

**INSTITUTO FEDERAL DE SANTA CATARINA
CAMPUS SÃO JOSÉ**

Química Orgânica Experimental

Roteiros para as aulas práticas

São José – SC
2024

Sumário

1 Solubilidade de compostos orgânicos.....	6
1.1 Fundamentação teórica	6
1.1.1 - Solubilidade	6
1.1.2 Prevendo a solubilidade de compostos orgânicos.....	6
1.2.3 Testes de solubilidade	9
1.2 Teste de solubilidade	13
1.2.1 Objetivos	13
1.2.2 - Materiais	13
1.2.3 Procedimento experimental.....	13
2.2.4 Experimento para o Ensino Médio: Solubilidade de Compostos Orgânicos .	14
2.2.5 Experimento para o Ensino Médio: Testando a Solubilidade de Compostos Orgânicos	15
2 Extração com solventes reativos.....	16
2.1 Fundamentação teórica	16
2.1.1 - Extração líquido-líquido	16
2.1.2 Agentes secantes	19
2.2 Experimento: Separação dos componentes de uma mistura.....	20
2.2.1 Objetivos	20
1.2.1 Materiais.....	20
1.2.2 Procedimento experimental.....	20
2.2.4 Experimento para o Ensino Médio: Determinação do teor alcoólico em gasolina.....	21
3 Destilação.....	23
3.1 Fundamentação teórica	23
3.1.1 - Destilação.....	23
3.2 Experimento: Destilação do vinho e determinação do teor alcoólico	29
3.2.1 Objetivos	29
3.2.2 Materiais.....	29
3.2.2 - Procedimento Experimental.....	29
3.2.4 Experimento para o Ensino Médio: Construção de um destilador alternativo	30
3.3 Experimento: Obtenção de óleos essenciais	32
3.2.1 Objetivos	32
3.2.2 Materiais.....	32

3.3.2 - Procedimento Experimental.....	32
3.3.4 Experimento para o Ensino Médio: Difusor de essência na sala de aula.....	32
3.3.5 Experimento para o Ensino Médio: A casca da laranja	33
4 Espectroscopia	35
4.1 Fundamentação teórica	35
4.1.1 - Espectroscopia	35
4.1.2 - Espectroscopia UV-Vis.....	36
4.1.3 Espectroscopia de Infravermelho	38
4.2 Experimento: Espectroscopia UV-Vis	44
4.2.1 Objetivos	44
4.2.2 Materiais.....	44
4.2.3 Procedimento Experimental	44
4.2.4 Experimento para o Ensino Médio: Determinação do ponto de fusão do Parafina.....	45
4.3 Experimento: Espectroscopia de Infravermelho	48
4.2.1 Objetivos	48
4.2.2 Materiais.....	48
4.3.2 Procedimento Experimental	48
4.2.4 Experimento para o Ensino Médio: Demonstrando a presença de carbono em compostos orgânicos	49
4.2.5 Experimento para o Ensino Médio: Identificação de amido	50
5 Cromatografia.....	51
5.1 Fundamentação teórica	51
5.1.1 - Cromatografia	51
5.2 Experimento: Cromatografia em papel e em camada delgada.....	56
5.2.1 Objetivos	56
5.2.2 Materiais.....	56
5.2.3 Procedimento Experimental	56
5.2.4 Experimento para o Ensino Médio: Cromatografia em papel.....	57
5.3 Experimento: Identificação da Cúrcuma em alimentos	59
5.3.1 Objetivos	59
5.3.2 Materiais.....	59
5.3.3 Procedimento Experimental	60
5.4 Experimento: Cromatografia em coluna.....	61
5.4.1 Objetivos	61
5.4.2 Materiais.....	61

5.4.3 Procedimento Experimental	61
5.4.4 Experimento para o Ensino Médio: Cromatografia no giz	62
6 Extração da cafeína	63
6.1 Fundamentação teórica	63
6.1.1 - A cafeína	63
6.2 Experimento: Extração da cafeína do chá preto	65
6.2.1 Objetivos	65
6.2.2 Materiais.....	65
6.2.3 Procedimento Experimental	65
6.3 Experimento: Extração da cafeína de amostras solúveis em água.....	67
6.3.1 Objetivos	67
6.3.2 Materiais.....	67
6.3.3 Procedimento Experimental	67
6.4 Experimento: Extração da cafeína do chá preto	69
6.4.1 Objetivos	69
6.4.2 Materiais.....	69
6.4.3 Procedimento Experimental	69
7 Síntese da acetanilida	70
7.1 Fundamentação teórica	70
7.1.1 A acetanilida.....	70
7.1.2 Recristalização	71
7.2 Experimento: Síntese da acetanilida	72
7.2.1 Objetivos	72
7.2.2 Materiais.....	72
7.2.3 Procedimento Experimental	72
7.2.4 Experimento para o Ensino Médio: A reação de oxidação do etanol	73
7.3 Experimento: Preparação da <i>p</i> -nitroacetanilida a partir da acetanilida	74
7.3.1 Objetivos	74
7.3.2 Materiais.....	74
7.3.3 Procedimento Experimental	74
7.3 Experimento Alternativo: Síntese da acetanilida sem solvente	76
7.3.1 Objetivos	76
7.3.2 Materiais.....	76
7.3.3 Procedimento Experimental	76
8 Síntese do acetato de isoamila	78
8.1 Fundamentação teórica	78

8.1.1 Os ésteres.....	78
8.1.2 Acetato de isoamila	78
8.2 Experimento: Síntese do acetato de isoamila.....	80
8.2.1 Objetivos	80
8.2.2 Materiais.....	80
8.4.3 Procedimento Experimental	80
8.4.4 Experimento para o Ensino Médio: Preparação de vinagre e a importância dos microorganismos	81
9 Síntese do ácido acetilsalicílico	82
8.1 Fundamentação teórica	82
9.1.1 O ácido acetilsalicílico	82
9.1.2 Síntese do ácido acetilsalicílico.....	82
9.1.3 Pureza do ácido acetilsalicílico	83
9.2 Experimento: Síntese do ácido acetilsalicílico	84
9.2.1 Objetivos	84
9.2.2 Materiais.....	84
9.2.3 Procedimento Experimental	84
10 Saponificação	87
10.1 Fundamentação teórica	87
10.1.1 A história dos sabões.....	87
10.1.2 A saponificação	87
10.1.3 Como os sabões agem?	88
10.2 Experimento: Fazendo sabão e testando a dureza da água	90
10.2.1 Objetivos	90
9.2.2 Materiais.....	90
7.4.3 Procedimento Experimental	90
10.3 Experimento: Produção de sabão com óleo usado.....	92
10.3.1 Objetivos	92
10.3.2 Materiais.....	92
10.4.3 Procedimento Experimental	92
Referências Bibliográficas	94

1 Solubilidade de compostos orgânicos

1.1 Fundamentação teórica

1.1.1 - Solubilidade

A solubilidade de um composto orgânico em um solvente é uma propriedade física muito importante, na qual as técnicas de cristalização, extração e cromatografia do laboratório de química orgânica estão baseadas (ENGEL, 2012). Ademais, a solubilidade de um composto orgânico em determinado(s) solvente(s) fornece informações sobre a presença ou ausência de determinados grupos funcionais presentes na molécula (MARTINS; LOPES; ANDRADE, 2013).

A solubilização de uma substância química é decorrente da interação entre o soluto (substância dissolvida) e o solvente (meio de dissolução) (ENGEL, 2012; MARTINS; LOPES; ANDRADE, 2013). Pode ser definida, em termos quantitativos, como a quantidade máxima de soluto que dissolve em uma determinada quantidade de solvente, em uma temperatura específica, e pode ser expressa em termos de gramas de soluto por litro (g/L) ou miligramas de soluto por mililitro (mg/mL) de solvente. (ENGEL, 2012; MARTINS; LOPES; ANDRADE, 2013; CHANG; GOLDSBY, 2016).

Qualitativamente, uma substância pode ser classificada como solúvel, ligeiramente (parcialmente) solúvel ou insolúvel em determinado solvente. Diz-se que uma substância é solúvel se uma quantidade razoável dela se dissolve quando adicionado a determinado solvente. Caso contrário, a substância é descrita como ligeiramente solúvel ou insolúvel (CHANG; GOLDSBY, 2016).

Quando o soluto e o solvente são líquidos a extensão em que eles se misturam é chamada de miscibilidade (MIKULECKY et al., 2008). Dois líquidos são miscíveis se forem completamente solúveis um no outro em todas as proporções, ou seja, a mistura formada a partir dessas substâncias é homogênea; por exemplo, álcoois como metanol e etanol são miscíveis com a água (CHANG; GOLDSBY, 2016; ENGEL, 2012). Por outro lado, dois líquidos imiscíveis não formam misturas homogêneas em todas as proporções e, em determinadas condições, formam duas fases (ENGEL, 2012). Por exemplo, a água e o éter dietílico são imiscíveis.

Embora os termos solubilidade e miscibilidade estejam relacionados a solubilidade, eles possuem uma diferença. Um composto pode ser classificado como solúvel, insolúvel ou parcialmente solúvel em determinado solvente. Por outro lado, dois líquidos são miscíveis ou não um no outro (ENGEL, 2012).

1.1.2 Prevendo a solubilidade de compostos orgânicos

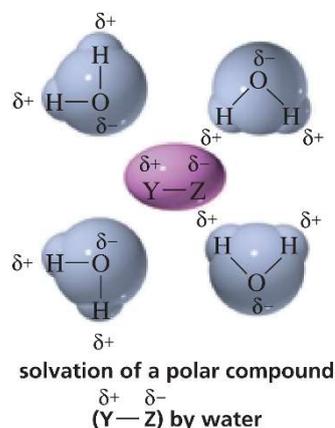
A solubilidade pode ser dividida em duas categorias: a solubilidade na qual estão envolvidas somente as forças intermoleculares, ou seja, o solvente e o soluto são moleculares, e a solubilidade devido a ocorrência de uma reação química na qual o soluto se ioniza e se dissocia (MARTINS; LOPES; ANDRADE, 2013; ENGEL, 2012).

1.1.2.1 A solubilidade em função das forças intermoleculares

A solubilidade de uma substância orgânica em determinado solvente relaciona-se diretamente à estrutura molecular, particularmente com a polaridade das ligações presentes e com o formato da molécula (que dará origem ao momento de dipolo resultante da espécie) (ENGEL, 2012; MARTINS; LOPES; ANDRADE, 2013). Uma generalização útil para prever a solubilidade de uma substância com base na polaridade da espécie é que “semelhante dissolve semelhante”. Em outras palavras, compostos polares são solúveis em solventes polares, enquanto compostos apolares são solúveis em solventes apolares (ENGEL, 2012; MARTINS; LOPES; ANDRADE, 2013; BRUICE, 2006; KLEIN, 2017).

Esse comportamento está relacionado com a natureza das forças intermoleculares. Por exemplo, um composto polar possui uma distribuição eletrônica desigual em sua estrutura, formando cargas parciais (polos), de forma que entre suas moléculas há interações intermoleculares do tipo dipolo-dipolo e, se o composto tiver ligação O—H e N—H, ligações de hidrogênio. Quando esse composto interage com um solvente polar, as cargas parciais de sua estrutura interagem com as cargas parciais das moléculas do solvente, gerando interações intermoleculares dipolo-dipolo e, se possível, ligações de hidrogênio (BRUICE, 2006; KLEIN, 2017). Esse agrupamento das moléculas de solvente ao redor das moléculas do soluto separa as moléculas de soluto umas das outras, fazendo-o dissolver (BRUICE, 2006).

Figura 1. Solvatação de um composto polar (Y—Z) pela água.



Fonte: Retirado de BRUICE, 2006

.....
A solvatação é o processo no qual um íon ou uma molécula é rodeado por moléculas de solvente, arranjadas de uma maneira específica. Quando o solvente é a água, o processo é chamado de hidratação. (CHANG; GOLDSBY, 2016)
.....

Como os compostos apolares não possuem polos em sua estrutura, eles não interagem com os solventes polares. Assim, espécies apolares se dissolvem em solventes

apolares, pois são formadas interações de van der Waals entre as moléculas de solvente e soluto, que são aproximadamente as mesmas que há entre as moléculas de solvente-solvente e as de soluto-soluto (BRUICE, 2006).

Apesar de frequentemente descrevermos compostos como polares ou apolares, a polaridade pode ser descrita em diferentes graus, variando de apolar para altamente polar (Tabela 1).

Tabela 1. Ordem de polaridade aproximada dos solventes orgânicos

Representação do grupo funcional	Compostos orgânicos
RH	Alcanos (hexano, éter de petróleo)
ArH	Aromáticos (benzeno, tolueno)
ROR	Éteres (éter dietílico)
RX	Haletos ($\text{CH}_2\text{Cl}_2 > \text{CHCl}_3 > \text{CCl}_4$)
RCOOR	Ésteres (acetato de etila)
RCOR	Aldeídos, cetonas (acetona)
RNH ₂	Aminas (trietilamina, piridina)
ROH	Álcoois (metanol, etanol)
RCONH ₂	Amidas (N,N-dimetilformamida)
RCOOH	Ácidos orgânicos (ácido acético)
H ₂ O	Água

Fonte: Adaptada de ENGEL, 2012.

Um composto polar pode ser solúvel, parcialmente solúvel ou insolúvel em um solvente apolar, dependendo do tamanho do grupo alquila ligado ao grupo polar. À medida que o grupo alquila (apolar) aumenta de tamanho, ele se torna uma fração mais significativa da molécula e o composto se torna cada vez menos solúvel em água. Em outras palavras, pode se dizer que a molécula se torna cada vez mais parecida com um hidrocarboneto (BRUICE, 2006).

Quatro carbonos tendem a ser a linha divisória da solubilidade à temperatura ambiente. Compostos polares com menos de quatro carbonos geralmente são solúveis em água ou solventes polares e aqueles com mais de quatro carbonos são insolúveis em água ou solventes polares. (BRUICE, 2006)

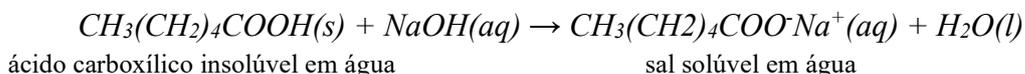
Ademais, a solubilidade também depende da estrutura do grupo alquila. Compostos polares com grupos alquila ramificados são mais solúveis em água do que aqueles com grupos alquila não ramificados com o mesmo número de carbonos, pois a ramificação minimiza a superfície de contato da porção apolar da molécula com o solvente polar (BRUICE, 2006; ENGEL, 2012).

1.1.2.1 A solubilidade devido a ionização e dissociação do soluto

Os compostos iônicos são, geralmente, altamente solúveis em água devido a forte atração entre os íons e as moléculas de água altamente polares (interações íon-dipolo), o que também se aplica a compostos orgânicos iônicos. Apesar de existirem algumas

exceções, pode-se considerar que todos os compostos orgânicos que estão na forma iônica são solúveis em água (ENGEL, 2012).

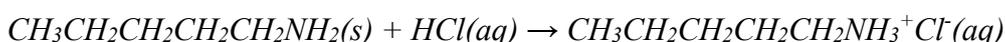
Os compostos orgânicos podem ser convertidos em espécies iônicas através de reações ácido-base. Por exemplo, ácidos carboxílicos podem ser convertidos em sais solúveis em água através da reação com NaOH em solução aquosa diluída:



ácido carboxílico insolúvel em água

sal solúvel em água

As aminas podem ser convertidas em espécies iônicas solúveis em água através da reação com HCl em solução aquosa diluída:



amina insolúvel em água

sal solúvel em água

1.2.3 Testes de solubilidade

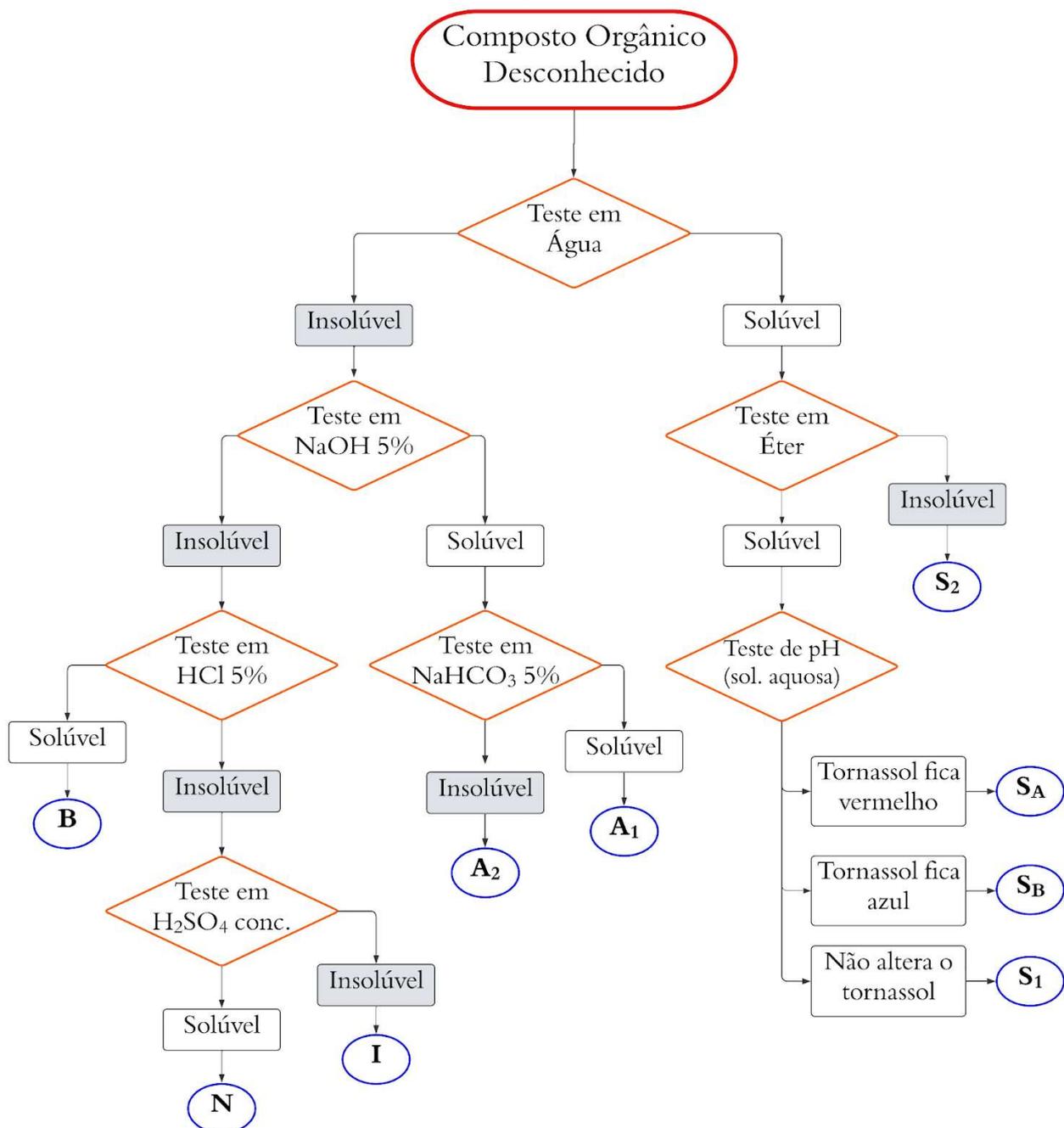
Como mencionado anteriormente, a solubilidade fornece informações sobre a natureza do principal grupo funcional do composto desconhecido. Dessa forma, podem ser realizados testes de solubilidade, que são uma técnica de identificação de substâncias orgânicas muito simples e que exigem somente pequenas quantidades da substância desconhecida. Os solventes comumente utilizados nos testes de solubilidade são: água; solvente orgânica de baixa polaridade; soluções aquosas de HCl 5%, de NaHCO₃ 5% e de NaOH 5%; e H₂SO₄ concentrado (ENGEL, 2012). A Figura 2 apresenta um fluxograma com as etapas de um teste de solubilidade.

.....
Para se utilizar os testes de solubilidade para se obter informações sobre grupamentos funcionais considera-se que a substância é solúvel em um determinado solvente quando esta se dissolve na razão de 3 g por 100 mL de solvente, ou seja, 3% pv (três partes em peso do substrato por cem partes em volume de solvente, ou seja, 3g em 100 mL) (MARTINS; LOPES; ANDRADE, 2013).

Quando se avalia a solubilidade em solução de ácido ou de base diluída, deve-se avaliar se a substância desconhecida é muito mais solúvel na solução ácida ou básica do que na água.
.....

Os testes de solubilidade iniciam pelo teste em água. Compostos orgânicos com quatro carbonos ou menos e que contenham oxigênio, nitrogênio ou enxofre em sua estrutura, geralmente, são solúveis em água, devido ao aumento da polaridade molecular devido a presença desses átomos. Compostos com mais cinco carbonos e O, N ou S em sua estrutura geralmente são insolúveis em água (ENGEL, 2012). Como mencionado anteriormente, o aumento do tamanho da cadeia alquila ele se torna mais apolar e com

Figura 2. Classificação dos compostos orgânicos pela solubilidade em diferentes solventes



Fonte: Adaptado de ENGEL, 2012.

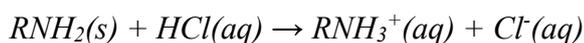
com consequente redução da influência do grupo funcional polar.

Geralmente, quando se aumenta a proporção de átomos de O, N e S em relação aos átomos de carbono em um composto orgânico, aumenta-se a solubilidade desse composto em água, devido a presença de mais grupos funcionais polares (ENGEL, 2012). Isso explica a maior solubilidade do 1,4-butanodiol em água do que o 1-butanol.

Compostos orgânicos carregados, como os sais de ácidos carboxílicos e sais de aminas, são solúveis em água mais insolúveis em éter. A água solubiliza compostos carregados devido a sua alta polaridade; por outro lado, o éter, que é um solvente de baixa polaridade, não solubiliza esses compostos.

Alguns compostos orgânicos quando dissolvidos em água alteram o pH da solução aquosa. Os ácidos carboxílicos diminuem o pH da solução aquosa e alteram a coloração do tornassol de azul para vermelho. As aminas aumentam o pH da solução aquosa, tornando o papel tornassol azul.

As aminas são as bases orgânicas mais importantes. Geralmente, estas apresentam maior solubilidade em solução aquosa de ácido diluído (HCl 5%), devido a formação de sais de cloridrato, muito solúveis em meio aquoso (ENGEL, 2012):



O hidróxido de sódio é uma base forte, logo soluções aquosas diluídas de NaOH (NaOH 5%) podem causar a desprotonação de ácidos fortes ou fracos, gerando um sal de sódio muito solúvel em água. Por outro lado, o NaHCO₃ é uma base fraca e pode desprotonar apenas ácidos fortes. Dessa forma, compostos orgânicos que se dissolvem em bicarbonato de sódio são ácidos fortes (ENGEL, 2012).

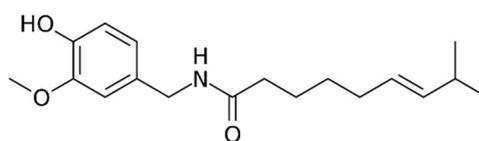
Os ácidos orgânicos mais comuns são os ácidos carboxílicos (pKa ~ 5) e os fenóis (pKa ~ 10) (BRUICE, 2006). Os fenóis podem dissolver-se apenas em solução aquosa diluída de bicarbonato de sódio (NaHCO₃ 5%), devido a formação de fenolatos de sódio, enquanto que os ácidos carboxílicos podem se dissolver em ambas soluções, devido a formação de carboxilatos de sódio (ENGEL, 2012).

Os compostos orgânicos solúveis em ácido sulfúrico concentrado, mas insolúveis em soluções aquosas de ácido são bases extremamente fracas, como os álcoois, cetonas, aldeídos e ésteres, que são chamados de compostos neutros. Outros que também podem se dissolver em ácido sulfúrico concentrado são os alcenos, alcinos, éteres, nitroaromáticos e amidas (ENGEL, 2012).

Por fim, os compostos que são insolúveis em ácido sulfúrico concentrado ou qualquer um dos outros solventes utilizados são chamados de inertes e incluem os alcanos, os compostos aromáticos mais simples e os haletos de alquila (ENGEL, 2012).

De acordo com a Figura 2, as classes de substâncias determinadas pelos testes de solubilidade correspondem aos seguintes grupos de compostos orgânicos: S₁, S₂, S_A, S_B, A₁, A₂, B, N e I. Os compostos que podem constituir essas classes estão descritos na Tabela 2.

.....
A capsaicina é o composto responsável pela picância das pimentas. A estrutura da capsaicina contém uma cauda hidrofóbica, que diminui drasticamente sua solubilidade em água. Por isso o conselho de enxaguar a boca com leite (que contém gordura em sua composição) para reduzir a sensação de queimação na boca, em vez de enxaguar a boca com água. Espera-se que as gorduras do leite, que são hidrofóbicas, solubilizem a capsaicina melhor do que a água. A capsaicina causa uma sensação de queimação porque ativa as mesmas vias de sinalização de dor que são ativadas por queimaduras de calor, fazendo com que pareça que sua boca está pegando fogo (MIKULECKY, 2008).



Estrutura da capsaicina

Tabela 2. Classes de solubilidade para os compostos orgânicos.

Grupo	Características	Funções orgânicas
S ₂	Compostos muito polares	Sais de ácidos orgânicos, sais de amônio (aminas protonadas), aminoácidos, compostos polifuncionais (carboidratos, poliálcoois, ácidos, etc.)
S _A	Compostos polares de caráter ácido	Ácidos monocarboxílicos com 5 átomos de carbono ou menos, ácidos arenossulfônicos
S _B	Compostos polares de caráter básico	Aminas monofuncionais com 6 átomos de carbono ou menos
S ₁	Compostos polares neutros	Álcoois, aldeídos, cetonas, ésteres, nitrilas e amidas monofuncionais com 5 átomos de carbono ou menos
A ₁	Ácidos orgânicos fortes e apolares	Ácidos carboxílicos, fenóis com grupos eletrofílicos em orto e para, β-dicetonas
A ₂	Ácidos orgânicos fracos e apolares	Fenóis, enóis, oximas, imidas, sulfonamidas, tiofenóis com mais de 5 átomos de carbono, nitro-compostos com hidrogênio alfa.
B	Bases orgânicas e apolares	Aminas com 8 ou mais átomos de carbono, anilinas; alguns oxiéteres
N	Compostos oxigenados e apolares	Álcoois, aldeídos, metil-cetonas, cetonas cíclicas e ésteres contendo somente um grupo funcional e número de átomos de carbono entre 5 e 9; éteres com menos de 8 átomos de carbono; epóxidos
	Compostos insaturados e apolares	Alcenos, alcinos, alguns compostos aromáticos com grupos ativantes, algumas cetonas
I	Compostos inertes e apolares	Hidrocarbonetos saturados, halogeno-alcanos, haletos de arila, éteres diarílicos, compostos aromáticos desativados

1.2 Teste de solubilidade

1.2.1 Objetivos

Objetivo Geral:

Reconhecer a influência dos grupos funcionais e o tamanho da cadeia carbônica sobre a solubilidade dos compostos orgânicos.

Objetivos Específicos:

- Compreender como os grupos funcionais e o tamanho da cadeia carbônica afetam a solubilidade dos compostos orgânicos;
- Compreender o efeito de solventes reativos sobre a solubilidade dos compostos orgânicos;
- Compreender os conceitos de solúvel e insolúvel aplicado aos compostos orgânicos.
- Ser capaz de compreender a organização de um fluxograma de teste de solubilidade de compostos orgânicos;
- Ser capaz de relacionar uma substância orgânica à seu grupo funcional.

1.2.2 - Materiais

Suportes para tubos de ensaio

Tubos de ensaio

Espátulas

Pipetas de Pasteur

Água destilada

Éter etílico

Papel tornassol vermelho e azul

Solução aquosa de NaOH 5%

Solução aquosa de NaHCO₃ 5%

Solução aquosa de HCl 5%

H₂SO₄ concentrado

1.2.3 Procedimento experimental

- a. Coloque cerca de 2 mL do solvente em um tubo de ensaio. O primeiro solvente a ser testado para todas as amostras é a água.
- b. Adicione uma gota do líquido desconhecido, com o auxílio de uma pipeta Pasteur, ou alguns cristais do sólido desconhecido, utilizando a extremidade de uma espátula, diretamente no solvente.
- c. Agite cuidadosamente o tubo de ensaio e observe a mistura resultante. O desaparecimento do líquido ou sólido ou a aparição das linhas da mistura indica que a solução está ocorrendo.
- d. Se necessário, adicione mais gotas do líquido ou mais alguns cristais do sólido para determinar a extensão ou confirmar a solubilidade do composto. Pode demorar alguns minutos até que os sólidos se dissolvam.
- e. Anote o resultado obtido.

- f. De acordo com o resultado obtido, passe para o teste seguinte, de acordo com o fluxograma apresentado na Figura 2.
- g. Repita o procedimento para 4 amostras desconhecidas.

2.2.4 Experimento para o Ensino Médio: Solubilidade de Compostos Orgânicos¹

A solubilidade de um composto em outro aumenta quando a intensidade das forças de atração entre as moléculas do próprio soluto e entre as moléculas do próprio solvente é superada pela intensidade das forças atrativas que se estabelecerão entre as moléculas do soluto e do solvente.

2.2.4.1 Materiais

Palito de sorvete (ou colher de café ou espátula)
Conta-gotas (ou pipeta de Pasteur)
Estante para tubos de ensaio (ou placa de isopor com furos para tubos de ensaio)
Tubos de ensaio (ou copos de vidro transparentes)
Marcador permanente para identificação dos tubos
Seringa descartável de 2 a 5 mL
100 mL de etanol 70%
100 mL de água destilada
Removedor de ceras
Querosene
Açúcar refinado (sacarose)
Vaselina líquida
Óleo de soja

2.2.4.2 Procedimento Experimental

- Numere os tubos de ensaio de 1 a 3.
- Adicione aos tubos de ensaio numerados de 1 a 3, respectivamente, 10 gotas (cerca de 0,5 mL) de vaselina, óleo de soja, e uma ponta de espátula de açúcar refinado.
- Em seguida, adicione aos tubos de ensaio 4 mL (cerca de 80 gotas) de água destilada.
- Agite os tubos de ensaio e verifique se o composto é solúvel ou insolúvel.
- O procedimento deve ser repetido, com as substâncias utilizadas anteriormente (vaselina, óleo de soja e açúcar refinado), testando-se a solubilidade nos seguintes solventes: etanol 70%, removedor de ceras e querosene.

→ A amostra deve ser considerada parcialmente solúvel no solvente quando cerca de 50% do sólido é dissolvido e, no caso de líquidos, se as primeiras gotas forem solúveis e as demais formem outra fase.

¹ Adaptado de Freire (2017).

2.2.5 Experimento para o Ensino Médio: Testando a Solubilidade de Compostos Orgânicos²

Neste experimento relacionado à solubilidade de compostos orgânicos, serão utilizados solventes e reagentes do cotidiano, preferencialmente, alimentos.

2.2.4.1 Materiais

Açúcar

Sal

Achocolatado em pó

Café em pó

Pó para preparo de suco em pó

Adoçante

Farinha de trigo

Amido de milho

Tempero em pó (colorau, manjericão, pimenta moída etc)

Leite em pó

Pó para preparo de gelatina,

Sabão em pó

Copos descartáveis

Colher ou espátula

Água

Etanol

Acetona (ou removedor de esmaltes com acetona)

Óleo de soja

2.2.4.2 Procedimento Experimental

- Escolha, a partir dos materiais disponíveis, cinco misturas envolvendo um soluto e um solvente. Utilize, pelo menos, dois solventes diferentes.
- Realize as misturas em um copo descartável: coloque primeiro uma quantidade razoável do solvente e depois adicione o soluto em pequenas quantidades com o auxílio da espátula.
- Anote os resultados observados.

Soluto	Solvente	Resultado (o que você observou)

² Adaptado de Raitz Junior (2018).

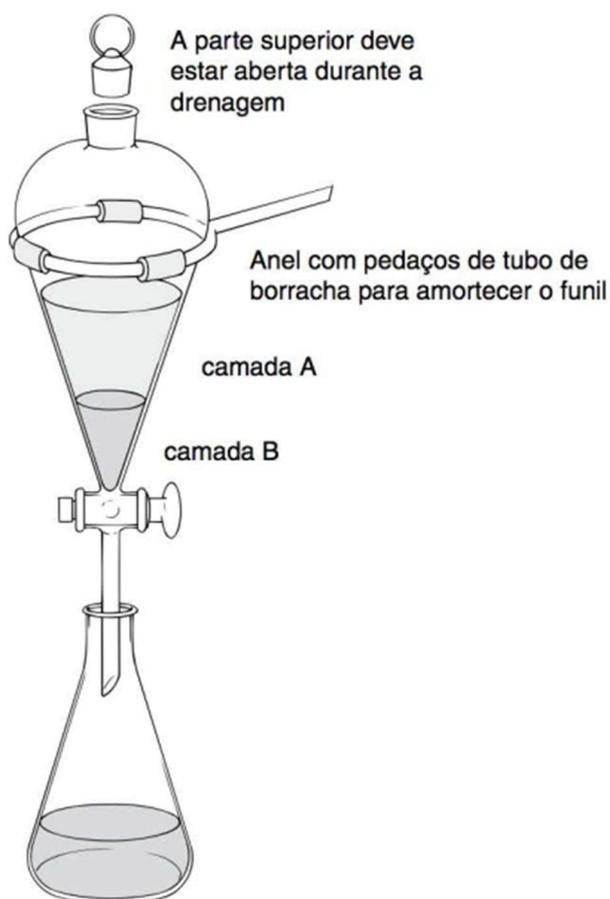
2 Extração com solventes reativos

2.1 Fundamentação teórica

2.1.1 - Extração líquido-líquido

A extração líquido-líquido é uma técnica muito utilizada para o isolamento de substâncias orgânicas presentes em uma mistura e para a purificação de compostos orgânicos, através da remoção de impurezas indesejáveis. Esta técnica baseia-se na distribuição do(s) soluto(s) entre dois líquidos imiscíveis, em contato um com o outro. Na extração, uma solução contendo o(s) composto(s) desejado(s) é misturada com um segundo solvente que não é miscível com o primeiro solvente. Como o soluto apresenta maior solubilidade no segundo solvente que no primeiro, ele é extraído de um solvente para outro. Assim, é importante que os solventes selecionados sejam imiscíveis um no outro e que formem duas fases quando misturados. Na extração líquido-líquido em macroescala é utilizado o funil de separação, que é a vidraria utilizada para realizar extrações com quantidades médias a grandes de material (ENGEL, 2012).

Figura 1. O funil de separação.



Fonte: Retirado de ENGEL, 2012.

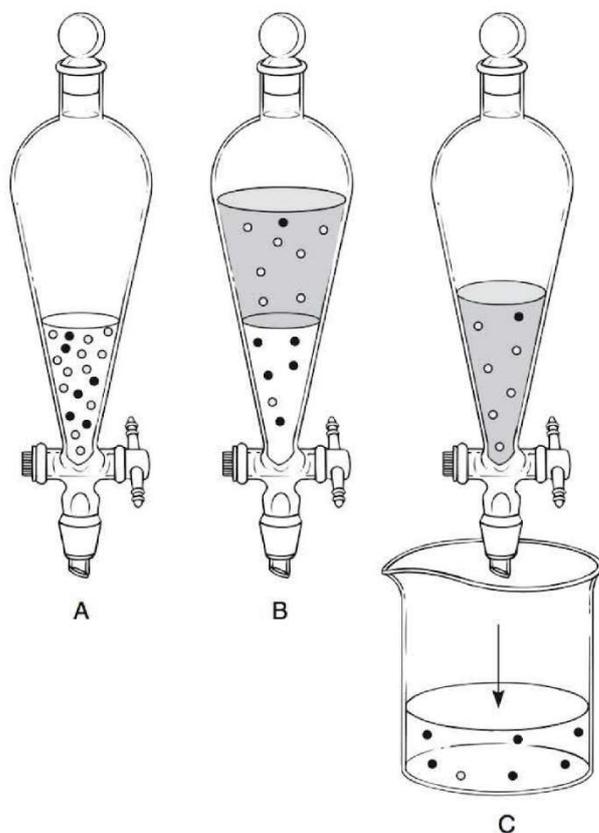
A água é geralmente utilizada como um dos solventes na extração líquido-líquido, pois os compostos orgânicos de baixa ou média polaridade são insolúveis em água,

enquanto compostos iônicos ou altamente polares são solúveis em água. Os solventes orgânicos imiscíveis em água mais utilizados são o hexano, éter de petróleo, éter dimetílico e cloreto de metileno (ENGEL, 2012).

.....
Nas extrações que utilizam água (ou soluções aquosas) e um solvente orgânico, a fase que contém água é chamada de "fase aquosa" e a fase que contém o solvente orgânico é chamada de "fase orgânica".
.....

A Figura 2 apresenta um esquema de separação de compostos orgânicos utilizando-se a extração líquido-líquido, com as moléculas dos compostos orgânicos representadas por bolinhas pretas e brancas. Inicialmente, o primeiro solvente contém uma mistura de moléculas brancas e pretas. Na sequência, adiciona-se um segundo solvente, que é imiscível com o primeiro. Após o fechamento e agitação do funil de separação, as camadas se separam. Nesse exemplo, o composto representado pelas moléculas brancas é mais solúvel no segundo solvente, o composto representado pelas moléculas pretas é mais solúvel no primeiro solvente. A camada inferior pode ser separada da fase superior abrindo-se a torneira do funil de separação, o que possibilita que a camada inferior escoe para um béquer (ENGEL, 2012).

Figura 2. O processo de extração.



- A. O solvente 1 contém uma mistura de moléculas (pretas e brancas).
- B. Depois de agitar com o solvente 2 (sombreado), a maioria das moléculas brancas é extraída pelo novo solvente. As moléculas brancas são mais solúveis no segundo solvente, ao passo que as moléculas pretas são mais solúveis no solvente original.
- C. Com a remoção da parte inferior da fase, as moléculas brancas e pretas são parcialmente separadas.

Fonte: Retirado de ENGEL, 2012.

Através desse exemplo pode-se observar que a separação líquido-líquido é dependente da diferença de solubilidade do composto que se deseja isolar ou separar nos dois solventes que serão utilizados. Geralmente, o composto a ser extraído apresenta baixa solubilidade em um solvente, mas é muito solúvel no outro. Entretanto, por maior que seja a solubilidade de um soluto em um solvente, ainda restarão moléculas desse composto no solvente em que ele apresenta baixa solubilidade. Isso acontece pois, após a separação dos solventes em duas fases distintas, há o estabelecimento de um equilíbrio entre as duas fases. A razão entre as concentrações do soluto em cada solvente é denominada de coeficiente de distribuição ou de partição, sendo representado por K . Assim:

$$K = \frac{C_2}{C_1}$$

em que C_1 e C_2 representam as concentrações em equilíbrio (em gramas por litro ou miligramas por mililitro) do soluto A no solvente 1 e no solvente 2, respectivamente (ENGEL, 2012).

O valor do coeficiente de partição possui um valor constante para cada soluto e é influenciado pela natureza dos solventes utilizados, sendo independente dos volumes dos solventes misturados. Analisando-se a equação, pode-se concluir que nem todo o soluto presente no solvente 1 será transferido para o solvente 2 em uma única extração, exceto se o valor de K for muito grande. Assim, é necessárias diversas extrações para remover todo o soluto do solvente 1. Ao extrair um soluto de uma solução, é aconselhável utilizar pequenas porções do segundo solvente e realizar extrações sucessivas ao invés de fazer uma única extração com uma grande porção do solvente (ENGEL, 2012).

A extração líquido-líquido pode ser feita utilizando solventes quimicamente ativos, ou seja, um solvente ou uma solução contendo um composto que reaja quimicamente com o composto a ser extraído. As soluções aquosas mais utilizadas nesse caso são as soluções de hidróxido de sódio, de bicarbonato de sódio e de ácido clorídrico. As soluções aquosas básicas são geralmente empregadas para remover um ácido orgânico de uma mistura em um solvente orgânico ou para neutralizar e remover impurezas ácidas presentes em um composto insolúvel em água. Por outro lado, soluções aquosas ácidas são empregadas para remover um composto orgânico básico de uma mistura em um solvente orgânico ou para neutralizar e remover impurezas básicas presentes em um composto insolúvel em água (ENGEL, 2012).

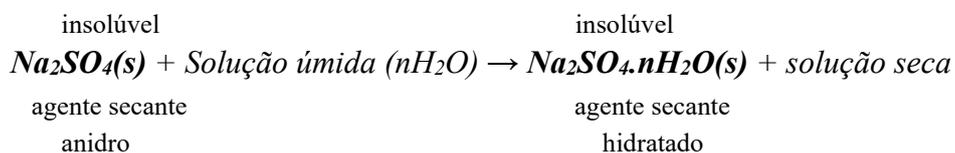
.....
A fase aquosa em um funil de separação pode ser a fase superior ou inferior. Isso será determinado pela densidade do solvente orgânico utilizado.

Para determinar se dada fase é a fase aquosa, adicione algumas gotas de água à camada superior. Observe se as gotas de água adicionadas se dissolvem na fase superior e aumentam seu volume; se isso a camada superior é a fase aquosa. Por outro lado, se a água acrescentada formar gotas ou uma nova fase, a fase superior é a fase orgânica.

.....

2.1.2 Agentes secantes

Após a agitação de um solvente orgânico com uma solução aquosa, haverá a dissolução de uma pequena quantidade de água no solvente orgânico, deixando-o “úmido”. A quantidade de água que se dissolve varia de um solvente orgânico para outro. Por exemplo, no caso do éter dietílico, que é um solvente orgânico muito utilizado nas extrações líquido-líquido, há a dissolução de uma grande quantidade de água. Dessa forma, é necessário remover a água dissolvida na fase orgânica após finalizar as extrações. Para remover água dissolvida na fase orgânica é utilizado um agente secante, que é um sal inorgânico anidro (ou seja, sem águas de hidratação), insolúvel no solvente orgânico, que é capaz de remover a água do solvente orgânico, através da sua hidratação, quando exposto a uma solução úmida. Se for utilizado quantidade suficiente de agente secante, toda a água presente no solvente orgânico pode ser removida, tornando a solução “seca” (PAVIA). Esse processo pode ser representado por



Os sais anidros mais comumente utilizados são o sulfato de sódio, o sulfato de magnésio, o cloreto de cálcio, o sulfato de cálcio e o carbonato de potássio. O sulfato de sódio anidro é o agente secante mais amplamente utilizado.

2.2 Experimento: Separação dos componentes de uma mistura

2.2.1 Objetivos

Objetivo Geral:

Conhecer o procedimento de extração líquido-líquido.

Objetivos Específicos:

- Compreender o que é a extração líquido-líquido;
- Reconhecer a existência de um equilíbrio dinâmico entre as fases orgânica e aquosa na extração líquido-líquido;
- Compreender os fatores que influenciam na extração líquido-líquido;
- Realizar o manuseio correto do funil de separação;
- Ser capaz de aplicar a extração líquido-líquido em outras aulas experimentais.

1.2.1 Materiais

Espátula

Pipetas graduadas

Funil de separação

Bastão de vidro

Erlenmeyer

Funil simples

Chapa de aquecimento

Éter dietílico

Solução aquosa de NaOH 20%

Solução aquosa de HCl 6 M

Papel tornassol

Na₂SO₄ anidro

Papel de filtro

Mistura de sacarose, ácido benzóico e *p*-toluidina

1.2.2 Procedimento experimental

- a. Pese exatamente 3,0 g da mistura e transfira para um erlenmeyer de 125 mL.
- b. Adicione 50 mL de éter dietílico e agite a mistura usando bastão de vidro para dissolver o sólido tanto quanto possível.
- c. Filtre a mistura obtida num papel de filtro previamente pesado. Lave o filtrado com o mínimo de éter dietílico. Qual composto foi coletado no papel filtro?
- d. Seque sua amostra e determine o peso novamente para calcular a quantia exata do composto 1 na amostra.
- e. Coloque o filtrado num funil de separação.
- f. Extraia duas vezes com 25 mL de solução aquosa de NaOH 10%. Colete as fases aquosas no mesmo béquer.
- g. Adicione 10 mL de solução aquosa de HCl 6 mol/L, lentamente e com agitação, aos extratos aquosos combinados.

- h. Teste o pH da solução com papel indicador de pH (fitinha de pH). O pH da solução deve ser igual ou menor que 2.
- i. Resfrie a mistura num banho de gelo e filtre a vácuo usando um papel filtro previamente pesado. Lave o precipitado com uma pequena quantidade de água destilada gelada. Qual composto foi coletado no papel filtro?
- j. Seque o filtrado e determine a massa do composto 2 na sua amostra.
- l. Seque a fase orgânica com sal anidro.
- m. Filtre a mistura com papel filtro pregueado e evapore o éter dietílico usando placa de aquecimento ou rotaevaporador.
- n. Determine a massa do composto 3

2.2.4 Experimento para o Ensino Médio: Determinação do teor alcoólico em gasolina³

O querosene, o óleo diesel, o gás natural, a parafina, o asfalto e os óleos lubrificantes são obtidos através da destilação fracionada do petróleo. Porém, o produto de maior valor comercial obtido a partir do petróleo é a gasolina, que é um hidrocarboneto com fórmula molecular C_8H_{18} e classificado como um alcano (ou seja, possui ligações carbono-carbono simples). A gasolina comercial vendida em nosso país possui em sua composição o etanol (C_2H_5OH): ele funciona como antidetonante, em substituição ao tetraetilchumbo, que foi proibido devido à poluição do meio-ambiente por sua elevada toxicidade. Entretanto, não é qualquer quantidade de álcool que pode ser adicionado na gasolina. A Agência Nacional do Petróleo (ANP) determina que o teor de etanol na gasolina deve estar entre 25% e 27% em volume.

2.2.4.1 Materiais

Béquer de 100 mL (ou copo de vidro)

Bastão de vidro

Duas provetas de 100 mL com tampa

Balão volumétrico de 250 mL

Gasolina

Solução aquosa de cloreto de sódio - NaCl 10% (m/v)

2.2.4.2 Procedimento Experimental

2.2.4.2.1 Preparação da solução de NaCl 10% (m/v)

- a. Pese 25 gramas de cloreto de sódio em um béquer de 100 mL.
- b. Adicione cerca de 50 mL de água destilada ao béquer e agite a mistura com o bastão de vidro até dissolução do sal.
- c. Após a dissolução completa do sal, transfira a solução do béquer para o balão volumétrico e complete seu volume com água.

³ Adaptado de Dazzani (2003).

2.2.4.2.2 Determinação do teor de álcool na gasolina

a. Em uma proveta de 100 mL, previamente seca, coloque 50 mL da amostra de gasolina a ser analisada.

b. Adicione à mesma proveta 50 mL da solução de NaCl 10% m/v previamente preparada.

c. Tampe a proveta e agite-a no mínimo 3 vezes. Em seguida, deixe-a em repouso por alguns minutos.

→ A mistura deve ser deixada em repouso para que ocorra a separação em duas fases, uma apolar (gasolina) e outra polar (solução aquosa de cloreto de sódio e etanol).

d. Observe e anote os volumes das fases orgânica e aquosa na mistura heterogênea.

e. Para encontrar o volume de etanol presente na amostra de gasolina analisada, deve ser utilizada a relação descrita abaixo:

$$V_1 = V_2 - 50 \text{ mL}$$

No qual, V_1 representa o volume real de etanol presente na amostra de gasolina; V_2 representa o volume da fase aquosa (solução aquosa de cloreto de sódio acrescida do etanol) e 50 mL é referente ao volume da solução de cloreto de sódio (10%) adicionada à proveta.

f. Posteriormente, realize uma regra de três simples, relacionando o volume inicial da gasolina com o volume de álcool obtido após separação do álcool da gasolina (V_1), encontrando, assim, a porcentagem de etanol que estava contida na amostra de combustível. A regra de três pode ser descrita como:

$$\begin{array}{l} V_{\text{gasolina}} \text{ --- } 100 \% \\ V_{\text{etanol}} \text{ --- } x \end{array}$$

Observação: O uso da solução de cloreto de sódio serve para potencializar a eficiência da separação, sendo possível realizar a experiência sem o uso dele, ou seja, apenas com água destilada.

3 Destilação

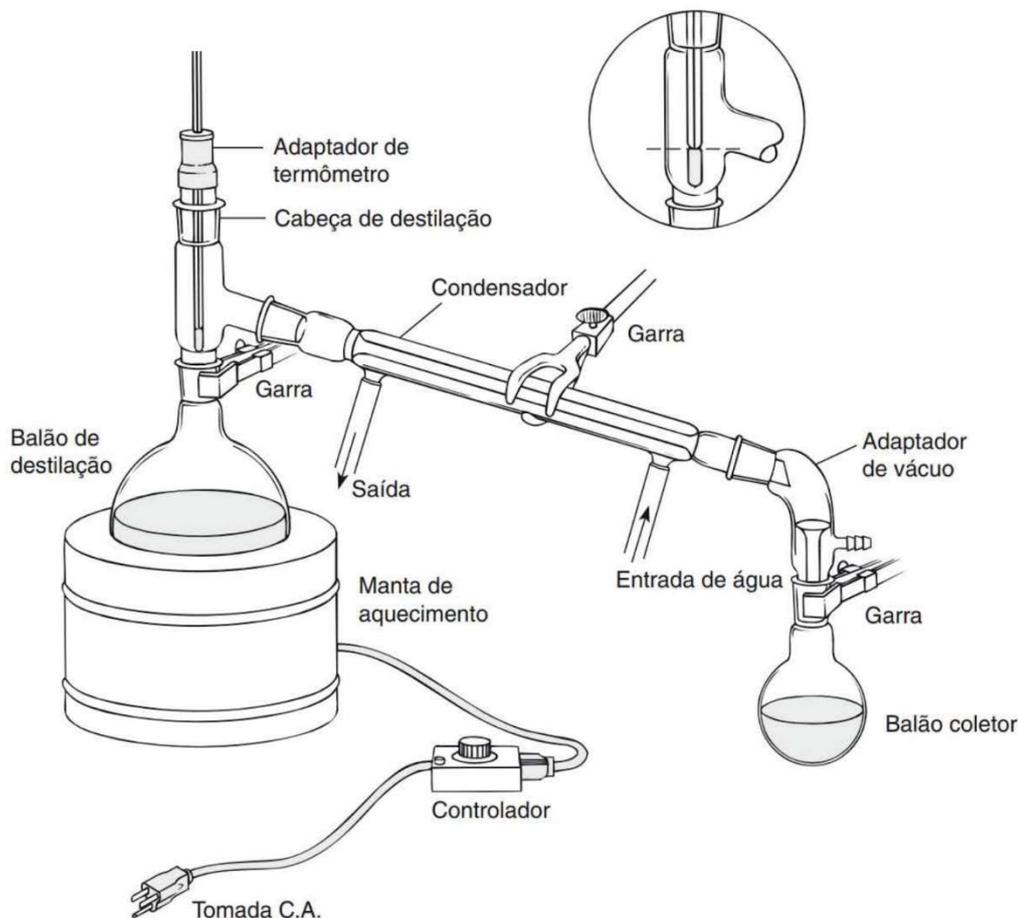
3.1 Fundamentação teórica

3.1.1 - Destilação

A destilação é uma técnica utilizada para purificar líquidos e separar misturas líquidas. Ela consiste em vaporizar um líquido e condensar e coletar o seu vapor. O líquido recolhido é o destilado (DAINTITH, 2016; ENGEL 2012). Ela pode ser dividida em quatro tipos: destilação simples, destilação fracionada, destilação a vácuo (ou sob pressão reduzida) e destilação a vapor.

A aparelhagem utilizada comumente na destilação simples é apresentada na Figura 1. Nesse destilador, o líquido a ser destilado é colocado no balão de destilação (balão de fundo redondo) e aquecido através de uma manta de aquecimento. Após a evaporação do líquido, seu vapor é direcionado para cima, passando pelo termômetro e alcançando o condensador. A função do condensador é forçar o vapor do líquido a retornar ao estado líquido (chamado de destilado ou condensado), devido a mudança de temperatura. Por fim, devido a inclinação do condensador, o líquido escoo para o balão coletor (ENGEL, 2012).

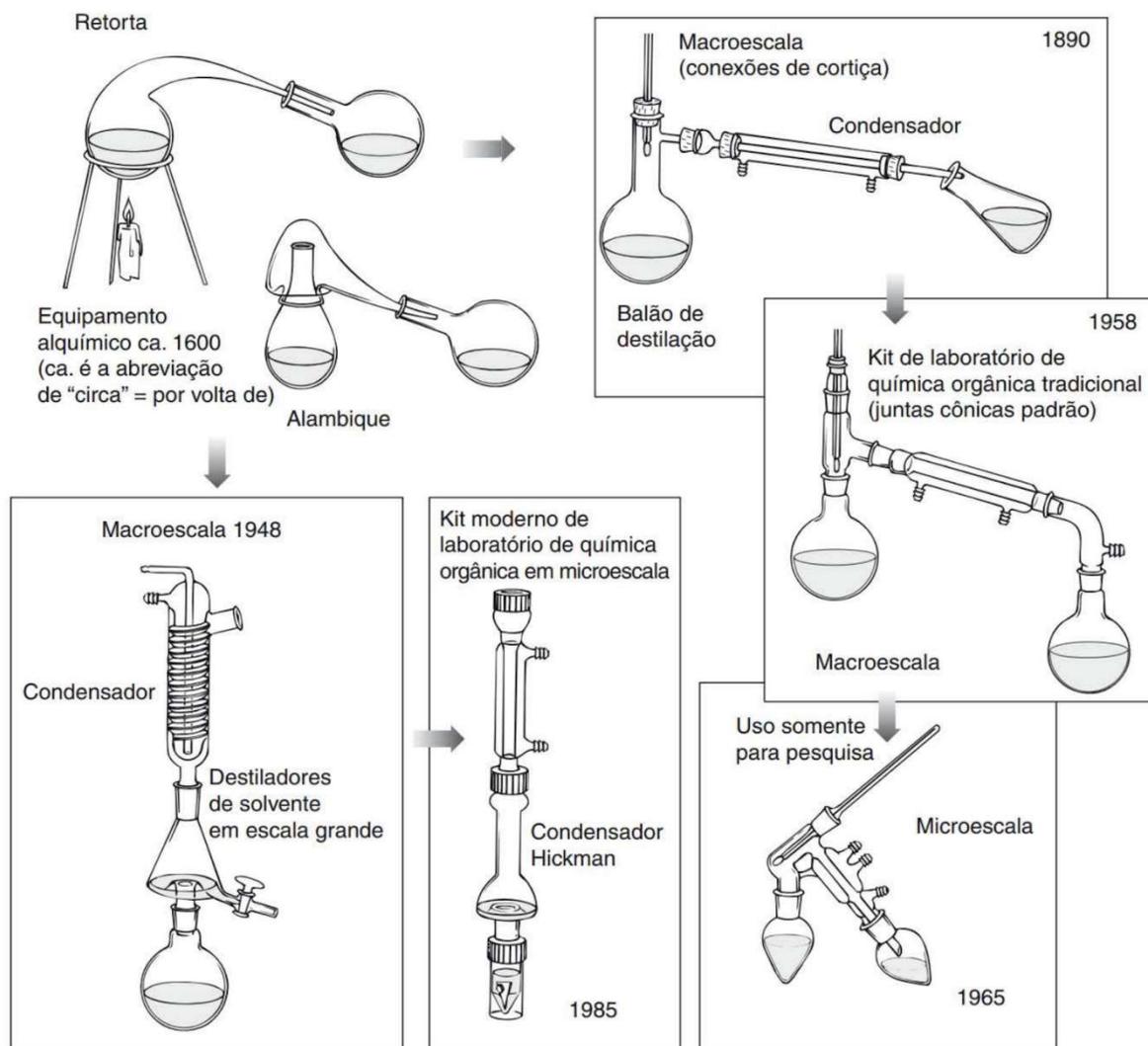
Figura 1. Aparelhagem para destilação simples.



Fonte: Retirado de ENGEL, 2012.

As origens da destilação se perdem na antiguidade, quando os humanos, em sua busca por bebidas mais potentes, descobriram que soluções diluídas de álcool fermentado podiam ser separadas em porções ricas em álcool e ricas em água aquecendo a solução até a fervura e condensando os vapores acima da fervura (WILLIAMSON, 2011).

As primeiras aparelhagens de destilação conhecidas foram o alambique e a retorta, que eram utilizados pelos alquimistas durante a Idade Média e a Renascença e pelos químicos árabes. A maioria dos demais aparelhos de destilação foi desenvolvida a partir de variações desses projetos (ENGEL, 2012).



Fonte: ENGEL, 2012.

Durante a destilação de uma substância pura, enquanto líquido e vapor estiverem presentes no sistema, a temperatura observada permanecerá constante. Por outro lado, quando uma mistura de dois (ou mais) líquidos passa por uma destilação, é comum a temperatura aumentar ao longo da destilação, pois a composição do vapor que está sendo

destilado varia durante a destilação (ENGEL, 2012). Dessa forma, o destilado obtido a partir de uma mistura de líquidos com pontos de ebulição próximos será uma mistura destes líquidos com composição e ponto de ebulição variáveis, contendo um excesso do componente mais volátil. No entanto, quando se destila uma mistura de dois componentes com grande diferença de pontos de ebulição geralmente a temperatura permanece constante enquanto o primeiro componente da mistura é destilado. Isso indica que uma substância relativamente pura está sendo destilada. Após a destilação da primeira substância, há um aumento da temperatura e o segundo componente é destilado a uma temperatura constante (ENGEL, 2012).

3.1.2 Destilação Simples

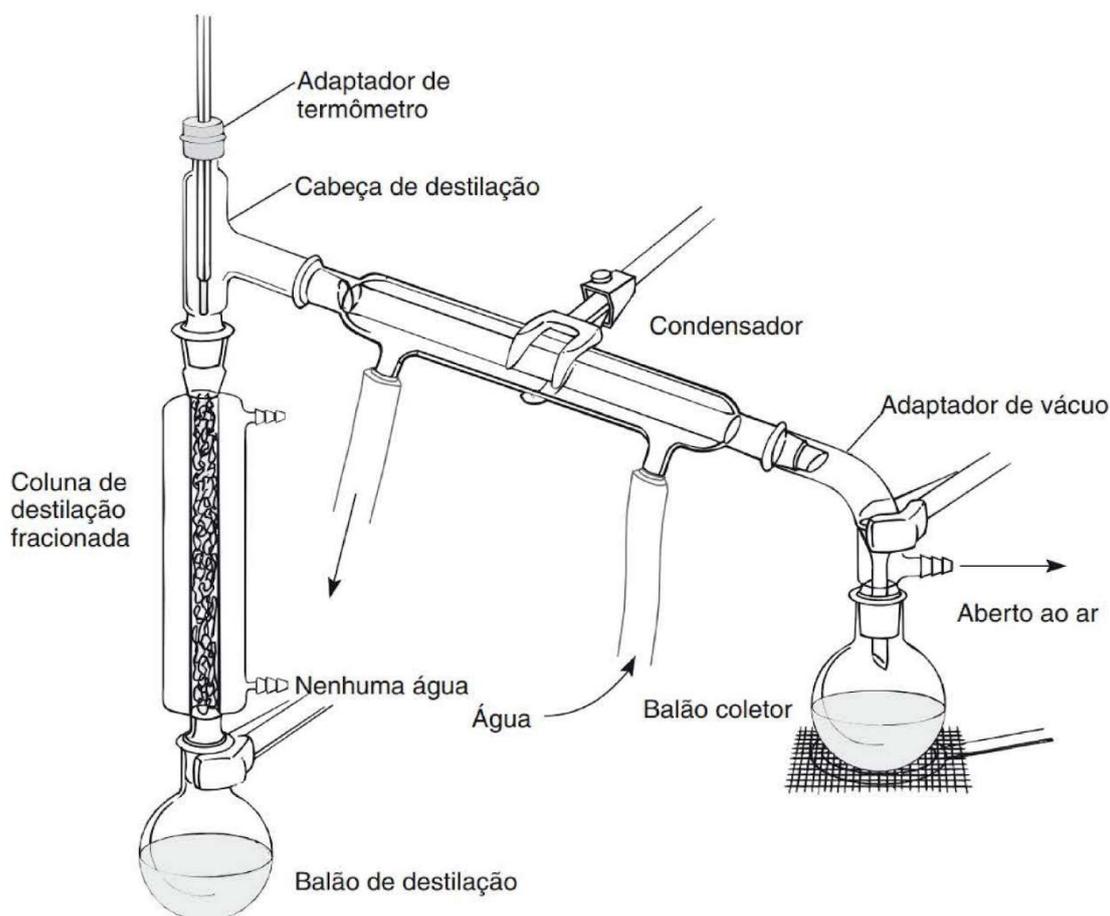
A destilação simples é o tipo de destilação menos complexa e utiliza a vidraria apresentada na Figura 1. Ela é utilizada para purificar misturas líquidas, separando um componente líquido de substâncias não voláteis ou de outro líquido, desde que as diferenças entre os pontos de ebulição dos líquidos seja de pelo menos 75°C (WILLIAMSON, 2011).

3.1.3 Destilação Fracionada

A destilação fracionada deve ser utilizada quando as diferenças entre os pontos de ebulição dos componentes a serem separados não são muito grandes, pois ela proporciona uma melhor separação. A destilação fracionada difere da destilação simples porque uma coluna de fracionamento é colocada entre o balão de destilação e o condensador (Figura 2). A coluna de fracionamento consiste essencialmente de um longo tubo vertical preenchido com um material que fornece uma grande área de superfície para troca de calor entre o vapor ascendente e o líquido descendente, permitindo que a mistura dos líquidos esteja sujeita a muitos ciclos de vaporização-condensação à medida que o material passa pela coluna, o que ocasiona uma separação muito melhor de misturas de líquidos com pontos de ebulição próximos. A cada ciclo vaporização-condensação ocorrido na coluna, a composição do vapor é enriquecida com o componente com o ponto de ebulição mais baixo. Dessa forma, o componente mais volátil da mistura alcança a parte final da coluna e é condensado. Esse processo continua até que todo o componente mais volátil da mistura seja removido (ENGEL, 2012; WILLIAMSON, 2011). Esse processo continua até que todo o componente mais volátil da mistura seja removido. Para que seja alcançada uma boa separação através da destilação fracionada a destilação precisa ser realizada lentamente, de forma a garantir que ocorram muitos ciclos de vaporização-condensação (ENGEL, 2012).

Cada ciclo sucessivo de condensação-vaporização é também chamado de prato teórico e é uma medida comum da eficiência de uma coluna (WILLIAMSON, 2011). A relação aproximada entre o número de pratos teóricos necessário para separar uma mistura de dois componentes líquidos e a diferença nos pontos de ebulição é dada na Tabela 1. Mais pratos teóricos são requeridos à medida que diminuem as diferenças de ponto de ebulição entre os componentes, pois mais ciclos de vaporização-condensação devem ocorrer para uma boa separação (ENGEL, 2012).

Figura 2. Aparelhagem para destilação fracionada.



Fonte: Retirado de ENGEL, 2012.

Tabela 1. Relação entre o número de pratos teóricos requeridos para a separação de misturas de líquidos voláteis e as diferenças de ponto de ebulição dos componentes da mistura.

Diferença entre os pontos de ebulição	Número de pratos teóricos
108	1
72	2
54	3
43	4
36	5
20	10
10	20
7	30
4	50
2	100

Há diversos tipos de colunas de fracionamento. Em um laboratório de ensino a coluna mais comum é a de Vigreux, que tem indentações que se inclinam para baixo em ângulos de 45° e estão em pares e em lados opostos da coluna. Elas são mais utilizadas

em casos nos quais somente um pequeno número de pratos teóricos é requerido, pois não são muito eficientes, já que uma coluna de 20 cm pode ter somente 2,5 pratos teóricos (ENGEL, 2012).

.....
Para evitar a ebulição tumultuosa de um líquido durante a destilação sob pressão atmosférica, adiciona-se alguns fragmentos de porcelana porosa ou pérolas de vidro, que ajudam a promover uma ebulição mais regular.

Para a obtenção de um destilado mais puro, descarta-se a fração inicial e final do condensado (também chamadas de cabeça e cauda da destilação).
.....

3.1.3 Destilação a vácuo

A destilação a vácuo, também chamada de destilação a pressão reduzida é utilizada para compostos que não podem ser satisfatoriamente destiladas da maneira comum, seja por que possuem elevados pontos de ebulição (acima de 200°C) ou em casos que o composto se decompõe antes de alcançar a temperatura de ebulição ou é muito suscetível a oxidação (ENGEL, 2012; WILLIAMSON, 2011). A destilação a vácuo baseia-se na redução do ponto de ebulição de um composto quando há diminuição da pressão aplicada.

A destilação a vácuo é muito utilizada para a remoção de solventes, sem que seja necessário aquecer muito o sistema, o que poderia causar a decomposição de muitos compostos. Para eliminar solventes de uma reação química costuma-se utilizar um evaporador rotatório ou rotaevaporador.

3.1. 4 Destilação por arraste a vapor

As destilações simples e fracionadas podem ser utilizadas apenas com misturas de líquidos miscíveis. Quando se utiliza uma mistura de líquidos imiscíveis, como água e compostos orgânicos apolares, esta entrará em ebulição em uma temperatura menor que os pontos de ebulição de quaisquer dos componentes puros separados. A vantagem desta técnica é que o material desejado é destilado a uma temperatura menor que 100 °C, podendo ser aplicada em casos nos quais substâncias instáveis ou com pontos de ebulição muito altos tiverem de ser removidas de uma mistura. Essa técnica é muito utilizada na extração de óleos essenciais de plantas. Por exemplo, se óleo de capim-limão e água forem colocados em um frasco com água e calor ou vapor for adicionado, o destilado conterá água e óleos voláteis, principalmente uma substância insolúvel em água chamada citral (WILLIAMSON, 2011).

A técnica de destilação a vapor baseia-se no princípio de que cada componente de misturas líquidas imiscíveis contribui para a pressão total de vapor como se os outros componentes não existissem (WILLIAMSON, 2011):

$$P_{v,mistura} = P^{\circ}_A + P^{\circ}_B$$

Quando a pressão de vapor da mistura se iguala a pressão atmosférica, a mistura entra em ebulição, mesmo estando em uma temperatura menor que o ponto de ebulição de qualquer um dos componentes (ENGEL, 2012).

A destilação por arraste de vapor para extração de óleos essenciais pode ser dividida em dois tipos: a destilação por arraste a vapor direta, também chamada de hidrodestilação, a qual utiliza uma aparelhagem de destilação simples e o material do qual será extraído o óleo essencial se encontra em contato direta com a água, e a indireta, na qual o vapor é gerado em outro recipiente e passa pelo material do qual será extraído o óleo essencial.

3.2 Experimento: Destilação do vinho e determinação do teor alcoólico⁴

3.2.1 Objetivos

Objetivo Geral:

Compreender os princípios básicos da técnica de destilação fracionada.

Objetivos Específicos:

- Conhecer as vidrarias utilizadas em uma destilação fracionada e suas funções.
- Executar a separação do álcool presente em um vinho através de uma destilação fracionada.
- Calcular o teor alcoólico das diversas frações coletadas.
- Compreender as limitações da destilação fracionada.
-

3.2.2 Materiais

Manta de aquecimento

Sistema de destilação fracionada

Pedras de ebulição

Erlenmeyer de 125 mL

Provetas de 25 mL

Béqueres de 10 mL

Pipetas volumétricas

Funil de separação

Vinho tinto

Carbonato de potássio

3.2.2 - Procedimento Experimental

3.2.2.1 Destilação do vinho

- Monte uma aparelhagem de destilação fracionada, com termômetro acoplado.
- Coloque em um balão de fundo redondo de 300 mL cerca de 200 mL de vinho tinto.
- Adicione pedras de ebulição (cacos de cerâmica ou pérolas de vidro).
- Aqueça o balão de destilação utilizando uma manta de aquecimento.
- Colete, em provetas graduadas, quatro frações sucessivas de 20 mL de destilado. Anote, para cada fração, a temperatura inicial e final de coleta.

3.2.2.2 Determinação do teor alcoólico através da densidade

- Determine a densidade das 4 frações coletadas.
- A partir da densidade da amostra, calcule o teor alcoólico através da equação

$$y = -0,0021x + 1,0124$$

em que y é a densidade da amostra, em g/mL, e x é o teor alcoólico.

- Determine, também, o teor alcoólico do vinho através das medidas de densidade e compare com o dado informado no rótulo.

⁴ Experimento extraído de <http://www.iq.ufrgs.br/dqo/images/apostilas/Apostila-QUI02004--2019.pdf>.

3.2.2.3 *Determinação do teor alcoólico através do efeito “salting out”*

- a. Junte as frações restantes do destilado.
- b. Coloque 50 mL do destilado unificado em Erlenmeyer de 125 mL.
- c. Adicione 15 g de carbonato de potássio. Tampe e agite vigorosamente. Se a mistura não separar em duas fases, adicione mais carbonato de potássio.
- d. Transfira a mistura para em funil de separação e separe as fases.
- e. Meça o volume de álcool obtido.
- f. Compare com os valores obtidos pelo método da densidade.

3.2.4 **Experimento para o Ensino Médio: Construção de um destilador alternativo**⁵

Este experimento envolve a construção de um destilador de baixo custo e que pode ser utilizado para apresentar aos alunos os princípios básicos da destilação.

3.2.4.1 *Materiais*

Garrafa PET de 2 L

Mangueira plástica

Béquer de 100 mL (ou copo descartável)

Erlenmeyer de 250 mL ou 125 mL

Rolha de madeira ou pedaço de EVA

Chapa de aquecimento ou lamparina

Cola quente

Etanol 70 %

Corante alimentício (opcional)

Suporte universal

Garra metálica

3.2.4.2 *Procedimento Experimental*

3.2.4.2.1 Construção do destilador

- a. Para a construção do condensador, devem ser realizados dois furos na garrafa PET na espessura da mangueira plástica, sendo que um dos furos precisa ser feito na tampa da garrafa e outro na lateral da garrafa, a cerca de 8 cm de distância da base.
- b. A mangueira deve ser introduzida na garrafa PET pelo furo lateral até o furo da tampa, deixando um bom comprimento da mangueira na parte interna da garrafa.
- c. Posteriormente, o furo lateral deve ser vedado com cola quente, para que não haja vazamentos. Como a garrafa deverá ficar em pé, o furo da tampa não necessita ser vedado; ademais, é por essa abertura que a garrafa será preenchida com a água, que atuará como líquido de refrigeração.
- d. Para a montagem do sistema de destilação, a extremidade superior da mangueira deve ser conectada ao erlenmeyer e vedada com um pedaço de EVA e/ou cola quente (se tiver disponível, pode ser utilizada uma rolha com furo para a passagem da mangueira). A outra extremidade da mangueira deve ficar aberta para coletar a amostra destilada.
- e. O sistema deve ser montado, conforme a Figura 1:

⁵ Adaptado de Lima (2022) e Oliveira (2018).

Figura 1: Montagem final do destilador alternativo.



Fonte: A autora.

3.2.4.2.2 Destilação de uma amostra de etano 70%

- a. Prepare em um béquer de 100 mL a solução a ser destilada: 20 mL de água, 10 mL de álcool 70 % e três gotas de corante alimentício.
 - b. Transfira essa solução para o Erlenmeyer do sistema de destilação e reconecte a mangueira de condensação.
 - c. Aqueça o Erlenmeyer contendo a mistura a ser destilada com auxílio de uma lamparina, por cerca de 10 minutos.
8. Após fervura da mistura, colete as 5 primeiras gotas do material, a fim de garantir que o produto destilado seja somente o álcool.

3.3 Experimento: Obtenção de óleos essenciais

3.2.1 Objetivos

Objetivo Geral:

Conhecer um método de extração de óleos essenciais.

Objetivos Específicos:

- Reconhecer as vidrarias utilizadas na destilação por arraste a vapor.
- Conhecer os princípios básicos e as aplicações da técnica de destilação por arraste a vapor.
- Obter óleo essencial de uma fonte de interesse.
- Reconhecer a presença de óleos essenciais em nosso cotidiano.

3.2.2 Materiais

Sistema de destilação simples

Manta de aquecimento

Rotaevaporador

Erlenmeyer de 125 mL

Almofariz e pistilo

Água destilada

Cravo ou Casca de limão ou Canela em pau

Éter dietílico

3.3.2 - Procedimento Experimental

- Monte aparelhagem para destilação por arraste a vapor direta (aparelhagem para destilação simples).
- Coloque água destilada até a metade do balão de fundo redondo.
- Adicione o material do qual se deseja extrair o óleo essencial. O material do qual será extraído o óleo essencial deve estar moído ou cortado em pedaços pequenos.
- Aqueça o balão de fundo redondo com o auxílio de uma manta de aquecimento.
- Recolha o destilado em um erlenmeyer.
- Transfira o destilado para o funil de separação e extraia com três porções de 30 mL de éter dietílico.
- Seque a fase orgânica com sulfato de sódio. Filtre em um funil com filtro pregueado.
- Remova o solvente através de aquecimento em chapa de aquecimento ou utilizando o rotaevaporador.
- Observe o aspecto e sinta o aroma do óleo.

3.3.4 Experimento para o Ensino Médio: Difusor de essência na sala de aula⁶

Esse experimento envolve a construção de um difusor de aromas de baixo custo, que pode auxiliar os estudantes a compreenderem as propriedades dos óleos essenciais e dos difusores de aroma elétricos.

⁶ Adaptado de Gomes (2024)

Ao acender a vela, que atua como fonte de calor, há o aquecimento do pires e a evaporação do líquido, o óleo essencial.

3.3.4.1 Materiais

Lata de leite em pó, achocolatado ou recipiente metálico similar

Pires metálico (ou telha de zinco cortada nas dimensões da tampa da lata)

Vela

Suporte para a vela ou suporte similar (material a critério);

Estilete (ou faca de mesa)

Régua

Lixa de unha

Acendedor (ou palito de fósforo)

Papel alumínio (opcional)

Óleo essencial

3.3.4.2 Procedimento Experimental

3.3.4.2.1 Construção do difusor de essências de baixo custo

- a. Retire o rótulo da lata de leite em pó, remova a tampa e lave o recipiente.
- b. Após a secagem da lata, utilizando o estilete, faça um corte na lateral de 8 cm de altura por 6 cm de largura, distante a 1 cm do fundo da lata.
- c. Lixe as pontas do corte para minimizar o risco de acidentes;
- d. Decore o difusor cobrindo a lata externamente com o papel alumínio (opcional).
- e. Se necessário, corte a vela para que ela tenha entre 5 e 8 cm.
- f. Acenda a vela e pingue algumas gotas de parafina líquida para fixá-la ao suporte. Apague a vela e coloque-a dentro da lata.
- g. Coloque o pires metálico sobre local onde ficava a tampa da lata. Seu difusor está pronto!

3.3.4.2.2 Perfumando a sala de aula

- a. Coloque de 3 a 4 gotas de óleo essencial sobre o pires metálico.
- b. Usando o fósforo (ou o acendedor), acenda a vela.
- c. Aguarde o odor de lavanda se difundir pelo ambiente. Se necessário, substitua a vela e/ou acrescente mais gotas de óleo essencial.

3.3.5 Experimento para o Ensino Médio: A casca da laranja⁷

O limoneno é o principal componente do óleo presente nas cascas de limões e laranjas. Ele é um composto volátil, sendo o principal responsável pelo odor característico dessas frutas. O limoneno é um hidrocarboneto, ou seja, é um composto apolar, e inflamável.

Como os balões de festa são constituídos por um polímero apolar (ou de baixa polaridade), ao entrar em contato com o balão, o limoneno dissolve o polímero que está presente no balão, fazendo com que ele estoure.

⁷ Adaptado de Manual (2018) e Museu (2020).

3.3.5.1 *Materiais*

Balão de festa (ou bexiga)

Materiais de polietileno (capa de CD, tubo de caneta BIC etc)

Placa de Isopor

Fita crepe ou adesiva

Casca de laranja (ou limão)

3.3.5.2 *Procedimento Experimental*

3.3.5.2.1 Estourando um balão com casca de laranja

- a. Encha um balão de festa e amarre a entrada de ar.
- b. Corte pedaços de casca de laranja e aperte sobre o balão, de modo a respingar algumas gotas de óleo sobre a superfície do balão. Continue espremendo a casca da laranja sobre o balão até ele estourar.

3.3.5.2.2 Deixando o plástico com aspecto fosco

- a. Com o auxílio da fita adesiva isole uma parte do material de polietileno.
- b. Esfregue a casca da laranja sobre a superfície do material de polietileno.
- c. Coloque o dedo sobre a superfície de plástico e sinta a diferença.
- d. Após secar, remova a fita adesiva e compare as duas regiões.

3.3.5.2.3 Deixando o plástico com aspecto fosco

- a. Descasque totalmente uma laranja e corte-a ao meio.
- b. Divida a placa de isopor ao meio e identifique um lado como “casca” e outro como “suco”.
- c. Esfregue a casca da laranja sobre o isopor no lado correspondente.
- d. Esprema a laranja de forma que pingue algumas gotas sobre o isopor na parte identificada como “suco”.
- e. Compare os dois lados.

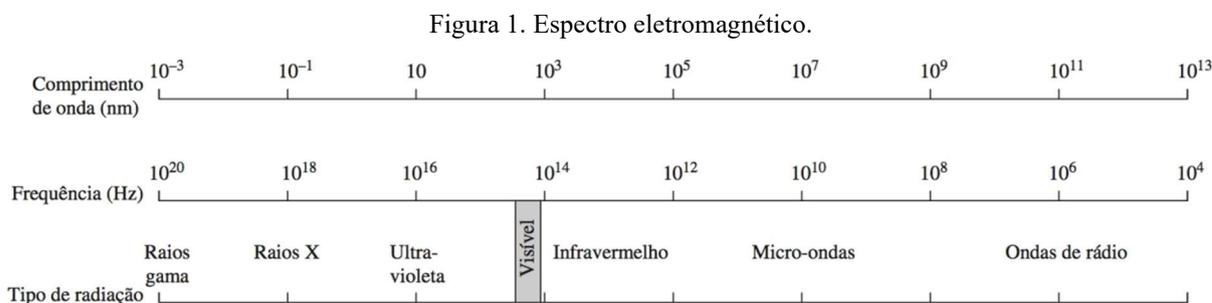
4 Espectroscopia

4.1 Fundamentação teórica

4.1.1 - Espectroscopia

A espectroscopia revolucionou o mundo da Química Orgânica. A espectroscopia é uma técnica que estuda a interação entre a matéria e a radiação eletromagnética. Basicamente, ela consiste em analisar o espectro de radiação emitida, absorvida ou espalhada por uma amostra para obter informações sobre suas propriedades físicas e químicas.

A radiação eletromagnética é a energia radiante com propriedades de partículas e ondas. Há diferentes tipos de radiação eletromagnética, que estão associados a uma faixa específica de energia, constituindo o espectro eletromagnético (Figura 1). A luz visível é o tipo de radiação eletromagnética com a qual estamos mais familiarizados (BRUICE, 2006).



Fonte: Retirado de CHANG, 2013.

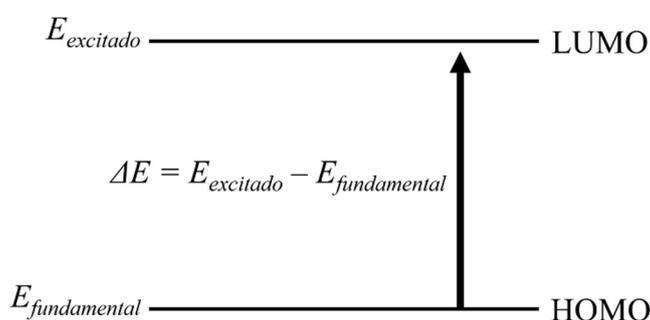
A espectroscopia permite obter informações valiosas sobre as propriedades da matéria e interações moleculares. Existem vários tipos de espectroscopia, cada uma focando uma região específica do espectro eletromagnético e fornecendo informações diferentes sobre as amostras. Na Química Orgânica as técnicas espectroscópicas mais utilizadas são:

- Espectroscopia de infravermelho (IR): Mede a absorção e emissão de radiação infravermelha pelas moléculas, fornecendo informações sobre ligações químicas e grupos funcionais em compostos orgânicos e inorgânicos.
- Espectroscopia Ultravioleta-Visível (UV-Vis): Analisa a absorção de radiação ultravioleta e visível por compostos, auxiliando no entendimento da distribuição eletrônica e da estrutura molecular.
- Espectroscopia de Ressonância Magnética Nuclear (RMN): Baseia-se nas propriedades magnéticas dos núcleos atômicos e é usada para determinar a estrutura molecular e a conectividade dos átomos em compostos orgânicos e inorgânicos.
- Espectroscopia de massa: Permite determinar a composição e estrutura de compostos através da medição da relação entre a massa e a carga dos íons formados pela ionização de moléculas.

4.1.2 - Espectroscopia UV-Vis

Quando a radiação UV-Vis passa através de uma substância que está sob análise, uma parte da radiação pode ser absorvida. A absorção de energia resulta na promoção do elétron do estado eletrônico de baixa energia (ou fundamental) para um estado eletrônico de maior energia (ou excitado). A Figura 2 representa esse processo de excitação, que é quantizado. Durante o processo de absorção, um grande número de colisões fóton-molécula é possível, mas apenas aquelas colisões na qual a energia do fóton corresponde à diferença de energia entre o estado fundamental e o estado excitado da molécula causarão absorção de energia (SHARMA, 2007; PAVIA, 2009). Geralmente, a transição envolve um elétron passando do orbital molecular ocupado de maior energia (HOMO) para o orbital molecular desocupado de menor energia (LUMO) (PAVIA, 2009).

Figura 2. O processo de excitação eletrônica.



Fonte: Adaptado de ENGEL, 2009.

Uma vantagem da espectroscopia UV-Vis é que quantidades muito pequenas de amostra são necessárias - muito menores do que as quantidades necessárias para espectroscopia de IV e RMN. A espectroscopia UV é geralmente mais útil em química orgânica do que a espectroscopia visível porque muito mais compostos orgânicos absorvem a radiação ultravioleta do que a visível (SCHOFFSTALL, 2004).

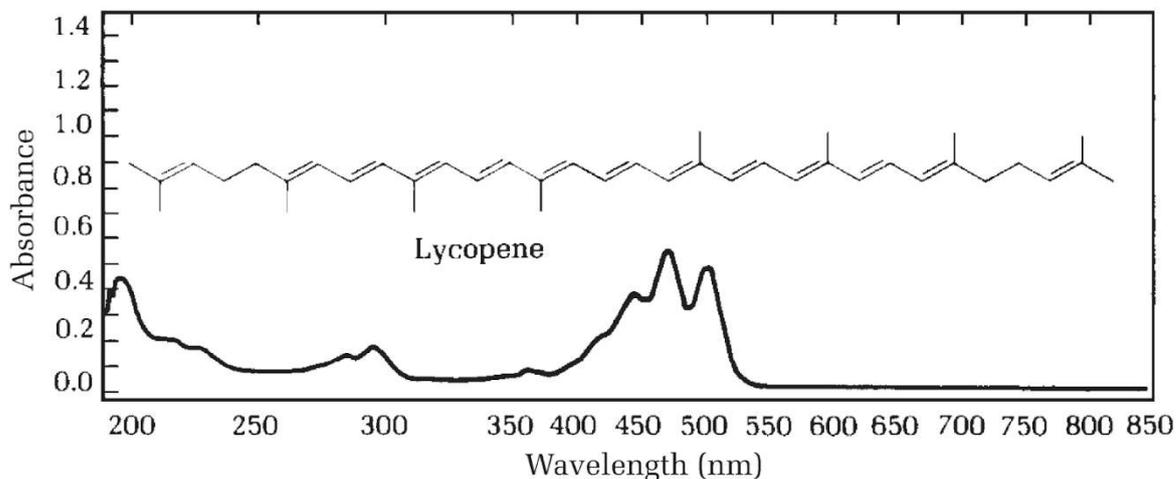
4.1.2.1 O espectro UV-Vis

O espectro UV-Vis é frequentemente apresentado como um gráfico de absorbância *versus* comprimento de onda. A Figura 3 apresenta o espectro do licopeno em isoocetano. Como os espectros UV-Vis não fornecem muitas informações expressivas, poucos espectros são reproduzidos integralmente na literatura científica. Geralmente indica-se o comprimento de onda de máxima absorção, λ_{max} . Por exemplo, para o licopeno temos $\lambda_{max} = 470$ nm. (WILLIAMSON, 2011; PAVIA, 2009)

Quando um átomo absorve radiação eletromagnética na região do UV-Vis, geralmente o espectro de absorção consiste em linhas muito nítidas. No entanto, para as moléculas, a absorção no UV-Vis geralmente ocorre em uma ampla faixa de comprimentos de onda, que são chamadas de bandas de absorção. A razão para a formação das bandas de absorção é que cada transição eletrônica é acompanhada por mudanças nos níveis vibracionais e rotacionais na molécula. Como resultado, o espectro de absorção em solução é formado por muitas linhas espaçadas tão estreitamente que o espectrofotômetro não é capaz de resolvê-las, de forma que o espectro UV-Vis de uma

molécula em solução é formada por uma ampla banda de absorção centrada próxima ao comprimento de onda da transição principal (SHARMA, 2007; PAVIA, 2009).

Figura 3. Espectro UV-Vis do licopeno em isooctano.



Fonte: Retirado de WILLIAMSON, 2011.

4.1.2.2 Grupos cromóforos e a absorção de radiação

Todos os compostos que absorvem luz com comprimento de onda entre 400-800 nm são coloridos ao olho humano. A cor apresentada depende do comprimento de onda da radiação visível absorvida pelo composto (SHARMA, 2007).

O cromóforo pode ser definido como qualquer grupo isolado ligado covalentemente que apresenta uma absorção característica na região ultravioleta ou visível. Por exemplo, os compostos contendo grupo nitro apresentam geralmente coloração amarela; dessa forma, o grupo nitro é o cromóforo que confere a cor amarela. Alguns dos cromóforos importantes são os grupos etilênicos, acetilênicos, carbonílicos, nitrila etc. (SHARMA, 2007).

Compostos insaturados conjugados, como dienos, trienos e compostos aromáticos, absorvem a luz ultravioleta. Moléculas amplamente conjugadas, como o alaranjado de metila, o β -caroteno e a β -clorofila, são coloridas e absorvem a luz visível. A maioria das moléculas orgânicas saturadas, como hexano e etanol, não absorvem radiações ultravioleta (>200 nm) ou visível. Os alcenos absorvem a radiação ultravioleta, mas o λ_{max} é menor 200 nm (SCHOFFSTALL, 2004).

4.1.2.3 A Lei de Lambert-Beer

A Lei de Lambert-Beer afirma que a intensidade da absorção de uma amostra é proporcional à concentração de uma solução diluída de um composto absorvente

$$A = \epsilon.l.c$$

onde A é a absorbância, c é a concentração molar do composto absorvente (mol/L), l é o comprimento do caminho óptico (cm) e ϵ é a absorvidade molar (L/mol-cm) (SCHOFFSTALL, 2004; WILLIAMSON, 2011).

A absorptividade molar é uma medida de quão efetivamente um composto absorve a radiação em um determinado comprimento de onda. Quanto maior o valor da absorptividade molar maior será a intensidade da absorção em determinado comprimento de onda. Os valores de absorptividade molar em comprimentos de onda específicos são constantes físicas e estão disponíveis em catálogos espectrais. A magnitude dos valores de ϵ depende do tipo de excitação. As transições que são ineficientes, como a transição $n \rightarrow \pi^*$ de grupos carbonila, têm valores de ϵ baixos (a transição $n \rightarrow \pi^*$ é a excitação de um elétron não ligante para um orbital π^* antiligante). Por outro lado, a transição $\pi \rightarrow \pi^*$ da ligação π de alcenos é muito eficiente e, geralmente, têm grandes valores de absorptividade molar (SCHOFFSTALL, 2004).

Valores acima de 10^4 são denominadas absorções de alta intensidade, enquanto valores abaixo de 10^3 são absorções de baixa intensidade. As transições proibidas têm absorptividades na faixa de 0 a 1000 (PAVIA, 2009).

4.1.2.4 Células e solventes para espectroscopia UV-Vis

Os espectrômetros UV-Vis mais comuns analisam a região entre 200 e 800 nm. Abaixo de 200 nm, o oxigênio presente no ar absorve a radiação UV e os espectros nessa região devem ser obtidos no vácuo ou em uma atmosfera de nitrogênio puro.

As células de amostra para espectroscopia na região visível são comumente chamadas de cubetas e devem ser construídas com material transparente à radiação eletromagnética que será utilizada. Para região do visível as cubetas são comumente feitas de vidro ou plástico transparente. Para a região do UV as cubetas devem ser compostas de quartzo fundido, pois o vidro e o plástico absorvem a radiação ultravioleta (PAVIA, 2009; WILLIAMSON, 2011).

A escolha do solvente a ser utilizado na espectroscopia UV-Vis é uma etapa muito importante. O solvente a ser utilizado não deve apresentar absorção na mesma região que a substância que está sendo analisada. Os solventes mais utilizados para espectroscopia UV-Vis são etanol 95%, metanol, água e hidrocarbonetos saturados, como hexano, trimetilpentano e isoctano. (PAVIA, 2009; WILLIAMSON, 2011).

4.1.3 Espectroscopia de Infravermelho

Moléculas orgânicas (e qualquer composto que possua ligações covalentes) absorve radiação eletromagnética na região do infravermelho do espectro. A região do espectro eletromagnético correspondente ao infravermelho localiza-se em comprimentos de onda maiores que a luz visível e em comprimentos de onda menores que os associados às ondas de rádio. Para propósitos químicos, geralmente considera-se a parte vibracional da região do infravermelho, a qual inclui radiações com comprimentos de onda entre $2,5 \mu\text{m}$ e $15 \mu\text{m}$. Normalmente, a radiação na região do infravermelho vibracional do espectro eletromagnético é apresentada em função de uma grandeza física chamada de números de onda (ν), que é expresso em cm^{-1} . Assim, a região do infravermelho vibracional do espectro se estende de cerca de 4000 cm^{-1} até 600 cm^{-1} (ENGEL, 2012). A radiação infravermelha não é detectada pelos nossos olhos, mas pela sensação de calor que ela causa na pele (WILLIAMSON, 2011).

Uma das vantagens da espectroscopia de infravermelho é que ela é uma técnica não destrutiva. Além disso, a pequena quantidade de amostra necessária, a velocidade com que um espectro pode ser obtido, o custo relativamente baixo do espectrômetro e a ampla aplicabilidade do método combinam-se para tornar a espectroscopia de infravermelho uma das ferramentas de elucidação estrutural mais comumente utilizadas químicos orgânicos (WILLIAMSON, 2011).

4.1.3.1 A absorção de radiação

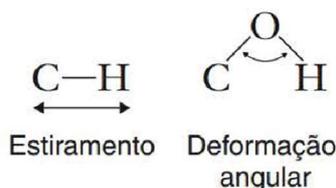
Quando uma molécula orgânica absorve radiação no infravermelho, as vibrações de certas ligações químicas dentro da molécula são excitadas (SCHOFFSTALL, 2004; WILLIAMSON, 2011). Se a frequência da radiação incidente corresponder à frequência vibracional específica da ligação, a ligação é excitada de um estado vibracional inferior para um estado vibracional superior e a amplitude da vibração aumenta. É importante destacar que moléculas estruturalmente diferentes não absorvem exatamente as mesmas energias da radiação infravermelha; elas fornecem diferentes padrões de absorção (SCHOFFSTALL, 2004).

Ligações químicas e grupos funcionais presentes na molécula possuem frequências vibracionais específicas, de modo que absorvem radiação em regiões com determinados números de onda (SCHOFFSTALL, 2004). O mesmo tipo de ligação em dois compostos diferentes, apresentará padrão de absorção no infravermelho diferente pois a ligação está em um ambiente ligeiramente diferente. Mesmo que algumas das frequências de absorção nos dois compostos sejam as mesmas, não é possível duas moléculas diferentes apresentarem os mesmos padrões de absorção no infravermelho (padrões de absorção) (ENGEL, 2012). Isso torna a espectroscopia de infravermelho uma ferramenta muito importante para a identificação de diferentes grupos funcionais presentes na molécula (SCHOFFSTALL, 2004). Dessa forma, a espectroscopia de infravermelho pode ser usada para identificar tipos de ligação e grupos funcionais presentes e tipos de ligação e grupos funcionais que estão ausentes na estrutura de um composto.

Os dois tipos ou modos vibracionais mais importantes na espectroscopia de infravermelho são o estiramento e a deformação angular (Figura 4) (ENGEL, 2012; SCHOFFSTALL, 2004). O estiramento envolve uma mudança na distância interatômica. O estiramento é simétrico se os átomos se movem em direções opostas ao longo do eixo internuclear e é assimétrico se os átomos se movem na mesma direção (Figura 5). A deformação angular causa uma mudança nos ângulos de ligação e pode ser dividida em diferentes tipos: tesoura, balanço, oscilação e torção (Figura 5). O estiramento requer mais energia do que a deformação angular, por isso ocorre em frequências mais altas (comprimentos de onda mais curtos). O estiramento assimétrico requer mais energia do que o alongamento simétrico (SCHOFFSTALL, 2004).

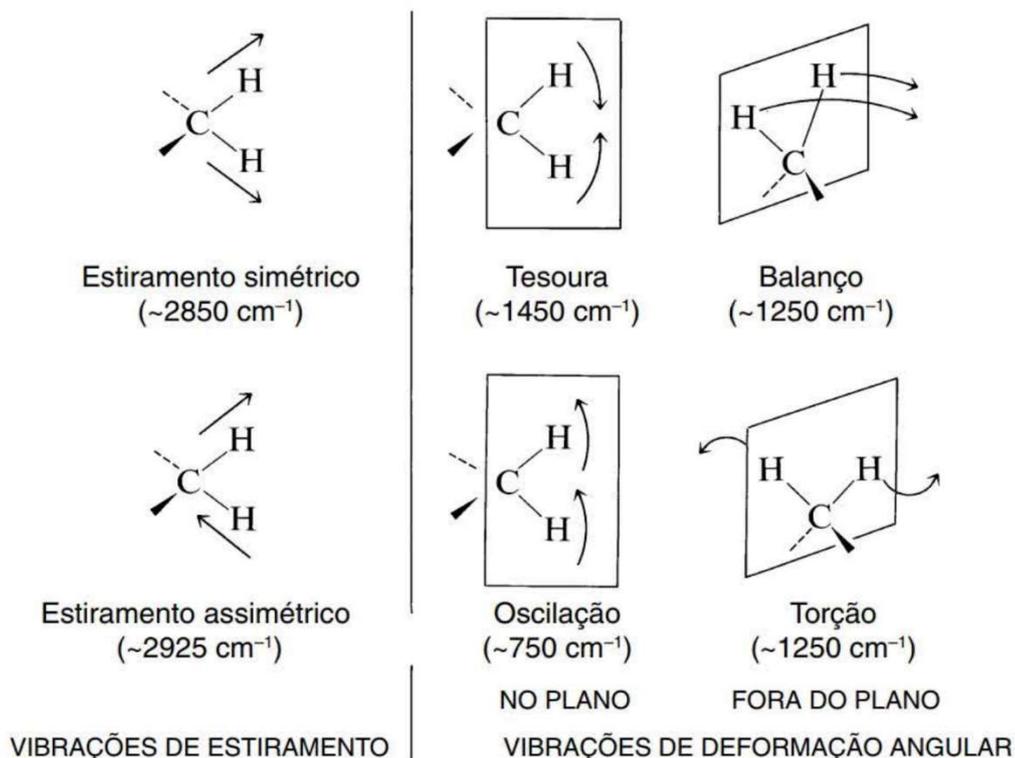
Para melhor visualizar as vibrações moleculares devido a interação com a radiação infravermelha, imagine que a molécula é composta de bolas (átomos) conectadas por molas (ligações). A vibração da ligação pode ser descrita pela lei de Hooke da mecânica clássica, que diz que a frequência de uma vibração de alongamento é diretamente proporcional à força da mola (ligação) e inversamente proporcional às massas conectadas pela mola. Assim, podemos concluir que as vibrações de alongamento de ligação C—H,

Figura 4. Representação do estiramento e da deformação angular em ligações químicas.



Fonte: Retirado de ENGEL, 2012.

Figura 5. Modos de estiramento e de deformação angular de um grupo metileno ($-\text{CH}_2-$).

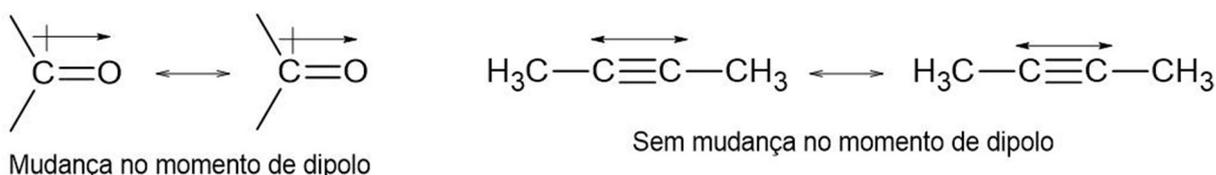


Fonte: Retirado de ENGEL, 2012.

N—H e O—H são de alta frequência (comprimento de onda curto) em comparação com as de C—C e C—O devido à baixa massa do hidrogênio em comparação com a massa do carbono ou do oxigênio. As ligações que ligam o carbono ao bromo e ao iodo, que são átomos pesados, vibram tão lentamente que estão além do alcance dos espectrômetros de infravermelhos mais comuns. Uma ligação dupla pode ser considerada como uma mola mais rígida e forte, então as vibrações das ligações C=C e C=O ocorrem em frequências mais altas do que as vibrações de estiramento C—C e C—O. E C≡C e C≡N se alongam em frequências ainda mais altas que C=C e C=O. Essas frequências estão de acordo com as forças de ligação de ligações simples (~100 kcal/mol), duplas (~160 kcal/mol) e triplas (~220 kcal/mol) (WILLIAMSON, 2011).

A intensidade da absorção no infravermelho é proporcional à mudança no momento dipolar que uma ligação sofre quando se deforma/alonga, ou seja, ligações que mostram grandes mudanças no momento de dipolo fornecem uma absorção no infravermelho mais intensa do que ligações que mostram pequenas mudanças no momento de dipolo.

(SCHOFFSTALL, 2004; WILLIAMSON, 2011). Por exemplo, a absorção no infravermelho devido ao alongamento da dupla ligação carbono-oxigênio é intensa, mas a absorção devido ao alongamento da dupla ligação carbono-carbono é fraca, pois a absorção de radiação no infravermelho pela ligação polar carbono-oxigênio gera uma mudança maior no momento dipolar e, portanto, resulta em picos mais intensos (SCHOFFSTALL, 2004).



4.1.3.2 Analisando o espectro de infravermelho

O instrumento que gera o espectro de absorção no infravermelho para um composto é chamado de espectrofotômetro de infravermelho. Esse aparelho determina as forças e as posições relativas das absorções na região do infravermelho e representa estas informações em um gráfico, que é chamado de espectro de infravermelho (ENGEL, 2012). Um espectro de infravermelho é um gráfico da intensidade de absorção (apresentada como transmitância percentual) em função do número de onda (variando de 4000 a 600 cm^{-1}) (SCHOFFSTALL, 2004; WILLIAMSON, 2011) (Figura 6). Ao contrário dos espectros de UV-Vis, os espectros de infravermelho são invertidos, com as absorções mais fortes na parte inferior (chamadas de “picos”) (WILLIAMSON, 2011). O espectro infravermelho fornece informações suficientes sobre a estrutura de um composto. Ao contrário do espectro ultravioleta, que compreende relativamente poucos picos, esta técnica fornece um espectro contendo muitas bandas de absorção a partir das quais podem ser obtidas diversas informações sobre a estrutura de um composto orgânico. (SHARMA, 2007)

Figura 6. Espectro de infravermelho da ciclohexanona.

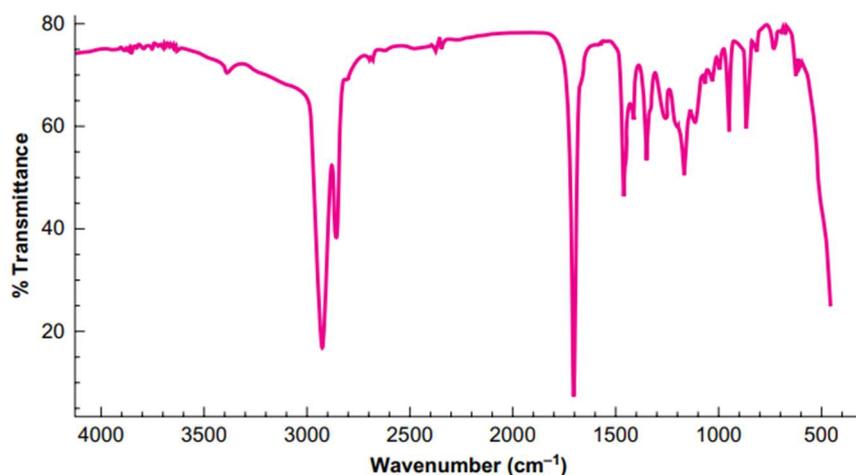
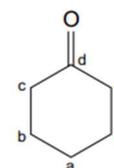


Figure 2M-2

IR spectrum of cycloheptanone (neat)



Fonte: Adaptado de SCHOFFSTALL, 2004.

O espectro infravermelho fornece informações estruturais sobre uma molécula. As absorções para cada tipo de ligação são normalmente encontradas em pequenas e determinadas regiões do espectro infravermelho; dessa forma, pode-se definir um intervalo de absorção para cada tipo de ligação. Fora desse intervalo, as absorções provavelmente serão em consequência de outro tipo de ligação (ENGEL, 2012). Os intervalos de absorção para um tipo de ligação química não implicam necessariamente que haja ampla absorção em todo esse intervalo: a absorção máxima pode ocorrer em qualquer lugar dentro do intervalo listado. Por exemplo, um composto contendo um grupo carbonila absorve radiação infravermelha na região de $1810 - 1630 \text{ cm}^{-1}$ (SCHOFFSTALL, 2004). Além do intervalo característico de absorção, o formato (estreito e largo - geralmente chamadas de bandas) e a intensidade (intensa ou forte, fraca e média) dos picos também são únicos. Isso é verdadeiro para quase todos os tipos de picos de absorção, o que auxilia a distinguir a que tipo de ligação o pico se refere (ENGEL, 2012).

Três regiões importantes do espectro de infravermelho indicando grupos funcionais são a região de $3600 \text{ a } 3100 \text{ cm}^{-1}$ na qual ocorre o alongamento das ligações O—H e N—H, a região em torno de 1700 cm^{-1} onde ocorre o alongamento C=O e a região em torno de 1650 cm^{-1} onde o alongamento C=C ocorre. Muitas classes funcionais importantes, como álcoois, amins, amidas, ácidos carboxílicos, cetonas, aldeídos, ésteres, alcenos e compostos aromáticos são identificados pela presença (ou ausência) de absorção nessas regiões (SCHOFFSTALL, 2004).

.....
Os picos à direita de 1250 cm^{-1} são o resultado de combinações de vibrações que são características não de grupos funcionais individuais, mas da molécula como um todo. Esta parte do espectro é muitas vezes referida como a região da impressão digital porque é uma característica única de cada molécula (WILLIAMSON, 2011).
.....

Ao analisar um espectro de infravermelho não é necessário tentar identificar todos os sinais. Dê mais atenção às absorções mais fortes e aos picos à esquerda de 1250 cm^{-1} ; preste também atenção à ausência de certos picos quanto à presença de outros. A ausência de picos característicos exclui definitivamente certos grupos funcionais (WILLIAMSON, 2011). Por exemplo, se houver um pico de absorção de carbonila, procure por evidências da presença de um aldeído, éster, ácido carboxílico, amida ou anidrido. Se não houver nenhuma evidência desses compostos, o composto será uma cetona. Se a absorção de carbonila não estiver presente, analise a região de $3650 - 3100 \text{ cm}^{-1}$ para saber se a molécula contém um grupo O—H ou N—H ou se o composto pode ser um alceno ou alcino terminal. Quando um grupo funcional for identificado provisoriamente, deve-se procurar por outros picos de absorção que confirmem a presença desse grupo. Por exemplo, os álcoois apresentam uma banda de absorção intensa referente ao grupo O—H em torno de 3600 cm^{-1} , mas também apresentam forte absorção de C—O na região de $1260-1000 \text{ cm}^{-1}$, que confirma que o composto é um álcool (SCHOFFSTALL, 2004). Desconfie de bandas fracas de O—H pois a água é um contaminante comum em muitas amostras e,

como o brometo de potássio é higroscópico, a água é frequentemente encontrada nos espectros de amostras preparadas como pastilhas de KBr (WILLIAMSON, 2011).

4.1.3.3 Obtenção de espectros de infravermelho

Para obter o espectro infravermelho de um composto é preciso colocar o composto em um suporte (ou cela amostral), o que é um problema na espectroscopia no infravermelho, pois o vidro, quartzo e plásticos apresentam absorção intensa na região do infravermelho, de forma que estes materiais não podem ser utilizados como suportes para as amostras a serem analisadas. Assim, deve-se usar substâncias iônicas como suportes para as amostras, sendo os haletos metálicos (cloreto de sódio, brometo de potássio, cloreto de prata) comumente utilizados, pois eles são transparentes à radiação infravermelha (ENGEL, 2012; WILLIAMSON, 2011). Como estes materiais são frágeis e facilmente atacados pela umidade, devem ser manuseados com cuidado e mantidos longe de umidade e soluções aquosas.

Uma amostra sólida pode ser preparada em uma pastilha de brometo de potássio (KBr). Quando o KBr é submetido a pressão, ele se funde, flui e sela a amostra em uma solução sólida ou matriz. Como o brometo de potássio não é capaz de absorver no espectro infravermelho, é possível obter um espectro de uma amostra sem interferência (ENGEL, 2012).

4.2 Experimento: Espectroscopia UV-Vis

4.2.1 Objetivos

Objetivo Geral:

Compreender que a estrutura química afeta o comprimento de onda absorvido por um composto químico.

Objetivos Específicos:

- Compreender os conceitos de radiação eletromagnética e absorção de radiação por um composto químico.
- Conhecer os princípios básicos da técnica de espectroscopia UV-Vis e do funcionamento do espectrômetro de UV-Vis.
- Reconhecer as diferenças nas estruturas dos indicadores ácido-base em meio ácido e básico.
- Relacionar as mudanças na estrutura dos indicadores ácido-base com as mudanças nos espectros de absorção UV-Vis.

4.2.2 Materiais

Espectrômetro UV-Vis

Cubetas de vidro

Pipetas de Pasteur

Béqueres de 10 mL

Soluções de indicadores ácido-base

Solução aquosa de ácido clorídrico – HCl 0,1 mol/L

Solução aquosa de hidróxido de sódio – NaOH 0,1 mol/L

Etanol

4.2.3 Procedimento Experimental

4.2.3.1 Preparação das amostras a serem analisadas

- a. Em um béquer de 10 mL adicione 2 mL de etanol.
- b. Adicione ao béquer com etanol, de 3 a 5 gotas do indicador ácido-base escolhido.
- c. Identifique dois béqueres de 10 mL como “meio ácido” e “meio básico”.
- d. Adicione ao béquer identificado como “meio ácido” 5 mL de solução aquosa de ácido clorídrico 0,1 mol/L.
- e. Adicione ao béquer identificado como “meio básico” 5 mL de solução aquosa de hidróxido de sódio 0,1 mol/L.
- f. Aos béqueres identificados como “meio ácido” e “meio básico” adicione de 3 a 5 gotas da solução de etanol e indicador ácido base preparada previamente. A mistura resultante deve apresentar uma coloração suave.

4.2.3.1 Obtendo-se os espectros UV-Vis

- a. Ligue o instrumento.
- b. Coloque 2 mL de solvente na cubeta e coloque-a no porta-célula do aparelho.
- c. Zere a linha de base e escaneie a região do comprimento de onda de interesse.

- d. Remova a cubeta do porta-células do aparelho e descarte o solvente.
- c. Adicione um pouco da solução a ser analisada e rinse a cubeta
- d. Coloque 2 mL da mistura em meio ácido preparada anteriormente na cubeta e coloque-a no porta-célula do aparelho.
- e. Obtenha o espectro da amostra. Se a leitura da absorvância for inferior a 0,30, aumente a concentração da solução que está sendo analisada e repita a varredura. Se a solução estiver muito concentrada, a leitura da absorvância será muito alta e a solução da amostra deverá ser diluída.
→Para trabalhos quantitativos, a leitura da absorvância no λ_{max} deve estar entre 0,3 e 0,8 unidades de absorvância.
- f. Remova a cubeta do porta-células do aparelho e descarte a amostra analisada.
- g. Adicione um pouco da solução a ser analisada e rinse a cubeta
- h. Coloque 2 mL da mistura em meio básico preparada anteriormente na cubeta e coloque-a no porta-célula do aparelho.
- i. Obtenha o espectro da amostra.
- j. Compare os espectros em meio ácido e em meio básico e relacione-os com as mudanças estruturais do indicado ácido-base.

4.2.4 Experimento para o Ensino Médio: Determinação do ponto de fusão do Parafina⁸

A temperatura de fusão, também denominada de ponto de fusão, é uma propriedade física que designa a temperatura na qual uma substância passa do estado sólido para o estado líquido. Nesta temperatura, a substância sólida está em equilíbrio com a substância no estado líquido.

Para substâncias puras, quando se atinge o ponto de fusão, a temperatura da substância mantém-se constante até que toda a amostra sob aquecimento tenha sofrido a mudança de estado. Geralmente a temperatura de fusão está relacionada com a pureza da substância sólida e uma variação de $\pm 0,50$ °C na temperatura de fusão em relação ao valor aceito na literatura indica que se trata de uma substância “pura”. A adição de impurezas aumenta o intervalo de ponto de fusão e reduz a temperatura na qual se inicia a fusão, logo, quanto mais estreito for o intervalo de ponto de fusão, mais puro será o material.

4.2.4.1 Materiais

Suporte Universal

Termômetro

Tubo de ensaio

Chapa de aquecimento

Béquer de 250 mL

Garra metálica

Parafina

⁸ Adaptado de Garcia (2017).

4.2.4.2 Procedimento experimental

4.2.4.2.1 Acompanhamento da curva de aquecimento da parafina

- a. Pese em um tubo de ensaio aproximadamente 0,850 g de parafina.
- b. Coloque o termômetro dentro do tubo de ensaio.
- c. Coloque uma chapa de aquecimento sobre a base de um suporte universal, de modo que fique firme.
- d. Sobre a chapa de aquecimento coloque o béquer de 200 mL com água.
- e. Dentro do béquer, coloque o tubo de ensaio com parafina (0,850 g) com o termômetro. Fixe-o com uma garra metálica ao suporte universal, de modo que fique totalmente submerso na água, mas sem encostar no fundo do béquer.
- f. Ligue a chapa de aquecimento e inicie o aquecimento lentamente.
- g. Quando a temperatura do sistema atingir 40 °C, comece a anotar os valores de temperatura a cada 0,5 minuto na folha de dados, até atingir 70 °C. Quando o termômetro ficar solto, use-o para agitar levemente a massa em fusão.
- h. Quando a temperatura atingir 70 °C desligue a chapa de aquecimento, mas mantenha o conjunto fixo ao suporte universal, pois em seguida será acompanhado o resfriamento da parafina.

Observação: Não deixe de registrar a temperatura em que se inicia a fusão do sólido.

4.2.4.2.2 Acompanhamento da curva de resfriamento da parafina

- a. Sem retirar o tubo de ensaio com parafina de dentro do béquer, anote a temperatura de resfriamento da parafina a cada 0,5 minuto até atingir 40 °C.
- b. Com o termômetro agite (com cuidado, para não quebrar o termômetro) a massa fundida da parafina, até o início da solidificação.
- c. Utilize a tabela abaixo para registrar seus dados.

Curva de aquecimento		Curva de resfriamento	
Tempo (min.)	Temperatura (°C)	Tempo (min.)	Temperatura (°C)
0,0	40	0,0	70
0,5		0,5	
1,0		1,0	
1,5		1,5	
2,0		2,0	
2,5		2,5	
3,0		3,0	
3,5		3,5	
4,0		4,0	

4,5		4,5	
5,0		5,0	
5,5		5,5	
6,0		6,0	
6,5		6,5	
7,0		7,0	
7,5		7,5	
8,0		8,0	
8,5		8,5	
9,0		9,0	
9,5		9,5	
10,0		10,0	
10,5		10,5	
11,0		11,0	
11,5		11,5	
12,0		12,0	
12,5		12,5	
13,0		13,0	
13,5		13,5	
14,0		14,0	
14,5		14,5	
15,0		15,0	
15,5		15,5	
16,0		16,0	
16,5		16,5	

4.3 Experimento: Espectroscopia de Infravermelho⁹

4.2.1 Objetivos

Objetivo Geral:

Conhecer a técnica de Espectroscopia no Infravermelho e sua importância para a identificação de compostos orgânicos.

Objetivos Específicos:

- Conhecer os princípios básicos da técnica de espectroscopia no infravermelho e do funcionamento do espectrômetro de UV-Vis.
- Compreender que as bandas de absorção em um espectro de infravermelho estão relacionadas aos grupos funcionais presentes na estrutura do composto.
- Ser capaz de preparar uma pastilha de KBr para análise de um espectro de infravermelho.
- Conseguir relacionar as bandas presentes no espectro obtido com os grupos funcionais presentes na molécula.

4.2.2 Materiais

Espectrofotômetro de infravermelho

Molde para pastilhas

Prensa para pastilhamento

Almofariz e pistilo de ágata

KBr sólido em grau espectroscópico

Amostras diversas

Espátulas

4.3.2 Procedimento Experimental

4.3.2.1 Preparação da amostra.

- a. Remova o almofariz e o pistilo de ágata do dessecador para utilizar no preparo da amostra. Cuidado com este material; ele é caro!!!
- b. Triture 1 mg (0.001 g) da amostra sólida por 1 minuto no almofariz de ágata. Nesse ponto, o tamanho da partícula se tornará tão pequeno, que a superfície do sólido parecerá brilhar.
- c. Acrescente cerca de 80 mg (0,080 g) de KBr em pó e triture bem a mistura com o pistilo. A operação de moagem ajuda a misturar a amostra completamente com o KBr. Cuidado: o KBr absorve água!
- d. Remova o conjunto de molde do recipiente de armazenamento, com cuidado para não arranhar as superfícies polidas.
- e. Transfira, com uma espátula, parte da mistura de KBr e amostra a ser analisada no molde.
- f. Feche o molde e leve-o à prensa.

⁹ Adaptado de Engel, 2012.

g. Separe o conjunto do molde e verifique a pastilha de KBr. O ideal é que a pastilha tenha um aspecto límpido como um pedaço de vidro, mas geralmente sua aparência será translúcida ou um pouco opaca. Pode haver alguns buracos ou rachaduras na pastilha. Se a pastilha estiver muito grossa, a luz não conseguirá passar pela amostra. Se for o caso, retire a pastilha do molde e refaça-a, usando um pouco menos KBr. Se a pastilha estiver quebrada, repita o procedimento.

4.3.2.1 Obtenção do espectro no infravermelho.

a. Para a obtenção do espectro, deslize o suporte apropriado para o tipo de molde que você estiver utilizando, no trilho de porta-amostras do espectrofotômetro de infravermelho.

b. Ajuste o encaixe contendo a pastilha no suporte, de modo que a amostra esteja centrada no caminho óptico.

c. Obtenha o espectro infravermelho.

Dicas importantes (SCHOFFSTALL, 2004):

- Nunca coloque uma amostra que contenha água em pastilhas de KBr.

- Se os picos forem muito pequenos, não há amostra suficiente. Aumente a quantidade amostra na preparação da pastilha.

Se a pastilha estiver turva demais para permitir a passagem da luz, um de vários aspectos pode estar errado (ENGEL, 2012):

1. A mistura de KBr e amostra pode não ter sido triturada o suficiente. Dessa forma, o tamanho da partícula pode ser grande demais e estar dispersando a luz.
2. A amostra utilizada pode não estar seca.
3. Pode ter sido empregada uma quantidade maior que o necessário de amostra em relação a quantidade de KBr utilizado.
4. A pastilha pode estar grossa, devido a grande quantidade de material utilizado na preparação dela, o que causa dispersão da luz.
5. O KBr pode não estar seco (armazenagem inadequada) ou ter absorvido umidade do ar enquanto a mistura era triturada no almofariz.
6. A amostra pode ter um baixo ponto de fusão. Sólidos com baixo ponto de fusão, além de serem difíceis de secar, também se fundem sob pressão.

4.2.4 Experimento para o Ensino Médio: Demonstrando a presença de carbono em compostos orgânicos¹⁰

Os compostos orgânicos são compostos basicamente por carbono. Com um teste simples, é possível demonstrar para os alunos do ensino médio algumas características físicas de compostos orgânicos em combustão e suas diferenças em relação aos compostos inorgânicos.

¹⁰ Adaptado de Santos *et al* (2021).

4.2.4.1 Materiais

Vela

Pires branco

Caixa de fósforos

Funil de vidro de haste longa seco

Solução aquosa de hidróxido de cálcio – Ca(OH)¹¹

Pipeta pasteur (ou conta-gotas)

Régua ou fita métrica

4.2.4.2 Procedimento experimental

- a. Acenda a vela e coloque, a uma distância de 3 a 4 cm de altura acima da chama, o pires branco. Mantenha o pires acima da chama por alguns instantes. Observe as alterações ocorridas.
- b. Ainda com a vela acesa, coloque, a uma distância de 3 a 4 cm de altura da acima da chama, o funil de vidro de haste longa (com a haste virada para cima). Observe as alterações ocorridas.
- c. Pingue duas gotas da solução de hidróxido de cálcio na parede interna do funil. Gire-o para homogeneizar a solução pela parede.
- d. Coloque novamente o funil, a uma distância de 3 a 4 cm acima da chama, com a haste virada para cima. Observe as alterações ocorridas.

4.2.5 Experimento para o Ensino Médio: Identificação de amido¹²

O amido é um carboidrato de alto peso molecular. O amido pode se ligar ao iodo, formando um complexo de coloração azul intenso.

4.2.4.1 Materiais

Tintura de iodo¹³

Fatia de maçã

Fatia de batata inglesa

Pipeta de pasteur (ou conta-gotas)

4.2.4.2 Procedimento experimental

- a. Pingue duas gotas da solução de iodo sobre uma fatia de batata. Observe o que ocorre.
- b. Pingue duas gotas da solução de iodo sobre a fatia de maçã. Observe o que ocorre.

¹¹ O hidróxido de cálcio é encontrado comercialmente como cal hidratada.

¹² Adaptado de Santos *et al* (2021).

¹³ A tintura de iodo pode ser encontrada em farmácias.

5 Cromatografia

5.1 Fundamentação teórica

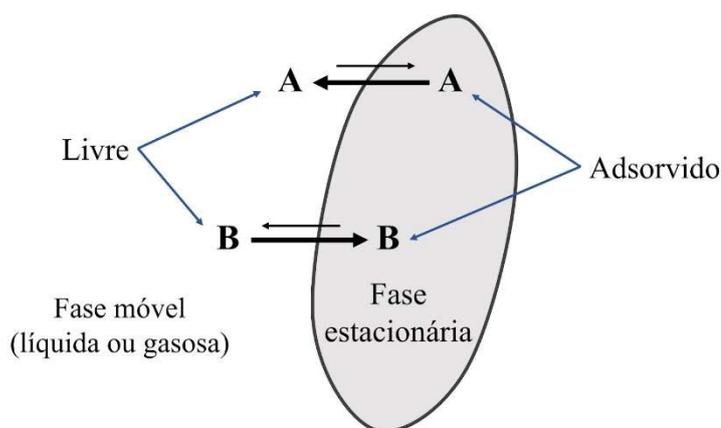
5.1.1 - Cromatografia

A cromatografia é uma técnica experimental amplamente utilizada para a separação de uma mistura de dois ou mais compostos ou íons em seus componentes individuais, através da distribuição dessas espécies entre duas fases: a fase estacionária e a fase móvel (BETTELHEIM, LANDESBURG, 2013; ENGEL, 2012). Essas duas fases podem ser um sólido e um líquido (em camada delgada, em papel e em coluna), um líquido e um líquido (cromatografia líquida de alto desempenho), um gás e um sólido (cromatografia gasosa) ou um gás e um líquido (WILLIAMSON, MASTERS, 2011; ENGEL, 2012). As diferentes possibilidades de combinações entre fases móveis e estacionárias tornam a cromatografia uma técnica versátil e de grande aplicação. Ademais, esta técnica pode ser utilizada para a análise e identificação dos componentes de uma mistura, por comparação com padrões previamente existentes (DEGANI, CASS, VIEIRA, 1998).

5.1.1.1 O equilíbrio dinâmico na cromatografia

Todas as formas de cromatografia envolvem um equilíbrio dinâmico e rápido estabelecidos pelas moléculas entre a fase móvel e as fases estacionárias. Considere a separação cromatográfica das moléculas A e B, conforme mostrado na Figura 1. Nesse caso, as moléculas A e B podem estar livres (dissolvidas na fase móvel líquida ou gasosa) ou adsorvidas (aderidas à superfície da fase estacionária sólida). As moléculas A e B movem-se continuamente entre os estados dissolvido (livre) e adsorvido (ENGEL, 2012; WILLIAMSON, MASTERS, 2011).

Figura 1. O equilíbrio dinâmico existente entre as moléculas A e B e as fases móvel e estacionária particulada.



Fonte: Adaptado de WILLIAMSON e MASTERS (2011),

O equilíbrio entre os estados livre e adsorvido é dependente da força relativa de atração de A e B pelas moléculas da fase líquida e da força de atração de A e B pela estrutura da fase estacionária. Essas forças dessas forças atrativas dependem:

- do tamanho, polaridade e capacidade de formar interações intermoleculares fortes das moléculas A e B;
- da polaridade e capacidade de formar interações intermoleculares fortes da fase estacionária;
- da polaridade e capacidade de formar interações intermoleculares fortes do solvente da fase móvel (WILLIAMSON, MASTERS, 2011).

Dessa forma, as moléculas se distribuem entre as fases móvel e estacionária dependendo das forças atrativas existentes. Como as moléculas A (Figura 1) são menos polares, elas são apenas fracamente atraídas por uma fase estacionária polar, de forma que elas interagem melhor com a fase móvel. Por outro lado, as moléculas B são mais polares e, por isso, são mais facilmente adsorvidas na fase estacionária, que é polar (WILLIAMSON, MASTERS, 2011).

Para que a separação das moléculas A e B aconteça, a fase líquida (ou gasosa) deve ser movimentar, ou seja, fluir através da fase estacionária. Como as moléculas A interagem melhor com a fase móvel, elas serão transportadas mais facilmente através da fase estacionária e serão eluídas mais rapidamente. Como as moléculas B são mais bem adsorvidas na fase estacionária do que as moléculas A, as moléculas B passam menos tempo na fase móvel e, portanto, migram através da fase estacionária mais lentamente. A consequência desta diferença na velocidade de eluição é a separação de A e B (WILLIAMSON, MASTERS, 2011).

5.1.1.2 Cromatografia em papel

Na cromatografia em papel utiliza-se papel de celulose e uma mistura de álcool-água e baseia-se na diferença de solubilidade dos compostos entre esses dois meios (WILLIAMSON, MASTERS, 2011; DEGANI, CASS, VIEIRA, 1998). Esta técnica utiliza pequenas quantidades de amostras que são depositadas sobre o papel de filtro e, em seguida, colocadas em cubas de vidro contendo a fase móvel. Nesta técnica a fase móvel é arrastada através do papel por ação capilar e as moléculas são separadas com base na forma como interagem com o papel. elui para cima, devido aos efeitos de capilaridade (WILLIAMSON, MASTERS, 2011; AMORIM, 2019). Os compostos mais solúveis na fase móvel se movimentam mais do que aqueles que possuem melhor interação com a fase estacionária, ou seja, que ficam mais retidos no papel (DANUELLO, 2022).

Na cromatografia em papel a celulose atua com um suporte para a fase estacionária que é a água. A celulose é um composto polar que possui grande afinidade pela água, podendo absorver até 22 % de água. Dessa forma, a cromatografia em papel envolve a partição líquido-líquido na separação dos compostos da mistura (DANUELLO, 2022; PERES, 2002)

5.1.1.3 Cromatografia em camada delgada

A cromatografia em camada delgada é uma técnica analítica sensível, rápida, simples e barata, sendo bastante utilizada nos laboratórios de química orgânica. Outra vantagem é que ela utiliza pequenas quantidades de material a ser separado

(WILLIAMSON, MASTERS, 2011). Diferente da cromatografia em papel, a cromatografia em camada delgada baseia-se na partição sólido-líquido (ENGEL, 2012).

Na cromatografia em camada delgada a fase estacionária é uma camada fina formada por um sólido finamente dividido e, geralmente, com caráter polar (como a sílica gel e a alumina) depositado sobre uma placa de vidro, plástico, alumínio ou outro suporte inerte (PERES, 2002; WILLIAMSON, MASTERS, 2011; ENGEL, 2012). O caráter eletropositivo do alumínio ou do silício e a eletronegatividade do oxigênio tornam esta fase estacionária muito polar. Portanto, quanto mais polares forem as moléculas a serem separadas, mais forte será a atração pela fase estacionária. Por outro lado, moléculas apolares tenderão a permanecer na fase móvel (WILLIAMSON, MASTERS, 2011).

A fase móvel pode ser um único solvente ou uma combinação de solventes. (WILLIAMSON, MASTERS, 2011) A fase móvel é geralmente menos polar que a fase estacionária, dissolvendo mais facilmente substâncias menos polares ou, até mesmo, apolares (ENGEL, 2012).

A cromatografia em camada delgada pode ser utilizada nas seguintes aplicações em um laboratório de química orgânica (WILLIAMSON, MASTERS, 2011; ENGEL, 2012):

- Determinar o número de componentes de uma mistura;
- Para determinar a identidade de duas substâncias;
- Para monitorar o progresso de uma reação;
- Determinar a eficácia de uma purificação;
- Para determinar as condições apropriadas para uma separação cromatográfica em coluna;
- Monitorar cromatografia em coluna.

Um dos parâmetros principais obtidos a partir da cromatografia em camada delgada é o fator de retenção (R_f), o qual é a razão entre a distância percorrida pelo composto em questão e a distância percorrida pela fase móvel (ENGEL, 2012; DEGANI, CASS, VIEIRA, 1998; AMORIM, 2019; BETTELHEIM, LANDESBERG, 2013):

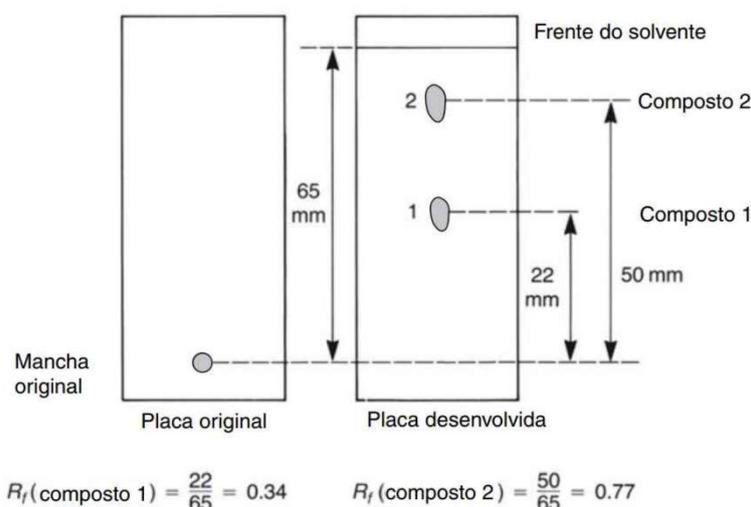
$$R_f = \frac{\text{distância percorrida pelo composto}}{\text{distância percorrida pelo solvente}}$$

Esse parâmetro é importante pois em condições específicas, um determinado composto percorrerá uma distância fixa relativa à distância que a frente de solvente percorrer (WILLIAMSON, MASTERS, 2011; ENGEL, 2012). Para calcular o valor de R_f de um determinado composto, meça a distância que o composto percorreu desde o ponto em que a mancha foi aplicada e a distância que o solvente percorreu a partir do ponto em que a mancha foi aplicada (Figura 2) (WILLIAMSON, MASTERS, 2011; ENGEL, 2012).

5.1.1.3 Cromatografia em coluna

Esta técnica é largamente utilizada para o isolamento de produtos naturais e para purificação de produtos de reações químicas (AMORIM, 2019). Ela baseia-se na capacidade de adsorção e na solubilidade dos compostos entre a fase móvel e a fase estacionária, tratando-se de uma técnica de partição sólido-líquido (ENGEL, 2012). Na cromatografia em coluna a mistura de compostos a ser separada é passada através de um

Figura 2. Como calcular o fator de retenção (R_f).



Fonte: Retirado de ENGEL, 2012.

tubo de vidro vertical (semelhante a uma bureta) preenchido com a fase estacionária, sendo a fase móvel coletada em pequenas frações (Figura 3) (BRONDANI, [s.d.]).

Um grande número de adsorventes têm sido utilizados na cromatografia em coluna, incluindo celulose, açúcar, amido e carbonatos inorgânicos; mas a maioria das separações emprega alumina $[(Al_2O_3)_x]$ ou sílica gel $[(SiO_2)_x]$ (ENGEL, 2012; DEGANI, CASS, VIEIRA, 1998; WILLIAMSON, MASTERS, 2011;). Esses adsorventes possuem diferentes tamanhos de partículas. Geralmente, o tamanho é fornecido em *mesh* e quanto maior o valor, menor o tamanho da partícula. Para cromatografia em coluna clássica utiliza-se partículas na faixa de 60-230 *mesh*, de forma a possibilitar um fluxo razoável do solvente através da coluna (DEGANI, CASS, VIEIRA, 1998; BRONDANI, [s.d.]). Quando a fase estacionária é a sílica gel, haverá melhor interação dos compostos polares com a fase estacionária, ficando estes mais retidos e sendo eluídos por último (BRONDANI, [s.d.]).

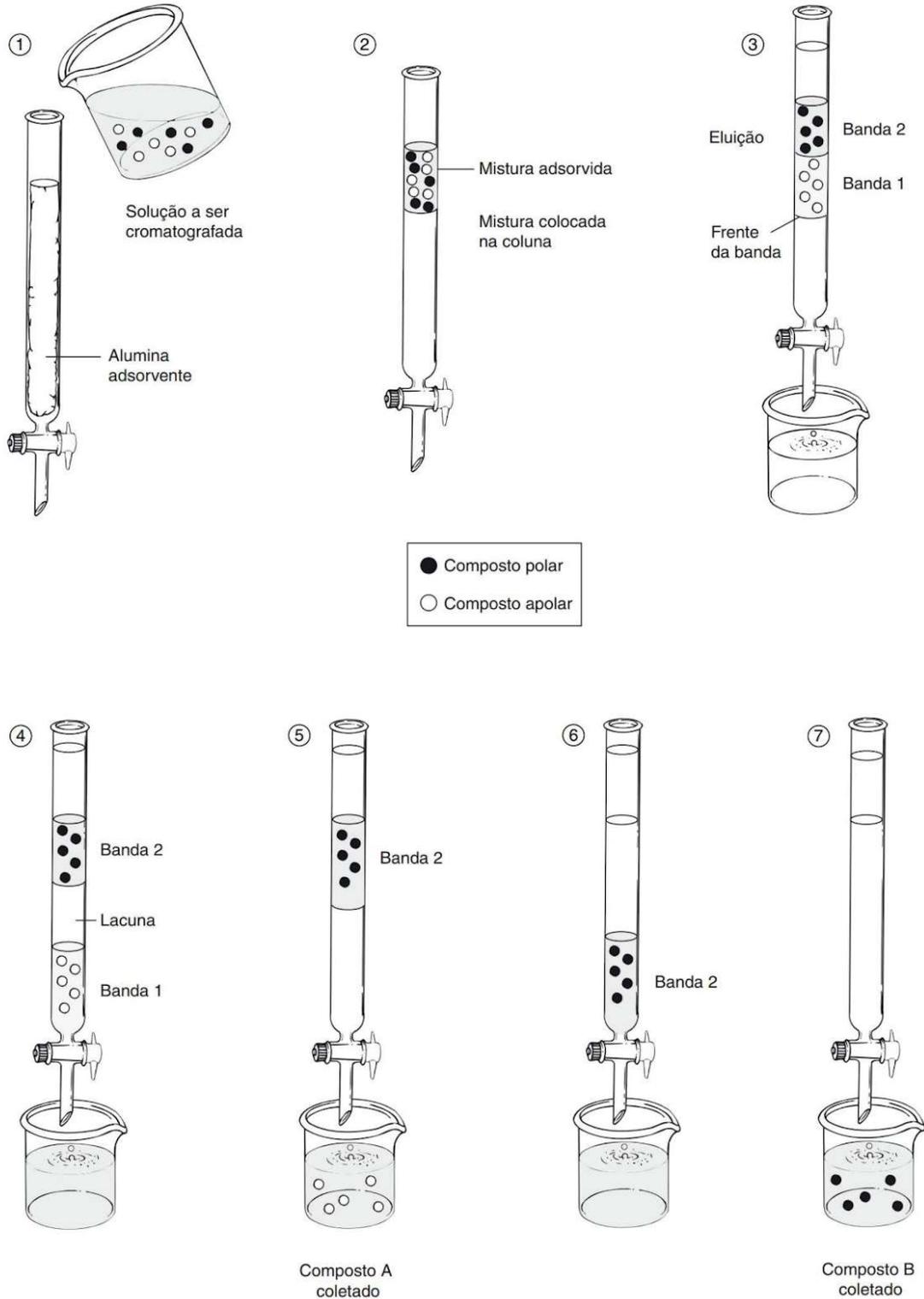
Os sistemas de solventes para utilização como fases móveis na cromatografia em coluna podem ser determinados a partir da cromatografia em camada delgada, da literatura científica ou experimentalmente (WILLIAMSON, MASTERS, 2011; BRONDANI, [s.d.]). Normalmente, no início da separação utiliza-se um solvente apolar ou de baixa polaridade, permitindo que os compostos sejam adsorvidos na fase estacionária; então a polaridade do solvente é lentamente aumentada para dessorver os compostos e permitir que eles se movam com a fase móvel. A polaridade do solvente deve ser alterada gradualmente, pois uma mudança repentina na polaridade do solvente poderá causar a evolução de calor à medida que a fase estacionária absorve o novo solvente, o que causará a vaporização do solvente, formando canais na coluna que reduzem severamente o seu poder de separação (WILLIAMSON, MASTERS, 2011).

A versatilidade de aplicações da cromatografia em coluna resulta dos muitos fatores que podem ser ajustados, incluindo (ENGEL, 2012):

- a escolha do adsorvente;
- a escolha da polaridade dos solventes;

- o tamanho da coluna (em comprimento e em diâmetro) relativo à quantidade de material a ser separado.
- a taxa de eluição (ou fluxo).

Figura 3. A separação de compostos através da cromatografia em coluna.



Fonte: Retirado de ENGEL, 2012.

5.2 Experimento: Cromatografia em papel e em camada delgada

5.2.1 Objetivos

Objetivo Geral:

Compreender os princípios básicos da cromatografia.

Objetivos Específicos:

- Conhecer as técnicas de cromatografia em papel e em camada delgada.
- Reconhecer o efeito dos solventes sobre a eluição e a separação dos compostos.
- Reconhecer o efeito da capilaridade no processo de eluição.

5.2.2 Materiais

Canetas esferográficas ou hidrográficas

Béqueres de 200 mL

Papel de filtro

Régua

Tesoura

Pipetas de Pasteur

Capilares de vidro

Sílica gel

Solução de azul de metileno

Solução de alaranjado de metila

Mistura de soluções de alaranjado de metila e azul de metileno

Etanol

Água destilada

5.2.3 Procedimento Experimental

5.2.2.1 Cromatografia em papel

- a. Recorte um retângulo de papel filtro de 20 cm x 8 cm. Utilizando uma régua, trace linhas retas, com um lápis, a 1,0 cm das extremidades do papel.
- b. Marque, com um lápis e em uma das extremidades maior, seis pontos equidistantes ao longo da reta, numerando-os de 1 a 6.
- c. Faça pequenos pontos com as canetas disponíveis.
- d. Enrole o papel na forma de um cilindro e coloque grampos para manter a forma de cilindro. Deixe um pequeno espaço ($\pm 1\text{mm}$) entre as duas extremidades de forma a não se tocarem.
- e. Prepare a cuba cromatográfica colocando etanol em um béquer de 200 mL. A altura do solvente não pode ser superior a 0,5 cm.
- f. Coloque o cilindro de papel no béquer contendo etanol.
- g. Cubra o béquer com uma placa de petri ou vidro relógio, para evitar a evaporação da mistura de solventes.
- h. Quando a linha do solvente atingir a marca superior no papel, remova-o do béquer. Remova os grampos e deixe-o secar naturalmente.

- i. Repita o mesmo procedimento utilizando como fase móvel a água e também uma mistura de etanol/água na proporção 1:1.
- j. Analise as diferenças entre as separações.

5.2.2.2 Cromatografia em camada delgada

5.2.2.2.1 Preparação das placas cromatográficas

- a. Separe duas lâminas de vidro de microscópio.
- b. Prepare uma suspensão espessa de sílica em diclorometano (ou clorofórmio) em um béquer de 50 mL.
- c. Quando a pasta resultante estiver homogênea, mergulhe na mistura as duas placas juntas, face a face, por um a dois segundos, retire-as e deixe-as secar ao ar.

5.2.2.2.2 Separação dos componentes de uma mistura

- a. Em um béquer de 200 mL coloque o etanol até cerca de 0,5 de cm de altura e feche-o com vidro de relógio ou placa de Petri.
- b. Separe 1 placa cromatográfica com sílica gel e marque levemente nas laterais menores da placa cromatográfica de sílica gel a altura de 1,0 cm.
- c. Aplique a amostra dos corantes na extremidade menor da placa, com o auxílio de um capilar de vidro: um ponto para cada corante nas laterais da placa e um ponto no centro contendo a mistura dos dois corantes. Cuidado para não depositar muito material em cada ponto (treine a deposição em um papel toalha).
- d. Espere secar e coloque a placa na cuba.
- e. Após a eluição, retire a placa da cuba cromatográfica, marque a frente do solvente e deixe-a secar.
- f. Calcule os R_f obtidos para cada indicador, utilizando uma régua para medir as distâncias percorridas pelo solvente e pelas manchas.
- g. Identifique os compostos separados usando seus valores de R_f .

5.2.4 Experimento para o Ensino Médio: Cromatografia em papel¹⁴

A cromatografia em papel pode ser facilmente adaptada para ser aplicada em sala de aula no Ensino médio. Como fase estacionária pode ser utilizado filtro de café e como cubas de eluição podem ser utilizados copos de vidro transparentes.

5.2.4.1 Materiais

Filtro de café sem uso

Copo de vidro transparente

Canetas hidrocor

Etanol 70 %

Água

5.2.4.2 Procedimento experimental

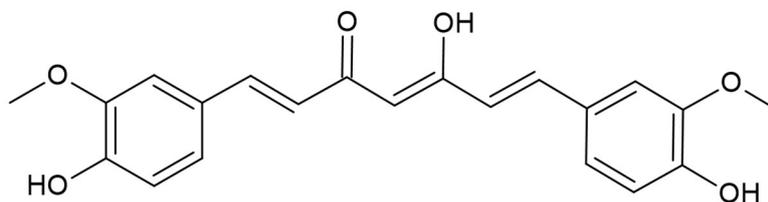
- a. Recorte 2 retângulos de papel filtro com 2 cm de largura e 6 cm de comprimento.

¹⁴ Adaptado de Magalhães (2016) e Cruz (2004).

- b. Em cada retângulo de papel filtro pinte uma marcação (●) com caneta hidrocor, a cerca de 2 cm da extremidade menor do papel filtro. Faça também uma marcação (●) usando caneta esferográfica. Use cores diferentes.
- c. Adicione 3 ml de álcool em um copo de vidro.
- d. Adicione ao outro copo de vidro 3 ml de água.
- e. Em seguida, adicione os papéis filtro em cada béquer ou copo descartável com álcool e água, de modo as marcações não entrem em contato direto com o líquido.
- f. Observe e anote o que está acontecendo no experimento, inclusive o tempo.

5.3 Experimento: Identificação da Cúrcuma em alimentos¹⁵

Um dos corantes naturais mais utilizados pela indústria alimentícia é proveniente do rizoma da espécie *Curcuma longa L.* (cúrcuma). Esse corante é composto majoritariamente pela curcumina:



A cúrcuma é uma especiaria amplamente utilizada na culinária, especialmente na cozinha indiana. Ela tem uma cor amarelo-dourada vibrante e é conhecida por seus potenciais benefícios à saúde, como propriedades anti-inflamatórias e antioxidantes.

5.3.1 Objetivos

Objetivo Geral:

Reconhecer a presença do corante cúrcuma em diferentes alimentos.

Objetivos Específicos:

- Conhecer a técnica de cromatografia em camada delgada.
- Compreender a utilização da cromatografia em camada delgada para a separação de misturas e identificação de compostos.
- Reconhecer o efeito da capilaridade no processo de eluição.

5.3.2 Materiais

Balança

Espátula

Béqueres de 100 mL

Placa de Petri ou vidro de relógio

Placas de sílica gel industrial em suporte de alumínio (6 x 4 cm) ou placas de sílica sobre suporte de vidro

Tubo capilar de vidro

Papel filtro

Câmara com lâmpada de luz negra¹⁶

Cúrcuma moída

Alimentos industrializados contendo cúrcuma na composição (como sopas desidratadas, caldo de galinha e de carne, temperos em pó para macarrão etc.)

Etanol 70%

Etanol absoluto

¹⁵ Adaptado de Fagundes (2018).

¹⁶ A câmara de luz negra pode ser confeccionada com materiais de baixo custo como uma alternativa à câmara de luz ultravioleta utilizada nos laboratórios para revelação de placas cromatográficas. A câmara pode ser construída utilizando uma caixa de papelão, uma lâmpada negra, bocal para acoplar a lâmpada e tomada (FAGUNDES, 2018).

Diclorometano

5.3.3 Procedimento Experimental

5.3.3.1 Extração dos pigmentos curcuminóides presentes nos alimentos

- a. Adicione-se a um béquer de 100 mL cerca de 4g de cúrcuma moída. Identifique o béquer.
- b. Repita o procedimento para os alimentos industrializados contendo cúrcuma. Identifique os béqueres.
- c. Adicione 20 mL de etanol 70% e agite levemente.
- d. Deixe a mistura em repouso por 10 minutos

5.3.3.1 Cromatografia em camada delgada

- a. Prepare uma mistura contendo 0,3 mL de etanol e 10 mL de diclorometano. Essa mistura será o eluente para a cromatografia em camada delgada.
- b. Prepare a cuba cromatográfica utilizando um béquer de 100 mL. Adicione de 2 a 3 mL da solução de etanol e diclorometano preparada previamente.
- c. Coloque um pedaço de papel adsorvente ao redor da parede interna do frasco.
- d. Tampe o frasco e deixe-o em repouso por cerca de 10 minutos.
- e. Com o auxílio de um tubo capilar de vidro, previamente limpo com etanol, aplique um dos extratos de alimentos e da cúrcuma a 1 cm da base da placa cromatográfica. Faça em seu caderno um esboço da placa cromatográfica, identificando os materiais depositados sobre a placa.
- f. Introduza a placa cromatográfica no béquer contendo o eluente, que deve ser tampado imediatamente.
- g. Após a eluição, retire a placa e aguarde a evaporação do solvente.
- h. Esboce em seu caderno as manchas presentes na placa cromatográfica após a eluição.
- i. Revele a placa cromatográfica aproximando-a da radiação de uma lâmpada de luz negra.

→ Outras opções de eluente são: diclorometano e metanol (95:5) e diclorometano e acetato de etila (7:3).

5.4 Experimento: Cromatografia em coluna

5.4.1 Objetivos

Objetivo Geral:

Compreender os princípios da cromatografia em coluna.

Objetivos Específicos:

- Conhecer as aplicações da cromatografia em coluna.
- Reconhecer as relações entre a cromatografia em coluna com a cromatografia em camada delgada.
- Realizar o empacotamento de uma coluna de sílica gel.
- Assimilar os efeitos dos diferentes solventes sobre a separação dos compostos presentes.

5.4.2 Materiais

Bureta de 25 mL

Béquer de 200 mL

Proveta de 25 mL

Bastão de vidro

Pipeta de pasteur

Lã de vidro ou algodão

Sílica gel

Clorofórmio (ou diclorometano)

Solução de alaranjado de metila

Solução de azul de metileno

Etanol

Solução de ácido acético 0,1 mol/L

Água destilada

5.4.3 Procedimento Experimental

5.4.2.1 Empacotamento da coluna

- a. Em um béquer de 200 mL, prepare uma suspensão contendo de 15 a 20 g de sílica gel em clorofórmio (ou diclorometano). Mexa a suspensão até obter uma pasta fluida, homogênea e sem bolhas de ar incluídas.
- b. Separe uma bureta de 25 mL e adicione um pequeno pedaço de lã de vidro ou algodão (do tamanho aproximado de uma ervilha) e com o auxílio de uma vareta de vidro, empurre-o para baixo próximo à torneira.
- c. Adicione 15–16 mL de clorofórmio (ou diclorometano) à bureta.
- d. Abra a torneira lentamente e deixe o solvente preencher a ponta da bureta. Feche a torneira.
- e. Despeje pasta fluida de sílica gel na bureta, de modo que ela sedimente aos poucos e de forma homogênea. Caso haja bolhas de ar oclusas na coluna, golpeie-a suavemente, de modo a expulsá-las.

f. Controle o nível do solvente abrindo ocasionalmente a torneira da coluna. Terminada a preparação, o nível de solvente (eluente) deve estar 1 cm acima do topo da coluna de alumina.

5.4.2.2 Separação dos componentes de uma mistura

a. Distribua homogeneamente sobre o topo da coluna de sílica gel, com auxílio de uma pipeta de pasteur ou conta-gotas, 1 a 3 mL de uma solução etanólica de alaranjado de metila e azul de metileno. A pipeta contendo a mistura de indicadores deve ser colocada próxima à superfície do solvente no topo da coluna. Tocando as paredes da bureta com a ponta da pipeta, deixe a mistura escorrer lentamente no topo da coluna. Abra ligeiramente a torneira da bureta.

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

c. Elua todo o alaranjado de metila com o etanol.

d. Elua, primeiro com água e depois com solução aquosa de ácido acético (se necessário), o azul de metileno retido na coluna.

5.4.4 Experimento para o Ensino Médio: Cromatografia no giz¹⁷

É possível simular uma cromatografia em coluna utilizando-se giz escolar como fase estacionária. A cromatografia em giz pode ser classificada como uma cromatografia líquido-sólido.

5.2.4.1 Materiais

Giz escolar

Canetas hidrocor de várias cores

Copo

Etanol 70%

5.2.4.2 Procedimento experimental

a. Em uma barra de giz escolar branco trace listras com a caneta hidrocor, circundando toda a barra e a cerca de 1,5 cm da base.

b. Em um copo, adicione etanol 70 % até 1 cm da base. Tampe o copo com uma tampa de vidro.

c. Coloque o giz dentro do copo, com cuidado para que o eluente não toque a listra pintada. O giz deve ficar na posição vertical.

d. Repita o procedimento com outra cor caneta hidrocor.

¹⁷ Adaptado de Paloschi (1998).

6 Extração da cafeína

6.1 Fundamentação teórica

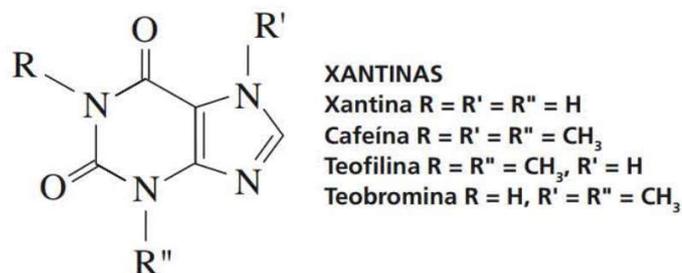
6.1.1 - A cafeína

As origens do consumo de bebidas e alimentos contendo cafeína são incertas. Há relatos de que o café foi descoberto por um pastor de cabras da Abissínia, que percebeu que suas cabras após comerem uma plantinha com bagas vermelhas apresentavam uma euforia incomum. Após ele mesmo experimentá-las descobriu-se o café. Os árabes iniciaram o cultivo do café e uma das primeiras descrições de seu uso está em um livro de medicina árabe, datado por volta do ano 900 d.C (ENGEL, 2012).

Há uma lenda sobre a descoberta do chá: o primeiro imperador chinês Shen Nung, que viveu há cerca de cinco mil anos, fervia a água para sua corte consumir. Um certo dia caíram algumas folhas de um arbusto água fervente, resultando no primeiro chá de muitos que seriam consumidos na China e no mundo (SANTOS, 2023).

Tanto o chá quanto o café possuem em sua composição a cafeína. A cafeína é um alcalóide, que é uma classe de compostos naturais contendo nitrogênio e que possui propriedades básicas (alcalina, portanto, alcalóide). O chá e o café não são as únicas fontes vegetais de cafeína, ela também pode ser encontrada na noz-de-cola, folhas de mate, sementes de guaraná e, em pequenas quantidades, cacau em amêndoas (ENGEL, 2012).

A cafeína pertence a família de compostos naturais chamados xantinas. As xantinas são, possivelmente, os mais antigos dos estimulantes conhecidos. A cafeína é a xantina com maior poder estimulante (ENGEL, 2012; BRENELLI, 2003).



Pequenas doses da cafeína (50–200 mg) podem aumentar o estado de alerta e reduzir a sonolência e a fadiga. Além disso, ela afeta a circulação sanguínea porque o coração é estimulado e os vasos sanguíneos relaxados (vasodilatação) e atua como diurético. No entanto, a cafeína também possui efeitos colaterais. Doses superiores a 200 mg podem resultar em insônia, inquietação, dores de cabeça e tremores musculares e o uso contínuo e intenso pode causar dependência física (BETTELHEIM, 2013).

Devido aos efeitos da cafeína no sistema nervoso central, algumas pessoas preferem tomar café descafeinado. A descafeinação reduz o teor de cafeína presente no café para valores entre 0,03% e 1,2%. A descafeinação pode ser feita por três métodos. Na descafeinação por contato direto, a cafeína é removida dos grãos de café por meio do contato dos grãos com um solvente orgânico (geralmente, cloreto de metileno). Durante a torrefação, todos os resíduos do solvente orgânico são removidos. Há a descafeinação pelo processo com água através da utilização de água quente e vapor para remover do

café a cafeína e outras substâncias solúveis. a cafeína também pode ser removida pelo processo de descafeinação por dióxido de carbono. Nesse processo, os grãos de café crus são umedecidos com vapor e água e, depois, são colocados em um extrator onde são tratados com gás de dióxido de carbono sob temperatura e pressão muito altas (ENGEL, 2012).

6.1.1 - A extração da cafeína

Os alcalóides formam sais solúveis em água quando tratados com ácidos. A cafeína encontrada nas plantas apresenta-se na forma livre ou combinada com taninos fracamente ácidos. Como a cafeína é solúvel em água, ela pode ser extraída dos grãos de café ou das folhas de chá com água quente. No entanto, junto com a cafeína, são extraídos outros inúmeros compostos orgânicos que dão o aroma característico ao chá e ao café. Entretanto, a presença desta mistura de compostos interfere na etapa de extração da cafeína com um solvente orgânico, provocando a formação de uma emulsão difícil de ser tratada. Para minimizar este problema utiliza-se durante a extração da cafeína das folhas de chá uma solução aquosa de carbonato de cálcio, pois o meio básico promove a hidrólise do sal de cafeína-tanino, aumentando assim o rendimento de cafeína extraída.

6.2 Experimento: Extração da cafeína do chá preto

6.2.1 Objetivos

Objetivo Geral:

Conhecer um procedimento de extração de um composto orgânico presente em plantas.

Objetivos Específicos:

- Compreender as diversas etapas do processo de extração da cafeína das folhas de chá.
- Reconhecer a importância da extração líquido-líquido para as separações de misturas.
- Compreender a diferença entre extrato bruto e purificado.
- Ser capaz de identificar a presença de contaminantes no extrato bruto e identificar algumas de suas causas.

6.2.2 Materiais

Proveta 50 e 100 mL

Béquer 100 mL

Erlenmeyer 250 mL

Funil de filtração

Funil de separação

Espátula

Termômetro

Bastão de vidro

Vidro de relógio

Papel alumínio

Chapa de aquecimento

Suporte universal e garra

Algodão

Banho de gelo

Chá preto

Carbonato de cálcio

Clorofórmio ou diclorometano

Acetona

Sulfato de sódio anidro

6.2.3 Procedimento Experimental

6.2.2.1 Extração

a. Em um erlenmeyer de 250 mL coloque 15,0 g de chá preto e adicione 150 mL de água destilada e 7,0 g de carbonato de cálcio ou (ou carbonato de sódio anidro).

b. Aqueça o conteúdo com o auxílio da chapa de aquecimento, mantendo uma fervura suave, por 20 min. Enquanto a mistura ferve, mantenha um vidro de relógio sobre o béquer.

- c. Filtre a mistura resultante ainda quente utilizando um funil de Buchner.
- d. Esfrie o filtrado em banho de gelo até alcançar entre 10 e 15 °C.

6.2.2.2 Extração da cafeína do filtrado

- a. Transfira o filtrado para o funil de separação e extraia a cafeína com 3 porções de 20 mL de clorofórmio ou diclorometano. A cada adição do clorofórmio tape o funil e agite suavemente perto da capela. Realize a agitação suavemente para evitar a formação de emulsão.
- b. Após a separação de fases, colete a fase inferior em um erlenmeyer de 250 mL.

6.2.2.3 Secagem da fase orgânica

- a. Adicione sulfato de sódio anidro ao erlenmeyer contendo as frações de diclorometano e agite a mistura.
- b. Filtre a mistura em um funil de vidro com filtro pregueado.
- c. Evapore todo o solvente até a secura do material, com o auxílio de um banho maria. Realize esta etapa na capela.
- d. Pese o béquer com o resíduo esverdeado de cafeína bruta e calcule a porcentagem de alcalóide no chá.

6.2.2.4 Recristalização

- a. Adicione ao béquer contendo a cafeína bruta 2 a 3 mL de acetona e aqueça em banho-maria. Retire do aquecimento e espere a formação do precipitado.
- b. Observe a formação de precipitado branco e a solução esverdeada (impurezas).
- c. Despreze o sobrenadante com as impurezas.

6.3 Experimento: Extração da cafeína de amostras solúveis em água¹⁸

6.3.1 Objetivos

Objetivo Geral:

Conhecer um procedimento de extração de um composto orgânico presente em amostras solúveis em água.

Objetivos Específicos:

- Compreender as diversas etapas do processo de extração da cafeína de uma amostra solúvel em água.
- Reconhecer a importância da extração líquido-líquido para as separações de misturas.
- Ser capaz de identificar a presença de impurezas no extrato e identificar algumas de suas causas.

6.3.2 Materiais

Béquer 500 mL

Proveta 100 mL

Erlenmeyer 125 mL

Funil de filtração

Funil de Buchner

Bomba de vácuo

Funil de separação

Espátula

Vidro de relógio

Papel alumínio

Chapa de aquecimento

Banho-maria

Suporte universal e garra

Fitinha de pH

Café ou mate instantâneo

Solução aquosa de óxido de magnésio – MgO 10 %

Solução aquosa de ácido sulfúrico – H₂SO₄ 0,1 mol/L

Solução aquosa de hidróxido de potássio - NaOH 0,1 mol/L

Diclorometano

Sulfato de sódio anidro – Na₂SO₄

6.3.3 Procedimento Experimental

a. Em um béquer de 500 mL, pese 10 g de café ou mate instantâneo e dissolva em cerca de 125 mL de água quente.

b. Deixe a solução esfriar um pouco e adicione 100 mL de uma solução de óxido de magnésio 10%.

¹⁸ Adaptado de Brenelli (2003).

- c. Agite a mistura resultante em banho-maria por cerca de 30 min.
- d. Retire a mistura do banho-maria e deixe esfriar.
- e. Filtre a suspensão a vácuo.
- f. Adicione ao filtrado cerca de 10 mL de uma solução de ácido sulfúrico 0,1 mol/L para acidificar o meio. Meça o pH com um papel indicador e, se necessário, adicione mais ácido sulfúrico até o pH ficar próximo de 1.
- g. Em uma placa de aquecimento e agitação, concentre o filtrado até a metade do seu volume original.
- h. Deixe a mistura esfriar até a temperatura ambiente.
- i. Extraia a mistura com 3 porções de 15 mL de diclorometano.
- j. Combine os extratos em um mesmo béquer.
- k. Aos extratos orgânicos combinados, adicione cerca de 8 mL de uma solução de hidróxido de potássio 0,1 mol/L.
- l. Transfira a mistura para um funil de separação e recolha a fase orgânica em um Erlenmeyer.
- m. Lave a fase aquosa básica com duas porções de 5 mL de diclorometano.
- n. Combine ambos os extratos orgânicos no mesmo Erlenmeyer e seque a fase orgânica com sulfato de sódio anidro.
- o. Filtre e evapore o diclorometano em um balão de 100 mL previamente tarado.

6.4 Experimento: Extração da cafeína do chá preto

6.4.1 Objetivos

Objetivo Geral:

Conhecer um procedimento de extração da cafeína de refrigerantes de cola utilizando-se a técnica de extração com solvente.

Objetivos Específicos:

- Reconhecer a presença da cafeína em refrigerantes de cola.
- Compreender as etapas da extração com solvente.
- Ser capaz de perceber a presença de cafeína em outras bebidas do dia a dia.

6.2.2 Materiais

Proveta de 10 e 50 mL

Béquer 50 mL

Funil de separação

Espátula

Termômetro

Bastão de vidro

Vidro de relógio

Papel alumínio

Chapa de aquecimento

Suporte universal e garra

Algodão

Banho de gelo

Chá preto

Carbonato de cálcio

Clorofórmio ou diclorometano

Acetona

Sulfato de sódio anidro

6.2.3 Procedimento Experimental

6.2.2.1 Extração

- a. Coloque em um funil de separação, 35 mL de refrigerante de cola
- b. Adicione 10 mL de clorofórmio.
- c. Agite o funil de separação suavemente por 10 minutos suavemente, liberando a pressão sempre que necessário.
- d. Extraia a camada inferior, contendo clorofórmio, para um béquer de 50 mL.
- e. Evapore o solvente com o auxílio de um banho-maria a 70 °C. Faça essa etapa na capela.
- f. Observe a formação de pequenos cristais de cafeína em forma de agulhas

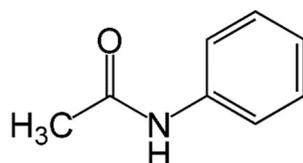
7 Síntese da acetanilida

7.1 Fundamentação teórica

7.1.1 A acetanilida

A acetanilida, também conhecida como *N*-fenilacetamida, é uma amida sintética com a fórmula química C_8H_9NO (Figura 1). É um derivado da anilina e apresenta-se como um sólido branco e cristalino e pouco solúvel em água. Tem um leve odor e um sabor ligeiramente amargo. Ela foi um dos primeiros analgésicos introduzidos no mercado, sendo usada como substituta para a morfina, com o nome registrado de Antifebrina. Quando ingerida, a molécula de acetanilida é convertida em um metabólito fenólico que possui ação antipirética (controla a febre) e analgésica (BEAL, 2018).

Figura 1. Estrutura da acetanilida.

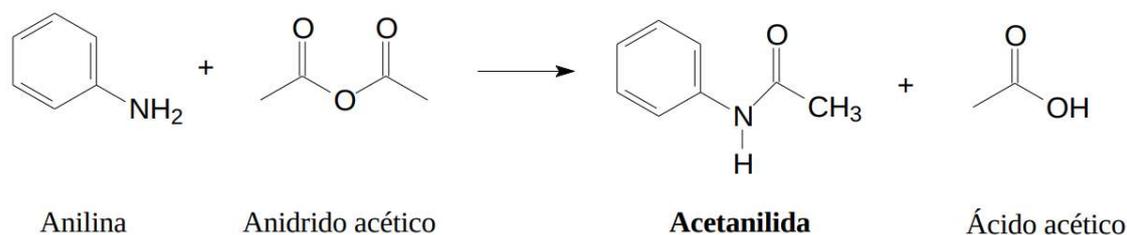


Fonte: A autora.

No corpo humano a acetanilida além de gerar o metabólito fenólico também gerava o composto aminobenzeno (ou anilida), que é altamente tóxico. Por isso, ela não é mais utilizada como medicamento. Ela foi totalmente substituída por seus derivados, como a Aspirina e o paracetamol (ou acetaminofeno), que tem efeitos terapêuticos semelhantes, mas com menor risco de causar metemoglobinemia (BEAL, 2018).

A acetanilida pode ser sintetizada através de uma reação de acetilação da anilina, com o ataque nucleofílico do grupo amino a um dos carbonos carbonílicos do anidrido acético, seguido de eliminação de ácido acético, que é um subproduto da reação (Figura 2).

Figura 2. Reação de formação da acetanilida.



Fonte: A autora.

A literatura relata que esta reação é dependente do pH, sendo necessário o uso de uma solução tampão (ácido acético/acetato de sódio em pH ~ 4,7). No entanto, já há procedimentos didáticos que não utilizam solventes (CUNHA, 2015).

7.1.2 Recristalização

A maioria das reações químicas realizadas em laboratório necessitam que seja realizada uma etapa final de purificação, adequada ao produto obtido. Para produtos sólidos é muito utilizada a técnica de recristalização, que envolve a dissolução do produto em um solvente a quente e sua recristalização neste solvente a frio. Esta técnica baseia-se nas diferenças de solubilidade do produto da reação e das impurezas em um determinado solvente a quente e a frio (ENGEL, 2012). O resultado final da recristalização é a obtenção de uma substância sólida mais pura e cristalina do que a amostra inicial. A acetanilida pode ser facilmente purificada utilizando-se a técnica de recristalização com carvão ativo.

As etapas envolvidas em um processo de recristalização são (ENGEL, 2012):

- Dissolução: A substância a ser purificada é dissolvida em um solvente a uma temperatura elevada. A escolha do solvente ideal é muito importante, uma vez que a substância deve ser mais solúvel a uma temperatura alta e menos solúvel a uma temperatura mais baixa.
- Filtração à quente: A solução quente é filtrada em um funil de vidro com papel pregueado para remover quaisquer impurezas sólidas insolúveis. Essas impurezas são retidas no filtro, enquanto a solução contendo a substância a ser purificada passa através dele.
- Resfriamento Lento: A solução filtrada é então resfriada lentamente. À medida que a temperatura diminui, a solubilidade da substância de interesse no solvente diminui. Isso leva à formação de cristais puros a partir da solução.
- Cristalização: Os cristais puros começam a se formar na solução à medida que ela esfria.
- Filtração a frio: Os cristais formados são separados da solução usando uma filtração a vácuo.
- Lavagem: Os cristais são geralmente lavados com um solvente frio para remover quaisquer impurezas adsorvidas em sua superfície.
- Secagem: Os cristais lavados são secos para remover qualquer vestígio de solvente.

Um solvente apropriado para a recristalização de uma determinada substância deve preencher os seguintes requisitos (ENGEL, 2012):

- a) Deve proporcionar uma fácil dissolução da substância que se deseja purificar em altas temperaturas;
- b) Deve proporcionar pouca solubilidade da substância que se deseja purificar em baixas temperaturas;
- c) Deve ser quimicamente inerte (ou seja, não deve reagir com a substância que se deseja purificar);
- d) Deve possuir um ponto de ebulição relativamente baixo (para que possa ser facilmente removido da substância recristalizada);
- e) Deve solubilizar mais facilmente as impurezas que a substância que se deseja purificar.

Em alguns casos, a combinação de diferentes solventes fornece uma melhor purificação.

7.2 Experimento: Síntese da acetanilida

7.2.1 Objetivos

Objetivo Geral:

Realizar uma reação de acetilação e realizar um procedimento de recristalização.

Objetivos Específicos:

- Conhecer as reações de acetilação.
- Assimilar as etapas da recristalização.
- Compreender a importância da recristalização para a purificação de compostos orgânicos.
- Reconhecer a presença de contaminantes na acetanilida bruta e identificar suas possíveis fontes.

7.2.2 Materiais

Funil de vidro

Funil de Buchner

Béqueres de 250 mL

Erlenmeyers de 250 mL

Pipetas volumétricas

Papel filtro

Chapa de aquecimento

Ácido acético glacial

Acetato de sódio anidro

Anilina

Anidrido acético

Carvão ativado

7.2.3 Procedimento Experimental

7.2.2.1 Síntese da acetanilida

- a. Pese 1,1 g de acetato de sódio anidro e transfira para um béquer de 250 mL.
- b. Na capela, adicione 4,0 mL de ácido acético glacial ao béquer contendo acetato de sódio.
- c. Adicione 3,5 mL de anilina e agite a mistura reacional.
- d. Em seguida, adicione 5,0 mL de anidrido acético, em pequenas porções.
- e. Após o fim da reação, despeje a mistura reacional em um béquer de 250 mL contendo 120 mL de água destilada.
- f. Resfrie a mistura em banho de gel.
- g. Filtre a mistura em um funil de Buchner e lave os cristais com água destilada gelada.

7.2.2.2 Recristalização:

- a. Em um erlenmeyer de 250 mL aqueça 100 mL de água destilada.
- b. Em outro erlenmeyer, coloque a acetanilida e algumas pérolas de vidro.

- c. Adicione, aos poucos, a água quente sobre a acetanilida até que esta seja totalmente dissolvida. Utilize a menor quantidade de água possível.
- d. Adicione 0,4 g de carvão ativado ao erlenmeyer contendo a acetanilida.
- e. Aqueça a mistura em uma chapa de aquecimento até a fervura. Deixe a mistura ferver por alguns minutos.
- f. Filtre a solução quente através utilizando o funil de vidro e papel filtro pregueado.
- g. Deixe o filtrado resfriar a temperatura ambiente.
- h. Filtre novamente a mistura em um funil de Buchner.

7.2.4 Experimento para o Ensino Médio: A reação de oxidação do etanol¹⁹

Os álcoois primários sofrem oxidação, gerando aldeídos e, dependendo da força do agente oxidante, ácidos carboxílicos. Neste experimento é realizada a reação de oxidação do etanol, que álcool primário, a ácido acético, utilizando permanganato de potássio em meio ácido como agente oxidante.

7.2.4.1 Materiais

Água

Permanganato de potássio - KMnO_4 ²⁰

Etanol

Solução aquosa de ácido sulfúrico – H_2SO_4 1 mol/L

Espátula

Béquer (ou copo de vidro)

Pipeta de Pasteur

Proveta graduada de 100 mL

Bastão de Vidro

7.2.4.2 Procedimento experimental

- a. Transfira cerca de 10 mL de etanol, com o auxílio da proveta, para o copo de vidro. Sinta o odor característico desta substância.
- b. Utilizando a proveta, transfira cerca de 10 mL de água destilada para o copo de vidro.
- c. Agite a solução utilizando o bastão de vidro.
- d. Colete com a espátula uma pequena quantidade de permanganato de potássio.
- e. Transfira o permanganato de potássio aos poucos para o copo enquanto se mantém a mistura sob agitação. A solução assumirá uma coloração púrpura.
- f. Utilizando a pipeta de Pasteur, adicione pouco menos de 1 mL da solução aquosa de ácido sulfúrico, gota a gota, para o copo contendo a mistura. Agite cuidadosamente a solução.
- g. Em alguns instantes será possível perceber um odor semelhante ao do vinagre.

¹⁹ Adaptado de Marques e Lima (2019).

²⁰ Pode ser comprado em farmácias.

7.3 Experimento: Preparação da *p*-nitroacetanilida a partir da acetanilida²¹

7.3.1 Objetivos

Objetivo Geral:

Realizar a conversão da acetanilida preparada anteriormente em *p*-nitroacetanilida.

Objetivos Específicos:

- Desenvolver os conceitos das reações de substituição eletrofílica aromática.
- Compreender o conceito de síntese multietapas.
- Assimilar os cuidados necessários ao se trabalhar com soluções oxidantes fortes.
- Conhecer outro tipo de recristalização.
- Reconhecer a presença de contaminantes na *p*-nitroacetanilida bruta e identificar suas possíveis fontes.

7.3.2 Materiais

Chapa de aquecimento

Banho de gelo

Balão de 125 mL

Béquer de 250 mL

Erlenmeyer de 250 mL

Funil de Büchner

Kitasato

Papel de filtro

Provetas de 10 e 25 mL

Suporte universal

Termômetro

Bomba de vácuo

Acetanilida (preparada na aula anterior)

Ácido acético glacial

Ácido nítrico concentrado

Ácido sulfúrico concentrado

Etanol

7.3.3 Procedimento Experimental

7.3.2.1 Preparação da *p*-nitroacetanilida

- a. Pese 3,0 g da acetanilida seca que foi preparada na aula anterior.
- b. Transfira a acetanilida para um balão de fundo redondo de 125 mL.
- c. Adicione 3,0 mL de ácido acético glacial. Agite bem.
- d. Acrescente, em pequenas porções, 5,0 mL de ácido sulfúrico concentrado. Agite a mistura.

²¹ Adaptado de Fátima e Alves (2009)

- e. Resfrie o sistema em um banho de gelo até que a temperatura esteja abaixo de 10 °C.
- f. Em um béquer de 20 mL prepare uma mistura de 2,0 mL de ácido nítrico concentrado e 1,5 mL de ácido sulfúrico concentrado. Prepare esta solução na capela e com muito cuidado, pois esta solução é altamente oxidante.
- g. Adicione em seguida, com cuidado e aos poucos, sem que ocorra aquecimento da solução, a mistura de ácido nítrico e ácido sulfúrico ao balão de fundo redondo.
- h. Agite ocasionalmente a mistura durante 15 minutos.
- i. Despeje-a mistura em um béquer de 250 mL contendo 50,0 mL de água gelada.
- j. Filtre o precipitado amarelo formado em um funil de Büchner.

7.2.2.2 Recristalização:

- a. Transfira a p-nitroacetanilida para um Erlenmeyer de 250 mL.
- b. Adicione 15 mL de etanol e aqueça a mistura em chapa de aquecimento e com agitação manual frequente, até que toda a p-nitroacetanilida se dissolva.
- c. Aguarde a formação de cristais. Caso não ocorra a formação de cristais, resfrie o sistema em banho de gelo).
- d. Filtre os cristais obtidos sob vácuo, utilizando funil de Büchner. Lave-os com água destilada gelada.

7.3 Experimento Alternativo: Síntese da acetanilida sem solvente²²

7.3.1 Objetivos

Objetivo Geral:

Realizar uma reação de acetilação e realizar um procedimento de recristalização.

Objetivos Específicos:

- Conhecer as reações de acetilação.
- Assimilar as etapas da recristalização.
- Compreender a importância da recristalização para a purificação de compostos orgânicos.
- Reconhecer a presença de contaminantes na acetanilida bruta e identificar suas possíveis fontes.

7.3.2 Materiais

Funil de vidro

Funil de Buchner

Béqueres de 250 mL

Erlenmeyer de 125 mL

Pipetas volumétricas

Papel filtro

Chapa de aquecimento

Ácido acético glacial

Acetato de sódio anidro

Anilina

Anidrido acético

Carvão ativado

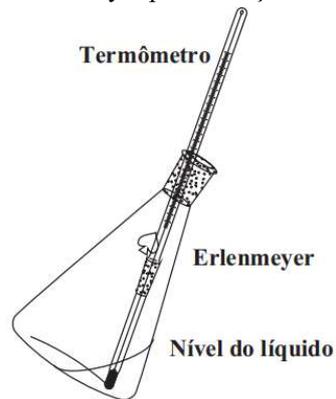
7.3.3 Procedimento Experimental

7.3.2.1 Síntese da acetanilida

- a. Em um Erlenmeyer de 125 mL adicione 4 mL de anilina.
- b. Introduza um termômetro no erlenmeyer de forma que o bulbo toque no fundo do recipiente e segure o frasco pelo gargalo, mantendo-o inclinado 30 graus durante todo o tempo e com o gargalo apontado para o lado oposto ao do operador (Figura 3).
- c. Meça a temperatura do líquido e anote.
- d. Adicione 2,5 mL de anidrido acético ao erlenmeyer.
- e. Agite suavemente erlenmeyer como um pêndulo, com movimentos de vai-e-vem, mantendo o bulbo do termômetro submerso no meio reacional.
- f. Anote a temperatura máxima atingida pela mistura reacional.
- g. Após a estabilização da temperatura reacional, resfrie a mistura até a temperatura ambiente e, em seguida, em banho de gelo.

²² Adaptado de Cunha (2015).

Figura 3. Como segurar o erlenmeyer para a reação de síntese da acetanilida.



Fonte: Adaptado de Cunha (2015)

7.3.2.2 Recristalização:

- a. Adicione ao erlenmeyer contendo a acetanilida precipitadas pequenas porções de água fervendo.
- b. Aqueça a mistura com o auxílio de uma chapa de aquecimento previamente aquecida.
- c. Se necessário, acrescente mais água quente e agite a mistura com movimentos circulares até total dissolução do sólido (o volume máximo de água utilizada deve ser 80 mL).
- d. Após a total dissolução do material, resfrie a mistura à temperatura ambiente e depois em banho de gelo por 20 minutos.
- e. Filtre a mistura em um funil de Buchner e lave o filtrado com água destilada gelada.

8 Síntese do acetato de isoamila

8.1 Fundamentação teórica

8.1.1 Os ésteres

Os ésteres são uma classe de compostos químicos derivados da esterificação de um ácido carboxílico utilizando-se álcoois. A fórmula geral de um éster é RCOOR' , onde R e R' representam grupos orgânicos que podem ser iguais ou diferentes.

Os ésteres são conhecidos por seus odores e sabores agradáveis e são responsáveis pelos aromas e sabores de muitas frutas, flores e óleos essenciais. Por essa razão, eles são muito utilizados na fabricação de perfumes e fragrâncias e na indústria alimentícia. A Tabela 1 apresenta alguns ésteres e seus odores característicos.

Tabela 1. Ésteres e seus odores característicos.

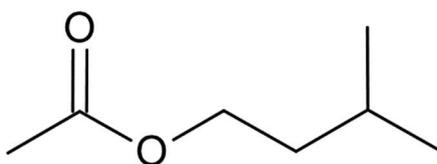
Éster	Odor característico
Acetato de isoamila	banana
Propionato de isobutila	rum
Butirato de etila	abacaxi
Acetato de octila	laranja
Antranilato de metila	uva
Acetato de benzila	pêssego
Acetato de n-propila	pera
Butirato de metila	maçã
Fenilacetato de etila	mel

Fonte: Engel (2012).

8.1.2 Acetato de isoamila

O acetato de isoamila, ou acetato de isopentila (Figura 1), tem um aroma agradável de banana madura, o que faz com que esse composto seja conhecido como óleo de banana.

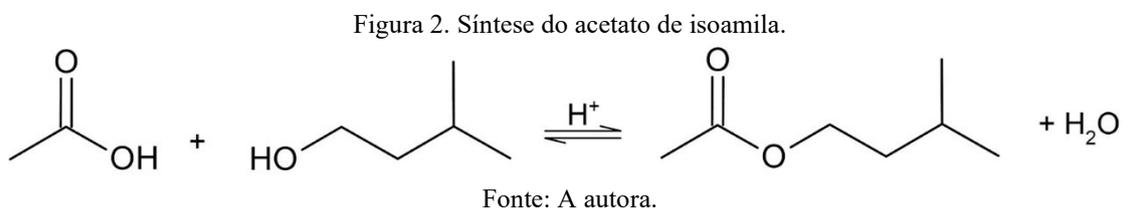
Figura 1. Estrutura do acetato de isoamila.



Fonte: A autora.

O acetato de isoamila também é idêntico a um componente do feromônio de alarme da abelha. Quando uma abelha operária pica um intruso, ela secreta, juntamente com o veneno da picada, o feromônio de alarme que é composto parcialmente de acetato de isoamila, o que provoca um ataque agressivo de outras abelhas contra esse intruso, formando um enxame em torno dele (ENGEL, 2012).

O acetato de isoamila é preparado através da reação de esterificação do ácido acético com o álcool isopentílico (também chamado de álcool isoamílico) (Figura 2). Como o equilíbrio não favorece a formação do éster, é necessário deslocar o equilíbrio para a direita, no sentido de formação do produto, utilizando-se excesso de um dos reagentes. Como o ácido acético é mais barato que o álcool isopentílico e é mais facilmente removido da mistura reacional, ele é utilizado em excesso (ENGEL, 2012). Também é utilizado um ácido como catalisador para a reação.



Essa reação deve ser realizada em meio ácido. O ácido atua como catalisador da reação e também mantém o ácido carboxílico em sua forma ácida, tornando possível sua reação com o nucleófilo.

Após o final da reação, o isolamento do éster é feito através de uma extração líquido-líquido com água e bicarbonato de sódio aquoso, para a retirada das substâncias ácidas e das impurezas presentes no meio reacional.

8.2 Experimento: Síntese do acetato de isoamila

8.2.1 Objetivos

Objetivo Geral:

Realizar uma reação de esterificação, utilizando-se a técnica de refluxo.

Objetivos Específicos:

- Reconhecer a presença e importância dos ésteres em nosso cotidiano.
- Conhecer as reações de esterificação.
- Compreender a necessidade de utilização do refluxo em algumas reações orgânicas.
- Identificar o tipo de separação que será realizado para obter-se o produto bruto.

8.2.2 Materiais

Balão de fundo redondo de 250 mL

Condensador

Funil de vidro

Funil de separação de 125 mL

Béquer de 50 mL

Béquer de 100 mL

Proveta de 50 mL

Pipeta volumétrica

Pérolas de vidro

Papel filtro

Manta de aquecimento

Ácido acético glacial

Ácido sulfúrico concentrado

Álcool isopentílico

Sulfato de sódio anidro

Solução aquosa saturada de bicarbonato de sódio

8.4.3 Procedimento Experimental

- a. Monte a aparelhagem de refluxo, utilizando um balão de fundo redondo de 250 mL e um condensador refrigerado à água e utilizando uma manta de aquecimento como fonte de calor.
- b. Pese uma proveta vazia, com capacidade de 50 mL e anote sua massa. Coloque 20,0 mL de álcool isopentílico na proveta e refaça a pesagem para determinar a massa de álcool.
- c. Transfira o álcool isopentílico para o balão de fundo redondo da aparelhagem de refluxo.
- d. Utilizando a mesma proveta, meça aproximadamente 28,0 mL de ácido acético glacial e adicione ao balão de reação contendo álcool.
- e. Na capela, adicione cuidadosamente 4 mL de ácido sulfúrico concentrado ao balão reacional e agite o balão reacional com cuidado.

- f. Adicione pérolas de vidro ao balão e conecte-o ao sistema de refluxo.
- g. Inicie a circulação da água no condensador e aqueça a mistura até a fervura.
- h. Mantenha a mistura reacional sob refluxo por 60 minutos.
- i. Desligue o aquecimento e deixe a mistura esfriar à temperatura ambiente.
- j. Transfira a mistura reacional para um funil de separação de 125 mL.
- k. Adicione 30 mL de água, tampe o funil e agite misturando as fases. Lembre-se de liberar a pressão do funil de separação.
- l. Remova a fase aquosa do funil de separação.
- m. Lave a camada orgânica com duas porções de 20 mL de solução saturada de bicarbonato de sódio.
- n. Seque a fase orgânica com sulfato de sódio.
- o. Pese um béquer de 50 mL e anote sua massa.
- p. Filtre a fase orgânica em um funil de vidro com filtro pregueado e colete a fase orgânica no béquer pesado anteriormente e determine a massa de éster obtida.

8.4.4 Experimento para o Ensino Médio: Preparação de vinagre e a importância dos microorganismos²³

As reações de fermentação são muito importantes em nosso dia a dia. O vinagre pode ser produzido a partir de uma reação de fermentação, partindo-se do suco de maçã.

8.4.4.1 Materiais

Suco (fresco e natural) de maçã

Açúcar

Fermento biológico

Pedaço de pano

Copo de vidro transparente

Colher de sopa

Espátula (ou colher de chá)

8.4.4.2 Procedimento experimental

- a. Coloque o suco de maçã no copo de vidro até a metade do volume.
- b. Adicione ao copo uma colher de açúcar e uma ponta de fermento biológico e mexa a mistura.
- c. Cubra o copo com um pano e deixe o conjunto fermentando, em repouso, por vários dias. Ao longo dos dias, observe as mudanças que ocorrem.

²³ Adaptado de Santos *et al* (2021).

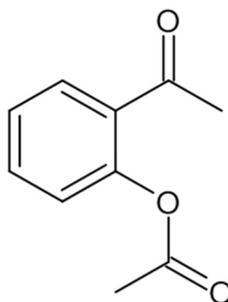
9 Síntese do ácido acetilsalicílico

8.1 Fundamentação teórica

9.1.1 O ácido acetilsalicílico

Durante muitos séculos, o alívio da dor e da febre era obtido mastigando as folhas ou a casca do salgueiro. Por volta de 1800, os químicos descobriram que a salicina era o agente responsável pelo alívio da dor. Entretanto, o corpo converte a salicina em ácido salicílico, que causa irritação da mucosa do estômago. Em 1899, a empresa química Bayer, na Alemanha, produziu um éster do ácido salicílico através da reação com ácido acético, chamado ácido acetilsalicílico (Figura 1), que é menos irritante para a mucosa gástrica (TIMBERLAKE, 2014). O ácido acetilsalicílico também é conhecido por aspirina: “a” para acetil, “spir” para a flor *spiraea* que também contém ácido salicílico, e “ina”, que era um final comum para drogas naquela época (BRUICE, 2006b).

Figura 1. Estrutura química do ácido acetilsalicílico.



Fonte: A autora.

O ácido acetilsalicílico é um medicamento amplamente utilizado com propriedades analgésicas, anti-inflamatórias e antipiréticas. É usado para tratar uma variedade de condições médicas, como dores de cabeça, febre, dores musculares, dores articulares e diversas formas de inflamação ((BETTELHEIM, 2013; TIMBERLAKE, 2014). Ele atua bloqueando a ação de substâncias químicas no corpo que estão envolvidas na resposta inflamatória, dor e febre. Também pode ajudar a prevenir a formação de coágulos sanguíneos e reduzir a agregação plaquetária, o que é útil na prevenção de doenças cardiovasculares (BRUICE, 2006b).

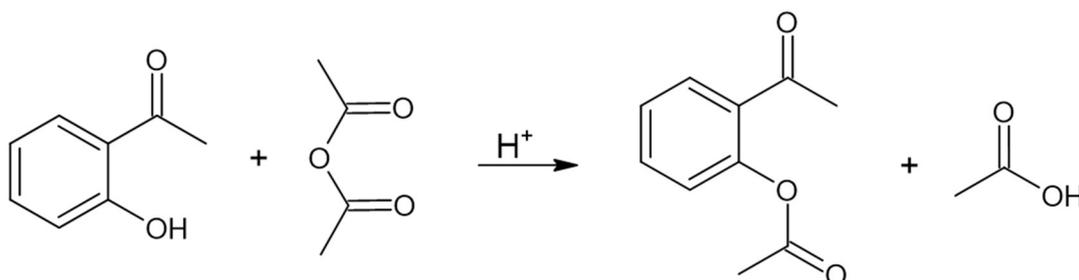
9.1.2 Síntese do ácido acetilsalicílico

O ácido acetilsalicílico pode ser preparado através da reação entre o ácido salicílico e o anidrido acético (Figura 2). Nesta reação, o grupo hidroxila (-OH) do anel benzênico do ácido salicílico reage com a carbonila do anidrido acético para formar grupo funcional éster, através de uma reação de esterificação. Para que essa reação ocorra com uma velocidade razoável é necessário a presença de um catalisador ácido (ENGEL, 2012).

O ácido acetilsalicílico obtido será purificado através de uma cristalização. Para aumentar a pureza do material obtido será realizada a recristalização do sólido obtido.

Para evitar a decomposição do ácido acetilsalicílico utiliza-se uma mistura de etanol/água ou acetato de etila (ENGEL, 2012).

Figura 2. Obtenção do ácido acetilsalicílico através da reação entre ácido salicílico e anidrido acético.



Fonte: A autora.

9.1.3 Pureza do ácido acetilsalicílico

A avaliação da presença de ácido salicílico não reagido na amostra bruta e recristalizada pode ser detectada através do teste com uma solução de cloreto de ferro(III). O íon Fe³⁺ reage com os grupos fenóis, gerando complexos com coloração roxa. Como o ácido salicílico possui um grupo fenol em sua estrutura, se houver a presença de ácido salicílico nas amostras analisadas, a solução adquirirá uma coloração roxa (BETTELHEIM, 2013; TIMBERLAKE, 2014).

Este teste também pode ser usado para determinar a pureza da aspirina preparada comercialmente, pois a aspirina pode se decompor, produzindo ácido salicílico e ácido acético (TIMBERLAKE, 2014).

9.2 Experimento: Síntese do ácido acetilsalicílico

9.2.1 Objetivos

Objetivo Geral:

Realizar a reação de esterificação do ácido salicílico.

Objetivos Específicos:

- Reconhecer o tipo de reação que ocorre entre o ácido salicílico e o anidrido acético.
- Conhecer outra técnica de cristalização.
- Realizar um teste de pureza do produto obtido.

9.2.2 Materiais

Erlenmeyer de 125 mL

Funil de Buchner

Tubos de ensaio

Banho maria

Chapa de aquecimento

Ácido salicílico

Anidrido acético

Ácido sulfúrico concentrado (ou ácido fosfórico 85%)

Solução aquosa de cloreto férrico 1 %

Etanol 99% ou acetato de etila

9.2.3 Procedimento Experimental

9.2.3.1 Síntese do ácido acetilsalicílico (AAS)

- a. Pese 2 g de ácido salicílico e transfira para um frasco de erlenmeyer com capacidade de 125 mL.
- b. Adicione ao erlenmeyer 5 mL de anidrido acético e 5 gotas de ácido sulfúrico concentrado (ou ácido fosfórico 85%).
- c. Agite o frasco delicadamente até que todo o ácido salicílico se dissolva.
- d. Aqueça a mistura reacional em banho-maria (por volta de 50 a 60 °C) por cerca de 15 minutos.
- d. Deixe a mistura reacional resfriar a temperatura ambiente. Se com o resfriamento não houver a formação dos cristais de ácido acetilsalicílico, raspe a parede do frasco com um bastão de vidro e esfrie a mistura em um banho de gelo.
- e. Depois que a cristalização do ácido acetilsalicílico tiver ocorrido, adicione 50 mL de água gelada e esfrie a mistura em banho de gelo.
- f. Filtre a mistura reacional em um funil de Buchner. Lave o filtrado com pequenas porções de água gelada.
- g. Transfira cerca de 20 mg do produto reacional para um tubo de ensaio limpo. Identifique o tubo e reserve.

9.2.3.2 Purificação do ácido acetilsalicílico (AAS)

9.2.3.2.1 Com EtOH/H₂O:

- Transfira o sólido obtido para um béquer de 50 mL.
- Adicione cerca de 5 a 10 mL de etanol e aqueça a mistura (50 a 60 °C) até a completa dissolução. Se necessário, adicione pequenas porções de etanol, para auxiliar na formação de uma solução saturada.
- Após resfriar a mistura, adicione água lentamente (até começar a turvar), e deixe o sistema em repouso durante alguns minutos. Se não ocorrer a formação de cristais, resfrie com um banho de gelo e água (5 a 10 °C).
- Filtre a mistura em um funil de Buchner.

9.2.3.2.2 Com AcOEt:

- Transfira o sólido obtido para um béquer de 50 mL.
- Dissolva o ácido acetilsalicílico em uma quantidade mínima de acetato de etila quente (não mais que 2- 3 mL).
- Aqueça a mistura lenta e continuamente em uma placa de aquecimento.
- Deixe a mistura resfriar a temperatura ambiente. Se o ácido acetilsalicílico não precipitar, remova parte do solvente acetato de etila para concentrar e esfrie a solução em água gelada e raspe a parte interior do béquer com um bastão de vidro.
- Filtre a mistura em um funil de Buchner e lave o béquer com um pouco de acetato de etila.

9.2.3.3 Teste de pureza do ácido acetilsalicílico

- Transfira cerca de 20 mg do ácido acetilsalicílico recristalizado para um tubo de ensaio.
- Adicione 1 gota de solução de cloreto férrico ao tubo contendo ácido acetilsalicílico sem recristalizar e ao tubo contendo ácido acetilsalicílico recristalizado.

9.2.4 Experimento para o Ensino Médio: As funções orgânicas e medicamentos²⁴

A grande maioria dos medicamentos são compostos por moléculas orgânicas, contendo diversas funções orgânicas em sua estrutura. É possível realizar testes de funções orgânicas com reagentes que podem ser obtidos facilmente.

No teste de cloreto férrico, o surgimento de coloração púrpura/violeta indica a presença de grupos fenóis. No teste de bicarbonato de sódio

9.2.4.1 Materiais

Tubos de ensaios

Conta-gotas ou pipetas de Pasteur

Solução aquosa de cloreto de ferro (III) – FeCl₃ 3%

Solução aquosa de bicarbonato de sódio – NaHCO₃ 1 mol/L²⁵

Medicamento contendo paracetamol, de preferência em suspensão oral

Medicamento contendo ácido acetilsalicílico, de preferência em suspensão oral

²⁴ Adaptado de Pazinato et al (2012).

²⁵ O bicarbonato de sódio pode ser adquirido em mercados.

9.2.4.2 Procedimento experimental

- a. Numere seis tubos de ensaio de 1 a 6.
- b. Adicione 1 mL de água nos tubos de ensaio.
- c. Nos tubos de ensaio 2 e 3 adicione 5 gotas do medicamento contendo paracetamol.
- d. Nos tubos de ensaio 5 e 6 adicione 5 gotas do medicamento contendo ácido acetilsalicílico.
- d. Nos tubos de 1 a 3 adicione 2 gotas de solução de cloreto férrico.
- e. Nos tubos de 4 a 6 adicione 5 gotas de solução de bicarbonato de sódio.

10 Saponificação

10.1 Fundamentação teórica

10.1.1 A história dos sabões

A história dos sabões remonta a tempos antigos, com evidências do uso de substâncias semelhantes a sabão datando de cerca de 2800 a.C. em antigas civilizações como a Babilônia. No entanto, o sabão, como o conhecemos hoje, passou por várias transformações ao longo dos séculos. Os sumérios eram conhecidos por usar uma mistura de gordura e cinzas para fazer uma substância semelhante a sabão. Os egípcios também desenvolveram métodos de limpeza usando uma mistura de óleo de oliva e cinzas. Os romanos antigos, por sua vez, usavam uma mistura de gordura e cinzas de animais para criar um sabão primitivo.

Durante a Idade Média, o conhecimento sobre a fabricação de sabão se perdeu em grande parte na Europa. No entanto, em algumas áreas, como Espanha e Itália, a produção de sabão continuou. Com o Renascimento, houve um ressurgimento do interesse nas artes e ciências e o conhecimento sobre a produção de sabão se espalhou novamente. No século XVII, o sabão começou a ser produzido em grande escala na Inglaterra.

A Revolução Industrial trouxe avanços significativos na fabricação de sabão. A introdução de ingredientes como soda cáustica e processos de saponificação mais eficientes levou à produção em massa de sabões. Durante o século XX, houve uma evolução significativa na formulação de sabões, com a introdução de detergentes sintéticos na década de 1930. Isso marcou uma mudança importante na indústria de produtos de limpeza.

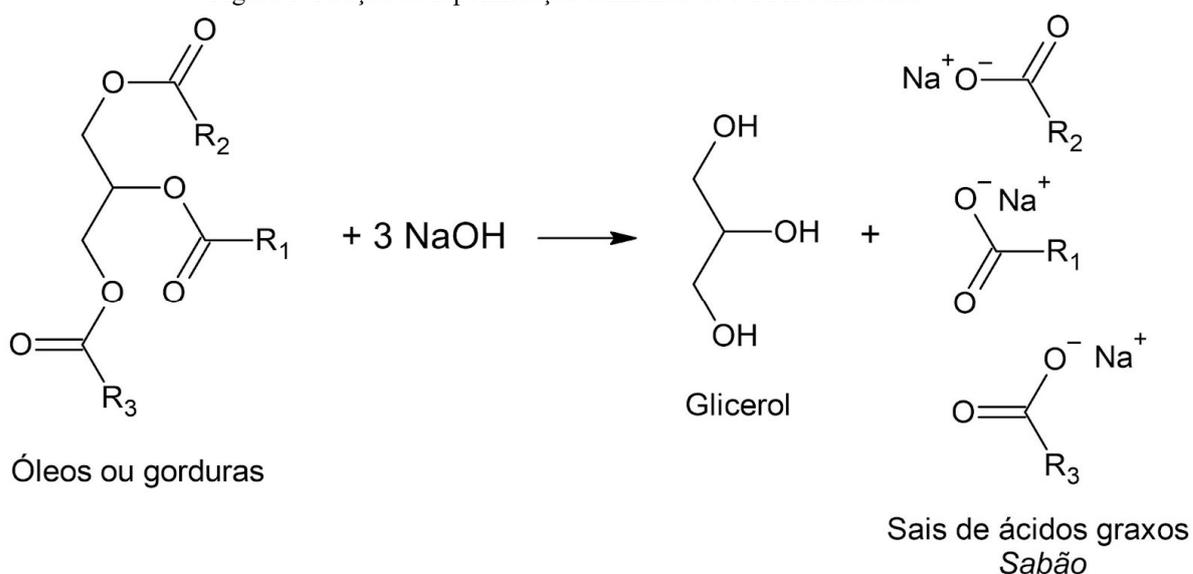
Hoje, a produção de sabões é uma indústria global que utiliza uma variedade de ingredientes, desde os tradicionais à base de gordura e soda cáustica até os detergentes sintéticos. Além disso, a crescente preocupação com a sustentabilidade levou ao desenvolvimento de sabões e detergentes ecologicamente corretos, com fórmulas mais amigáveis ao meio ambiente.

10.1.2 A saponificação

Sabões são produzidos geralmente através da reação entre gorduras ou óleos e uma base, como a soda cáustica (hidróxido de sódio) ou potassa (hidróxido de potássio), em um processo chamado de saponificação (proveniente da palavra latina para sabão: *sapo*). Dessa forma, os sabões são formados por sais de sódio ou potássio de um ácido graxo de cadeia longa (geralmente de 12 a 18 carbonos) (BETTELHEIM, 2013; TIMBERLAKE, 2014; BRUICE, 2006b).

A saponificação ocorre quando uma gordura é aquecida na presença de uma base forte, como o hidróxido de sódio, para formar o glicerol e os sais de sódio dos ácidos graxos, que é o sabão (Figura 1). Quando é utilizado NaOH como base, é produzido um sabão sólido que pode ser moldado no formato desejado; por outro lado, quando utiliza-se KOH produz-se um sabão mais macio ou, até mesmo, líquido. Os óleos poliinsaturados produzem sabões mais macios (TIMBERLAKE, 2014).

Figura 1. Reação de saponificação utilizando-se NaOH como base.



Fonte: A autora.

10.1.3 Como os sabões agem?

As moléculas de sais de ácido graxo têm propriedades anfífilas: a extremidade carboxilato de sódio ou potássio é iônica e muito solúvel em água (ou seja, hidrofílica), mas não é solúvel em óleos ou graxas (lipofóbica). No entanto, a cadeia carbônica longa não é solúvel em água (ou seja, hidrofóbica), mas é solúvel em substâncias apolares, como óleo ou graxa (lipofílica) (TIMBERLAKE, 2014).

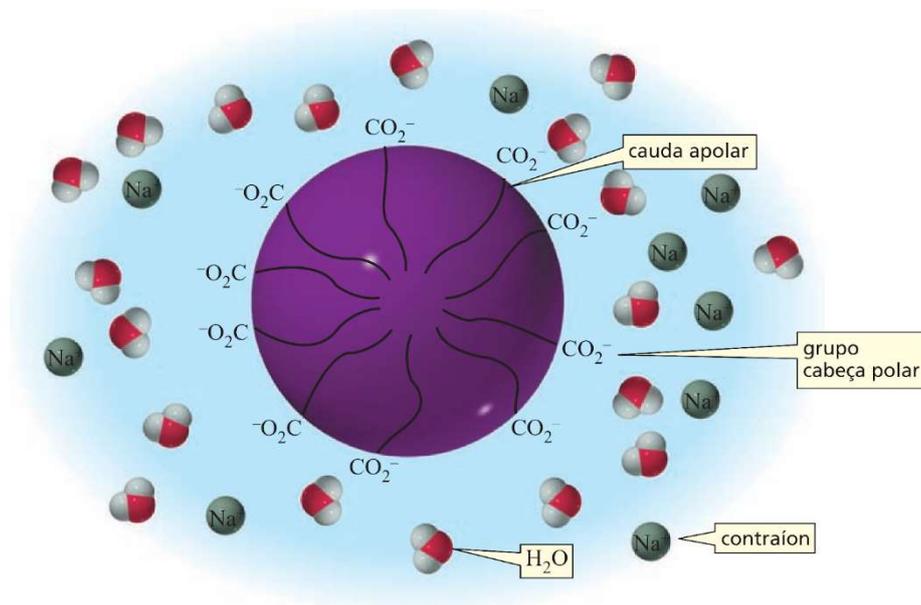
Os sais de ácido graxo não existem como íons individuais em solução aquosa. Eles se organizam em aglomerados esféricos chamados de micelas, que contém de 50 a 100 íons carboxilatos de cadeia longa (Figura 2). Nas micelas, a parte polar e hidrofílica está apontada para fora, em direção a água, enquanto a parte hidrofóbica ocupa o interior do agregado (BRUICE, 2006b). Quando o sabão é usado, as caudas de hidrocarbonetos das moléculas de ácido graxo interagem com as gorduras e óleos apolares que acompanham a sujeira. Como resultado, pequenos agregados de óleo e gordura revestidos com moléculas de sabão são puxados para a água e enxaguados (TIMBERLAKE, 2014). Assim, o sabão atua como um agente emulsificante, uma substância usada para dispersar um material (moléculas de óleo ou de gordura) na forma de partículas ou gotículas finamente suspensas em outro líquido (água) (BETTELHEIM, 2013).

10.1.4 Sabões e detergentes

O sabão tem sido amplamente substituído por detergentes sintéticos durante as últimas duas décadas, porque o sabão tem duas sérias desvantagens. Uma delas é que em água dura (alta concentração de minerais), os grupos carboxilato dos sais de ácidos graxos reagem com os íons Ca^{2+} , Fe^{3+} ou Mg^{2+} e formam uma substância insolúvel, tornando o sabão ineficaz para a remoção de gorduras (BETTELHEIM, 2013; TIMBERLAKE, 2014; BRUICE, 2006b).

Os detergentes (do latim *detergere*, que significa limpar) são agentes de limpeza sintéticos, contendo são sais de ácidos benzenossulfônicos, que não formam agregados em água dura. Um detergente típico é o lauril sulfato de sódio. Para evitar que detergentes poluam rios e lagos, os detergentes atualmente devem conter grupos alquil de cadeia linear (TIMBERLAKE, 2014; BRUICE, 2006b).

Figura 2. Formação de micelas em meio aquoso.



Fonte: Retirado de BRUICE, 2006b.

10.2 Experimento: Fazendo sabão e testando a dureza da água²⁶

10.2.1 Objetivos

Objetivo Geral:

Produzir sabão a partir de óleos vegetais.

Objetivos Específicos:

- Reconhecer a importância dos sabões em nosso cotidiano.
- Compreender que as reações de saponificação são reações de esterificação.
- Conhecer os efeitos de sais nas propriedades dos sabões.

9.2.2 Materiais

Béquer de 50 mL

Erlenmeyer de 250 mL

Tubos de ensaio

Bastão de vidro

Funil de Buchner

Banho-maria

Fitinhas de pH

Óleo vegetal

Etanol

Solução aquosa de hidróxido de sódio 25%

Solução aquosa saturada de cloreto de sódio

Solução aquosa de cloreto de cálcio 5%

Solução aquosa de cloreto de magnésio 5%

Solução aquosa de cloreto de ferro(III) 5%

7.4.3 Procedimento Experimental

10.2.2.1 Produção de sabão

- a. Adicione 23 mL de óleo vegetal a um erlenmeyer de 250 mL.
- b. Adicione 20 mL de etanol (para atuar como solvente).
- c. Adicione, com cuidado, 20 mL de solução de hidróxido de sódio 25%.
- d. Agite a mistura constantemente com um bastão de vidro.
- e. Aqueça o erlenmeyer com seu conteúdo suavemente em banho-maria fervente.
- f. Após aquecimento durante cerca de 20 minutos, o odor de álcool desaparecerá, indicando o término da reação. Deve-se obter uma massa pastosa contendo uma mistura de sabão, glicerol e excesso de hidróxido de sódio.
- g. Use um banho de água gelada para resfriar o frasco com seu conteúdo.
- h. Para precipitar o sabão, adicione 150 mL de uma solução aquosa saturada de cloreto de sódio à mistura de sabão enquanto agita vigorosamente. Este processo aumenta a densidade da solução aquosa; portanto, o sabão irá flutuar para fora da solução aquosa.

²⁶ Adaptado de BETTELHEIM, 2013.

i. Filtrar o sabão precipitado com auxílio de um funil de Buchner e lave o material com 10 mL de água gelada

10.2.2.2 Reações com água dura

- a. Coloque cerca de um terço da espátula do sabão que você preparou em um béquer de 50 mL contendo 25 mL de água.
- b. Aqueça o béquer com o seu conteúdo em um banho-maria para dissolver o sabão.
- c. Numere cinco tubos de ensaio.
- d. Adicione 5 mL da solução de sabão em cada um dos cinco tubos de ensaio numerados.
- e. Ao tubo número 1, adicione 2 gotas de solução aquosa de cloreto de cálcio 5%.
- f. Ao tubo 2, adicione 2 gotas de solução aquosa de cloreto de magnésio a 5%.
- g. Ao tubo 3, adicione 2 gotas de solução de solução aquosa de cloreto de ferro(III) a 5%.
- h. Ao tubo 4 adicione água da torneira.
- i. O tubo número 5 será utilizado como padrão.
- j. Observe o comportamento de misturas. Explique as suas observações.

10.2.2.2 Teste de alcalinidade

- a. Meça o pH da solução presente no tubo número 5 do item anterior. Qual é o pH aproximado da sua solução de sabão? Como você explica essa faixa de pH?

10.3 Experimento: Produção de sabão com óleo usado²⁷

10.3.1 Objetivos

Objetivo Geral:

Produzir sabão a partir de óleos vegetais.

Objetivos Específicos:

- Reconhecer a importância dos sabões em nosso cotidiano.
- Compreender que as reações de saponificação são reações de esterificação.
- Conhecer os efeitos de sais nas propriedades dos sabões.

10.3.2 Materiais

Bandeja pequena de plástico

Béquer de 500 mL (ou pote de vidro de 500 mL)

Copos de plástico de 50 mL

Espátula (ou colher)

Vidro de relógio

Bastão de vidro (ou espátula grande)

Proveta de 100 mL

Balança

Tubos de ensaio

Banho-maria

Fitinhas de pH

Óleo vegetal usado e filtrado.

Hidróxido de sódio (ou soda cáustica) - NaOH

Desinfetante comercial aromatizado.

Água destilada.

Solução aquosa de cloreto de cálcio 5%

Solução aquosa de cloreto de magnésio 5%

Solução aquosa de cloreto de ferro(III) 5%

10.4.3 Procedimento Experimental

10.3.2.1 Produção de sabão

- a. Pese 50 g de hidróxido de sódio (ou soda cáustica) no vidro de relógio.
- b. Coloque o hidróxido de sódio no béquer de 500 mL e, em seguida, adicione, aos poucos, 100 mL de água destilada. Com ajuda do bastão de vidro mexa a mistura até a dissolução completa do sólido. Realize esta etapa com cuidado (pois há grande liberação de calor), na capela e com um banho de gelo.
- c. Adicione 250 mL de óleo vegetal à solução de hidróxido de sódio lentamente e sob agitação constante por pelo menos 30 minutos.

²⁷ Adaptado de Borges, Colobo e Borges (20021). Essa atividade também pode ser realizada com o Ensino Médio, desde que sejam tomadas medidas de segurança.

- d. Adicione 10 mL de desinfetante aromatizado, agitando novamente por mais 10 minutos.
- e. Despeje a mistura nos copinhos de plástico e deixar em repouso por sete dias.

→ Após sete dias o sabão já sólido é desenformado, seguindo por mais quatro dias em maturação. Depois disso, o sabão produzido pode ser embalado. A etapa de maturação é fundamental para garantir que toda a soda cáustica reaja com o óleo produzindo um sabão de boa qualidade e com pH de acordo com a legislação referente ao produto.

10.3.2.2 Reações com água dura

- a. Coloque cerca de um terço da espátula do sabão que você preparou em um béquer de 50 mL contendo 25 mL de água.
- b. Aqueça o béquer com o seu conteúdo em um banho-maria para dissolver o sabão.
- c. Numere cinco tubos de ensaio.
- d. Adicione 5 mL da solução de sabão em cada um dos cinco tubos de ensaio numerados.
- e. Ao tubo número 1, adicione 2 gotas de solução aquosa de cloreto de cálcio 5%.
- f. Ao tubo 2, adicione 2 gotas de solução aquosa de cloreto de magnésio a 5%.
- g. Ao tubo 3, adicione 2 gotas de solução de solução aquosa de cloreto de ferro(III) a 5%.
- h. Ao tubo 4 adicione água da torneira.
- i. O tubo número 5 será utilizado como padrão.
- j. Observe o comportamento de misturas. Explique as suas observações.

10.3.2.2 Teste de alcalinidade

- a. Meça o pH da solução presente no tubo número 5 do item anterior. Qual é o pH aproximado da sua solução de sabão? Como você explica essa faixa de pH?

Referências Bibliográficas

AMORIM, A. F. V. **Métodos Cromatográficos**. Fortaleza: Editora da Universidade Estadual do Ceará – EdUECE, 2019, 86p.

BEAL, R. **Estudo da Fotólise da acetanilida e do Paracetamol por métodos multiconfiguracionais**. Dissertação. UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL, PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM QUÍMICA, 2018. Disponível em: <https://lume.ufrgs.br/bitstream/handle/10183/213594/001118028.pdf?sequence=1>. Acesso em: 31/10/2023.

BETTELHEIM, F. A.; LANDESBERG, J. M. **Laboratory experiments for introduction to general, organic and biochemistry**. Belmont: Brooks/Cole, 2013.

BORGES, R., COLOMBO, K., FAVERO, T., BORGES, J.H. Uma visão multi e interdisciplinar a partir da prática de saponificação. **Química Nova na Escola**, v. 43, n. 3, p. 305-314, 2021.

BRENELLI, E. C. S. A extração de cafeína em bebidas estimulantes -uma nova abordagem para um experimento clássico em química orgânica. **Química Nova**, v. 26, n. 1, p. 136–138, 2003.

BRONDANI, P. B. **Cromatografia em Coluna**. s.l., s.d. Disponível em: <https://patyqmc.paginas.ufsc.br/files/2019/07/Cromatografia-em-Coluna.pdf>. Acesso em: 02/10/2023.

BRUICE, P. Y.. **Química orgânica**: volume 1. Tradução de Débora Omena Futuro. 4. ed. São Paulo: Pearson Prentice Hall, 2006a. v. 1.

BRUICE, P. Y. **Química orgânica**: volume 1. Tradução de Débora Omena Futuro. 4. ed. São Paulo: Pearson Prentice Hall, 2006b. v. 2.

CHANG, R.; GOLDSBY, K. A. **Chemistry**. 12. ed. New York: Mcgraw-Hill Education, 2016.

CHANG, R.; GOLDSBY, K. A. **Química**. Tradução de M. Pinho Produtos Digitais Unipessoal Lda. 11. ed. Porto Alegre: AMGH, 2013.

CUNHA, S.; COSTA, O. B. S.; SANTANA, L. L. B.; LOPES, W. A. Acetanilida: síntese verde sem solvente. **Química Nova**, v. 38, nº 6, pag. 874-876, 2015.

DAINTITH, J.; RENNIE, R. **A dictionary of chemistry**. 6. ed. Oxford: Oxford University Press, 2016.

DANUELLO, A. et al. Técnicas cromatográficas princípios, classificações e aplicações. In: **Fitoquímica: potencialidades biológicas dos biomas brasileiros**, vol. 2, p. 176-190, 2022. Disponível em:

<https://downloads.editoracientifica.com.br/articles/220509051.pdf>. Acesso em: 02/10/2023.

DAZZANI, M. *et al.* Explorando a química na determinação do teor de álcool na gasolina. **Química Nova na Escola**, n. 17, p. 42-45, 2003.

DEGANI, A. L. G.; CASS, Q. B.; VIEIRA, P. C. Cromatografia: um breve ensaio. **Química Nova na Escola**, nº 7, pág. 21-25, maio/1998

ENGEL, R. G. et al. **Química orgânica experimental: técnicas de escala pequena**. Tradução de Solange Aparecida Visconti. 3. ed. São Paulo: Cengage Learning, 2012.

FAGUNDES, T. S. F.; *et al.* Análise de Alimentos Contendo Cúrcuma: Uma Sequência Experimental Simples para a Sala de Aula e Divulgação Científica. **Revista Virtual de Química**, v. 10, n. 4, p. 841–850, 2018.

FATIMA A.; ALVES, R. B. Química Orgânica Experimental II. Universidade Federal de Minas Gerais, 2009. Disponível em: <https://www2.ufjf.br/quimicaead/wp-content/uploads/sites/224/2013/05/APOSTILA-DE-QUIMICA-ORGANICA-EXPERIMENTAL-II-EADQUI028.pdf>. Acesso em: 31/10/2023.

FREIRE, Marcelo Moreira. **Experimentos de química orgânica com materiais acessíveis, alternativos e de baixo custo**. Tese (Doutorado). Universidade Estadual de Campinas, Campinas -SP, 2017.

GARCIA, D. S.; *et al.* **Aulas práticas: alternativas no processo de ensino e aprendizagem**. 37º Encontro de debates sobre o ensino de química, Universidade Federal do Rio Grande, 2017.

GOMES, H. C. **Essências: propostas de atividades experimentais contextualizadas para introdução a química orgânica no ensino médio**. Trabalho de Conclusão de Curso – Licenciatura em Química. Universidade de Brasília. Brasília, 2018. Disponível em: < https://bdm.unb.br/bitstream/10483/22466/1/2018_HugoDaCruzGomes_tcc.pdf>. Acesso em: 01 de novembro de 2024.

KLEIN, D. R. **Organic chemistry**. Hoboken, Nj: John Wiley & Sons, Inc, 2017.

LIMA, E. T. G; SILVA, J. C; PINHEIRO, E. B. F. Hidrodestilação: Uma alternativa de atividade experimental com materiais de baixo custo para o Ensino de Química em tempos de pandemia. **Research, Society and Development**, v. 11, n. 5, e23811528121, 2022.

MANUAL DO MUNDO. INCRÍVEL! **Como DERRETER ISOPOR usando uma laranja.** YouTube, 20 de nov. de 2018. Disponível em: <https://youtu.be/0wC1sqJwcIE?si=x3nyyKNEpXn_ELI>. Acesso em: 23 de novembro 2023.

MARQUES, M. M.; LIMA, G. C. **Experimentos de química para turmas de ensino.** Ponta Grossa, PR: Atena Editora, 2019.

MARTINS, C. R.; LOPES, W. A.; ANDRADE, J. B. DE. Solubilidade das substâncias orgânicas. **Química Nova**, v. 36, n. 8, p. 1248–1255, 2013

MIKULECKY, P. J. et al. **Chemistry Workbook For Dummies.** [s.l.] John Wiley & Sons, 2008.

MUSEU DA VIDA FIOCRUZ. Você sabe o que é o limoneno? YouTube, 29 de jul. de 2020. Disponível em: <https://youtu.be/5fm3DYjLkGU?si=pqi_pRIAhBMTsZ9y>. Acesso em: 23 de novembro 2023.

OLIVEIRA, E. A; *et al.* **Destilador alternativo como instrumento de aprendizagem no ensino de química na escola de ensino médio governador Adauto Bezerra em Fortaleza/CE.** VII Encontro Nacional das Licenciaturas, 2018. Disponível em: <<https://editorarealize.com.br/artigo/visualizar/52046>>. Acesso em 15/12/2023.

PALOSCHI, R.; ZENI, M.; RIVEROS, R. Cromatografia em giz no ensino de química: didática e economia. **Química Nova na Escola**, v. 7, 1998. Disponível em: <<http://qnesc.s bq.org.br/online/qnesc07/exper1.pdf>>. Acesso em: 23/11/2023.

PAVIA, D. L. **Introduction to spectroscopy.** Australia; Belmont, Ca: Brooks/Cole Cengage Learning, 2009.

PAZINATO, M. S.; *et al.* Uma abordagem diferenciada para o ensino de funções orgânicas através da temática medicamentos. **Química Nova na Escola**, v. 34, n. 1, p. 21-25, 2012.

PERES, T. B. Noções básicas de cromatografia. **Biológico**, v. 64, n. 2, p. 227-229, jul./dez., 2002.

RAITZ JUNIOR, M. **A química orgânica e a análise sensorial: Uma proposta de estudo dos grupos funcionais no ensino médio.** TCC (Graduação). Universidade Federal de Santa Catarina, Blumenau, 2018.

SCHOFFSTALL, A. M.; GADDIS, B. A.; DRUELINGER, M. L. **Microscale and miniscale organic chemistry laboratory experiments.** New York: Mcgraw-Hill Higher Education, 2004.

SHARMA, Y R. **Elementary Organic Spectroscopy: Principles and Chemical Applications**. New Delhi, S. Chand & Company, 2007.

SANTOS, L. **Café e cafeína: uma abordagem contextualizada e interdisciplinar**. Trabalho de Conclusão - Licenciatura em Química. Universidade de Brasília. Brasília, 2013.. Disponível em:
https://bdm.unb.br/bitstream/10483/6005/1/2013_LucasNunesSantos.pdf. Acesso em 14/12/2023.

SANTOS, A. F.; *et al.* **Química socioambiental: caderno III experimentando com a química do 3º ano**. – Maceió: 2021. Disponível em:
<https://www.cesmac.edu.br/admin/wp-content/uploads/2021/08/Qu%C3%ADmica-Socioambiental-Volume-3_compressed.pdf>. Acesso em: 30/09/2023.

TIMBERLAKE, K. C. **Laboratory manual for general, organic, and biological chemistry**. Upper Saddle River (N.J.): Pearson Education, 2014.

WILLIAMSON, K. L.; MASTERS, K. M. **Organic experiments: macroscale and microscale**. Australia: Books/Cole Cengage Learning, 2011.