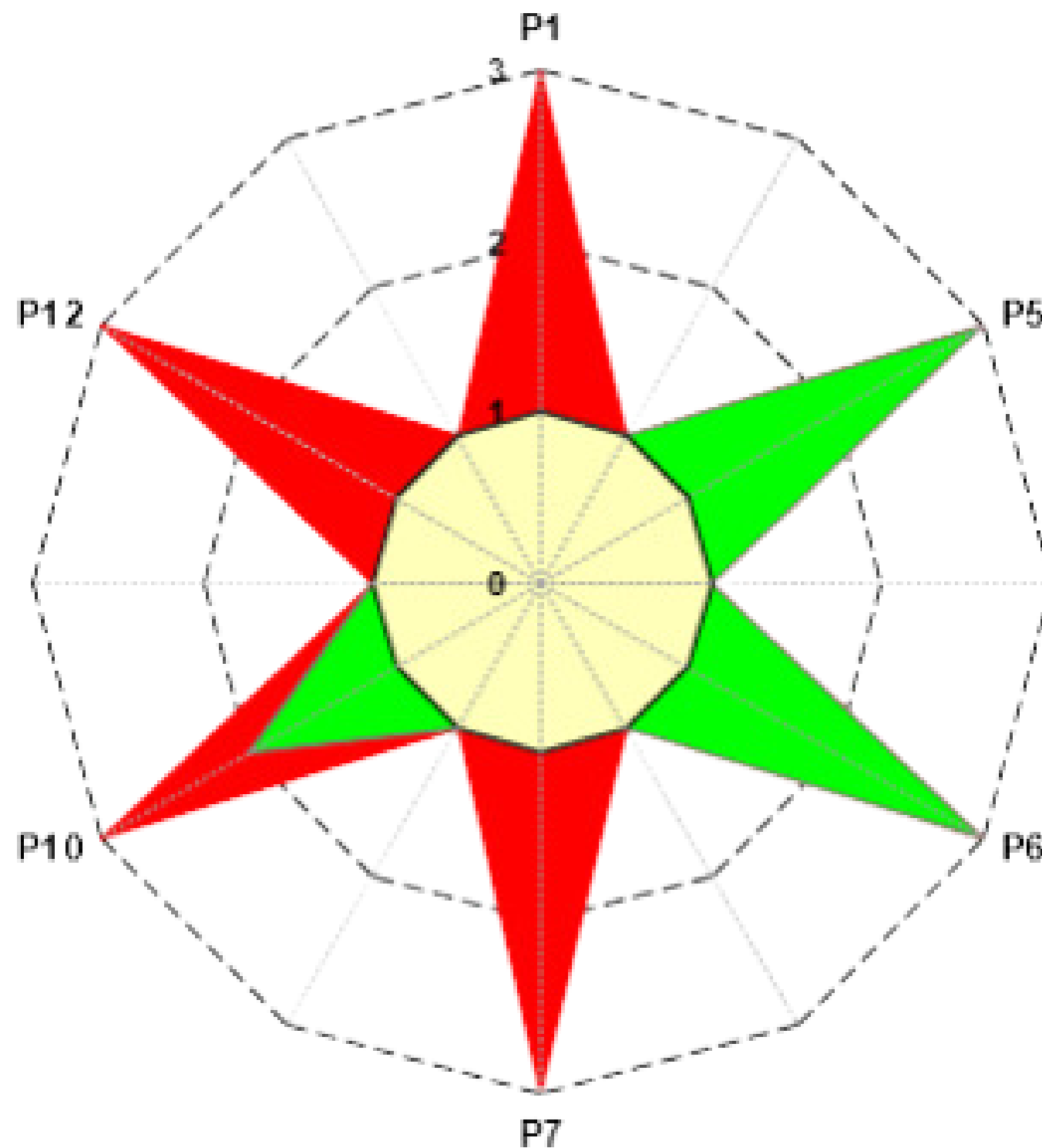
SOARES, B.G., SOUZA, N.A., PIRES, D.X. **Química Orgânica - Teoria e Técnica de Preparação, Purificação e Identificação de Compostos Orgânicos.** Rio de Janeiro: Guanabara Dois (1988).

SOLUBILIDADE:

IDENTIFICAÇÃO DE GRUPOS FUNCIONAIS



Estrela Verde do experimento



IPE= 42%

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.



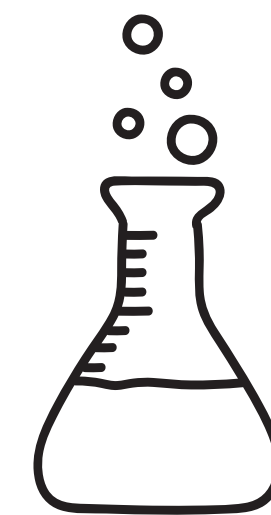
Pré-laboratório

2. Defina solubilidade e explique os fatores que influenciam essa propriedade físico-química.
3. Como se deve quantificar a solubilidade e quando se pode considerar uma substância solúvel ou insolúvel em outra?
4. Explique por que sempre um composto orgânico iônico (sal) será mais solúvel em água do que a molécula neutra que lhe deu origem.



Solubilidade

A solubilidade de compostos orgânicos é um importante parâmetro para a caracterização química. Testes de solubilidade permitem prever a presença ou ausência de grupos funcionais e reatividade em alguns casos. Dessa maneira, testes de solubilidade permitem em uma primeira análise identificar propriedades ácida, básica ou neutra de um composto orgânico a partir da interação deste com a água ou soluções aquosas, assim como solventes orgânicos ou inorgânicos puros. A solubilidade dos compostos orgânicos pode ser dividida em duas categorias principais: a solubilidade decorrente da simples miscibilidade e a solubilidade resultante de uma reação química. Assim, compostos com grupos polares e de baixa massa molecular terão maior solubilidade em água.





Objetivos

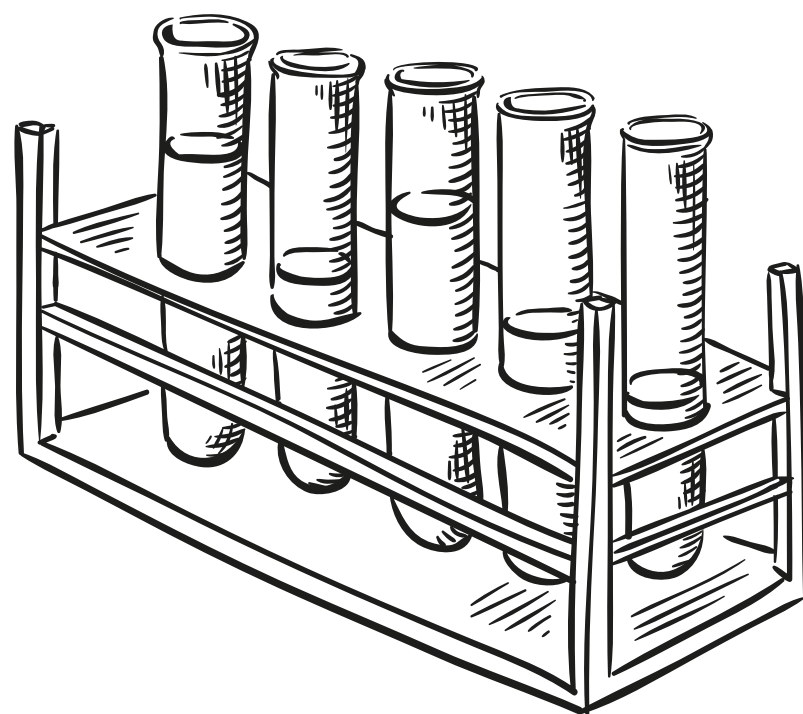


- Determinar a solubilidade de algumas amostras desconhecidas para identificar o tipo de grupo funcional que as amostras contêm;
 - Classificar os compostos orgânicos de acordo com cada grupo funcional identificado.
- 

Materiais e Reagentes

→ Materiais

- Tubos de ensaio;
- Pipetas graduadas de 1 e 5 mL.

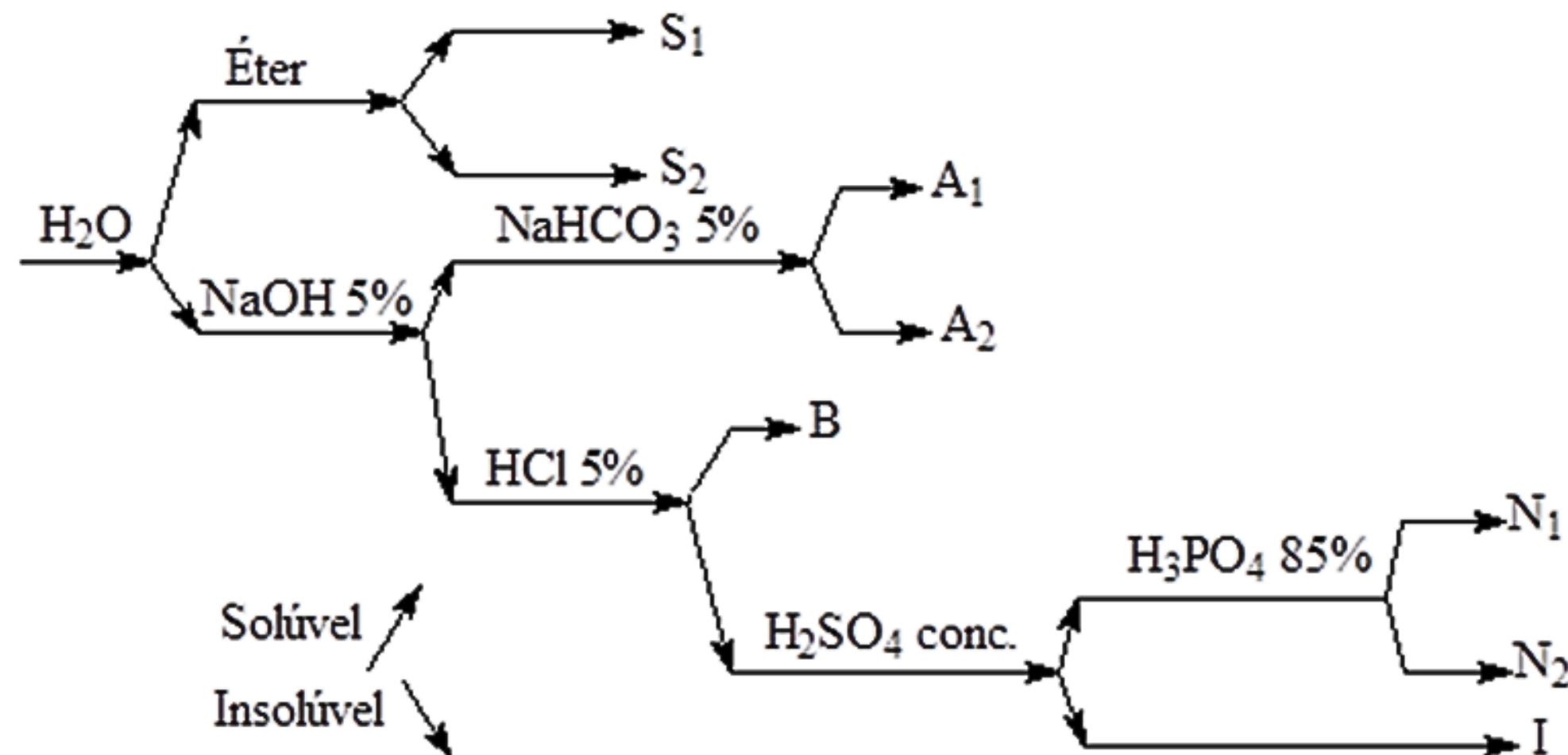


→ Reagentes

- Éter etílico;
- Bicarbonato de sódio 5% ;
- Hidróxido de sódio 5%;
- Ácido clorídrico 5%;
- Ácido sulfúrico 96%;
- Ácido fosfórico 85%;
- Amostras desconhecidas.

Procedimento Experimental*

1. Coloque em um tubo de ensaio aproximadamente 0,1 g da amostra sólida ou 0,2 mL em caso de líquidos. Adicione 3,0 mL do solvente a ser testado;
2. Agite o tubo de ensaio vigorosamente durante alguns minutos. Observe o comportamento da mistura. Se houver dissolução total da amostra, o composto será solúvel.
3. Os solventes devem ser testados na sequência indicada no diagrama abaixo.



*Nota: experimento adaptado de Vogel, 1981.

4. Classificação dos compostos orgânicos, de acordo com a solubilidade observada

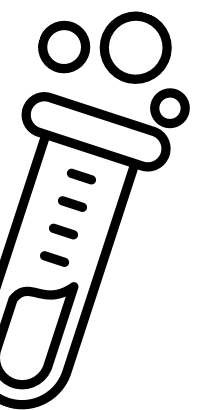


S₂	Sais de ácidos orgânicos (RCO_2Na , RSO_3Na); hidrocloreto de aminas (RNH_3Cl); aminoácidos ($\text{RCHNH}_3\text{CO}_2$); compostos polifuncionais (os grupos funcionais são hidrofílicos), ou seja, carboidratos (açúcares); compostos poli-hidroxilados; ácidos polibásicos; etc.
S_A	Ácidos monocarboxílicos, com cinco átomos de carbono ou menos; ácidos arenossulfônicos.
S_B	Aminas monofuncionais com seis átomos de carbono ou menos.
S₁	Álcoois, aldeídos, cetonas, ésteres, nitrilas e amidas com cinco átomos de carbono ou menos, monofuncionais.
A₁	Ácidos orgânicos fortes; ácidos carboxílicos com mais de seis átomos de carbono; fenóis com grupos eletrofílicos em posição orto e para e β -dicetonas.
A₂	Ácidos orgânicos fracos; fenóis; enóis; oximas; imidas; sulfonamidas; tiofenóis, todos com mais de cinco átomos de carbono. As β -dicetonas, os compostos nitro com hidrogênio α , as sulfonamidas.
B	Aminas alifáticas com oito ou mais átomos de carbono; anilinas (somente um grupo fenol ligado ao nitrogênio); alguns oxietres.

4. Classificação dos compostos orgânicos, de acordo com a solubilidade observada

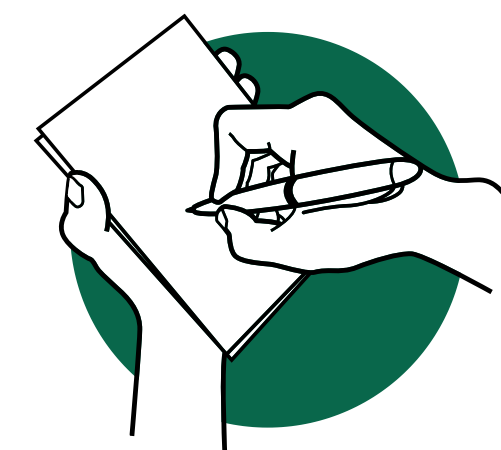


MN	Diversos compostos neutros com nitrogênio ou enxofre e mais de cinco átomos de carbono.
N₁	Álcoois; aldeídos; metilcetonas; cetonas cíclicas e ésteres com um só grupo funcional e mais de cinco átomos de carbono, mas menos do que nove; éteres com menos de oito átomos de carbono; epóxidos.
N₂	Alcenos; alcinos; éteres; alguns compostos aromáticos (especialmente os que têm grupos ativantes); cetonas (exceto as citadas na classe N ₁)
I	Hidrocarbonetos saturados; alcanos halogenados; halogenetos de arila; éteres diarílicos; compostos aromáticos não ativos.



Registros Práticos

Amostras	Identificação
1	
2	
3	
4	

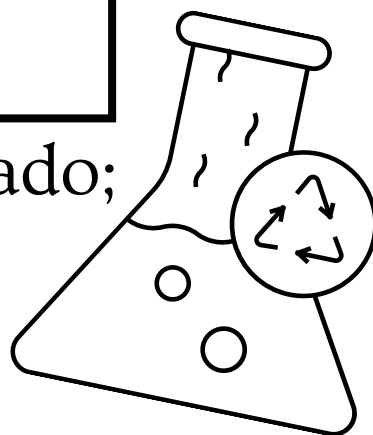


Pós-laboratório

1. Complete a tabela de gerenciamento de resíduos:

Reagentes usados nesta aula	Reaproveitamento	Tratamento	Descarte

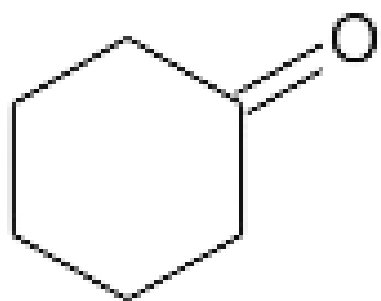
*Classificar como: R.O.H: Resíduo Orgânico Halogenado; R.O.N: Resíduo Orgânico Não Halogenado; R.I.T: Resíduo Inorgânico Tóxico; R.I.N: Resíduo Inorgânico Não Tóxico.



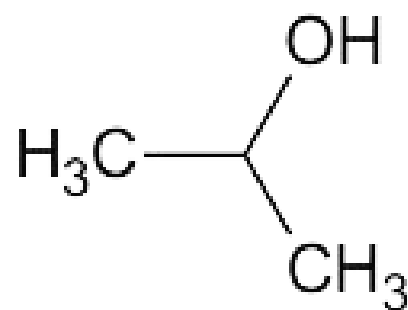
Pós-laboratório

2. Se um composto fosse insolúvel em água e HCl 5%, quais testes ainda seriam necessários para identificá-lo?

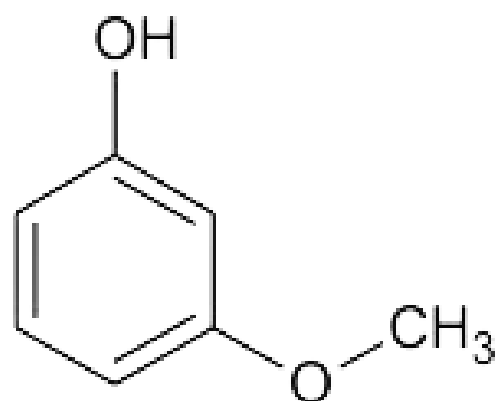
3. Indique as classes de solubilidade que melhor devem corresponder aos compostos abaixo, baseando-se apenas em suas características estruturais, no esquema de solubilidade e no quadro com as classes de solubilidade.



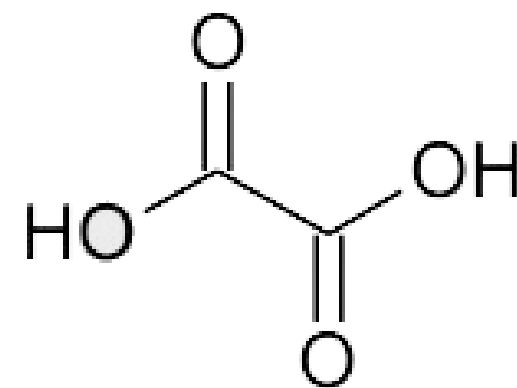
cicloexanona



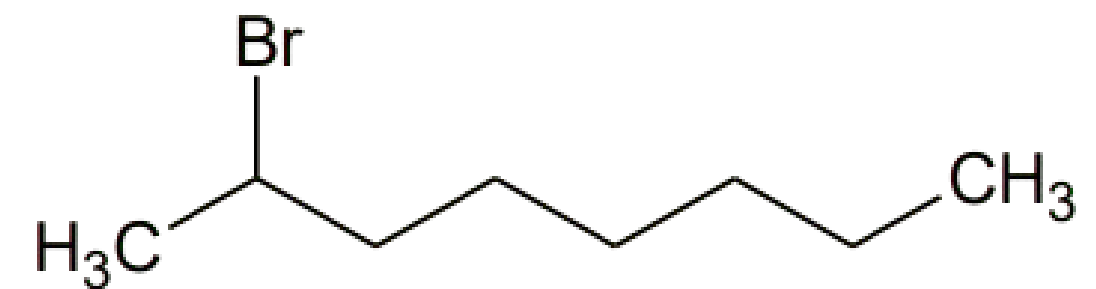
Álcool isopropílico



3-metoxifenol



ácido oxálico



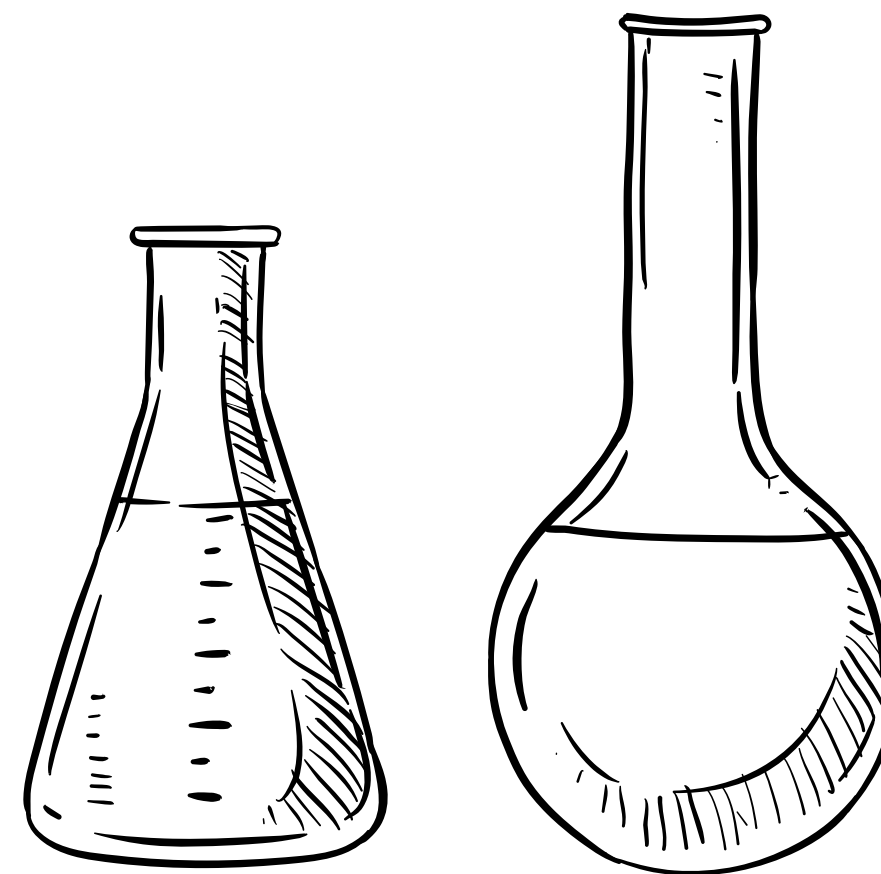
2-bromo-octano

Referências Bibliográficas

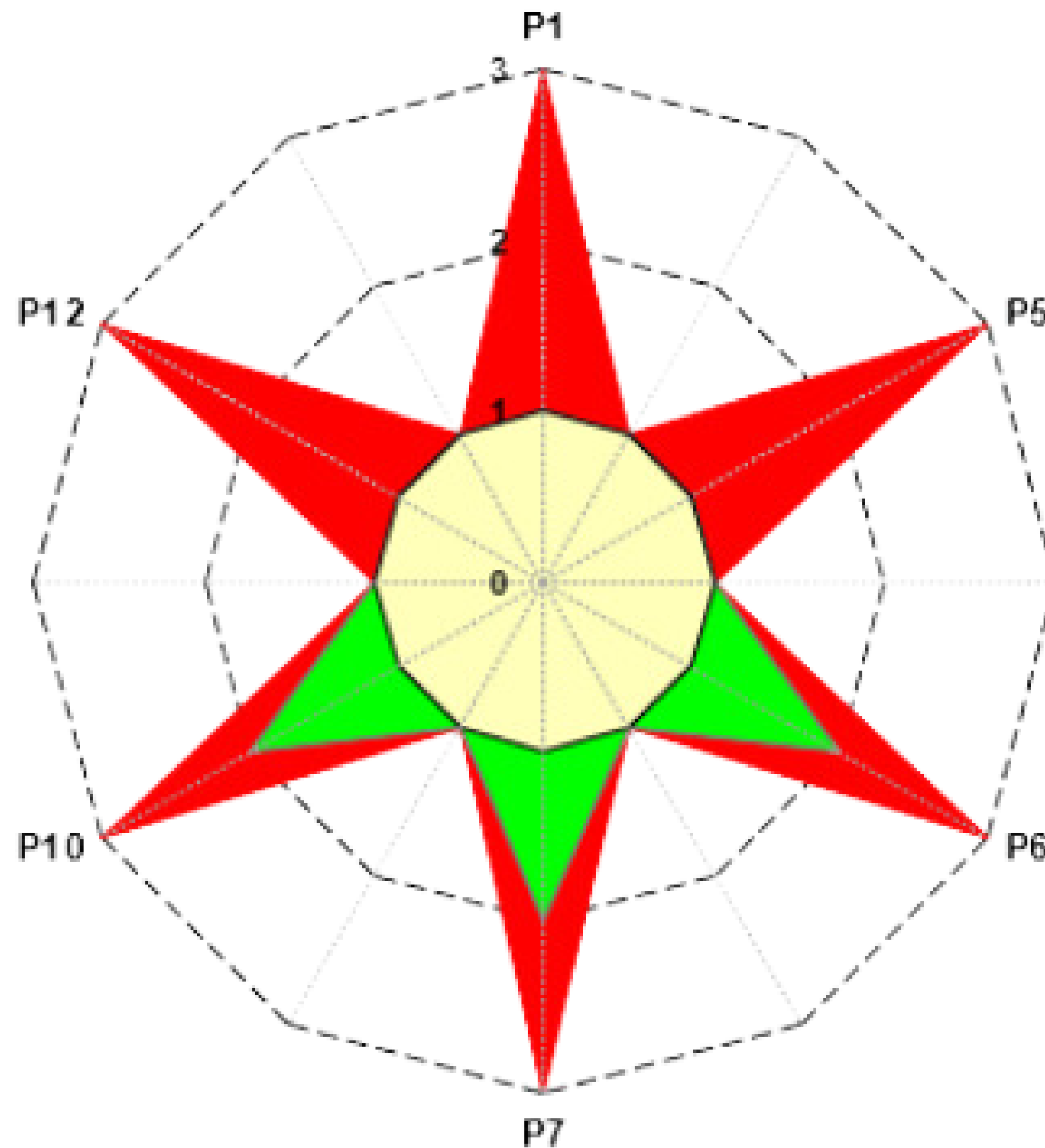
DEMUNER , A.J., *et al.* **Experimentos de Química Orgânica.** Viçosa: UFV, 2011.

VOGEL, A.I. **Química Orgânica. Análise Orgânica Qualitativa.** 3.ed. Rio de Janeiro: Ao Livro Técnico (1981).

RECRISTALIZAÇÃO



Estrela Verde do experimento



IPE= 25%

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.

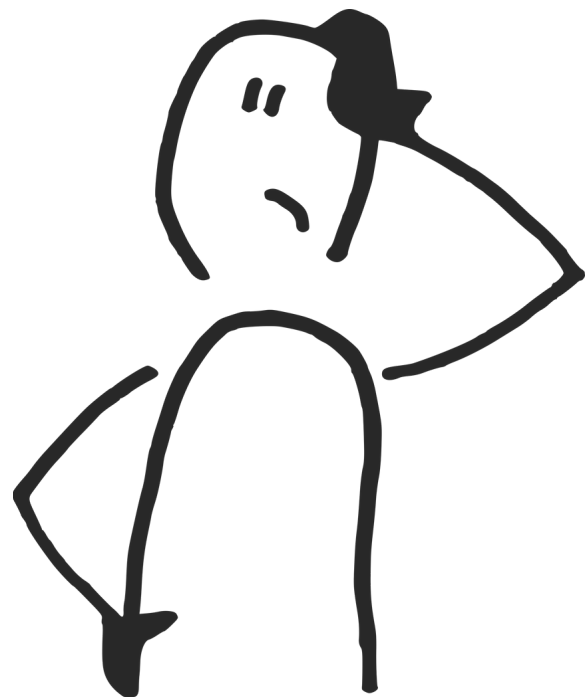


Pré-laboratório

2. Pesquise qual a finalidade da técnica de recristalização.

3. Cite três propriedades utilizadas na avaliação do grau de pureza de um composto orgânico.

4. Quais são as características de um solvente adequado para recristalizar determinada substância?



A técnica de recristalização

A purificação de sólidos por recristalização é uma prática rotineira nos laboratórios de Química Orgânica. Raramente, um composto obtido por síntese ou por extração está puro. Assim, torna-se sempre necessária uma purificação posterior. No caso de sólidos, a recristalização é a técnica mais simples e que fornece os melhores resultados.

Compostos sólidos contaminados com pequenas quantidades de impurezas geralmente são purificados por recristalização a partir de um solvente apropriado ou mistura de solvente. Este processo de purificação baseia-se na diferença de solubilidade do sólido no solvente a quente e a frio. O sólido a ser purificado deve se dissolver totalmente no solvente a quente e ser insolúvel no solvente à temperatura ambiente, assim, ao se esfriar a solução, o sólido se recristaliza e é separado por filtração.



Objetivos



- Prever qual solvente seria mais adequado para a recristalização da Acetanilida e proceder à sua recristalização.



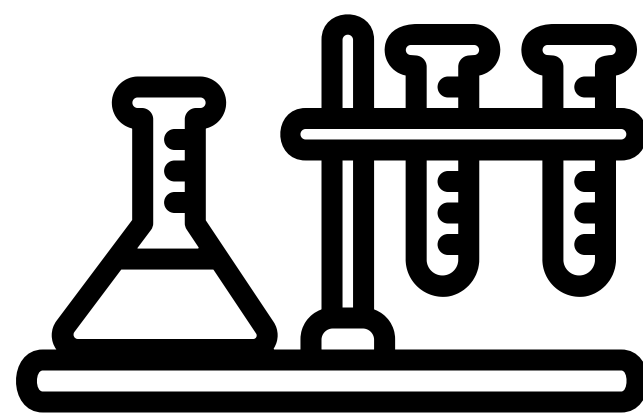
Materiais e Reagentes

→ Materiais

- Tubos de ensaio;
- Pipetas de Pasteur;
- Erlenmeyer de 250 mL;
- Vidro de relógio;
- Funil de Buchner;
- Papel filtro.

→ Reagentes

- Acetanilida;
- Água;
- Etanol;
- Acetato de Etila;
- Éter de petróleo;
- Carvão ativo.



Procedimento Experimental*

Determinação do solvente ideal

1. Coloque aproximadamente 0,1 g da acetanilida em um tubo de ensaio. Adicione 1,0 mL do solvente a ser testado e agite. Se a amostra se dissolver facilmente em 1,0 mL do solvente frio ou com ligeiro aquecimento, o solvente NÃO é apropriado. Se todo o sólido não dissolver, adicione mais solvente em porções de 0,5 mL e aqueça ligeiramente após cada adição. Se após a adição de 3,0 mL do solvente a substância não se dissolver a quente, esse solvente também NÃO é adequado. Se a substância não se dissolveu a frio e se dissolveu a quente, o tubo deve ser resfriado para verificar se há formação de cristais. Caso haja a cristalização por resfriamento, o solvente é considerado adequado;
2. Para a escolha do solvente devem ser testados água, etanol, acetato de etila e éter de petróleo. Anote os resultados obtidos e escolha o melhor solvente para recrystalizar a substância.



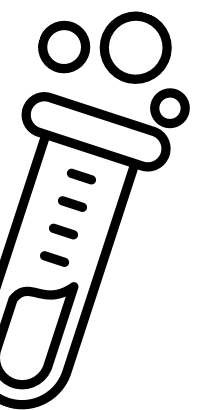
OBSERVAÇÃO: Muitas vezes há certa demora na formação de cristais quando a solução é resfriada. A agitação do tubo de ensaio ou atrito das paredes do tubo com um bastão de vidro acelera a formação dos cristais. Só realize estes procedimentos caso a deposição dos cristais não seja espontânea.

*Nota: experimento adaptado de Pavia, *et al*, 1988.

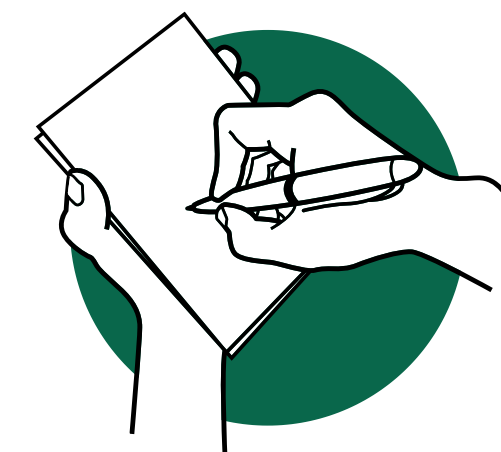
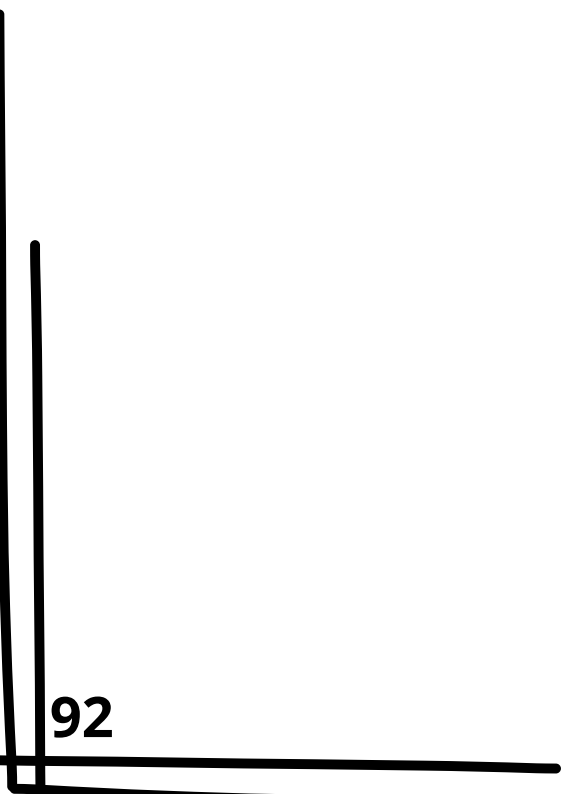
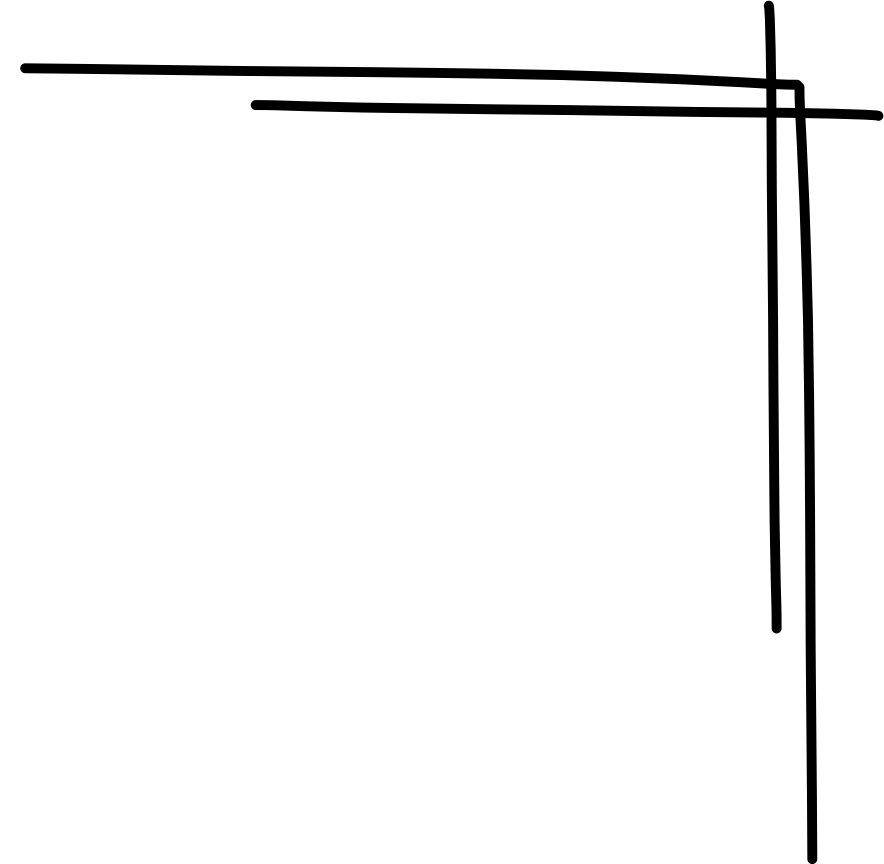
Procedimento Experimental

Purificar um sólido por recristalização

1. Pese 1,0 g da acetanilida e transfira para um erlenmeyer de 250 mL;
2. Adicione ao sólido o solvente selecionado, obedecendo a relação massa/volume determinada anteriormente. Aqueça a solução obtida. Se todo o sólido não se dissolver, adicione um pouco mais de solvente;
3. Adicione carvão ativo (em torno de 1% da massa inicial), e aqueça até a ebulição. O carvão ativo não pode ser usado em excesso, pois pode adsorver a substância a ser purificada. Caso necessário, coloque um pouco mais do solvente selecionado, para que não haja deposição dos cristais no papel de filtro durante a filtração a quente;
4. Preparar um papel de filtro pregueado e o funil de filtração. Filtrar a mistura ainda quente, recolhendo o filtrado em um erlenmeyer limpo e seco;
5. Deixe a solução resfriar a temperatura ambiente e depois em banho de gelo. **NÃO AGITE E NÃO RESFRIE BRUSCAMENTE A MISTURA, PARA A OBTENÇÃO DE CRISTAIS MAIORES E MAIS HOMOGÊNEOS;**
6. Filtrar os cristais em funil de Büchner, colocar em um vidro de relógio e deixar na capela até a próxima aula;
7. Pese e calcule o rendimento.



Registros Práticos

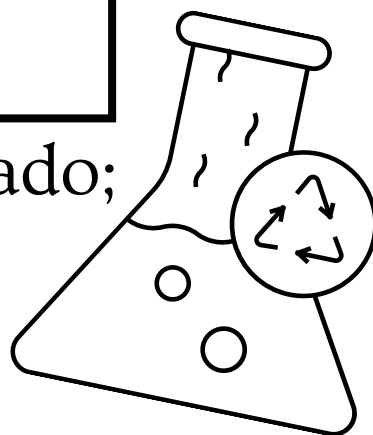


Pós-laboratório

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.

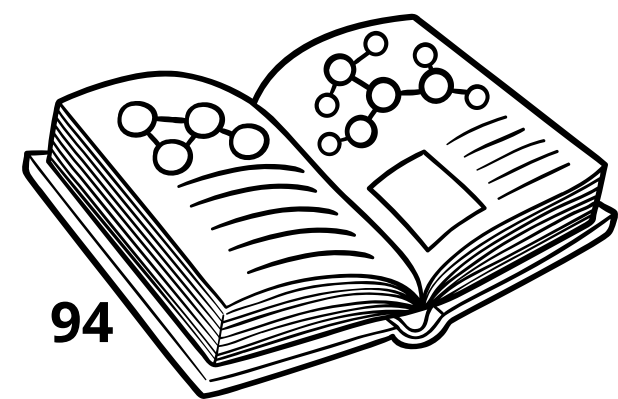


Pós-laboratório

2. Esquematize o processo de recristalização.

3. Quais os cuidados deve se ter na filtração a quente do composto a ser recristalizado?

4. Por que o resfriamento da solução deve ser lento?



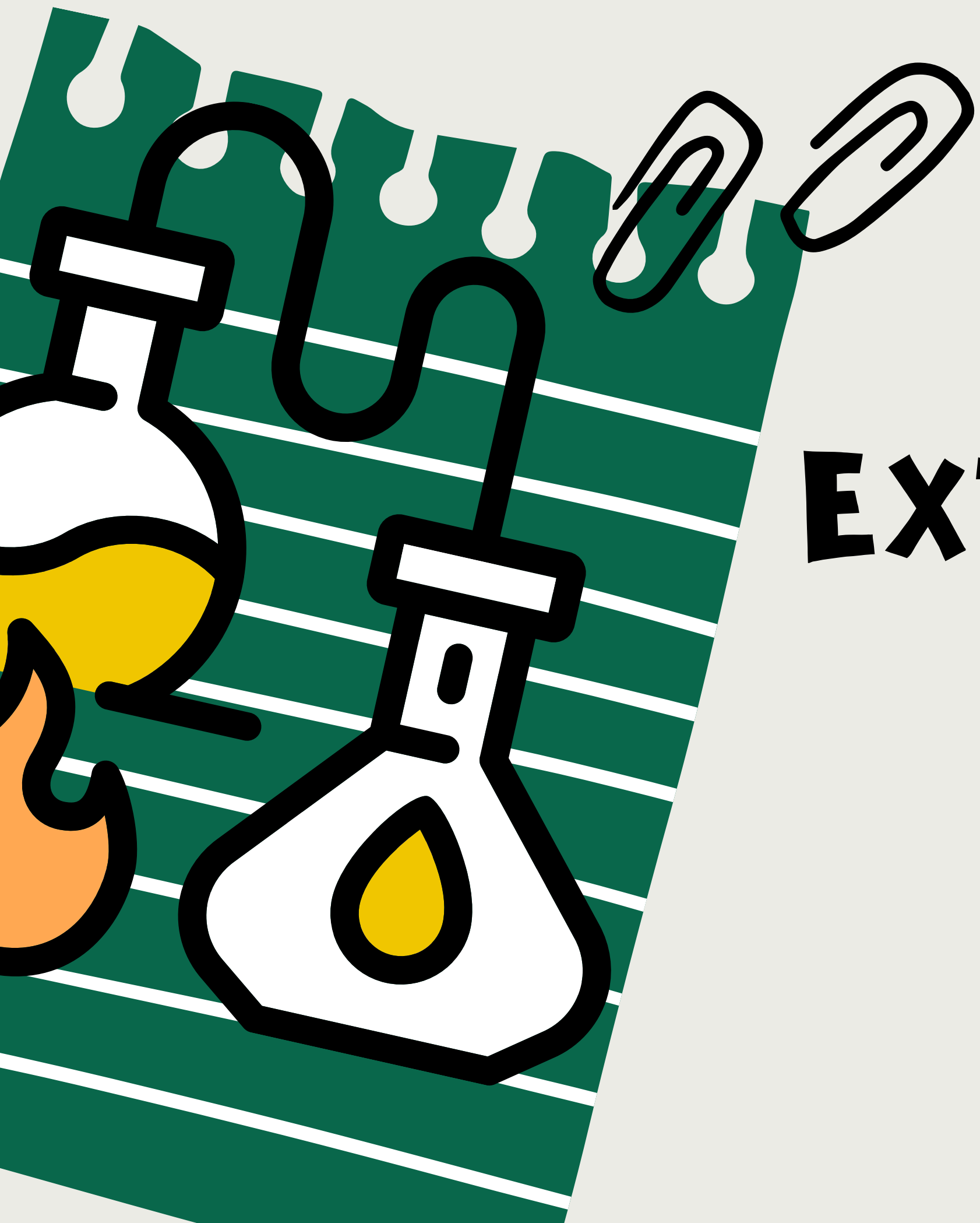
Referências Bibliográficas

PAVIA, D. L. *et al.* ***Introduction to Organic Laboratory Techniques***. 3rd ed; Saunders; New York; 1988.

VOGEL, A. I. **Análise Orgânica; Ao Livro Técnico S.A.**; 3a ed.; Vol. 1, 2, 3; 1984.

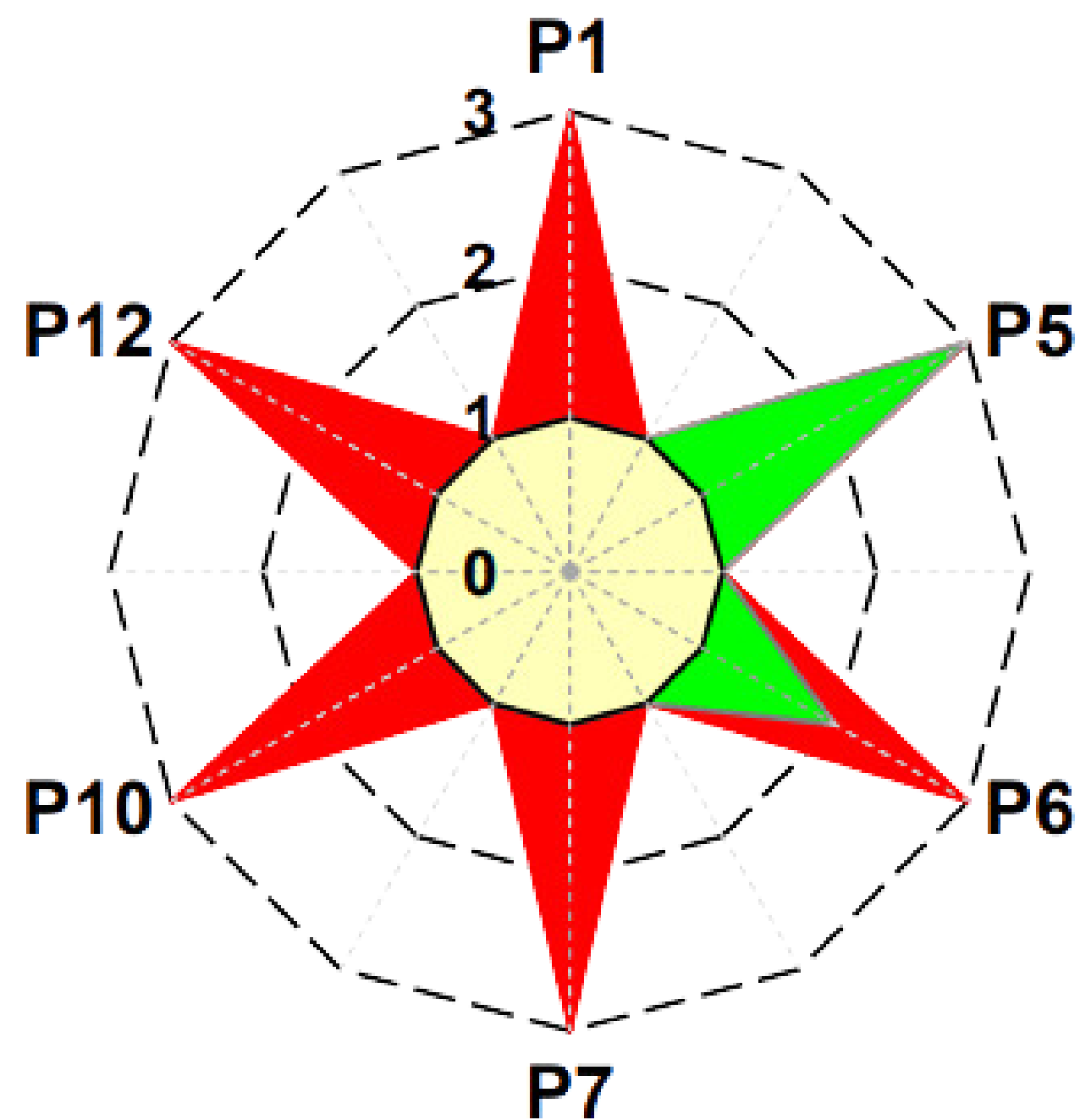
MORRISON, R. T.; BOYD, R. N. **Química Orgânica**. Fundação Calouste Gulbenkian; 9a ed; Lisboa; 1990.

SOLOMONS, T. W. G. **Química Orgânica**; 6a ed; Livros Técnicos e Científicos; Rio de Janeiro; 1996.



EXTRAÇÃO DE ÓLEOS ESSENCIAIS

ESTRELA VERDE DO EXPERIMENTO



iPE = 25%

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. Descreva o processo de destilação simples.

3. Qual é a função das pérolas de vidro no sistema de destilação?

4. Cite outro emprego da destilação no contexto industrial.

ÓLEOS ESSENCIAIS

Óleos essenciais são uma mistura quimicamente complexa de vários compostos voláteis, oriundos do metabolismo secundário das plantas. São constituídos sobretudo de monoterpenos e sesquiterpenos. Óleos essenciais contêm um ou mais compostos principais, que lhes confere aroma e gosto característicos.

Entretanto, o aroma final resulta da interação entre todos os seus constituintes. Eles podem ser obtidos de diferentes partes do vegetal e sua extração pode ocorrer por diferentes métodos, incluindo a hidrodestilação.

Óleos essenciais têm vasta aplicabilidade na indústria alimentícia, cosmética e farmacêutica. O Acheflan, por exemplo, é um anti-inflamatório de uso tópico produzido com o óleo essencial de *Cordia verbenacea*, uma espécie nativa do Brasil.



OBJETIVOS

- Obter um óleo essencial a partir da técnica de destilação simples.

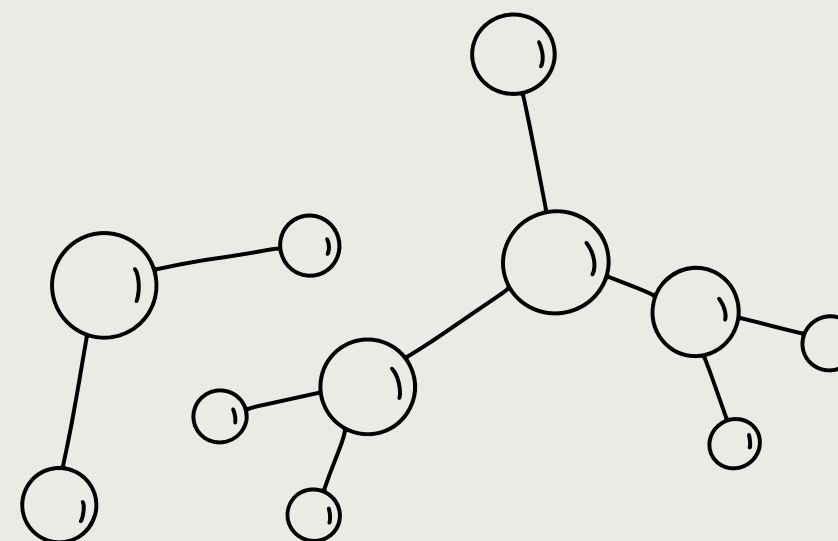
MATERIAIS E REAGENTES

1 MATERIAIS

- Material vegetal;
- Pérolas de vidro;
- Manta aquecedora;
- Condensador;
- Balão de fundo redondo;
- Termômetro;
- Pinças e garras;
- Funil de separação;
- Proveta graduada de 100 mL;
- Erlenmeyers de 250 mL;
- Gelo.

2 REAGENTES

- Diclorometano;
- Sulfato de sódio anidro;
- Água destilada.



PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL*

1. Colocar 10 gramas do material vegetal no balão de destilação juntamente com 300mL de água. Iniciar o aquecimento tendo o cuidado para que não ocorra sobrepressão no sistema. O destilado deve ser recolhido em uma proveta graduada imersa em um banho de gelo;
2. Anotar a temperatura durante o processo de destilação e ao final, além do volume do destilado (hidrolato) recolhidos;
3. Transferir o destilado para o funil de separação e adicionar 10 mL de diclorometano;
4. Coletar a fase aquosa no mesmo erlenmeyer de 250 mL e transferir a fase orgânica para um erlenmeyer de 125 mL seco;
5. Retornar a fase aquosa para o funil de separação e adicionar 10 mL de diclorometano. Repetir mais uma vez essa etapa.
6. Desprezar a fase aquosa e adicionar aproximadamente 1 g de sulfato de sódio anidro à fase orgânica. Filtrar em seguida, através de um funil simples contendo um papel pregueado, para um béquer de 100 mL previamente tarado.
7. Deixar o béquer na capela até a próxima aula. Posteriormente, pesar e calcular a porcentagem de óleo presente na amostra vegetal trabalhada.

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. Calcule o rendimento percentual do processo de extração do material vegetal utilizado na prática e compare com a literatura.

3. Indique o componente majoritário do óleo essencial obtido.

4. Explique por que é necessário descartar a fração inicial e final de um destilado.

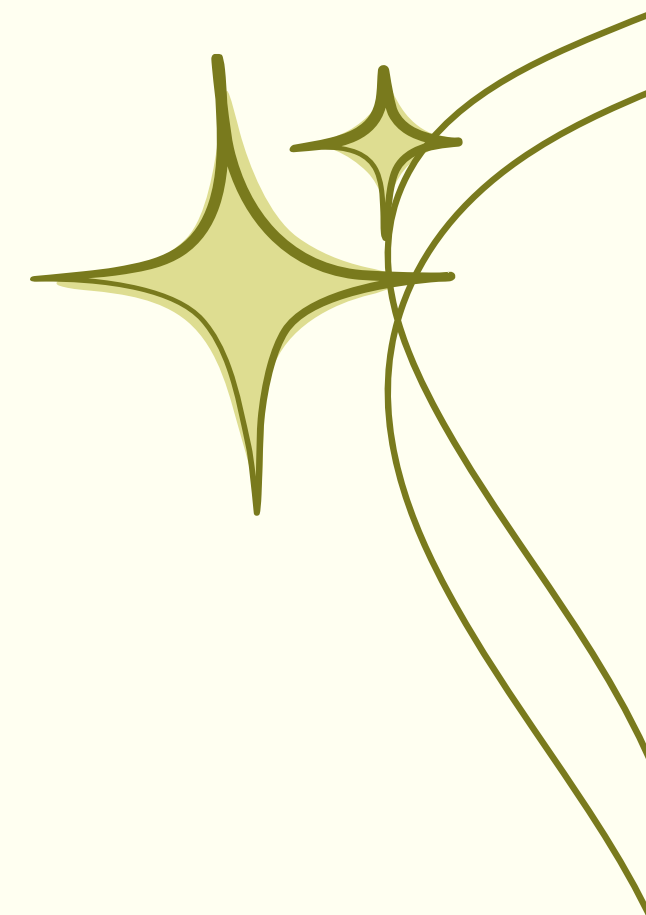


REFERÊNCIAS

DE MATOS BALSALOBRE, N. *et al.* ***Potential anti-arthritic and analgesic properties of essential oil and viridiflorol obtained from *Allophylus edulis* leaves in mice.*** *Journal of Ethnopharmacology*, v. 301, p. 115785, 2023.

DEMUNER , A. J., *et al.* **Experimentos de Química Orgânica.** Viçosa: UFV, 2011.

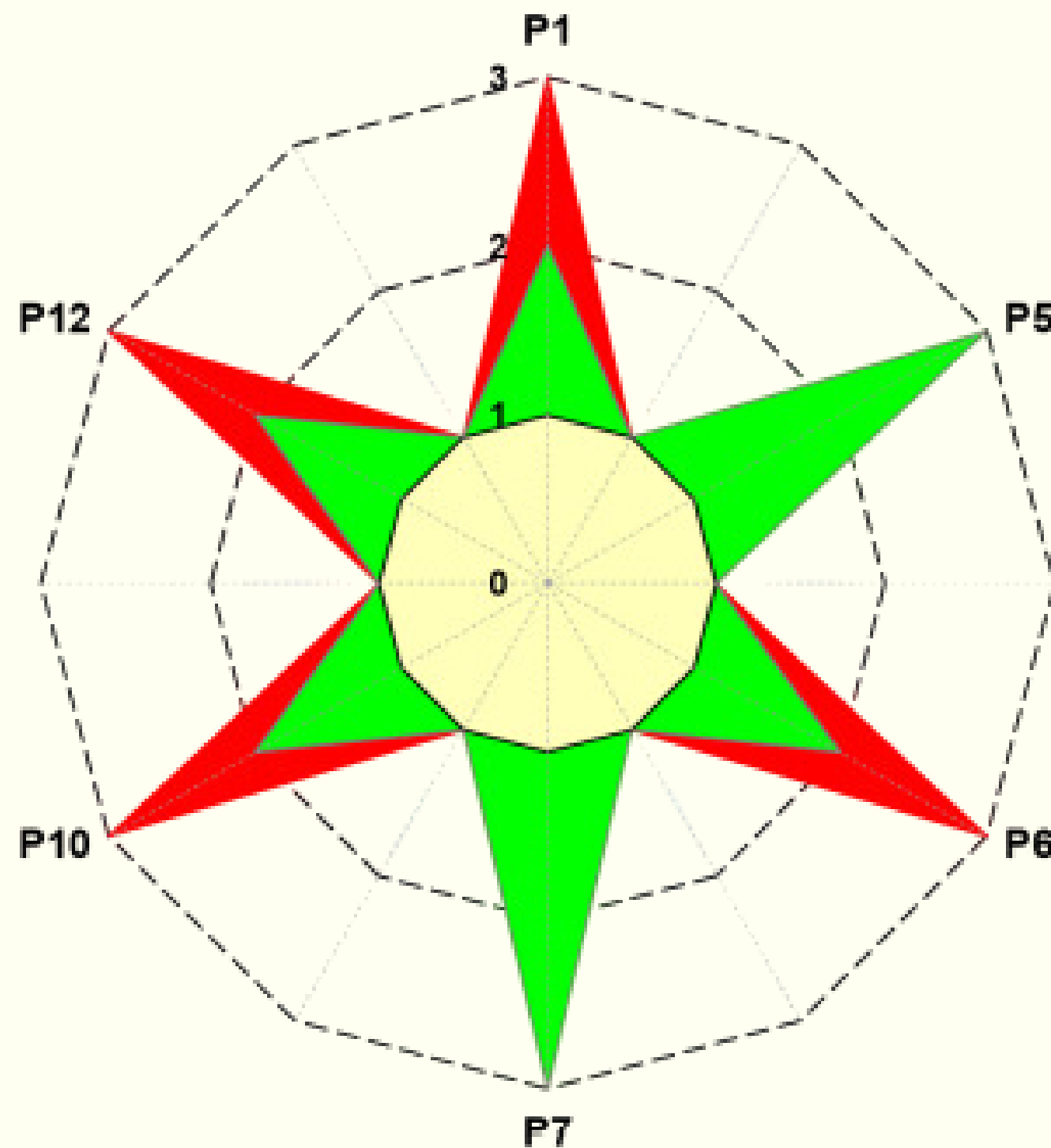
MIZEJESKI, F. R. A.; SELVERO, P. M. **Atividades Experimentais com materiais de fácil acesso para a Extração de Óleos Essenciais: Hidrodestilação e Arraste a Vapor.** *Anais Dos Encontros De Debates Sobre O Ensino De Química* - ISSN 2318-8316, (42). UFRGS, 2023.



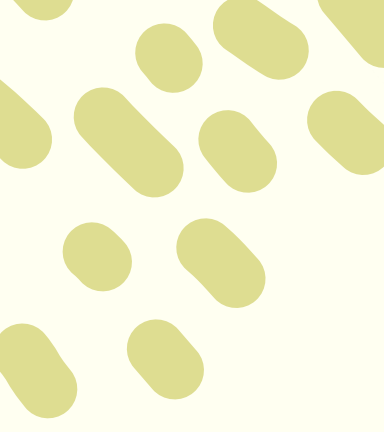
EXTRAÇÃO CONTÍNUA



ESTRELA VERDE DO EXPERIMENTO



$IPE = 66,7\%$

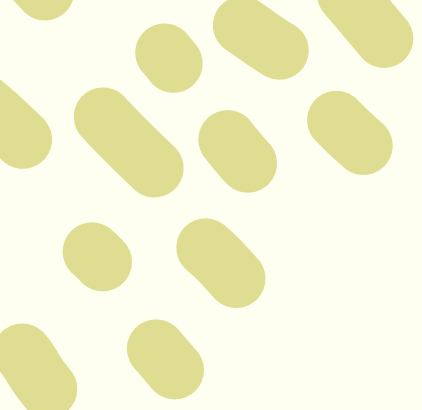


★ Pré-laboratório

I. 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.Descreva o processo de extração contínua sólido-líquido.



3.Cite outros processos para a obtenção de extratos vegetais mais verdes que a extração por Soxhlet.



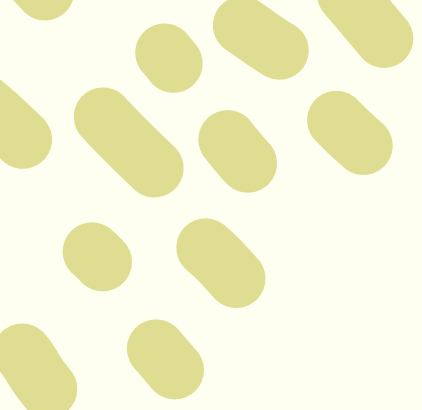
Extração contínua sólido-líquido

Quando um composto orgânico é mais solúvel em água do que em solvente orgânico, são necessárias grandes quantias de solvente para a extração de pequenas quantidades de tal substância. Isso pode ser evitado pelo uso de uma aparelhagem de extração contínua, que requer menor quantia de solvente.

Para a extração dos componentes de uma amostra sólida por um solvente quente, é utilizado o extrator Soxhlet, mostrado ao lado. Nesse sistema, a amostra sólida é colocada em um cilindro poroso e esse é colocado no extrator Soxhlet. Em seguida, o solvente no balão é levado à fervura branda, e seu vapor sobe pelo tubo, condensa-se no condensador e cai no cilindro. Quando o solvente alcança a parte superior do tubo, é sifonado para dentro do balão, levando a substância que extraiu no cilindro. Como esse processo acontece repetidas vezes, é caracterizado como uma extração contínua.

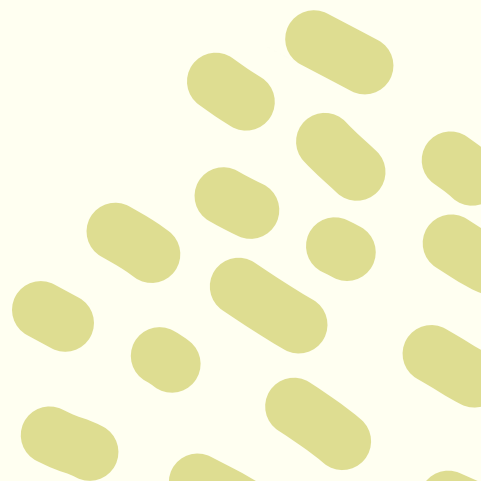


Extrator Soxhlet



OBJETIVOS

- Obter um extrato vegetal através da técnica de Extração por Soxhlet.



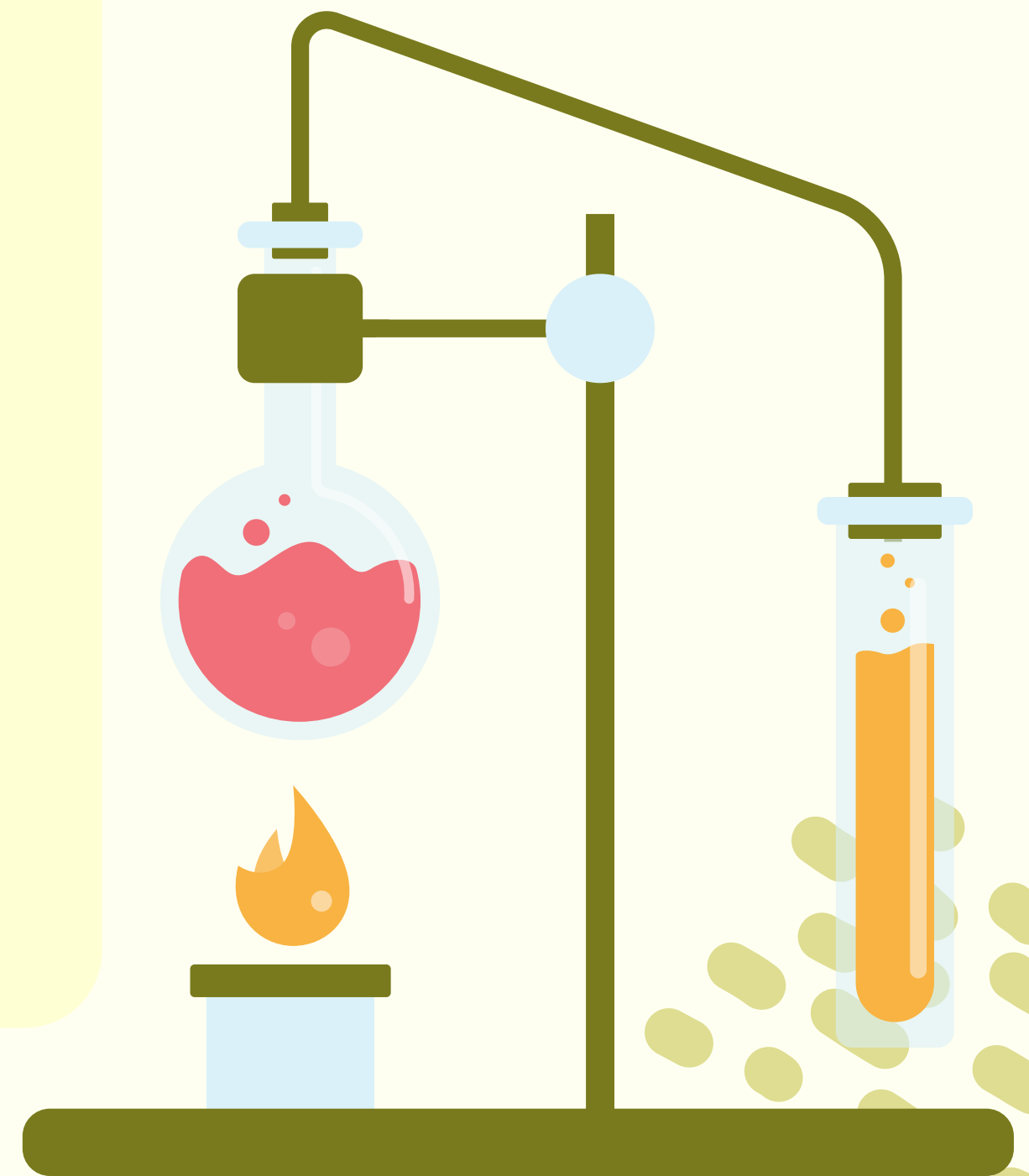
MATERIAIS E REAGENTES

MATERIAIS

- Material vegetal;
- Extrator de Soxhlet;
- Papel de filtro;
- Balão de fundo redondo;
- Pérolas de vidro;
- Manta aquecedora;
- Condensador;
- Rotaevaporador.

REAGENTES

- Etanol.



PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL*

1. Pesar 1,7g do material vegetal;
2. Fragmentar a amostra e colocá-la no cartucho feito de papel de filtro;
3. Montar o sistema de extração de Soxhlet;
4. Adicionar pérolas de vidro ao balão de fundo redondo, juntamente com 125 mL de etanol;
5. Submeter o sistema a aquecimento, no qual haverá refluxo do solvente;
6. Desmontar o sistema depois de frio;
7. Secar o solvente no rotaevaporador.

*Nota: experimento adaptado de Marques, Borges, 2002; Veggi, 2009.

Registros prácticos ✨





Pós-laboratório ✨

I. 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 ✨

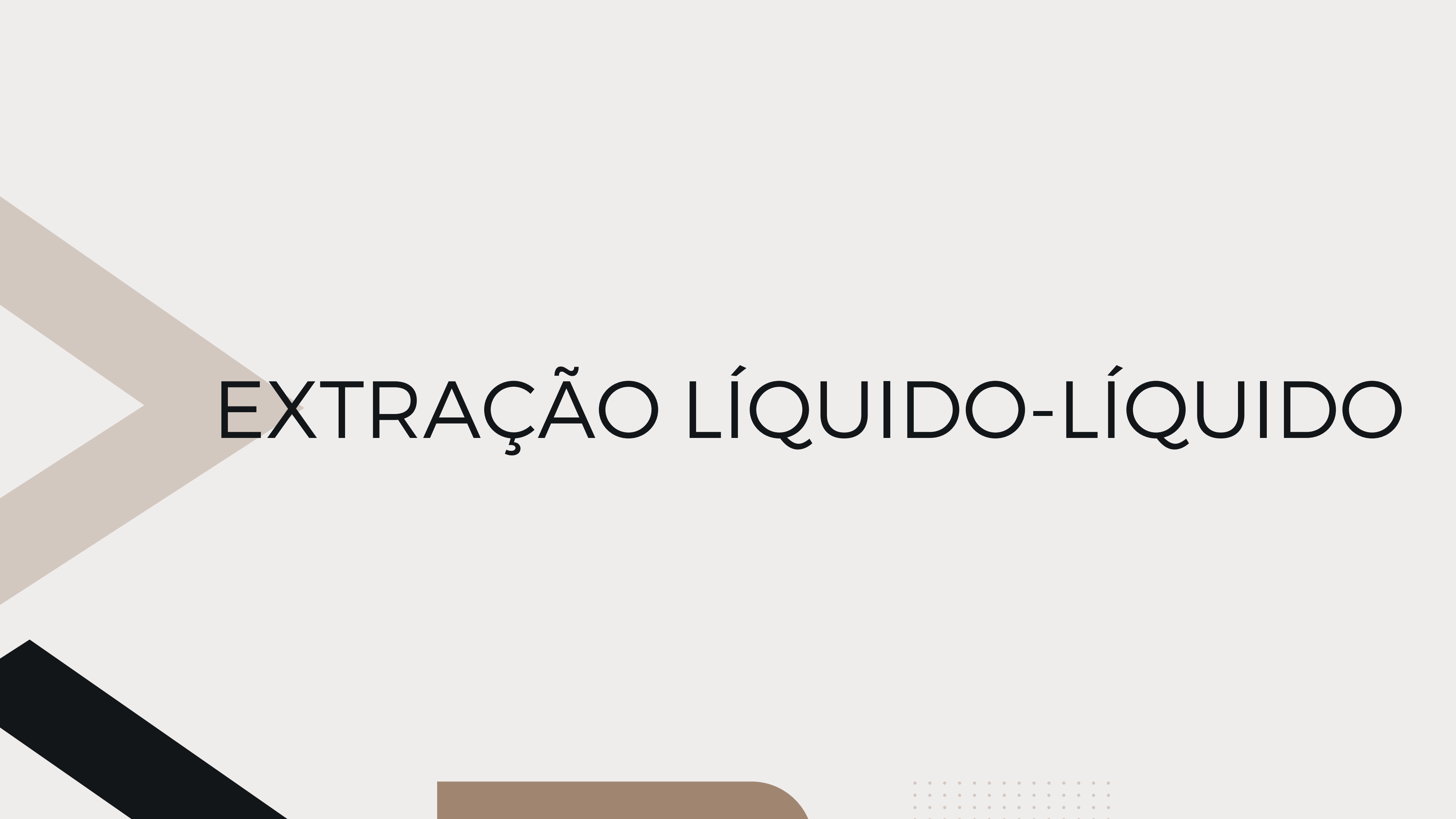
2. Qual é a temperatura atingida pelo solvente no processo de extração por Soxhlet?



Referências Bibliográficas

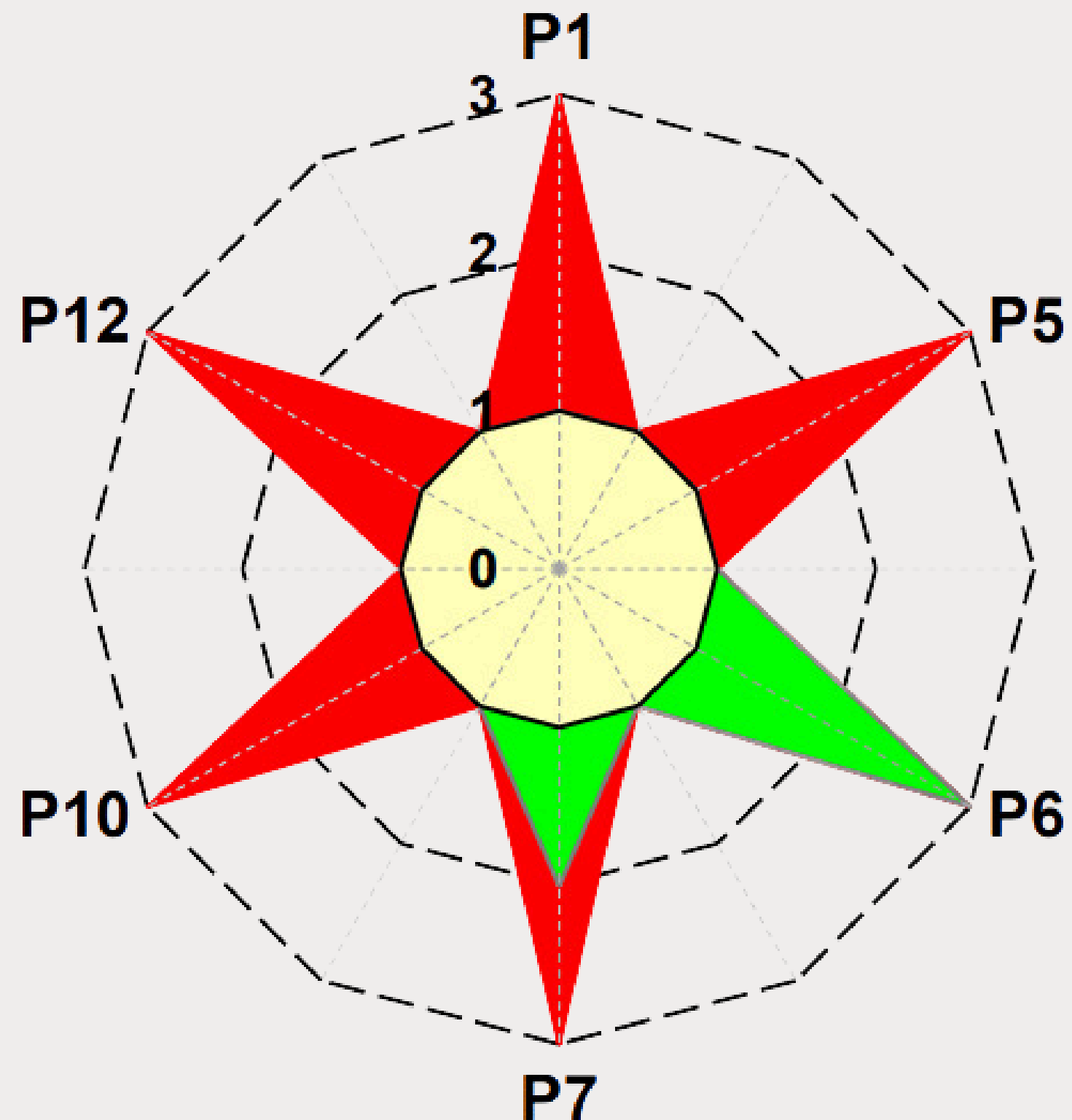
MARQUES, J. A.; BORGES, C. P. F. **Experimentos de Química Orgânica**. São Paulo: Átomo, 2º ed, 2002.

VEGGI, P. C. **Obtenção de extratos vegetais por diferentes métodos de extração: estudo experimental e simulação dos processos**. Dissertação de mestrado, UNICAMP, 2009.



EXTRAÇÃO LÍQUIDO-LÍQUIDO

ESTRELA VERDE DO EXPERIMENTO



IPE = 25%

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.

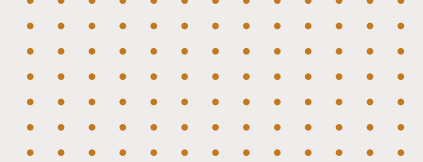


PRÉ-LABORATÓRIO

2. Qual é o tipo de interação intermolecular existente entre o iodo e o hexano?

3. Explique porque o iodo sublima.





O MÉTODO DE EXTRAÇÃO

A técnica da extração envolve a separação de um composto, presente na forma de uma solução ou suspensão em um determinado solvente, através da agitação com um segundo solvente, no qual o composto orgânico seja mais solúvel e que seja pouco miscível com o solvente que inicialmente contém a substância. Quando as duas fases são líquidos imiscíveis, o método é conhecido como extração líquido-líquido.

Para uma extração líquido-líquido, o composto encontra-se dissolvido em um solvente A e para extraí-lo, emprega-se um outro solvente B, e estes devem ser imiscíveis. A e B são agitados e o composto então se distribui entre os dois solventes de acordo com as respectivas solubilidades. A razão entre as concentrações do soluto em cada solvente é denominada “**coeficiente de distribuição ou de partição**”, (K), onde: C_A = concentração do composto no solvente A (em g/mL); C_B = concentração do composto no solvente B (em g/mL).

$$K = \frac{C_A}{C_B}$$



Dessa forma, para realizar-se a dedução deste processo de extração através da fórmula, assume-se que:

S = quantidade em gramas do soluto no solvente A;

V_B = Volume de B (em mL);

V_A = Volume de A (em mL);

X = quantidade, em gramas, do soluto extraído.

Assim, depois de uma extração, a concentração de S no solvente A será:

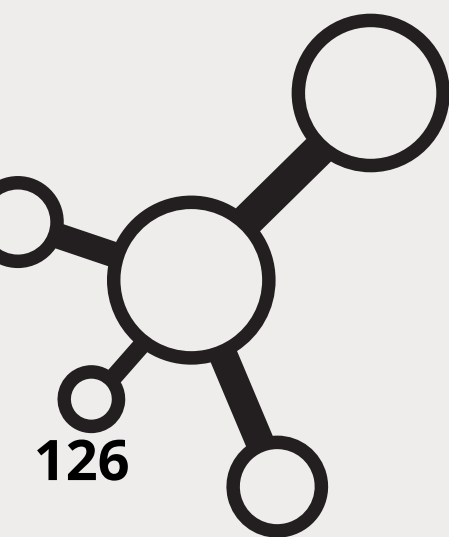
$$C_A = \frac{S - X}{V_A}$$

A concentração em B será:

$$C_B = \frac{X}{V_B}$$

OBJETIVOS

- Demonstrar o coeficiente de partição de maneira visual, por meio da extração do iodo de uma solução aquosa.



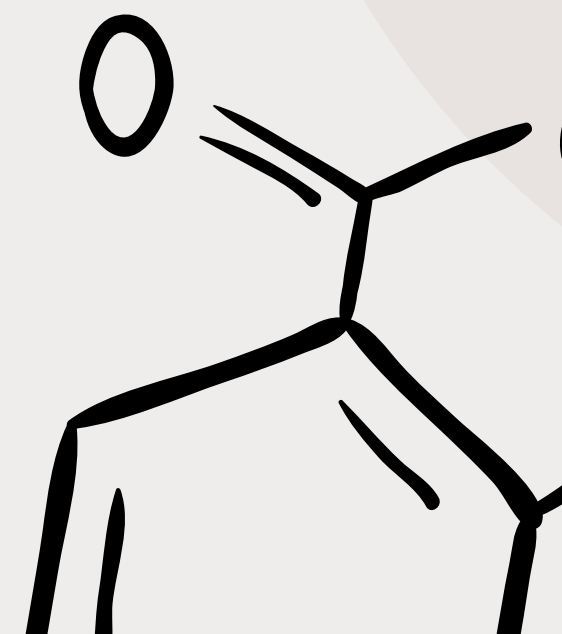
MATERIAIS E REAGENTES

01. MATERIAIS

- Proveta;
- Funil de separação 125 mL.

02. REAGENTES

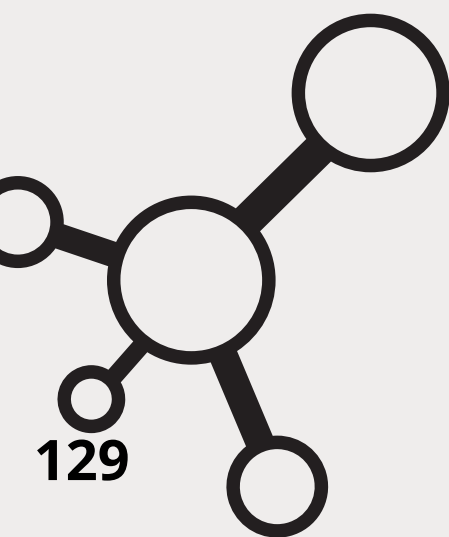
- Hexano;
- Solução aquosa de iodo.



PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL*

1. Com o auxílio de uma proveta, transfira 15 mL de hexano para um funil de separação de 125 mL;
2. Acrescente 10 mL de solução aquosa de iodo. Observe as fases;
3. Agite a mistura delicadamente, aliviando com cuidado a pressão interna do sistema, e observe as mudanças;
4. Faça a extração da **fase orgânica**;
5. Repita o procedimento mais duas vezes e reúna as fases orgânicas.

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. Explique a composição de cada uma das fases observadas.

3. A constante de distribuição do iodo entre um solvente orgânico e a água é 85. Encontre a concentração de I_2 que permanece na fase aquosa após a extração de 50 mL de $1,0 \times 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$ de iodo com as seguintes quantidades de solvente orgânico:

a) 50 mL

b) Duas porções de 25 mL

Constantes de distribuição (K):

$$[A]_i = \left(\frac{V_{aq}}{V_{org}K + V_{aq}} \right)^i [A]_0$$

- $[A]_i$ = concentração de A que permanece em solução aquosa (mol/L)
- i = número de extrações
- $[A]_0$ = concentração original (mol/L)
- V_{aq} = Volume da fase aquosa (L)
- V_{org} = Volume da fase orgânica (L)
- K = constante de distribuição

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

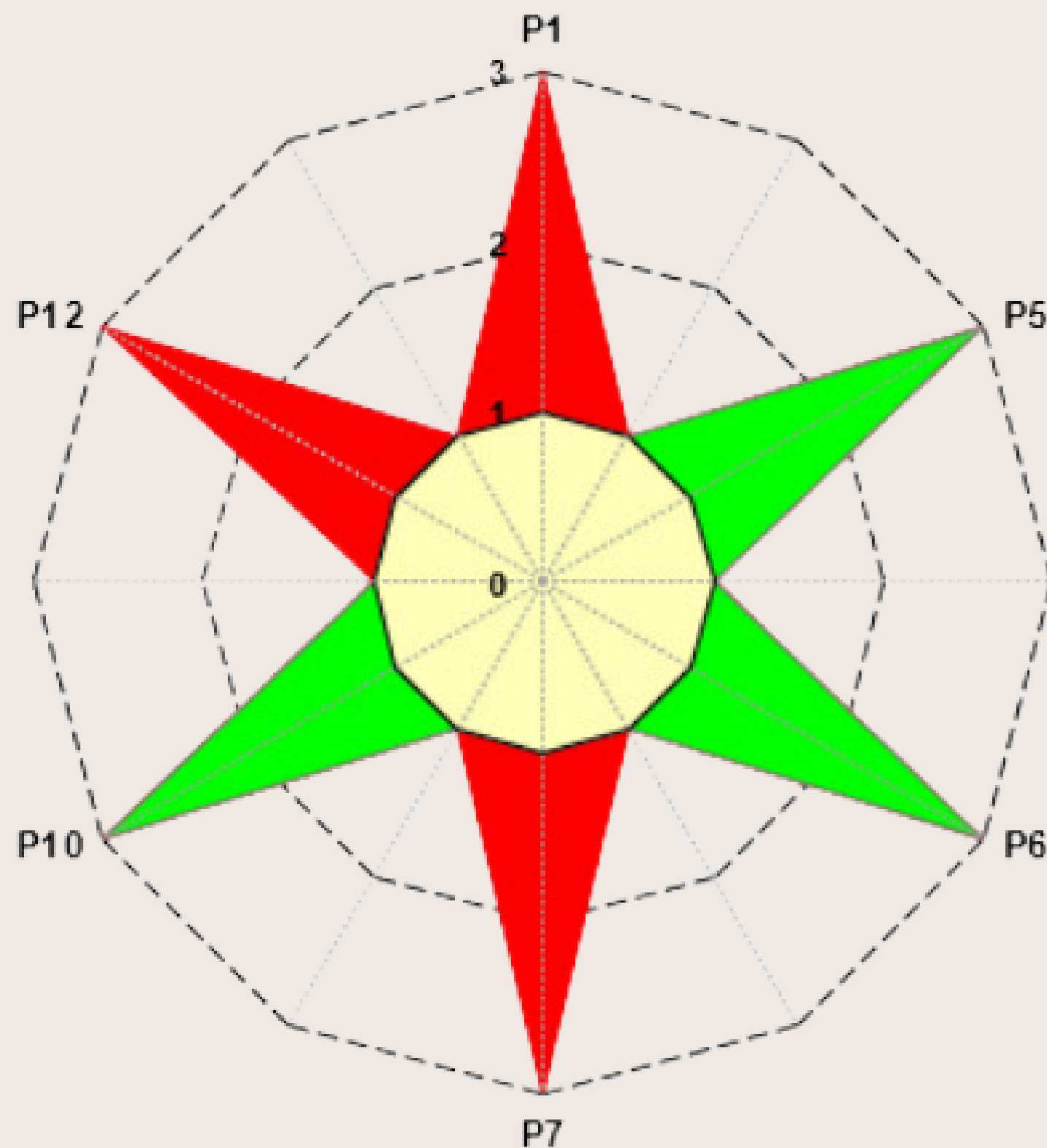
CORREA, A. G. et al. Química Orgânica Experimental: uma abordagem de Química Verde. Rio de Janeiro: Elsevier, 2016.

PRADO, M. A. F. Determinação do coeficiente de partição óleo-água (p) do ácido mandélico. IUPAC, 2006.



TESTE DO IODOFÓRMIO

ESTRELA VERDE DO EXPERIMENTO



IPE = 50%

PRÉ-LABORATÓRIO

1. Pesquise acerca de métodos de identificação de cetonas e aldeídos.



PRÉ-LABORATÓRIO



2. 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 Iodofórmio

O iodofórmio é um iodeto que se constitui como um pó amarelo-limão, com fórmula molecular CHI_3 . Foi descrito por Serullas, um farmacêutico francês, pela primeira vez em 1829.

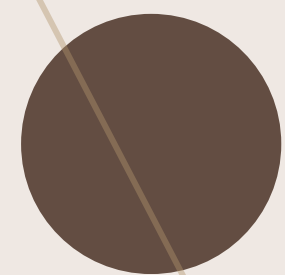
As maiores aplicações são na odontologia, em que o composto é adicionado em pastas, chamadas de iodoformadas, utilizadas para casos de pulpotomia. Isso se deve ao fato de que o iodofórmio atua como antisséptico quando em contato com tecidos e outros tipos de matéria orgânica.

As cetonas como grupo funcional são caracterizadas pela presença do grupamento R-CO-R , em que há dois átomos de carbono ligados à carbonila. O teste do iodofórmio se baseia na capacidade de determinados compostos formarem um precipitado de iodofórmio quando em solução básica de iodo. Portanto, o teste com o Iodofórmio é utilizado para identificação de metilcetonas.

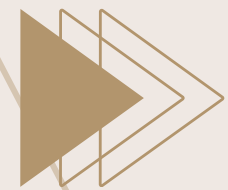


OBJETIVOS

- Realizar a identificação de grupos cetona através da utilização do Iodofórmio.

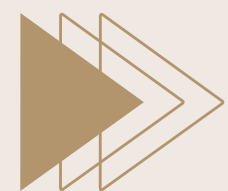


MATERIAIS E REAGENTES



MATERIAIS

- Béquer de 250 mL;
- Tubo de ensaio.



REAGENTES

- Iodeto de potássio;
- Iodo;
- Água destilada;
- Propanona;
- NaOH 5%;



PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL*

PREPARO DA SOLUÇÃO DE LUGOL

1. Pesar 5 g de iodeto de potássio e 2,5 g de iodo, e adicionar ambos em um béquer de 250 mL;
2. Dissolver a mistura em 12,5 mL de água destilada.



TESTE DO IODOFÓRMIO

1. Adicionar 2 mL de água destilada em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 0,1 g de propanona no tubo de ensaio, e em seguida, adicionar 2,0 mL de hidróxido de sódio 5%;
3. Gotejar a solução contendo Lugol (80 gotas), no tubo de ensaio com propanona, água destilada 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.

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



● REGISTROS PRÁTICOS





PÓS-LABORATÓRIO

1. Qual o mecanismo da reação que ocorre durante o experimento?
2. Quais são as condições reacionais para a formação do íon enolato?
3. Qual foi a função do lugol no procedimento realizado?

PÓS-LABORATÓRIO

4. Complete a tabela de gerenciamento de resíduos:

Reagentes usados nesta aula	Reaproveitamento	Tratamento	Descarte

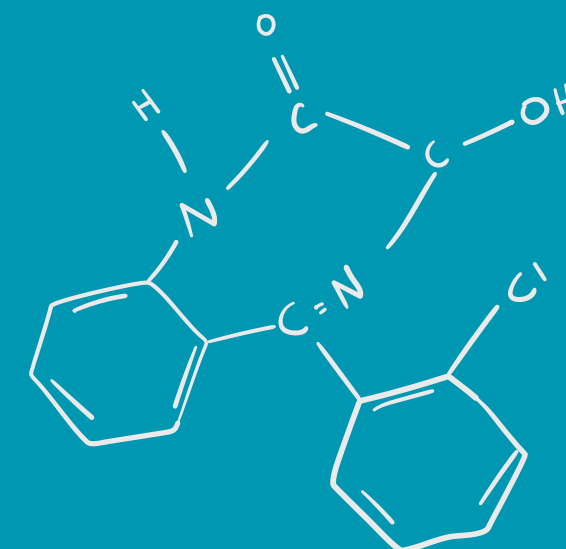
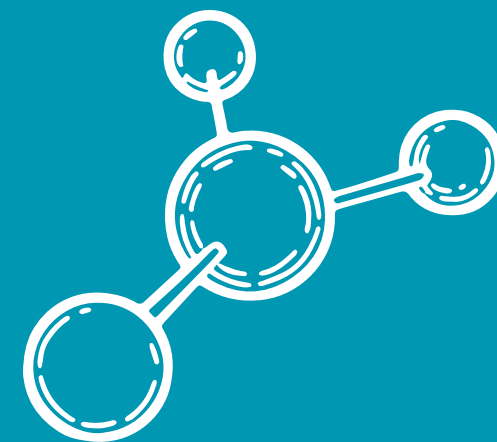
*Classificar como: R.O.H: Resíduo Orgânico Halogenado; R.O.N: Resíduo Orgânico Não Halogenado; R.I.T: Resíduo Inorgânico Tóxico; R.I.N: Resíduo Inorgânico Não Tóxico.

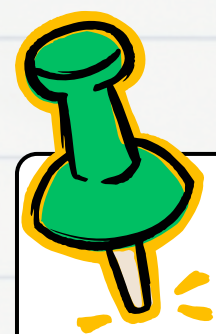
● REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

SILVA, M. C. *et al.* **Princípios de Química Verde em práticas de Química Orgânica: Identificação de Cetonas utilizando o Teste do Iodofórmio.** 67^a Reunião Anual da SBPC. São Carlos, São Paulo. 2015.

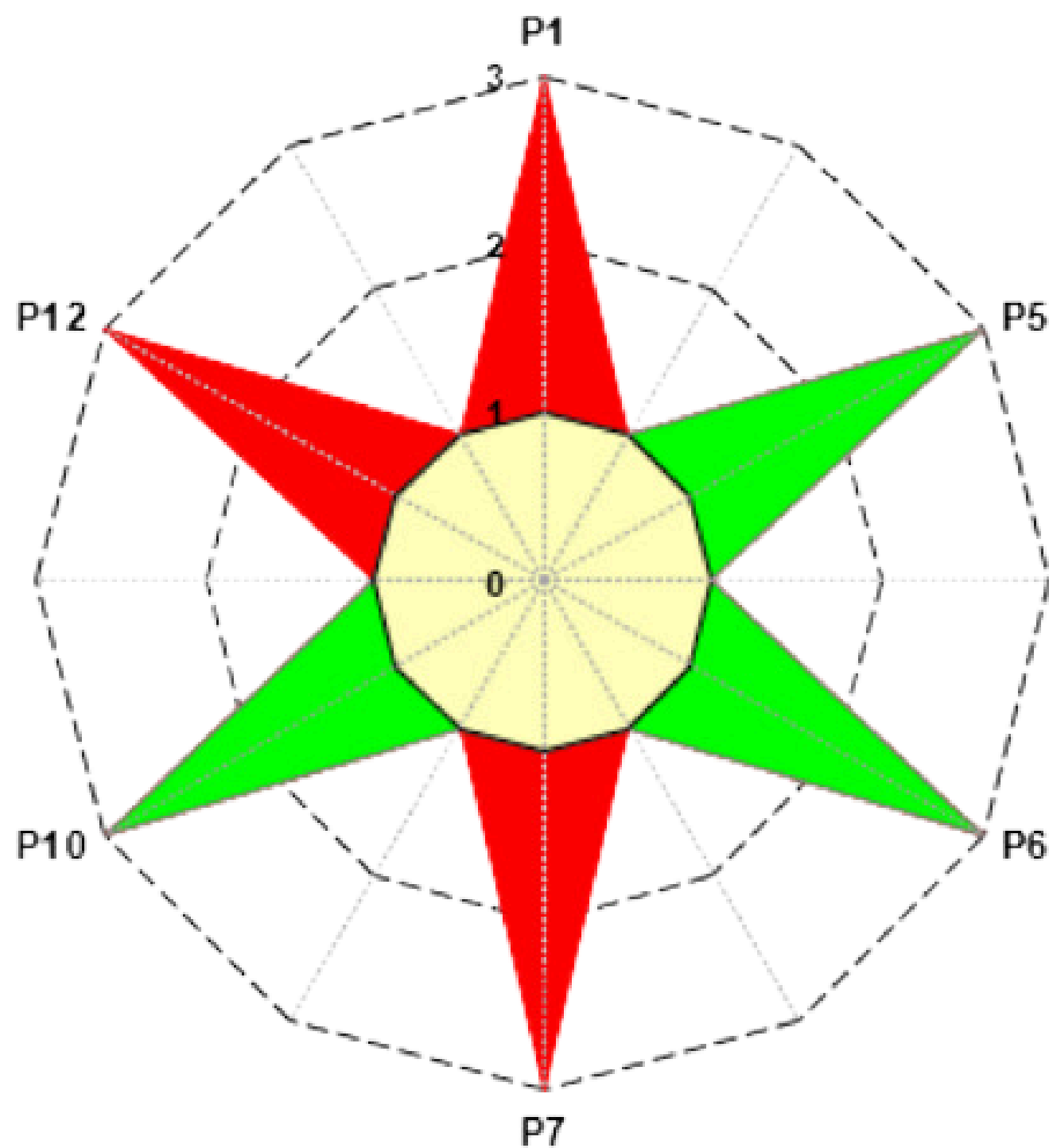
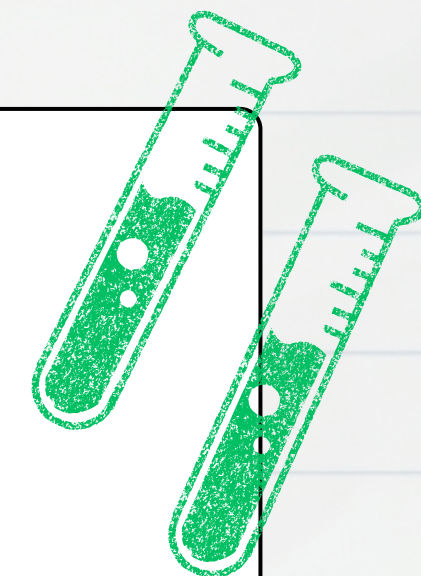
TOLEDO, R. *et al.* **Hidróxido de Cálcio e Iodofórmio no tratamento endodôntico de dentes com Rizogênese Incompleta.** *International Journal of Dentistry – IJD*. vol.9, Recife, 2010.

TESTE DE LUCAS





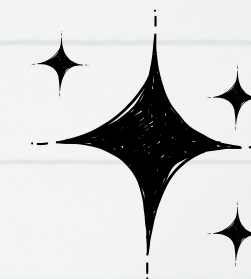
ESTRELA VERDE DO EXPERIMENTO



$$IPE = 50\%$$



PRÉ-LABORATÓRIO



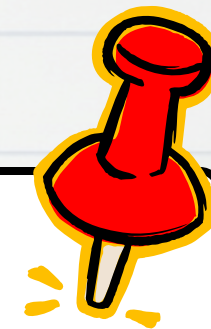
1. Consultando a FDS, identifique os perigos físicos, químicos e de saúde dos produtos químicos usados durante a prática, de acordo com a GHS.

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. Pesquise diferentes métodos de diferenciação de compostos orgânicos (álcoois, alcenos e alcinos).

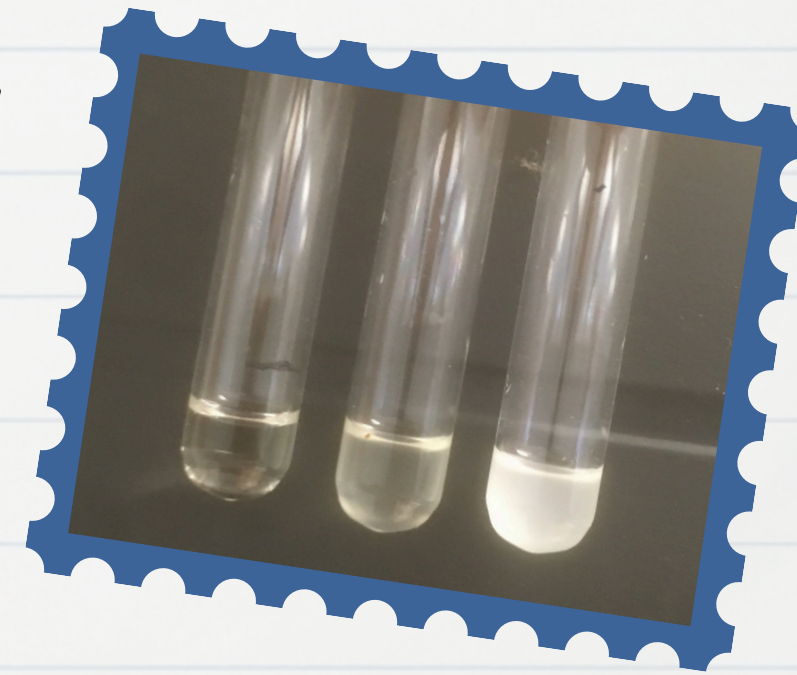
3. Qual a importância do Teste de Lucas e quais são suas aplicações?



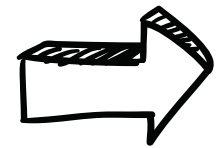
O TESTE DE LUCAS

O teste de Lucas foi descrito pela primeira vez em 1930, pela cientista estadunidense Howard Lucas, tornando-se um dos métodos padrões de química orgânica qualitativa.

Este teste consiste na utilização do reagente de Lucas, que é uma solução de cloreto de zinco anidro em ácido clorídrico concentrado, para a identificação de álcoois de baixo peso molecular. O teste de basea na diferença de reatividade entre as três classes de álcoois. Verifica-se, assim, se um composto é um álcool primário, secundário ou terciário.



OBJETIVOS



Realizar a diferenciação de álcoois através do uso do Reagente de Lucas.

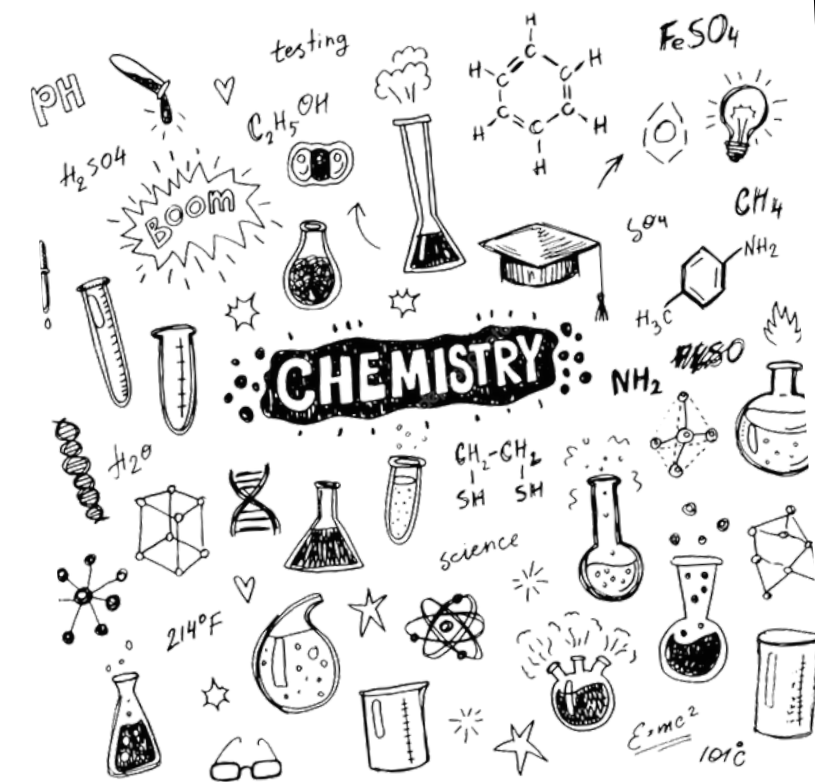
MATERIAIS E REAGENTES

➡ MATERIAIS

- Béquer de 100 mL;
- Estufa;
- Dessecador;
- Capela;
- Proveta de 50 mL;
- Banho de gelo;
- Banho maria;

➡ REAGENTES

- Cloreto de zinco anidro;
- Ácido clorídrico HCl;
- Álcoois





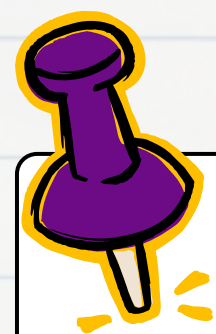
PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL*



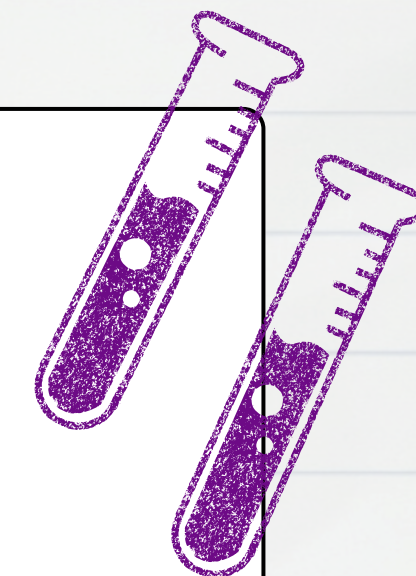
PREPARO DO REAGENTE DE LUCAS

1. Pesar 62,5 g de cloreto de zinco anidro em um béquer de 100 mL e secar por no mínimo duas horas na estufa;
2. Resfriar o ZnCl_2 em um dessecador para que não haja contato com o ar;
3. Coletar 47 mL de HCl concentrado, dentro da capela;
4. Transferir o HCl coletado para o béquer de 100 mL já contendo o ZnCl_2 , após ter sido resfriado no dessecador;
5. Para realizar a homogeneização, manter o béquer com o HCl e o ZnCl_2 em banho de gelo, e agitar até que todo o ZnCl_2 se dissolva. **Todo o processo de homogeneização do Reagente de Lucas deve ser feito na capela, pois a solução desprende gás.**





PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL



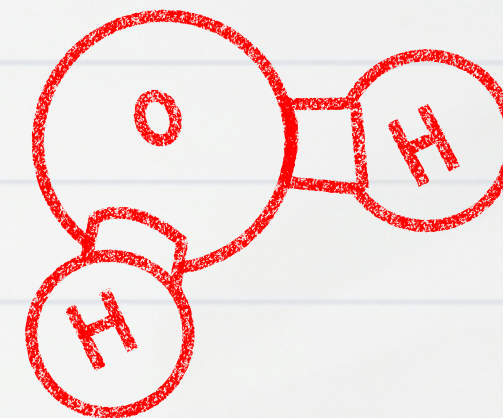
TESTE DE LUCAS

Realizar todo o processo na capela!

1. Adicionar 3 mL do Reagente de Lucas em 3 tubos de ensaio;
2. Em cada tubo de ensaio, adicionar 3 gotas de cada álcool;
3. Observar e cronometrar o tempo de turvação em cada um dos tubos;
4. Os tubos que não obtiverem turvação devem ser colocados em banho maria, até que se observe tal modificação.



★ REGISTROS PRÁTICOS



Amostra	Identificação	Nomenclatura
1		
2		
3		



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. Represente o mecanismo da reação do etanol e do álcool benzílico com o reagente de Lucas.

3. Dê a classificação de cada uma das reações.

Referências Bibliográficas

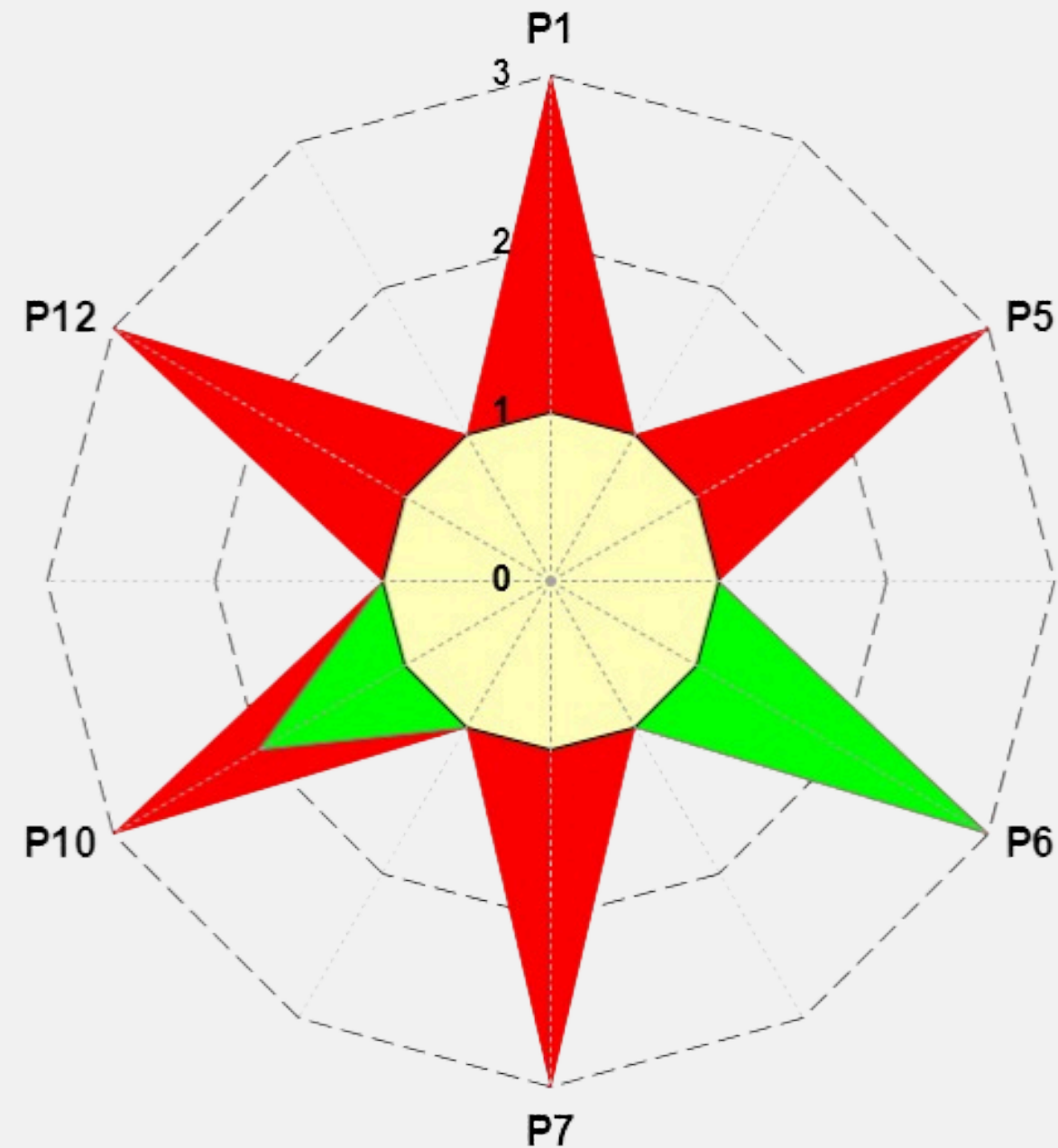
COELHO, P. **Reagente de Lucas - Teste de identificação de alcoóis primários, secundários e terciários.**

EngQuímicaSantosSP, Blog de Engenharia Química, 2021.

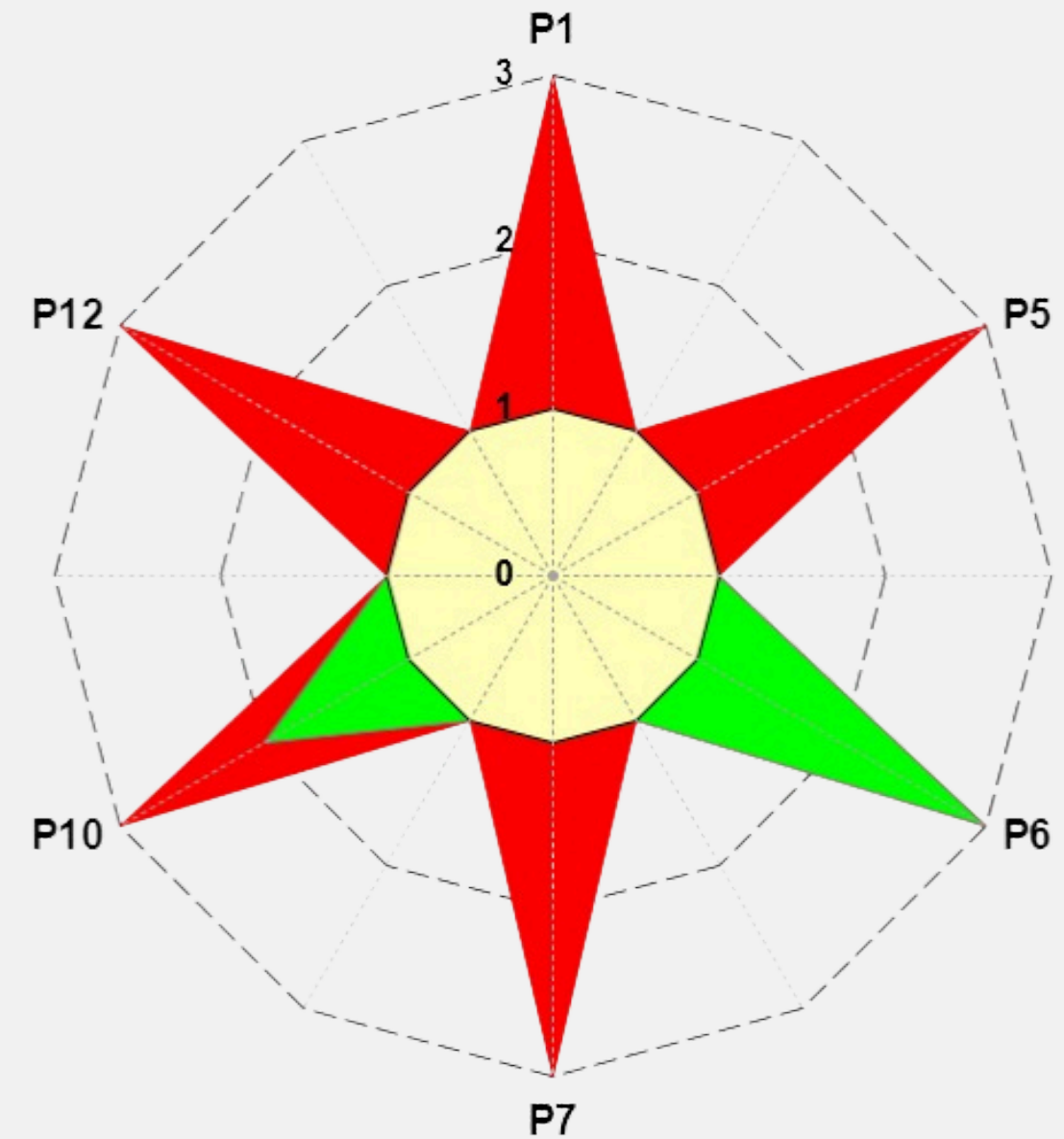
CROMATOGRAFIA EM COLUNA



ESTRELA VERDE DO EXPERIMENTO



EXTRAÇÃO
IPE = 25%



SEPARAÇÃO
IPE = 25%

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 os principais princípios químicos que explicam o funcionamento da técnica de Cromatografia?

3. Por qual motivo é utilizado, geralmente, mais de um eluente nesta técnica?



TÉCNICA DE CROMATOGRAFIA

O processo de separação dos componentes de uma amostra em cromatografia envolve a distribuição dos componentes entre duas fases, uma móvel e outra estacionária. Os fatores envolvidos no processo cromatográfico - carga iônica, forças intermoleculares, polaridade molecular, volume molecular, adsorção e solubilidade - atuam simultaneamente, provocando a separação dos constituintes da amostra.

A fase estacionária pode estar revestindo uma placa de vidro, como uma camada fina sobre a qual a fase móvel ascende por capilaridade (cromatografia em camada delgada), ou pode estar empacotada na forma de uma coluna, através da qual a fase móvel flui (cromatografia em coluna). A cromatografia em coluna é utilizada quando se pretende separar grandes quantidades de substâncias. A fase estacionária pode ser uma substância líquida ou sólida e a fase móvel, líquida ou gasosa.

OBJETIVOS

- Realizar a separação dos componentes de uma mistura, através da técnica de Cromatografia em Coluna.



MATERIAIS E REAGENTES

➤ MATERIAIS

- Buretas 25 mL;
- Açúcar;
- Béquer 250 mL;
- Funil de vidro;
- Pipeta de Pasteur;
- Bastão de vidro;
- Almofariz;
- Pistilo;
- Tubos de ensaio;
- Espinafre.

➤ REAGENTES

- Querosene ou hexano;
- Acetato de etila;
- Acetona;
- 25% acetato de etila em querosene/hexano (25mL de acetato de etila e 75mL de querosene/hexano).



PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL*

EXTRAÇÃO

1. Cortar em pedaços pequenos 5 folhas de espinafre fresco (cerca de 10 g), e colocar em um almofariz. Adicionar cerca de 5 mL de acetona e 10 mL de querosene e prensar o material com um pistilo durante alguns minutos;
2. Transferir o líquido resultante para um béquer 250 mL e retirar a fase orgânica com uma Pipeta de Pasteur. Adicionar à fase orgânica uma pequena quantidade de sulfato de sódio anidro (uma camada fina no fundo do recipiente) para eliminar a água residual.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

➤ MONTAGEM DA COLUNA

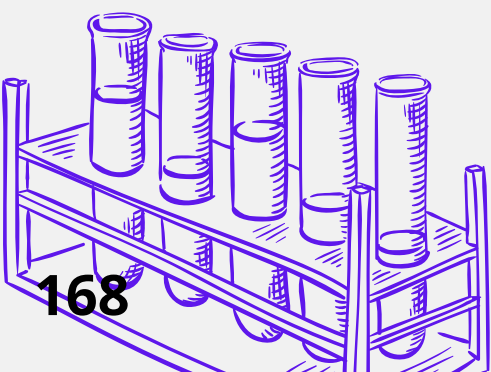
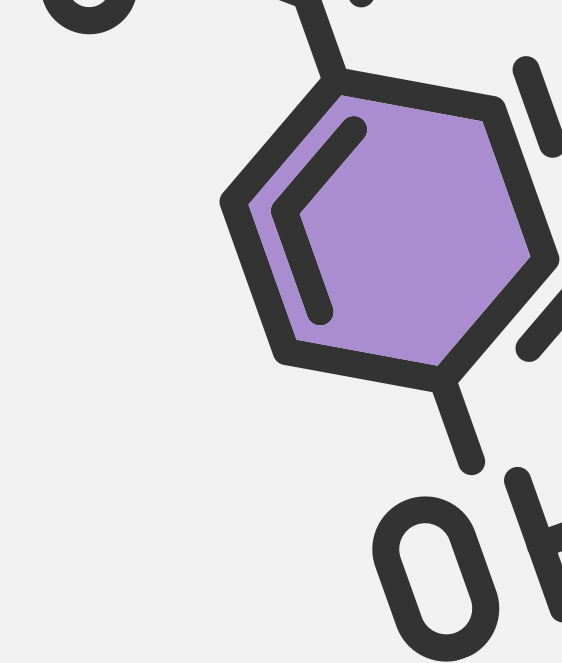
1. **Adapte um pequeno chumaço de algodão na parte inferior da bureta, com cuidado para não compactá-lo demais e obstruir a saída. Na sequência, pesar 18 g de açúcar (sem grumos, se necessário passar em uma peneira);**
2. **Adicionar querosene ou hexano na bureta. Com o auxílio de um funil de vidro, adicionar o açúcar na bureta, (deixar a torneira fechada durante a adição do açúcar). Empacotar a coluna cuidadosamente. É importante que o açúcar não seque nem forme bolhas dentro da coluna, pois isto pode prejudicar a separação. O nível do solvente deve ficar no mínimo 1 cm acima da fase estacionária durante esta etapa.**

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

➤ APLICAÇÃO DA AMOSTRA

1. Com a torneira fechada aplicar a solução de extrato no topo da coluna, com pipeta graduada;
2. Percolar aproximadamente 10 mL de querosene/hexano na coluna e na sequência percolar uma mistura de 25% acetato de etila em querosene/hexano, recolhendo em tubos de ensaio previamente numerados;
3. Prosseguir a eluição até a saída total dos analitos. Reunir os eluídos correspondentes a cada corante separado no processo (coloração diferente). Remover o solvente em evaporador rotativo.

REGISTROS PRÁTICOS



PÓS-LABORATÓRIO

1. Quais foram as substâncias separadas na cromatografia do espinafre empregando-se cada um dos eluentes?

2. Explique a sequência de eluição das substâncias.

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

CARNEIRO, E. B. B., CARNEIRO, P.I.B. **EXPERIMENTOS DE CROMATOGRAFIA EM COLUNA NO ENSINO DE GRADUAÇÃO**. Publ. UEPG Ci. Exatas Terra, Ci. Agr. Eng., Ponta Grossa, 10 (2): 15-21, ago. 2004.

FONSECA, S. F., GONÇALVES, C. C. S. **Extração de pigmentos do espinafre e separação em coluna de açúcar comercial**. Química Nova na Escola. N.20, nov 2004.

FURNISS, B. S.; HANNAFORD, A. J.; ROGERS, V.; SMITH, P. W. G.; TATCHELL, A. R. **Voguel's textbook of practical organic chemistry**; 5th ed., John Wiley & Sons, Inc.; New York, USA, 1989.

PAVIA, D. L.; LAMPMAN, C. M.; KRIZ, G. S, ENGEL, R. G. **Introduction to organic laboratory techniques: a micro scale approach**; 3rd ed., Saunders College Publishing Ed.; New York, USA, 1999.

➔ 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			