

Química Orgânica Experimental

**André Luís Bacelar Silva Barreiros
Samísia Maria Fernandes Machado**



**São Cristóvão/SE
2010**

Química Orgânica Experimental

Elaboração de Conteúdo
André Luís Bacelar Silva Barreiros
Samísia Maria Fernandes Machado

Projeto Gráfico e Capa
Hermeson Alves de Menezes

Diagramação
Nycolas Menezes Melo

Ilustração
Lucas Barros de Oliveira

Revisão
Edvar Freire Caetano

Copyright © 2010, Universidade Federal de Sergipe / CESAD.
Nenhuma parte deste material poderá ser reproduzida, transmitida e gravada por qualquer meio eletrônico, mecânico, por fotocópia e outros, sem a prévia autorização por escrito da UFS.

FICHA CATALOGRÁFICA PRODUZIDA PELA BIBLIOTECA CENTRAL
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE

S237m

Barreiros, André Luís Bacelar Silva.
Química orgânica experimental/ André Luís Bacelar
Silva Barreiros, Samísia Maria Fernandes Machado --
São Cristóvão: Universidade Federal de Sergipe,
CESAD, 2010.

1. Química orgânica experimental. I. Machado, Samísia
Maria Fernandes . II. Título

CDU 547

Presidente da República
Luiz Inácio Lula da Silva

Chefe de Gabinete
Ednalva Freire Caetano

Ministro da Educação
Fernando Haddad

Coordenador Geral da UAB/UFS
Diretor do CESAD
Antônio Ponciano Bezerra

Secretário de Educação a Distância
Carlos Eduardo Bielschowsky

Vice-coordenador da UAB/UFS
Vice-diretor do CESAD
Fábio Alves dos Santos

Reitor
Josué Modesto dos Passos Subrinho

Vice-Reitor
Angelo Roberto Antonioli

Diretoria Pedagógica

Clotildes Farias (Diretora)
Hérica dos Santos Mota
Iara Macedo Reis
Daniela Souza Santos
Janaina de Oliveira Freitas

Núcleo de Avaliação

Guilhermina Ramos (Coordenadora)
Carlos Alberto Vasconcelos
Elizabeth Santos
Marialves Silva de Souza

Diretoria Administrativa e Financeira

Edélzio Alves Costa Júnior (Diretor)
Sylvia Helena de Almeida Soares
Valter Siqueira Alves

Núcleo de Serviços Gráficos e Audiovisuais

Giselda Barros

Coordenação de Cursos

Djalma Andrade (Coordenadora)

Núcleo de Tecnologia da Informação

João Eduardo Batista de Deus Anselmo
Marcel da Conceição Souza

Núcleo de Formação Continuada

Rosemeire Marcedo Costa (Coordenadora)

Assessoria de Comunicação

Guilherme Borba Gouy

Coordenadores de Curso

Denis Menezes (Letras Português)
Eduardo Farias (Administração)
Haroldo Dorea (Química)
Hassan Sherafat (Matemática)
Hélio Mario Araújo (Geografia)
Lourival Santana (História)
Marcelo Macedo (Física)
Silmara Pantaleão (Ciências Biológicas)

Coordenadores de Tutoria

Edvan dos Santos Sousa (Física)
Geraldo Ferreira Souza Júnior (Matemática)
Janaína Couvo T. M. de Aguiar (Administração)
Priscilla da Silva Góes (História)
Rafael de Jesus Santana (Química)
Ronilse Pereira de Aquino Torres (Geografia)
Trícia C. P. de Sant'ana (Ciências Biológicas)
Vanessa Santos Góes (Letras Português)

NÚCLEO DE MATERIAL DIDÁTICO

Hermeson Menezes (Coordenador)
Arthur Pinto R. S. Almeida
Carolina Faccioli dos Santos
Cássio Pitter Silva Vasconcelos
Edvar Freire Caetano

Isabela Pinheiro Ewerton
Lucas Barros Oliveira
Neverton Correia da Silva
Nycolas Menezes Melo

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE
Cidade Universitária Prof. "José Aloísio de Campos"
Av. Marechal Rondon, s/n - Jardim Rosa Elze
CEP 49100-000 - São Cristóvão - SE
Fone(79) 2105 - 6600 - Fax(79) 2105- 6474

Sumário

AULA 1	
Segurança e Propriedades Físicas	07
AULA 2	
Extração	15
AULA 3	
Recristalização	25
AULA 4	
Cromatografia.....	33
AULA 5	
Destilação.....	41
AULA 6	
Princípios de Análise Orgânica.....	55
AULA 7	
Reações de Substituição Nucleofílica e Eliminação.....	67
AULA 8	
Reação de Substituição Acílica Nucleofílica – Esterificação	86
AULA 9	
Síntese de Corantes.....	102
AULA 10	
Reação de Condensação Aldólica - Síntese da Dibenzalacetona ..	131

SEGURANÇA E PROPRIEDADES FÍSICAS

META

Introduzir o aluno ao laboratório de química orgânica.

Familiarizar o aluno com as técnicas de determinação de propriedades físicas.

OBJETIVOS

Ao final desta aula, o aluno deverá:

saber se portar num laboratório, trabalhando de maneira segura. O aluno deverá ser capaz de medir o ponto de fusão de sólidos e o ponto de ebulição, índice de refração e densidade de líquidos.

PRÉ-REQUISITO

Nomenclatura dos compostos orgânicos. Propriedades físicas.



(Fonte: <http://www.qca.ibilce.unesp.br>)

INTRODUÇÃO

Olá, hoje é o nosso primeiro dia de aula num laboratório de química orgânica. O curso de química orgânica experimental tem como objetivo familiarizá-lo com as técnicas de uso comum num laboratório de química orgânica, como determinação de propriedades físicas (ponto de fusão, ponto de ebulição, índice de refração e densidade) e as técnicas de separação e purificação de compostos orgânicos (destilações simples, fracionada, a vácuo, e por arraste a vapor, recristalização, extração e cromatografia). Você também irá aprender métodos de identificação de compostos orgânicos através da análise por via úmida. Numa segunda etapa, quando você estiver já familiarizado com estas técnicas básicas de laboratório, irá executar alguns métodos de preparação de compostos orgânicos. Essas preparações estarão de acordo com o aprendido nas aulas teóricas, e têm como objetivo ilustrar as reações já estudadas.

Como hoje é nosso primeiro dia, precisamos ser apresentados ao laboratório e saber como nos portar em seu interior. Um laboratório de química é um ambiente de risco, pois nele entramos em contato com substâncias inflamáveis, explosivas, tóxicas, corrosivas e irritantes. Mas calma, não é preciso ter medo! Saber lidar com essas substâncias e as possíveis situações de risco que possam surgir num laboratório é fundamental para o um futuro químico. Após aprendermos as normas de segurança, vamos iniciar nossos primeiros experimentos simples, aprendendo a determinar as propriedades físicas em micro-escala. São elas o ponto de fusão para os sólidos e o ponto de ebulição, densidade e índice de refração para os líquidos. Então, vamos começar? Mãos a obra!



Químico trabalhando no laboratório.
(Fonte: <http://blog.empregosdeprimeira.com.br>)

NORMAS DE SEGURANÇA

O laboratório de química é um ambiente de risco, pois nele são manipuladas substâncias tóxicas, inflamáveis, corrosivas, voláteis e explosivas. Para reduzir este risco e evitar acidentes é necessária uma postura séria e responsável por sua parte e máxima concentração naquilo que está fazendo. As normas básicas de segurança em laboratório estão resumidas abaixo. O objetivo dessas normas não é amedrontá-lo. O medo contribui para a formação de profissionais sem criatividade e de baixa qualificação, além de aumentar o risco no laboratório.

1. Evite trabalhar sozinho.
2. Só realize experimentos autorizados e seguindo rigorosamente o roteiro de prática.
3. Use sempre guarda-pó, óculos de segurança e sapato fechado, antiderapante e isolante.
4. Manipule cuidadosamente todo e qualquer produto químico, não provar ou cheirar qualquer substância (salvo quando autorizado), incluindo alimentos.
5. É expressamente proibido fumar no laboratório.
6. Pipetar sempre com os bulbos de sucção adequados (pêras ou seringas).
7. Evite inalar vapores orgânicos ou inorgânicos.
8. Nunca aqueça sistema fechado.
9. Identifique com atenção os rótulos de reagentes e soluções.
10. Evite o contato de substâncias químicas com a pele ou a roupa.
11. Não utilize lentes de contato no laboratório.
12. Não manipule ou aqueça qualquer substância próxima ao rosto.
13. Utilize a capela para manipular substâncias voláteis ou corrosivas.
14. Não utilize solvente volátil ou inflamável próximo de chamas.
15. Observe o procedimento correto para descarte de substâncias.
16. Em caso de acidentes, de qualquer tipo, independentemente da gravidade, informe o professor e siga as suas instruções.

Por que não devemos trabalhar sozinhos? Alguns alunos podem argumentar que trabalham melhor sozinhos. Entretanto, no ambiente do laboratório pequenas distrações podem gerar acidentes, e o professor não tem como prestar atenção a todos os alunos individualmente. Um colega ao lado pode perceber pequenos erros que você não notou, como: o líquido que você derramou na bancada e pode te queimar ou o sistema de destilação que você está aquecendo fechado, correndo risco de explodir. Uma pessoa ao lado sempre pode te prestar ajuda ou chamar por socorro se necessário.

Por que só devemos seguir o que está no roteiro? Muitas vezes ao final da prática sobram reagentes, muitos dos quais serão descartados, e o aluno fica tentado a misturar pra ver o que acontece. Não faça isso! Misturar reagentes ao acaso pode gerar reações potencialmente perigosas. Pode ocorrer uma explosão, podem ser liberados vapores tóxicos, pode pegar fogo. As práticas dos roteiros são exaustivamente testadas e por isso são seguras para você realizar. Não realize experimentos não autorizados.

Por que devemos utilizar equipamento de proteção? Por mais cuidadoso que seja o aluno, ele está sujeito a acidentes, ou a que alguma substância respingue em seu corpo. Se você está de sapato fechado um ácido irá pingar no seu sapato, que pena, vai furar o sapato, mas não seria pior queimar o seu pé? Sapatos fechados, calça comprida e o guarda-pó protegem seu corpo do contato com substâncias perigosas e previnem acidentes. Os óculos de segurança são uma preocupação adicional. Nem sempre usados, eles são fundamentais para resguardar seus olhos. Pois uma queimadura na pele deixa uma cicatriz, mas uma queimadura nos olhos é algo muito mais sério, podendo levar à cegueira.

A manipulação cuidadosa evita acidentes. Evite principalmente o contato de qualquer substância com a sua pele. A ingestão de alimentos no laboratório é proibida! Pense um pouco, você está trabalhando num ambiente de risco controlado, ao seu redor existem substâncias tóxicas. Será que é seguro ingerir ou manipular alimentos no interior de um laboratório? Você confia seriamente que suas mãos não estão contaminadas, ou que o ambiente ao seu redor não irá contaminar o seu alimento? Isto vale principalmente se o alimento em questão for o objeto de sua análise. Se você está estudando a composição de uma fruta, será que é seguro ingeri-la? Não coma nada no laboratório!

Por que não devemos fumar no laboratório? Além de ser um péssimo hábito e incomodar as pessoas ao lado, o cigarro é uma fonte de ignição, e como estamos trabalhando com substâncias voláteis e explosivas, não é uma boa ideia ter por perto uma fonte de ignição. Você fumaria num posto de gasolina, durante o abastecimento?

Para fazer uso da pipeta utilize sempre os materiais de sucção adequados. Parece brincadeira, mas eu já vi aluno pipetar ácido sulfúrico com a boca. Como se fosse um canudo! O que aconteceria se ele puxasse demais? Queimaria a língua? Engoliria ácido sulfúrico? Mesmo substâncias aparentemente inofensivas podem causar sérios danos se ingeridas. Então use sempre pêra ou seringa para sucção.

Vapores emitidos no laboratório podem ser tóxicos. Sempre que for trabalhar com um sistema que exale vapores prefira utilizar a capela. Cheirar qualquer substância apenas quando recomendado no roteiro ou

pelo professor. Mesmo assim, existe uma técnica correta para cheirar compostos. Abra o frasco, e, com a mão, traga um pouco do vapor para o seu nariz. Nunca cheire o frasco diretamente.

Por que não devemos aquecer sistema fechado? Sistemas fechados ao serem aquecidos sofrem expansão dos gases com aumento de pressão. Se a pressão aumentar muito o seu sistema que em geral é de vidro pode explodir.

Identificar os rótulos com atenção pode evitar acidentes. Muitas substâncias possuem nomes semelhantes. Usar uma substância errada pode desde estragar seu experimento até provocar um sério acidente no laboratório. Por isso preste sempre atenção aos rótulos.

Não devemos deixar que as substâncias entrem em contato com nossa pele ou roupa, mas caso aconteça, devemos lavar o local com bastante água corrente e informar ao professor para que ele possa tomar as medidas adequadas.

Por que não usar lentes de contato no laboratório? As lentes são uma superfície fria, que pode propiciar a condensação de alguma substância. Além disto, vapores orgânicos podem atacar as lentes tornando-as opacas, dissolvendo-as parcialmente ou até mesmo grudando elas nos olhos. Prefira sempre os óculos no ambiente do laboratório.

Não devemos aquecer nada próximo ao rosto, pois sempre existe o risco de superaquecimento com projeção de líquido, o qual pode queimá-lo.

A capela, com o seu sistema de exaustão é o ambiente ideal para manipular qualquer substância que exale vapores tóxicos. Sempre ligue a capela antes de abrir o frasco e mantenha-a ligada por 15 minutos após seu uso.

Devemos ficar atentos se as substâncias que estamos trabalhando são inflamáveis. Caso um solvente seja volátil e inflamável nós nunca devemos trabalhar com ele próximo a chama ou a qualquer fonte de ignição, pois seus vapores podem atingir a chama e causar um incêndio ou explosão.

Por que não podemos descartar tudo na pia? Muitas substâncias são tóxicas, e se são tóxicas para você, também serão nocivas para o meio ambiente. Substâncias orgânicas devem ser armazenadas e rotuladas como resíduo orgânico, para depois serem enviadas para descarte adequado. Ácidos e bases podem ser lançados no esgoto desde que neutralizados antes ou diluídos com bastante água corrente. Metais pesados como Pb, Cu, Cd, Hg nunca devem ser lançados a pia, devem ser armazenados e identificados como resíduo de metais pesados.

Por ultimo, qualquer que seja o acidente ou incidente ocorrido no laboratório informe ao professor. Ele possui o conhecimento para julgar a gravidade do acidente e tomar as precauções adequadas.

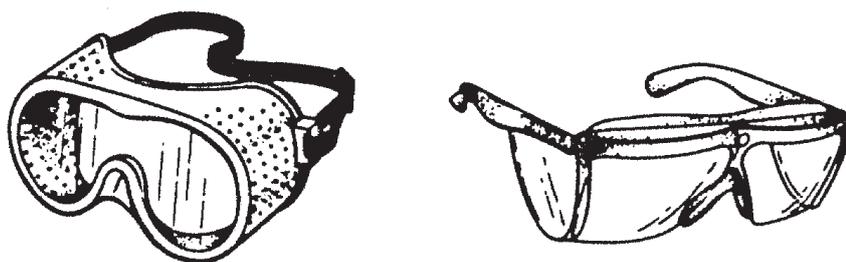
PROCEDIMENTOS EM CASO DE ACIDENTE

Em caso de acidentes de qualquer espécie informe imediatamente o professor, e siga rigorosamente as suas recomendações. Localize os equipamentos de segurança: extintores, chuveiros, lava-olhos e saídas de emergência. Todos devem conhecer os tipos de extintores e suas finalidades. No caso de cair algum reagente nos olhos lavar com bastante água corrente, e em seguida lavar com solução de bicarbonato a 5% no caso de ser um ácido, ou solução de ácido bórico a 2% no caso de ser uma base. Se algum reagente respingar em outra parte do corpo lave o local com bastante água corrente e informe o professor. Ácidos na pele podem ser tratados lavando com solução de bicarbonato de sódio a 5%, bases na pele com solução de ácido acético a 5% ou ácido bórico a 2%. Nunca neutralize utilizando um ácido ou base forte, mesmo diluído. Notifique o centro médico no caso do aparecimento de algum sintoma. Jamais utilize solvente orgânico para remover qualquer substância que tenha caído sobre a pele, pois eles somente irão espalhá-la e ajudar na absorção. Use sempre água e sabão. As queimaduras deverão ser lavadas com água fria, e aplicada pomada adequada após enxugar o local. Queimaduras mais graves deverão ser cobertas com gaze limpa e encaminhadas a um posto médico.

EQUIPAMENTO DE PROTEÇÃO INDIVIDUAL (EPI)

Os Equipamentos de Proteção Individual (EPI) devem ser utilizados sempre que necessário pelos alunos. Os EPI são de uso individual, e é responsabilidade do aluno adquiri-los e usá-los sempre que necessário. Todo aluno deve primeiramente se trajar adequadamente para o ambiente do laboratório: utilizar sapatos fechados antiderrapantes e calça comprida (não é permitido o uso de bermudas, shorts, saias, sandálias e sapatos abertos). Os EPI principais são: guarda-pó, também denominado de jaleco ou bata a depender da região do Brasil, avental que pode substituir o guarda-pó, luvas, máscaras e óculos de segurança.

O aluno deve sempre vestir o guarda-pó, o qual deve cobrir a roupa até abaixo do joelho e ter manga curta ou comprida. O guarda-pó deve ser feito preferencialmente de algodão ou linho. A maioria dos guarda-pós vendidos no mercado é de tecido sintético, pois são menos quentes e mais leves. Este tipo é ideal para a área de saúde, pois protege de sangue ou resíduos biológicos, entretanto são péssimos para um laboratório de química, pois são mais inflamáveis e tendem a aderir à pele em caso de incêndio. Além disto, muitos tecidos sintéticos podem ser atacados por solventes ou reagentes orgânicos.



Óculos de segurança

(Fonte: FIESER, L. F., WILLIAMSON, K. L. Organic Experiments. 8th Ed, Houghton Mifflin Company, Boston, USA, 1998, pg. 20).

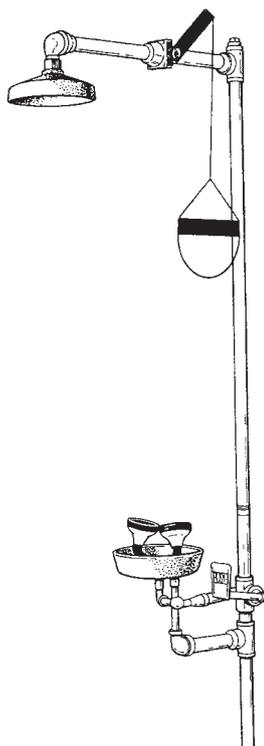
O aluno deve sempre trazer seus óculos de segurança, os quais serão utilizados quando necessário. Os óculos podem ser mais simples, como óculos normais, até mais elaborados com proteção lateral ou que cubram boa parte do rosto, podendo ser utilizados por cima dos óculos do aluno.

As luvas podem ser de diferentes materiais e espessuras. Existem luvas específicas para manipular materiais quentes, como luvas de amianto. Luvas plásticas grossas são utilizadas para lavar vidraria e materiais do laboratório. Luvas plásticas finas, em geral de látex, não reduzem a sensibilidade das mãos e são opcionais, podendo ser utilizadas na manipulação de ácidos ou bases. Luvas de látex não devem ser utilizadas quando for realizada manipulação de substâncias orgânicas ou materiais quentes.

As máscaras de segurança são opcionais, pois uma máscara eficiente para solventes e vapores orgânicos é muito cara, e seu uso não se justifica, pois o tempo de exposição num laboratório de aula é pequeno. Para lidar com sílica é recomendável o uso de máscara de poeira, pois estas impedem a inalação do pó de sílica. A inalação sistemática ou diária do pó de sílica pode causar uma doença chamada silicose com endurecimento dos pulmões e dificuldades respiratórias. As máscaras de poeira são descartáveis e baratas.

EQUIPAMENTOS DE PROTEÇÃO COLETIVA (EPC)

Um laboratório deve possuir Equipamentos de Proteção Coletiva (EPC). É obrigação da Instituição instalar e garantir o bom funcionamento dos EPC. É obrigação do aluno localizar os EPC no laboratório e se familiarizar com o seu uso. Todo laboratório deve, primeiramente, ser um lugar arejado e possuir duas saídas para o caso de uma ser obstruída durante um acidente. As portas devem abrir para fora, para que não sejam emperradas por um grande número de pessoas tentando sair. Além disto, o laboratório deve ter: chuveiro de emergência, lava-olhos, capela, extintores de incêndio, descarte para resíduos, além de ser recomendável um kit de primeiros socorros e soluções neutralizantes.



Chuveiro de emergência

(Fonte: FIESER, L. F., WILLIAMSON, K. L. Organic Experiments. 8th Ed, Houghton Mifflin Company, Boston, USA, 1998, pg. 24).

O chuveiro de emergência deve ser utilizado caso você venha a derramar alguma substância corrosiva ou muito tóxica em seu corpo. Deve-se remover o guarda-pó e a parte da roupa atingida pela substância e entrar de corpo inteiro sob o chuveiro de emergência. No caso da substância ter sido derramada apenas na mão ou no braço, deve ser utilizada a pia, e informar o professor imediatamente.

O lava-olhos possui dois jatos d'água direcionados diretamente para os olhos da pessoa. É utilizado caso alguma substância atinja o olho ou ambos os olhos da pessoa. Deve-se lavar os olhos com água corrente por alguns minutos. Caso o laboratório não possua lava-olhos, pode-se utilizar uma pia com torneira alta, que permita lavar os olhos da vítima do acidente.

A capela deve ser utilizada para manipulação de substâncias voláteis tóxicas ou corrosivas. O uso adequado da capela é muito importante. A proteção frontal deve estar abaixada, estando apenas cerca de 30% levantada. Deve-se ligar a capela antes da manipulação do material, e após a utilização ela deve ser mantida ligada por no mínimo 15 minutos. Não se deve utilizar a capela como depósito, deixando vidrarias e reagentes desnecessariamente em seu interior. Qualquer derramamento de substância na capela deve ser imediatamente limpo para evitar acidentes.

Os extintores de incêndio podem ser divididos em quatro classes e só devem ser utilizados os extintores adequados para cada caso. São eles:

Tabela 1 – Extintores de incêndio

Classe	Conteúdo	Serve para apagar incêndios em:
CLASSE A	Água pressurizada	Papel, madeira, tecidos, fibras, e a maioria dos materiais sólidos.
CLASSE B	Gás carbônico pressurizado	Gás (ex. metano, butano, hidrogênio, etc.) ou líquidos inflamáveis (óleos, gasolina, álcool, éter, etc.).
CLASSE C	Pó químico (talco, sulfato de alumínio, grafite, bicarbonato de sódio, etc.)	Equipamentos elétricos ligados.
CLASSE D	Materiais sólidos	Materiais pirofóricos que inflamam espontaneamente como lítio, sódio, potássio, magnésio, alumínio em pó, fósforo, etc.

As soluções neutralizantes devem estar num local à vista de todos. São elas: bicarbonato de sódio 5%, ácido acético 5%, ácido bórico 2%. É recomendável ter no laboratório um kit de primeiros socorros.

CADERNO DE LABORATÓRIO E RELATÓRIOS

O caderno de laboratório deve conter, de forma organizada, todas as informações que o aluno irá necessitar para a realização do experimento. Ele deve ser preparado previamente e trazido ao laboratório em todas as práticas. Por ser um caderno utilizado em laboratório ele deve ser utilizado apenas para essa finalidade, deve ter capa dura para protegê-lo de algum acidente. De preferência não deve ter espiral. O aluno também deve tomar cuidado para não derramar substâncias em seu caderno, o que pode vir a estragá-lo. As informações que devem constar no caderno são:

1. data e título do experimento;
2. objetivos (experimentais e não didáticos);
3. reação principal e secundária (caso haja);
4. mecanismo das reações (caso ajam reações);
5. procedimento em fluxograma;
6. relação de material necessário: deve ser dividida em vidrarias, reagentes e diversos;

7. desenho da aparelhagem utilizada (deve ser desenhado no laboratório)
8. tabela de propriedades físicas das substâncias utilizadas e dos produtos de reação (massa molecular, ponto de fusão, ponto de ebulição, índice de refração, densidade e solubilidade). Lembre que tanto a densidade quanto o índice de refração são dependentes da temperatura, devendo esta ser indicada em sobrescrito.
9. tabela contendo as propriedades toxicológicas das substâncias utilizadas. Pode ser dividida em colunas com: nome da substância, riscos por inalação, riscos por contato com a pele, riscos por ingestão, além do antídoto na última coluna.

O aluno deverá anotar no caderno de prática todos os resultados obtidos, e utilizá-los na confecção do relatório. O relatório digitado deverá conter os itens do caderno e mais:

10. rendimentos: Teórico (RT), Indicado (RI), Obtido (RO) e Percentual (R%), acompanhados dos cálculos quando necessário (item válido apenas para as sínteses);
11. observações, resultados e cálculos;
12. discussão dos resultados;
13. considerações finais;
14. referências bibliográficas (Nas normas da ABNT).

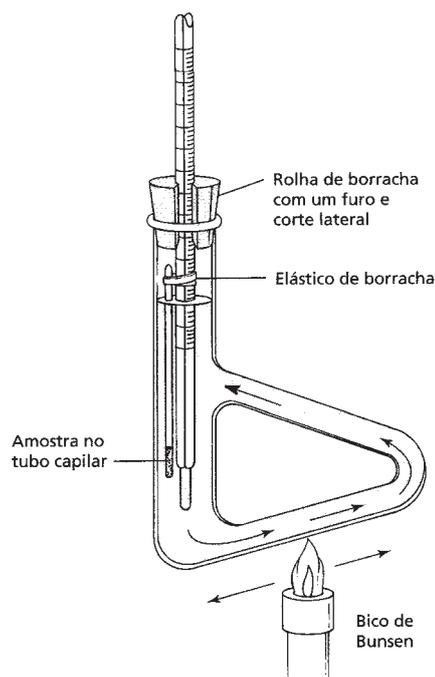
DETERMINAÇÃO DE PROPRIEDADES FÍSICAS

PONTO DE FUSÃO

Fusão é o processo pelo qual um sólido se torna líquido pela adição de calor, enquanto o processo inverso de solidificação implica num líquido se tornando sólido pela retirada de calor. Como o processo não é instantâneo, durante a fusão as fases sólida e líquida da substância coexistem em equilíbrio sob a pressão de uma atmosfera. Durante a fusão de uma substância pura a temperatura deve permanecer constante enquanto a substância passa do estado sólido para o estado líquido, sendo aceitável uma variação de ± 1 °C, na faixa de fusão. A temperatura de fusão a 1 atm é denominada de ponto de fusão. O objetivo deste experimento é aprender a determinar o ponto de fusão de um sólido.

O ponto de fusão pode ser determinado com apenas poucos cristais de substância sólida. A maioria dos compostos orgânicos funde ou se decompõe em temperaturas inferiores a 300°C. Para determinarmos o ponto de fusão só precisamos de um tubo capilar fechado em uma das pontas, uma placa de aquecimento, um termômetro com escala até 300°C, um óleo que atinja altas temperaturas, como o óleo de silicone, e um anel de borracha. A substância deve ser inserida no fundo do capilar, e este preso ao

termômetro com a borracha, de forma que o bulbo do termômetro fique da mesma altura que a substância. Em seguida o termômetro é preso com uma garra e mergulhado seu bulbo no óleo de silicone. Todo o sistema é aquecido lentamente enquanto observamos a substância. A temperatura na qual o primeiro cristal liquefaz deve ser anotada, assim como a temperatura em que toda a substância se torna líquida. O aquecimento deve ser lento e gradual para evitar perder o ponto de fusão, e uma substância só será considerada pura se a variação de temperatura na sua fusão for de até 2°C.



Ponto de fusão em micro-escala (Tubo de Thiele)

(Fonte: PAVIA, D. L., LAMPMAN, G. M., KRIZ, G. S., ENGEL, R. G. Química Orgânica Experimental: Técnicas em escala pequena. 2ª. Ed. Bookman, 2009, pg. 565.

Alternativamente ao uso do béquer, pode-se utilizar um frasco de Kjeldahl ou um tubo de Thiele, ambos proporcionando um aquecimento mais uniforme. Hoje em dia existem aparelhos para a medida do ponto de fusão, que não utilizam óleo e sim placa de aquecimento com registro eletrônico de temperatura.

ATIVIDADES

1. Determinação do ponto de fusão

Materiais:

- Capilares
- Termômetro
- Bequer de 100 mL

Reagentes:

- Ureia
- Naftaleno



- Placa de aquecimento
- Óleo de silicone
- Anéis de borracha de silicone
- Suporte e garra

Procedimento

Preparar alguns capilares no bico de Bunsen, seguindo a orientação do professor. Fechar os capilares em uma das pontas na chama. Recolher alguns cristais da substância a ser analisada e colocar em um tubo capilar fechado em uma das extremidades. Prender o capilar a um termômetro com o auxílio de um anel de borracha, de forma que a substância fique na mesma altura do bulbo do termômetro. Colocar a placa de aquecimento sobre um suporte e o béquer de 100 mL com óleo de silicone sobre a placa de aquecimento, e prender o termômetro com uma garra de forma que o bulbo e a substância fiquem mergulhados no óleo. Aquecer lentamente esse conjunto e anotar a temperatura em que os primeiros cristais se fundem e aquela em que toda a substância passou para o estado líquido. Determinar o ponto de fusão também no aparelho de ponto de fusão. Comparar o valor observado com o registrado na literatura e tirar conclusões sobre a pureza do sólido. Repetir este procedimento para a outra substância.

COMENTÁRIO SOBRE AS ATIVIDADES

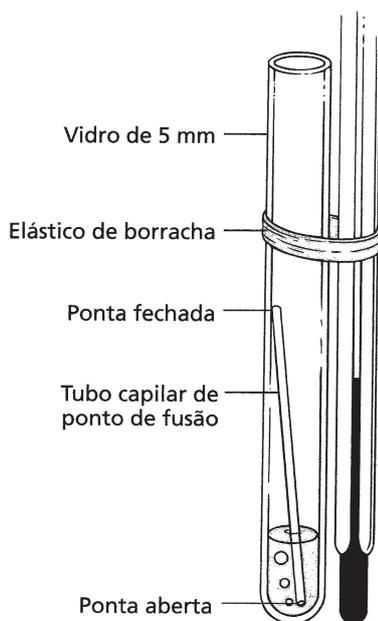
Se a temperatura de fusão não variar mais que 2°C durante o experimento a substância encontra-se pura. O ponto de fusão obtido no aparelho de ponto de fusão deve ser idêntico ao obtido no banho de óleo e devem ser muito próximos do registrado na literatura. O ponto de fusão da uréia é 133,3°C e do naftaleno é de 80,26°C.

PONTO DE EBULIÇÃO

A ebulição é o processo pelo qual um líquido passa para o estado gasoso. Quando a pressão de vapor do líquido se iguala a pressão externa o líquido entra em ebulição. A temperatura de ebulição de um líquido é constante para uma dada pressão externa, mas varia muito com a variação da pressão, por exemplo, a água entra em ebulição a 100°C na pressão de 1 atm ou 760 torr (760 mmHg), entretanto se a pressão externa for de 18 torr a temperatura de ebulição cai para 20°C. Todos os compostos orgânicos estáveis possuem uma temperatura de ebulição característica a 1 atm, esta temperatura é denominada de ponto de ebulição. O ponto de ebulição de uma substância pura permanece constante enquanto houver líquido e vapor presentes, formando um patamar.

O ponto de ebulição de uma mistura depende das pressões de vapor de seus componentes. Um soluto pode abaixar ou aumentar o ponto de ebulição. Se o soluto for menos volátil do que o solvente ele irá aumentar o ponto de ebulição, se for mais volátil irá diminuir o ponto de ebulição. Por exemplo, adicionar sal de cozinha ou ácido acético em água irá aumentar o ponto de ebulição da água. Já se adicionarmos metanol a água o ponto de ebulição irá diminuir, pois o metanol é mais volátil do que a água. A temperatura de ebulição também deixará de se apresentar como um único patamar, constante, pois a medida que o componente mais volátil destila a concentração do menos volátil aumenta, aumentando o ponto de ebulição.

Existem duas maneiras diferentes de determinar o ponto de ebulição. Se dispusermos de grande quantidade do líquido podemos determinar o ponto de ebulição simplesmente observando a sua temperatura durante a destilação. Entretanto, muitas vezes a quantidade de líquido é limitada. Devemos então proceder a uma determinação do ponto de ebulição em microescala. Para isto iremos precisar em um tubo de ensaio, um tubo capilar fechado em uma das pontas, um bquer, um termômetro que atinja 300°C, óleo de silicone e uma borracha. O líquido deve preencher 1 a 2 cm do tubo de ensaio, e o tubo capilar deve ser colocado dentro do tubo de ensaio com a parte aberta mergulhada no líquido para servir de núcleo de ebulição. O tubo de ensaio deve ser preso ao termômetro de forma que o bulbo esteja na mesma altura que o líquido. Deve-se aquecer o sistema lentamente e anotar a temperatura na qual o borbulhamento torna-se constante e observar se esta temperatura varia durante a ebulição. Uma variação de até 5°C é aceitável. Acima disto o líquido não se encontra puro.



A. Escala semimicro

Ponto de ebulição em micro-escala

(Fonte: PAVIA, D. L., LAMPMAN, G. M., KRIZ, G. S., ENGEL, R. G. Química Orgânica Experimental: Técnicas em escala pequena. 2ª. Ed. Bookman, 2009, pg. 618).



ATIVIDADES

1. Determinação do ponto de ebulição

Materiais

- Capilar
- Termômetro
- Bequer de 100 mL
- Placa de aquecimento
- Tubo de ensaio
- Pipeta Pasteur
- Anéis de borracha de silicone
- Suporte e garra

Reagentes

- Benzaldeído
- Óleo de silicone

Procedimento

Preparar alguns capilares no bico de Bunsen, seguindo a orientação do professor. Fechar os capilares em uma das pontas na chama. Prender o tubo de ensaio no termômetro com o auxílio de uma borracha, de forma que o bulbo fique da mesma altura do fundo do tubo. Transferir com o auxílio da pipeta Pasteur cerca de 1,0 mL do líquido para o tubo. Colocar o tubo capilar dentro do tubo de ensaio com a parte aberta voltada para baixo. Colocar a placa de aquecimento sobre um suporte e o béquer de 100 mL com óleo de silicone sobre a placa de aquecimento. Prender o termômetro com uma garra de forma que o bulbo e o tubo de ensaio fiquem mergulhados no óleo. Aquecer lentamente esse conjunto e anotar a temperatura em que o borbulhamento fica constante. Observar se esta temperatura varia durante a ebulição. Comparar o valor observado com o registrado na literatura e tirar conclusões sobre a pureza do líquido.

COMENTÁRIO SOBRE AS ATIVIDADES

O ponto de ebulição só é anotado quando o borbulhamento torna-se constante. Se a temperatura não variar mais que 5°C durante a ebulição significa que o líquido encontra-se puro ou trata-se de uma mistura azeotrópica. O ponto de ebulição do benzaldeído é de 178,8°C.

DENSIDADE

A densidade é a massa de um composto dividida pelo seu volume. Em geral é expressa em g/mL para líquidos e g/cm³ para sólidos. Para determinar a densidade de um composto basta então determinar a sua massa com precisão e o seu volume. O volume de um líquido pode ser determinado com precisão razoável com uma micropipeta. A massa pode ser obtida pela diferença entre a massa do frasco vazio e a massa do frasco cheio, utilizando uma balança analítica. Um grande problema é a evaporação do líquido, por este motivo o frasco deve ser imediatamente fechado após a adição do líquido. Outro problema é a dilatação. O volume de uma amostra depende da temperatura devido ao fenômeno de dilatação, logo a densidade também varia, devendo ser indicada em qual temperatura ela foi medida. A determinação deve ser feita de 3 a 5 vezes e deve ser obtida a média e o desvio padrão. A densidade será igual a média \pm o desvio padrão.

ATIVIDADES

1. Determinação da densidade

Materiais

- 10 Frascos 1,0 mL com tampa
- Termômetro
- Micropipeta de 500 μ L ou ajustável
- Papel macio (higiênico ou toalha)

Reagentes

- Água destilada
- Etanol

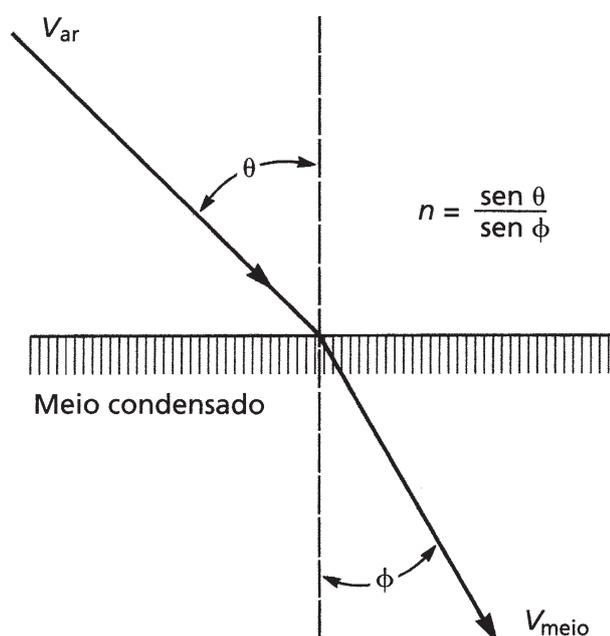
Procedimento

Numere e pese 5 frascos com tampa. Use o papel para segurar os frascos para não engordurá-los. Com o auxílio da micropipeta transfira 500 μ L de água para o frasco 1. Tampe imediatamente e pese. Calcule o peso da amostra pela diferença entre o peso do frasco cheio e do frasco vazio. Repita o experimento para os demais frascos. Divida a massa da água pelo volume para obter a densidade. Calcule a média das 5 densidades e o desvio padrão. Meça a temperatura ambiente. Repita todo o procedimento para o etanol. Compare os valores obtidos com a literatura.



COMENTÁRIO SOBRE AS ATIVIDADES

Quanto maior a precisão do instrumento de medida, maior deveria ser a precisão na medida da densidade. Entretanto, devemos considerar o erro gerado pela evaporação do líquido e pelo operador tocar o frasco com a mão engordurada, o que altera o seu peso. Para minimizar este erro, o experimento é efetuado 5 vezes e a média é considerada o valor da densidade. Para a água a densidade é de 1,000 g/mL a 4°C e do etanol é de 0,7893 a 20°C.



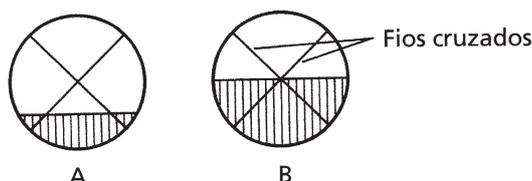
Índice de refração.

(Fonte: PAVIA, D. L., LAMPMAN, G. M., KRIZ, G. S., ENGEL, R. G. Química Orgânica Experimental: Técnicas em escala pequena. 2ª. Ed. Bookman, 2009, pg. 733).

O índice de refração é registrado como n_D^t onde t é a temperatura na qual foi feita a medida e D é o comprimento de onda da raia da luz de sódio. O índice de refração varia com a temperatura, pois esta altera a densidade do meio. Um meio mais denso possui índice de refração maior. Como a temperatura dilata os líquidos a densidade do meio diminui, logo, o índice de refração diminui com o aumento da temperatura. Ele também é influenciado pela pressão atmosférica e pela raia de comprimento de onda do sódio adotada, pois o índice de refração também depende do comprimento de onda.

O aparelho utilizado para medir o índice de refração se chama refratômetro. O refratômetro mais utilizado é o de ABBÉ, pois ele compensa o desvio da luz branca fazendo com que o valor obtido seja igual ao da raia do

sódio. A temperatura do prisma é controlada e pode ser medida e a quantidade de amostra necessária é muito pequena, de apenas algumas gotas. Seu uso é extremamente simples. Após limpar o prisma com acetona e deixar secar, pinga-se algumas gotas da amostra e sela-se o aparelho. O ajuste é feito centralizando a linha horizontal no X. Também deve-se ajustar o foco para que a linha horizontal fique nítida. Após ajustar basta ler o valor do índice de refração na escala e anotar a temperatura.



(A) Refratômetro ajustado incorretamente. (B) Ajustamento correto.



Refratômetro que mostra aberração cromática (dispersão da cor).

Ajuste do refratômetro ABBÉ

(Fonte: PAVIA, D. L., LAMPMAN, G. M., KRIZ, G. S., ENGEL, R. G. Química Orgânica Experimental: Técnicas em escala pequena. 2ª. Ed. Bookman, 2009, pg. 736).

O índice de refração pode ser ajustado para o valor de temperatura da literatura, em geral 20°C, utilizando a equação abaixo:

$$n_D^{20} = n_D^t + 0,00045 (t - 20)$$

$$n_D^{20} = \text{índice de refração a } 20^\circ\text{C}$$

$$n_D^t = \text{índice de refração medido a temperatura } t$$

t = temperatura no momento da medida

ATIVIDADES

1. Medida do índice de refração

Materiais

- Refratômetro ABBÉ
- Conta gotas
- Algodão

Reagentes

- Água destilada
- Acetona

Procedimento

Utilizando o refratômetro determinar o índice de refração de cada substância, anotando a temperatura em que foram medidos. Calcular o índice de refração a 20 °C e comparar com os dados da literatura.

COMENTÁRIO SOBRE AS ATIVIDADES

O índice de refração da água pura é 1,3333 a 20°C, e da acetona é de 1,3588 a 20°C.

CONCLUSÃO

Como vimos hoje, o laboratório é um ambiente de riscos controlados, e tomando as precauções necessárias de segurança podemos prevenir acidentes e executar um bom trabalho. Devemos sempre utilizar os EPI e os EPC adequados à prática que será desenvolvida. O caderno de laboratório é uma ferramenta para o aluno anotar todos os dados que ele irá precisar no experimento, assim como os dados que ele obteve durante o experimento. Ele é a base para a construção de um bom relatório.

As propriedades físicas são fundamentais para a identificação de um composto orgânico, assim como para determinar a sua pureza. O ponto de fusão para os sólidos, e o ponto de ebulição, índice de refração e densidade para os líquidos são as propriedades físicas mais facilmente determinadas num laboratório de aula, e podemos obtê-las em micro-escala, com consumo muito pequeno da amostra. Enfim, saber determiná-las é a base para as práticas seguintes.

RESUMO

Na aula de hoje aprendemos as regras de segurança num laboratório. Aprendemos o que são os equipamentos de proteção individual como guarda-pó, óculos de segurança, luvas e máscaras, e os equipamentos de proteção coletiva chuveiro de emergência, lava-olhos, capela, extintores, além dos quites de primeiros socorros e soluções neutralizantes. Também vimos como é confeccionado um caderno de laboratório e como se prepara um relatório.

Em seguida aprendemos sobre a medida das propriedades físicas em micro-escala. Foi visto como obter o ponto de fusão, ponto de ebulição, densidade e índice de refração.



PRÓXIMA AULA

Na próxima aula vamos dar início ao estudo da técnica de extração, utilizada na purificação e separação de compostos orgânicos.



AUTOAVALIAÇÃO

1. Como você procederia em caso de queimadura com ácido? E com base?
2. Onde você executaria um experimento envolvendo ácido clorídrico concentrado?
3. Como você trabalharia na capela?
4. Que EPIs você utilizaria numa aula prática de química orgânica?
5. Quais os EPCs que devem estar presentes num laboratório?
6. Como você apagaria hexano em chamas?
7. Pesquise as propriedades físicas e toxicológicas do benzaldeído, ciclohexanona e benzeno.
8. Prepare o caderno de laboratório para os experimentos desta aula.
9. O que é ponto de fusão?
10. Como você obteria o ponto de fusão em pequena escala?
11. Como você determinaria a densidade do tolueno?
12. Um líquido possui índice de refração 1,5688 a 25°C, qual seu índice de refração a 20°C?
13. A massa de um líquido é de 0,1326g, e seu volume é de 100^oL, qual a sua densidade em g/mL?
14. O que é índice de refração? Como podemos medi-lo?



REFERÊNCIAS

PAVIA, D. L., LAMPMAN, G. M., KRIZ, G. S., ENGEL, R. G. Química Orgânica Experimental: Técnicas de escala pequena. 2ª. Ed., Porto Alegre, Bookman, 2009.

EATON, D. C. Laboratory Investigations in Organic Chemistry. USA, McGraw-Hill, 1989.

FIESER, L. F., WILLIAMSON, K. L. Organic Experiments. 8th. Ed. USA, Houghton Mifflin, 1998.