



**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
INSTITUTO DE QUÍMICA**

MARCELO MOREIRA FREIRE

**EXPERIMENTOS DE QUÍMICA ORGÂNICA COM MATERIAIS ACESSÍVEIS,
ALTERNATIVOS E DE BAIXO CUSTO**

**CAMPINAS
2017**

MARCELO MOREIRA FREIRE

**EXPERIMENTOS DE QUÍMICA ORGÂNICA COM MATERIAIS ACESSÍVEIS,
ALTERNATIVOS E DE BAIXO CUSTO**

Tese de Doutorado apresentada ao Instituto de Química da Universidade Estadual de Campinas como parte dos requisitos exigidos para a obtenção do título de Doutor em Ciências.

Orientador: Prof. Dr. Sebastião Ferreira Fonseca

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE À VERSÃO FINAL DA TESE DE DOUTORADO DEFENDIDA PELO ALUNO MARCELO MOREIRA FREIRE E ORIENTADA PELO PROF. DR. SEBASTIÃO FERREIRA FONSECA.

CAMPINAS

2017

Agência(s) de fomento e nº(s) de processo(s): CAPES

Ficha catalográfica
Universidade Estadual de Campinas
Biblioteca do Instituto de Química
Danielle Dantas de Sousa - CRB 8/6490

F883e Freire, Marcelo Moreira, 1975-
Experimentos de química orgânica com materiais acessíveis, alternativos e de baixo custo / Marcelo Moreira Freire. – Campinas, SP : [s.n.], 2017.

Orientador: Sebastião Ferreira Fonseca.
Tese (doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Química.

1. Experimentos de química orgânica. 2. Experimentos para o ensino médio. 3. Materiais de baixo custo. I. Fonseca, Sebastião Ferreira. II. Universidade Estadual de Campinas. Instituto de Química. III. Título.

Informações para Biblioteca Digital

Título em outro idioma: Experiments of organic chemistry with low cost accessible and alternative materials

Palavras-chave em inglês:

Organic chemistry experiments
Experiments for secondary school
Low-cost materials

Área de concentração: Química Orgânica

Titulação: Doutor em Ciências

Banca examinadora:

Sebastião Ferreira Fonseca [Orientador]
Maria Eunice Ribeiro Marcondes
Silvio do Desterro Cunha
Luzia Koike
Paulo José Samenho Moran

Data de defesa: 22-02-2017

Programa de Pós-Graduação: Química

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Sebastião Ferreira Fonseca (Orientador)

Profa. Dra. Maria Eunice Ribeiro Marcondes (IQ-USP-SP)

Prof. Dr. Silvio do Desterro Cunha (IQ-UFBA)

Profa. Dra. Luzia Koike (IQ-UNICAMP)

Prof. Dr. Paulo José Samenho Moran (IQ-UNICAMP)

A Ata da defesa com as respectivas assinaturas dos membros encontra-se no processo de vida acadêmica do(a) aluno(a).

Este exemplar corresponde à redação final da Tese de Doutorado defendida pelo aluno **MARCELO MOREIRA FREIRE**, aprovada pela Comissão Julgadora em 22 de fevereiro de 2017.

“Ensinar não é transferir conhecimento, mas criar as possibilidades para a sua própria produção ou a sua construção.”

PAULO FREIRE

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus.

Aos meus pais Evaristo Freire (*in memoriam*) e Anatália Moreira Freire, por tudo que fizeram por mim por todos esses anos. A minha esposa Aline e aos meus filhos Ellen Caroline e Eduardo por todo amor e compreensão. As minhas irmãs Rosemere, Marlene, Gilmara, Roseli e Rita, pelo apoio, atenção e carinho.

Ao Prof. Dr. Sebastião Ferreira Fonseca, orientador e amigo, pelas contribuições, paciência e confiança durante o desenvolvimento deste trabalho.

A Prof. Dra. Anita J. Marsaioli, pela amizade, apoio e concessão do espaço físico do seu laboratório para o desenvolvimento deste trabalho.

Aos meus colegas do Instituto de Química: Thiago, Michel, Ricardo, Francine, Carol, Lucas, Bruna, Célio, Daniele, Diana, Rafael, João, Fabiana, Felipe, Haleem, Adriana, Lair, Simone, José Tiago, Hamid Ullah pelo apoio e amizade.

Ao meu amigo e ex-colega de graduação Marcus V. Cardoso pela amizade, empenho e ajuda prestada na hora oportuna.

Aos técnicos do laboratório, dona Maria, Priscila e Ricardo pela amizade.

A todos os meus professores do Instituto de Química da Unicamp, especialmente a Profa. Dra. Adriana Vitorino Rossi, ao Prof. Dr. Luiz Carlos Dias, ao Prof. Dr. José de Alencar Simoni e a Profa. Dra. Luzia Koike por toda contribuição, ajuda e ensinamentos.

Aos demais professores participantes da banca pela contribuição para a melhoria desse trabalho.

A todos os meus colegas de trabalho do IFNMG - Instituto Federal do Norte de Minas Gerais – pelo apoio concedido para a elaboração desse trabalho.

À Profa. Dra. Adriana Regina Corrent do IFRS-Campus Rolante pela amizade e por toda ajuda prestada.

Agradeço à **CAPES** (Programa PIQDTec, ofício nº **747-48/2010/CQD/CGSI/DPB/CAPES**), pela concessão da bolsa de doutorado.

Agradeço a todos os meus familiares, pelo apoio e incentivo nesta jornada.

A todos os meus amigos e aqueles que de alguma forma contribuíram para minha formação pessoal e profissional, muito obrigado!

RESUMO

EXPERIMENTOS DE QUÍMICA ORGÂNICA COM MATERIAIS ACESSÍVEIS, ALTERNATIVOS E DE BAIXO CUSTO

Palavras-chaves: *experimentos de química orgânica, ensino médio, materiais de baixo custo.*

Nesta tese estão descritos catorze experimentos de Química Orgânica, desenvolvidos para o Ensino Médio, elaborados com materiais alternativos e acessíveis de baixo custo, adquiridos em farmácias, papelarias e supermercados. Os experimentos abrangem conteúdos importantes de Química Orgânica e foram agrupados em cinco blocos, de acordo com foco principal de sua abordagem. No primeiro bloco, abordando Forças Intermoleculares, foram desenvolvidos dois experimentos. Em um deles, envolvendo solubilidade, foram utilizados compostos orgânicos de fácil acesso como óleo de soja, etanol, açúcar e acetato de isoamila (óleo de banana). No outro experimento, uma extração líquido-líquido, realizada em tubos de ensaio, foi utilizada na separação das principais classes de pigmentos de um extrato de folhas de beterraba. Esses experimentos tiveram como principal objetivo tornar mais compreensível o conceito de solubilidade pela associação adequada com as principais forças intermoleculares envolvidas. No segundo bloco, abordando Cromatografia, foram desenvolvidos experimentos de cromatografia em papel (CP) e de cromatografia em camada delgada (CCD) para análise de compostos presentes em óleos essenciais e em medicamentos. Esses experimentos tiveram como objetivo o ensino dessas técnicas utilizando os conceitos envolvidos de forma adequada. Foram desenvolvidos reveladores para cada uma das técnicas e, para a confecção das placas de CCD, foi desenvolvida uma nova fase estacionária com custo bem reduzido. No terceiro bloco, abordando Testes de Caracterização de Compostos Orgânicos, foram desenvolvidos experimentos em que foram usados testes de solubilidade, de desprendimento de gás carbônico e de chama, assim como reações de adição e de oxidação, com mudança de cor, para a caracterização de alguns compostos orgânicos de origem sintética. No quarto bloco,

que tratou de Experimentos de Hidrólise e Esterificação, foram desenvolvidos experimentos que permitissem uma abordagem sobre reações de esterificação e reações de hidrólise ácida e básica. Nessas reações foram utilizados fármacos presentes em medicamentos e também um polímero constituinte de garrafas de PET. No último bloco, denominado Outros Experimentos, foram desenvolvidos experimentos para obtenção do ácido oxálico, por oxidação do etilenoglicol, e para obtenção de acetona por destilação de um removedor de esmaltes comercial.

ABSTRACT

**EXPERIMENTS OF ORGANIC CHEMISTRY WITH LOW COST ACCESSIBLE
AND ALTERNATIVE MATERIALS**

Keywords: experiments of organic chemistry, secondary school, low cost materials.

In this thesis are described fourteen experiments of Organic Chemistry, developed for Secondary School, were elaborated with low cost accessible and alternative materials acquired in pharmacies, stationery stores and supermarkets. The experiments cover important contents of Organic Chemistry and were grouped into five blocks, according to the main focus of their approach. In the first block, focusing Intermolecular Forces, two experiments were developed. In one of them, involving solubility, easily accessible organic compounds such as soybean oil, ethanol, sugar and isoamyl acetate (banana oil) were used. In the other experiment, carried out in test tubes, a liquid-liquid extraction was used to separate the main classes of pigments from a beet leaf extract. Those experiments had as main objective to make the concept of solubility more comprehensible by the adequate association with the main intermolecular forces involved. In the second block, with approach in Chromatography, experiments were investigated in paper chromatography (PC) and thin layer chromatography (TLC) for the analysis of compounds present in essential oils and in medicament. Those experiments were guided to teach those techniques by the use in the appropriate way the concepts involved. Developers were investigated for each technique and a new stationary phase of very low cost was developed for the preparation of the TLC plates. In the third block, focusing Organic Compounds Characterization Tests, experiments were carried out in which solubility, evolution of carbon dioxide and flame tests were used, as well as addition and oxidation reactions, with color change, for the characterization of some organic compounds of synthetic origin. In the fourth block, where the approach was Hydrolysis and Esterification Experiments, experiments were developed to make possible an approach on esterification reaction and also on acidic and basic hydrolysis reactions. In those reactions were used drugs present in

medicaments and also a polymer constituent of PET bottles. In the last block, called Other Experiments, the experiments were carried out to obtain oxalic acid by oxidation of ethylene glycol and to obtain acetone by distillation of a commercial nail polish solvent.

Lista de Figuras

Figura 1. Fórmulas estruturais das clorofilas A (R = CH ₃) e B (R = CHO.	39
Figura 2. Fórmulas estruturais das betacianinas (A) e das betaxantinas (B). .	39
Figura 3. Fluxograma do processo de extração seletiva dos pigmentos das folhas de beterraba.	41
Figura 4a. Etapas da extração e separação dos pigmentos das folhas de beterraba: (I) Folhas de beterraba; (II) Extração por maceração com isopropanol (11); (III) Filtração em algodão; (IV) Extrato bruto filtrado/água destilada.	42
Figura 4b. Etapas da extração e separação dos pigmentos das folhas de beterraba: (IV) Extrato bruto filtrado/água destilada. (V) Extração das betacianinas; (VI) Extração das betaxantinas / clorofilas; (VII) Pigmentos isolados.	42
Figura 5. Fórmula estrutural da vitamina C (ácido ascórbico).	47
Figura 6. Representação do complexo formado em meio básico entre o ácido ascórbico e os íons Fe ³⁺	49
Figura 7. Representação esquemática das quatro etapas cromatográficas: (I) aparência inicial da “placa” de papel; (II) cuba, solvente e “placa”; (III) aparência da “placa” desenvolvida antes da revelação (IV) aparência da “placa” de papel após a revelação: desenvolvimento em (A) etanol/água (5:1, v/v) e (B) etanol/água (3:1, v/v).	50
Figura 8. Fórmulas estruturais dos princípios ativos presentes nos medicamentos.	54
Figura 9. Medicamentos utilizados na análise cromatográfica.	54
Figura 10. Eluição cromatográfica das substâncias presentes nos medicamentos.	55
Figura 11. A- Solução reveladora de FeCl ₂ /FeCl ₃ . B- Placa cromatográfica após a revelação com a solução de FeCl ₂ /FeCl ₃	55
Figura 12. Fórmulas estruturais dos princípios ativos dos medicamentos utilizados.	58
Figura 13a. Materiais utilizados na confecção, no desenvolvimento e na revelação das placas de cromatografia em camada delgada.	59

Figura 13b. Reação utilizada para a produção do iodo a partir do iodeto de potássio e da água oxigenada.	59
Figura 14. Placa cromatográfica desenvolvida com fluido de isqueiro/acetato de isoamila (2:3) e revelada com iodo produzido <i>in situ</i> - eugenol (14), paracetamol (16) e ácido salicílico (15).	60
Figura 15. Placas cromatográficas da identificação do paracetamol (16) presente no extrato da cibalena [®] : 1 - paracetamol [®] , 2 - extrato da cibalena [®] , utilizando: (A) solução de fluido de isqueiro/acetato de isoamila (1:1) e (B) somente acetato de isoamila.	60
Figura 16. Recipiente utilizado como funil de decantação.	64
Figura 17. Equação mostrando a hidrólise básica do benzoato de benzila. . .	65
Figura 18. Equação da precipitação do ácido benzóico (23) pela acidificação da solução aquosa de (21).	65
Figura 19a. Fórmulas estruturais dos adoçantes comerciais: sacarina sódica (24), ciclamato de sódio (25) e Acesulfame (26).	67
Figura 19b. Fórmulas estruturais da sacarose (27) e da sucralose (28).	67
Figura 20. Produtos da hidrólise do ácido acetilsalicílico (18): ácido salicílico (15) e ácido acético (29).	73
Figura 21a. Produtos da hidrólise básica do ácido acetilsalicílico (18) [primeira etapa].	74
Figura 21b. Intermediário tetraédrico (18a) formado pela adição do íon hidróxido ao grupo carbonila do grupo éster.	74
Figura 22. Acidificação dos produtos da hidrólise básica de 18 (segunda etapa).	74
Figura 23. Hidrólise básica do benzoato de benzila.	77
Figura 24a. Equação da reação de esterificação entre o ácido benzóico (23) e o etanol (6) para formar o benzoato de etila (30).	80
Figura 24b. Etapas iniciais de formação do intermediário tetraédrico (23a) pela adição de etanol (6) ao grupo carbonila protonado do ácido benzóico (23) em uma reação de esterificação catalisada por ácido.	81
Figura 25. Equação da formação do ácido benzóico (23) pela acidificação de uma solução aquosa de benzoato de sódio (21).	81
Figura 26. Sistema de refluxo para hidrólise do paracetamol em meio ácido. .	84

Figura 27a. Equação da hidrólise do paracetamol em meio ácido.	85
Figura 27b. Etapas de formação do intermediário tetraédrico (16a) pela da adição de água ao grupo carbonila protonado do paracetamol.	85
Figura 28. A- Solução amarelada obtida pela formação de uma imina ao se gotejar a solução contendo o 4-aminofenol (31), ou seu sal (31a), sobre uma solução de vanilina (32); B- Solução azul escura contendo o complexo formado entre o 4-aminofenol (31) e íons Cu^{2+}	86
Figura 29. Equação de despolimerização do PET (33) por hidrólise básica mostrando a formação do tereftalato dissódico (34a) e do etilenoglicol (35). .	88
Figura 30. Equação mostrando a formação do ácido tereftálico (34) a partir da acidificação da mistura reacional contendo o tereftalato dissódico (34a) em solução.	89
Figura 31. Equação da oxidação do etano-1,2-diol (etilenoglicol, 35) por permanganato de potássio, em solução aquosa básica, para obtenção do oxalato de sódio (36a).	92
Figura 32. Equação mostrando a formação do oxalato de cálcio.	92
Figura 33. Equação mostrando a formação do oxalato de ferro II diidratado. .	92
Figura 34. Conversão do oxalato de sódio (36a) em ácido oxálico (36).	93
Figura 35. Equação da decomposição do ácido oxálico em CO_2 e H_2O	93
Figura 36. Materiais utilizados na construção do condensador: 1) mangueiras de PVC cristal nos diâmetros de a) 1" e b) 5/16"; 2) abraçadeira de nylon; 3) tampa de refrigerante; 4) prensa-cabos; 5) rolha de espuma; 6) tubo de anestésico; 7) fita veda rosca.	96
Figura 37. Sistema de destilação.	96
Figura 38. Equações das reações envolvidas na formação do iodofórmio (CH_3I , 38).	97
Figura 39. 1- Isopor intacto na presença do removedor de esmaltes comercial; 2- Solubilização do isopor em acetona destilada.	97
Figura 40. 1- Precipitado formado no teste do iodofórmio com xarope de iodeto de potássio a 2%, 2- Precipitado formado no teste do iodofórmio com iodeto de potássio a 10%.	97

Lista de Quadros e Tabelas

Quadro 1. Fórmulas estruturais dos componentes principais de cada solvente ou composto utilizado no experimento de solubilidade.....	35
Quadro 2: Alguns ésteres e suas aplicações.....	70
Tabela 1. Propriedades físicas de algumas substâncias utilizadas.....	136

Lista de abreviaturas e siglas

AAS	<i>Ácido Acetilsalicílico</i>
CC	<i>Cromatografia em Coluna</i>
CCD	<i>Cromatografia em Camada Delgada</i>
CP	<i>Cromatografia em Papel</i>
p.e.	<i>Ponto de ebulição</i>
PET	<i>Politereftalato de etileno</i>
PVC	<i>Policloreto de Vinila</i>

Sumário

1. INTRODUÇÃO	23
1.1. A Importância da experimentação	23
1.2. A experimentação no Ensino de Química	24
1.3. A Química Orgânica no Ensino Médio	25
1.4. Objetivos do Trabalho	28
2. EXPERIMENTOS DESENVOLVIDOS	30
2.1. Forças Intermoleculares em Compostos Orgânicos	30
2.1.1. Solubilidade de compostos orgânicos.....	32
2.1.2. Extração rápida e seletiva dos pigmentos das folhas de beterraba.....	38
2.2. Análise Cromatográfica de Compostos Orgânicos	44
2.2.1. Detecção da vitamina C por cromatografia em papel.....	46
2.2.2. Cromatografia em papel utilizando medicamentos.....	52
2.2.3. Cromatografia em camada delgada de medicamentos com materiais alternativos.....	56
2.3. Testes de Caracterização de Compostos Orgânicos	61
2.3.1. Medicamento Arcasan [®] : extração e caracterização do benzoato de benzila.....	62
2.3.2. Diferenciação de adoçantes artificiais utilizando testes de chama e reações de adição.....	66
2.4. Experimentos de Hidrólise e Esterificação	69
2.4.1. Hidrólise básica do ácido acetilsalicílico (Aspirina [®]): obtenção do ácido salicílico.....	72
2.4.2. Obtenção do ácido benzóico a partir do benzoato de benzila: um experimento de hidrólise básica.....	76
2.4.3. Esterificação do ácido benzóico: obtenção do benzoato de	

etila.	79
2.4.4. Um experimento de hidrólise ácida utilizando comprimidos de Paracetamol®.	82
2.4.5. Despolimerização de garrafas de PET por hidrólise básica.	87
2.5. Outros Experimentos.	90
2.5.1. Oxidação do etilenoglicol a ácido oxálico.	90
2.5.2. Destilação de um removedor de esmaltes comercial: separação da acetona.	94
3. CONCLUSÕES GERAIS.	100
4. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.	102
5. ANEXOS.	112
ANEXO I.	113
FIGURAS COMPLEMENTARES	
Experimento 2.1.1. Solubilidade de compostos orgânicos.	113
Experimento 2.2.1. Detecção da vitamina C por cromatografia em papel.	114
Experimento 2.3.1. Medicamento Arcasan®: extração e caracterização do benzoato de benzila.	115
Experimento 2.3.2. Diferenciação de adoçantes artificiais utilizando testes de chama e reações de adição.	115
Experimento 2.4.1. Hidrólise básica do ácido acetilsalicílico (Aspirina®): obtenção do ácido salicílico.	116
Experimento 2.4.3. Esterificação do ácido benzóico: obtenção do benzoato de etila.	118
Experimento 2.4.4. Um experimento de hidrólise ácida utilizando comprimidos de Paracetamol®.	118
Experimento 2.4.5. Despolimerização de garrafas de PET por hidrólise básica.	119

Experimento 2.5.1. Oxidação do etilenoglicol a ácido oxálico.	120
Experimento 2.5.2. Destilação de um removedor de esmaltes comercial: separação da acetona.	121
ANEXO II.	122
FÓRMULAS ESTRUTURAIS E EQUAÇÕES / FIGURAS COMPLEMENTARES	
Experimento 2.2.1. Detecção da vitamina C por cromatografia em papel.	122
Experimento 2.3.1. Medicamento Arcasan [®] : extração e caracterização do benzoato de benzila.	122
Experimento 2.3.2. Diferenciação de adoçantes artificiais utilizando testes de chama e reações de adição	123
Experimento 2.4.4. Um experimento de hidrólise ácida utilizando comprimidos de Paracetamol [®]	123
ANEXO III.	124
LISTA DE MATERIAIS E REAGENTES UTILIZADOS NOS EXPERIMENTOS	
Experimento 2.1.1. Solubilidade de compostos orgânicos.	124
Experimento 2.1.2 Extração rápida e seletiva dos pigmentos das folhas de beterraba.	124
Experimento 2.2.1. Detecção da vitamina C por cromatografia em papel.	124
Experimento 2.2.2. Cromatografia em papel utilizando medicamentos.	125
Experimento 2.2.3. Cromatografia em camada delgada de medicamentos com materiais alternativos.	125

Experimento 2.3.1. Medicamento Arcasan [®] : extração e caracterização do benzoato de benzila.	126
Experimento 2.3.2. Diferenciação de adoçantes artificiais utilizando testes de chama e reações de adição.	126
Experimento 2.4.1. Hidrólise básica do ácido acetilsalicílico (Aspirina [®]): obtenção do ácido salicílico.	127
Experimento 2.4.2. Obtenção do ácido benzóico a partir do benzoato de benzila: um experimento de hidrólise básica.	127
Experimento 2.4.3. Esterificação do ácido benzóico: obtenção do benzoato de etila.	128
Experimento 2.4.4. Um experimento de hidrólise ácida utilizando comprimidos de Paracetamol [®]	128
Experimento 2.4.5. Despolimerização de garrafas de PET por hidrólise básica.	129
Experimento 2.5.1. Oxidação do etilenoglicol a ácido oxálico.	129
Experimento 2.5.2. Destilação de um removedor de esmaltes comercial: separação da acetona.	130
ANEXO IV.	131
DESCRIÇÃO DO PREPARO DOS EQUIPAMENTOS ALTERNATIVOS	
Funil de separação / condensador/ coluna de destilação.	131
ANEXO V.	133
ASPECTOS DE SEGURANÇA / TRATAMENTO, ARMAZENAMENTO E DESCARTE DE RESÍDUOS PRODUZIDOS NAS ATIVIDADES EXPERIMENTAIS	
Aspectos de segurança.	133
Tratamento, armazenamento e descarte de resíduos produzidos nas atividades experimentais.	134

ANEXO VI.	136
PROPRIEDADES FÍSICAS DE ALGUMAS SUBSTÂNCIAS UTILIZADAS	
Tabela 1. Propriedades físicas de algumas substâncias utilizadas. . .	136

INTRODUÇÃO GERAL

1. INTRODUÇÃO

1.1. A Importância da experimentação

As aulas experimentais são componentes essenciais em cursos de ciência e exercem um papel muito importante no processo de ensino-aprendizagem, pois são capazes de promover significativamente o aprendizado de conceitos científicos, estabelecer desafios, despertar a curiosidade e o interesse, promover interações sociais, exercitar a reflexão e desenvolver habilidades técnicas.^{1,2} Porém, ainda parece ser um desafio para grande parte dos professores de ciência a desvinculação do método indutivista de ensino experimental. Assim, os experimentos são apresentados aos alunos como procedimentos direcionados para desenvolver habilidades de manuseio, deixando de lado, muitas vezes, o aspecto mais importante que é o desenvolvimento das habilidades cognitivas do aluno.³ Tal procedimento tende a levar os estudantes a executar atividades experimentais mecanicamente, sem a devida reflexão sobre os propósitos dos experimentos para chegar aos resultados esperados.⁴

Quando uma atividade experimental apropriada é abordada adequadamente, ela pode ser eficaz tanto na promoção de habilidades cognitivas quanto metacognitivas, podendo permitir o desenvolvimento de todo um conjunto de habilidades práticas e de atitudes, além de despertar o interesse do aluno pela química, tornando o seu aprendizado mais prazeroso.⁵ É importante salientar que a experimentação voltada para o ensino de uma ciência apresenta propósitos bem diferentes dos experimentos investigativos realizados na ciência, podendo até imitar tais experimentos, mas apresentando uma gama de funções pedagógicas diferentes.^{6,7}

As aulas experimentais, dependendo do objetivo que se deseja atingir, podem ser abordadas de diversas maneiras, desde uma simples verificação teórica até uma abordagem mais elaborada para uma reflexão que possa levar à reestruturação ou reconstrução de um conceito. Trabalhos disponíveis na literatura apontam caminhos para tornar o ensino experimental das ciências mais significativo para os alunos.^{4,8}

Estudos indicam que o uso de abordagens investigativas,^{9,10} centradas no aluno, nas aulas experimentais das ciências, onde ele participa de todas as etapas

do experimento (planejamento para implementação, desenvolvimento das atividades, discussão e conclusão) favorecem uma aprendizagem mais consistente. Entretanto, a mudança do método tradicional de ensino em laboratório para este tipo de abordagem apresenta vários desafios inclusive no ensino superior.¹¹

1.2. A experimentação no Ensino de Química

A experimentação, como foi mencionado anteriormente, é reconhecida como uma atividade fundamental ao ensino de Ciências, e da Química em particular, havendo recomendações de que as atividades práticas devam ser concomitantes com o conteúdo teórico ministrado.¹² No entanto, deve ser ressaltado que não basta o desenvolvimento de atividades experimentais aleatórias, que muitas vezes possuem pouca vinculação com o conteúdo que está sendo estudado, ou que são simples demonstrações de experimentos. Se não houver uma discussão adequada dos resultados observados, para dar suporte à compreensão dos conceitos, a experimentação por si só não garante a aprendizagem.

Entretanto, nem sempre é fácil construir uma ponte entre o conhecimento ensinado e o cotidiano dos alunos, no sentido de desenvolver habilidades, competências e senso crítico.¹³ Geralmente, a ausência desse vínculo gera apatia e distanciamento dos alunos, atingindo também os próprios professores,¹⁴ que por adotarem uma abordagem estritamente formal, não contemplam as várias possibilidades que existem para tornar a ciência mais compreensível.¹⁵

A aula experimental é uma ferramenta importante, para estimular não só o aprendizado, como também o raciocínio e a convivência em grupo, possibilitando o desenvolvimento de habilidades que normalmente uma aula teórica expositiva não permite.¹⁶ Porém, as atividades experimentais no ensino de Química em geral não são muito frequentes,¹⁷ com muitos professores se limitando a transmitir os conteúdos de uma forma puramente teórica, o que é entediante para a maioria dos alunos e pode ter contribuído para a difusão de concepções distorcidas. Muitas vezes, o ensino de Química é praticado exigindo apenas forte memorização¹⁸ e sem correlações com os diferentes aspectos da vida cotidiana.¹⁹

A experimentação também é importante para o ensino de Química porque permite a dinamização das aulas e por dar oportunidade ao aluno de vivenciar

descobertas. É no momento da experimentação que o professor pode desempenhar mais claramente o seu papel de mediador, despertando nos seus alunos a curiosidade, levando-os de modo abrangente à indagação, à experimentação e ao esclarecimento de um fenômeno.^{10, 20}

Apesar do papel fundamental da experimentação na atividade pedagógica, a realização de experimentos no ensino de ciências nem sempre é viável. Vários problemas são enfrentados pelos professores de Química ao ministrar suas aulas experimentais, como a falta de espaço adequado, equipamentos ou reagentes insuficientes, falta de tempo,²¹ dificuldade de aquisição de reagentes específicos e alto custo.²² A carência de materiais nos laboratórios de ensino de química no Brasil atinge com mais vigor a educação básica, mas não é sua exclusividade e atinge também a educação superior.²³

Uma das maneiras de aumentar as possibilidades de realização de atividades experimentais no ensino de Química é através da utilização de equipamentos e materiais alternativos.²⁴ Os experimentos com esses materiais, além de suprir a ausência de reagentes e equipamentos convencionais, no cumprimento da atividade pedagógica de ensino, podem auxiliar na conscientização ambiental e a vinculação do conhecimento com a vida cotidiana. Além de mostrar para os alunos que a Química extrapola as paredes do laboratório,²⁵ a experimentação com materiais acessíveis e baratos também proporciona uma redução do custo operacional dos laboratórios.^{26, 27}

1.3. A Química Orgânica no Ensino Médio

Os conteúdos de Química Orgânica geralmente são apresentados de forma teórica aos alunos do terceiro ano do Ensino Médio.²⁸ O uso de demonstrações em sala de aula ou de experimentos em laboratório como ferramentas de ensino é bastante limitado. Muitas dificuldades são encontradas para mudar essa prática pedagógica, dentre elas a falta de espaço adequado e de livros didáticos do Ensino Médio que sugiram ou apresentem experimentos de Química Orgânica viáveis.²⁹ Outro aspecto relevante é a dificuldade encontrada pelo

professor para adquirir os materiais convencionais necessários para a realização dos experimentos.

Apesar do número significativo de periódicos na área de Ensino de Química, a publicação de experimentos de Química Orgânica voltados para o Ensino Médio é limitada. Ainda assim, os experimentos de Química Orgânica direcionados para esse público, muitas vezes, envolvem materiais ou reagentes que poucas escolas possuem ou que os professores não conseguem adquirir facilmente. Poucas vezes são encontrados experimentos de Química Orgânica envolvendo preferencialmente materiais alternativos e acessíveis de baixo custo. Alguns artigos procuram tornar os experimentos mais acessíveis, mas ainda utilizam materiais ou equipamentos de custo significativo ou que são de difícil acesso.

Nesse sentido, visamos desenvolver experimentos de Química Orgânica direcionados para o Ensino Médio, empregando preferencialmente materiais alternativos e acessíveis de baixo custo. Desenvolvemos também alguns equipamentos alternativos, a fim de suprir uma possível falta de equipamentos convencionais, que são necessários para a execução de alguns dos experimentos propostos.

OBJETIVOS

1.4. Objetivos do Trabalho

- Desenvolver e adaptar experimentos e equipamentos para aulas de Química Orgânica com materiais alternativos e acessíveis de baixo custo.
- Salientar a correlação entre as estruturas (fórmulas estruturais) das substâncias orgânicas envolvidas nos experimentos e nos fenômenos observados.
- Analisar a viabilidade da utilização desses experimentos na abordagem e contextualização dos conteúdos de Química Orgânica ministrados nas escolas de ensino médio.

**EXPERIMENTOS
DESENVOLVIDOS**

2. EXPERIMENTOS DESENVOLVIDOS

Os experimentos desenvolvidos foram divididos em quatro blocos:

- 2.1. Forças intermoleculares em compostos orgânicos
- 2.2. Análise cromatográfica de compostos orgânicos
- 2.3. Testes de caracterização de compostos orgânicos
- 2.4. Outros experimentos

Nos experimentos apresentados a seguir buscou-se estabelecer uma correlação obrigatória entre as estruturas (fórmulas estruturais) das substâncias orgânicas envolvidas e os fenômenos observados.

Como nem todos os experimentos podem ser aplicados com uma discussão concomitante, devido ao tempo disponível de aula, recomenda-se que os tópicos diretamente relacionados com os experimentos sejam previamente abordados.

Cada experimento apresenta diversos aspectos que podem ser trabalhados adicionalmente dependendo do programa e da disponibilidade de tempo do professor.

Convém mencionar que, no **Anexo III.** e **IV**, respectivamente, estão listados os Materiais e os Reagentes utilizados em cada experimento desenvolvido e a descrição de como foram preparados os equipamentos alternativos.

É importante esclarecer também que, embora em alguns experimentos tenham sido destacados alguns aspectos de segurança, as Medidas de Segurança e as recomendações sobre Descarte de Materiais estão localizadas no **Anexo V**.

2.1. FORÇAS INTERMOLECULARES EM COMPOSTOS ORGÂNICOS

Entender os fenômenos químicos em nível molecular e saber relacioná-los com a estrutura molecular de uma substância é extremamente importante na Química Orgânica.³⁰ Diversas propriedades físicas dos compostos orgânicos, como ponto de fusão, ponto de ebulição, solubilidade e viscosidade, estão relacionadas com as forças de atração existentes entre moléculas ou entre íons e moléculas.

Assim, o conhecimento das forças ou interações intermoleculares é essencial para a compreensão de diversos fenômenos químicos e bioquímicos que envolvem esses compostos.

As interações intermoleculares mais comuns entre compostos orgânicos, em ordem decrescente de força, são as interações dipolo-dipolo, dipolo-dipolo induzido e dipolo induzido-dipolo induzido.^{31,32} **[Anexo I, Figura complementar 1]**

As Interações do tipo dipolo-dipolo, ou dipolo permanente-dipolo permanente, ocorrem geralmente entre moléculas polares e um tipo particular dessas interações são as ligações de hidrogênio.

Para que ocorram ligações de hidrogênio entre moléculas de uma mesma substância ou de substâncias diferentes, elas devem possuir átomos de hidrogênio ligados a átomos bastante eletronegativos como oxigênio, nitrogênio ou flúor, que apresentam pares de elétrons não ligados ou regiões ricas em elétrons.³³ Os exemplos clássicos de ligações de hidrogênio são as interações que ocorrem entre álcoois ou entre álcoois e água.³⁴ Dentre as interações dipolo-dipolo, a ligação de hidrogênio é a mais forte, podendo ser considerada a situação extrema desse tipo de interação.³⁵ **[Anexo I, Figura complementar 1(a)]**

As interações do tipo dipolo-dipolo ocorrem entre moléculas polares que não interagem por ligação de hidrogênio, como entre as moléculas de cetonas ou de aldeídos, por exemplo.³⁶ **[Anexo I, Figura complementar 1(b)]**

As interações do tipo dipolo permanente-dipolo induzido ocorrem quando uma molécula polar interage com uma molécula apolar. Essas interações apesar de fracas, explicam a solubilidade dos compostos apolares em solventes polares. Como exemplo, temos a interação de moléculas de éter dietílico com moléculas de pentano. Neste caso, os dipolos permanentes das moléculas do éter dietílico conseguem causar uma distorção das nuvens eletrônicas das ligações das moléculas de pentano, criando dipolos momentâneos e permitindo interações com as moléculas do éter dietílico. **[Anexo I, Figura complementar 1(c)]**

Por último, as interações dipolo induzido-dipolo induzido, ou dipolo instantâneo-dipolo induzido, também conhecidas como forças de dispersão de London ou forças de van der Waals, ocorrem quando há um desequilíbrio momentâneo na distribuição eletrônica de moléculas apolares ocasionado pelo contato ou choque, como entre moléculas de pentano, por exemplo.³³ **[Anexo I, Figura complementar 1(d)]** Apesar de extremamente fracas, essas forças podem

se intensificar com o aumento do tamanho das cadeias carbônicas das moléculas. As forças de van der Waals, ou forças de dispersão de London, são as únicas forças intermoleculares existentes entre as moléculas de hidrocarbonetos saturados, por exemplo.³⁷

Com base nas considerações anteriores foi desenvolvida uma proposta de experimento envolvendo a solubilidade de compostos orgânicos.

2.1.1. Solubilidade de compostos orgânicos^(*)

Objetivos

Elaborar um experimento de solubilidade, envolvendo compostos orgânicos acessíveis e de baixo custo, que permita ao professor fazer uma abordagem objetiva sobre a relação entre solubilidade e forças intermoleculares.

Introdução

A solubilidade é um conceito importante e está envolvido em diversos processos químicos e bioquímicos, assim como em muitas situações do cotidiano.

Apesar da solubilidade ser um tema abordado ao longo das séries do Ensino Médio, muitos alunos ainda apresentam dificuldade em reconhecer o fenômeno e explicá-lo de maneira adequada.³⁸ Tal fato pode estar relacionado à pequena experiência desses alunos com esse fenômeno em ambiente escolar, pois, curiosamente, poucos artigos ou livros didáticos de Química Orgânica para o Ensino Médio apresentam experimentos sobre este assunto.

Em um processo envolvendo forças intermoleculares, 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.³⁹ Portanto, uma análise criteriosa dos tipos de interações intermoleculares predominantes entre compostos orgânicos, e não só o

* Trabalho apresentado na 36ª Reunião Anual da SBQ, Seção de Ensino de Química, maio de 2013, Águas de Lindóia, SP.

conhecimento de suas polaridades, é essencial para analisar a solubilidade desses compostos em um determinado solvente.

Assim, um experimento envolvendo solubilidade e forças intermoleculares pode permitir ao professor fazer uma discussão mais contextualizada sobre esses conceitos e destacar a sua importância. Essa associação, além de despertar o interesse do aluno, poderá favorecer o desenvolvimento da sua capacidade para relacionar os conceitos abordados com as estruturas moleculares de outras substâncias orgânicas.

Convém salientar, entretanto, que é necessária uma abordagem preliminar pelo professor sobre as interações ou forças intermoleculares e tópicos relacionados. Isso preparará o aluno para a compreensão da solubilidade dos compostos orgânicos em determinados solventes.

Trabalhos envolvendo solubilidade, forças intermoleculares e materiais acessíveis, voltados para o ensino médio, são pouco frequentes para a importância do conceito. Os trabalhos destacados a seguir apresentam diferentes abordagens sobre o tema.

A determinação do teor de álcool na gasolina⁴⁰, por exemplo, foi realizada pela verificação da variação de volume da fase aquosa e por comparação das densidades da fase aquosa com valores da literatura. A identificação das fases e a determinação do teor de álcool na gasolina permitiram a explicação e a discussão dos fenômenos e conceitos químicos envolvidos, e também a associação das relações entre propriedades físicas, como solubilidade e densidade, e a sua utilização no processo de identificação e quantificação de substâncias.

Outra abordagem foi baseada na problematização para o estudo das interações intermoleculares e alguns conceitos relacionados.⁴¹ O trabalho foi realizado em quatro etapas, com alunos de um curso pré-vestibular e, em uma das etapas, foi realizado um experimento simples envolvendo mistura de alguns compostos orgânicos encontrados no dia-a-dia, como, açúcar, vinagre, isopor e gasolina.

Um experimento simples envolvendo testes de solubilidade foi desenvolvido com goma de mascar e chocolate, além de outros compostos orgânicos como o açúcar e óleo.⁴² O experimento procurou relacionar termos como polaridade, não polaridade, forças intermoleculares e solubilidade com base nos testes realizados.

Uma pesquisa qualitativa teórico-experimental⁴³ foi desenvolvida com alunos do ensino médio abordando o tema interações intermoleculares, utilizando variações do teste da adulteração da gasolina com associação de corantes extraídos das sementes de urucum. O experimento, utilizando a adição desse corante a gasolina, visava ampliar a discussão dos conceitos de solubilidade e interações intermoleculares e outros conceitos envolvendo propriedades físicas e químicas das substâncias orgânicas.

Uma sequência didática com intervenção pedagógica⁴⁴ foi realizada com os alunos da 3ª série do ensino médio de uma escola pública estadual, com a realização de ensaios de solubilidade envolvendo diversos compostos orgânicos, que permitiram que os alunos relacionassem as estruturas dos compostos com os tipos de interações moleculares envolvidas.

Metodologia

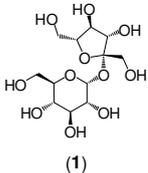
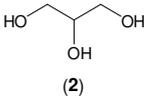
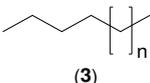
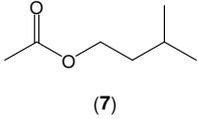
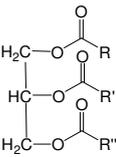
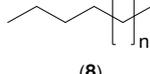
Em cinco diferentes tubos de ensaio numerados foram adicionadas, respectivamente, 10 gotas (cerca de 0,5 mL) de vaselina (**3**), glicerina (**2**), óleo de soja (**4A**), ou uma ponta de espátula de açúcar refinado (**1**) ou gordura vegetal hidrogenada sólida (**4B**), **Quadro 1**. Em seguida, em cada tubo, foram adicionados 2 mL (cerca de 40 gotas) de água destilada.

Cada tubo de ensaio foi agitado para verificar se o composto era solúvel ou insolúvel. Quando necessário, para uma melhor visualização, foi acrescentada uma gota de solução aquosa de violeta genciana.

O procedimento foi repetido, com as substâncias utilizadas anteriormente, para cada um dos seguintes solventes: etanol combustível (**6**), acetato de isopentila (**7**, acetato de isoamila, extraído do óleo de banana comercial) e removedor de ceras desodorizado (**8**).

A amostra era considerada parcialmente solúvel no solvente quando cerca de 50% do sólido era dissolvido, e, no caso de líquidos, se as primeiras gotas eram solúveis e as demais formavam outra fase.

Quadro 1. Fórmulas estruturais dos componentes principais de cada solvente ou composto utilizado no experimento de solubilidade:

Compostos testados	Fórmulas estruturais	Solventes	Fórmulas estruturais
Sacarose (açúcar refinado)	 (1)	Água	 (5)
Propano-1,2,3-triol (glicerina)	 (2)	Etanol	 (6)
Mistura de alcanos (Vaselina)	 (3) n= 25 a 40 átomos de carbonos.	Acetato de isopentila	 (7)
Triacilgliceróis (Óleo de soja)	 (4) R, R' e R'' = Cadeias carbônicas lineares insaturadas contendo cerca de 18 átomos carbonos (4A, óleo de soja), ou saturadas (4B, gordura vegetal hidrogenada).	Removedor de ceras (Mistura de alcanos)	 (8) n= 7 a 12 átomos de carbonos.
Triacilgliceróis (Gordura vegetal hidrogenada)			

Resultados e discussão

Os testes de solubilidade foram realizados à temperatura ambiente e envolveram os compostos mostrados no **Quadro 1**. Foi observada a total solubilidade do açúcar (1, sacarose, uma substância poli-hidroxilada) em água (5), devido à facilidade da formação de ligações de hidrogênio com aquele solvente [Anexo I, Figura complementar A.1.a]. Isso permitiu a separação das moléculas “individuais” de sacarose e sua dissolução pela água. Entretanto, o açúcar foi pouco

solúvel em etanol (6) e praticamente insolúvel no acetato de isopentila (7). Essa diferença foi relacionada à diminuição da polaridade desses solventes, pela presença da cadeia carbônica, mesmo no éster (acetato de isopentila, 7), que possui um grupo carbonila.

A insolubilidade da sacarose (1) no removedor de ceras (8, mistura de hidrocarbonetos saturados) se deve às diferenças das forças intermoleculares (ligações de hidrogênio, mais fortes) existentes na sacarose e no removedor (forças do tipo dipolo induzido, mais fracas).

Pelas razões mencionadas anteriormente, a glicerina (2, glicerol) [**Anexo I, Figura complementar A.1.b**], que apresenta três átomos de carbono e três grupos hidroxila, foi totalmente solúvel em água (5), parcialmente solúvel em etanol (6), acetato de isopentila (7) e insolúvel no removedor de ceras (8). Neste caso (glicerina/removedor), foram observadas duas fases devido às diferenças de densidade dos dois líquidos: o removedor permaneceu na fase superior e a glicerina, de maior densidade, na fase inferior.

A vaselina (3), que é composta principalmente por alcanos, não foi solúvel em água (5), ou no etanol (6), que são compostos hidroxilados e polares. Nestes casos, foram formadas duas fases e a vaselina permaneceu na fase superior devido à sua menor densidade.

Entretanto, a vaselina (3) foi solúvel no removedor de ceras (8), como se poderia esperar, pela existência de interações dipolo induzido/dipolo induzido. A vaselina foi também solúvel no acetato de isopentila (7) pela possibilidade de interações dipolo/dipolo induzido com esse solvente.

A gordura vegetal hidrogenada, constituída basicamente de triacilgliceróis (4b, triésteres do glicerol com cadeia longa saturada), foi solúvel somente no removedor de ceras (8) [**Anexo I, Figura complementar A.1.c**]. Já o óleo de soja (4A), por conter triacilgliceróis insaturados de cadeia longa, além de ter sido solúvel no removedor, foi solúvel também no acetato de isopentila (7), pelas razões mencionadas anteriormente.

Conclusões

O experimento, com uma abordagem qualitativa, mostrou que as substâncias polares podem interagir favoravelmente com solventes ou outras substâncias polares através de interações dipolo-dipolo, onde se incluem as ligações de hidrogênio. Nas substâncias apolares ou pouco polares a solubilidade depende principalmente das interações do tipo dipolo induzido/dipolo induzido. Nos triacilgliceróis prevalecem as interações típicas de substâncias que apresentam cadeias longas saturadas e insaturadas.

O experimento permitiu evidenciar que a solubilidade é um fenômeno que depende principalmente das interações ou forças intermoleculares e não somente da polaridade das substâncias envolvidas.

Convém salientar que é necessária uma abordagem preliminar, pelo professor, sobre as interações ou forças intermoleculares, grupos funcionais das substâncias envolvidas e tópicos relacionados.

Considerações adicionais sobre o experimento

Como foram dadas várias opções de compostos e solventes, o professor poderá selecionar os testes a serem realizados, compatibilizando a execução do experimento, a contextualização e o tempo de aula disponível.

É recomendável usar tubos de ensaio de mesma medida para efeito de comparação. Tubos muito largos dificultam a visualização de pequenos volumes das substâncias testadas. Por outro lado, tubos estreitos demais e longos podem dificultar a realização dos testes com a gordura vegetal hidrogenada, por exemplo. Durante a realização do experimento, em alguns casos, é necessário que, após a agitação das substâncias testadas, os tubos sejam deixados em repouso por alguns minutos.

Alguns materiais são comercializados na forma de soluções. O acetato de isoamila (7, acetato de isopentila) comercial ou óleo de banana, por exemplo, apresenta em sua composição cerca de 1/3 de etanol. Nesse caso, o etanol pode ser removido da solução por adição de igual volume de água destilada, seguida de agitação cuidadosa e de repouso por cerca de 3 minutos. O acetato de isoamila (sobrenadante), após a separação das fases, pode ser transferido com um conta-

gotas para um novo recipiente (ver **Experimento 2.1.2**) e secado com uma pequena quantidade de NaCl (sal de cozinha).

O professor deve realizar essa separação antes da execução do experimento. A utilização dessa separação para uma abordagem prévia sobre forças intermoleculares poderá ser bastante proveitosa.

2.1.2. Extração rápida e seletiva dos pigmentos das folhas de beterraba^(*)

Objetivos

Desenvolver um procedimento para a extração e a separação rápida dos pigmentos das folhas de beterraba, através de um processo de extração líquido-líquido, em tubos de ensaio, que permita uma abordagem sobre solubilidade e forças intermoleculares.

Introdução

Embora presentes em muitos pigmentos os metais não são necessários para a cor intensa observada em diversos compostos.⁴⁵ Convém esclarecer que diferentes áreas de ciência e tecnologia denominam de modos diferentes pigmentos e corantes. Áreas tecnológicas com enfoque direcionado para o tingimento de diversos materiais classificam pigmentos e corantes com base na solubilidade, por exemplo,^{46,47} enquanto que outras áreas não fazem uma distinção clara quando se trata de compostos de origem vegetal.^{45,48;49} De forma que os compostos coloridos abordados neste experimento serão denominados de pigmentos.

Nas plantas pigmentos são substâncias que desempenham funções importantes e também são responsáveis pelas suas cores.⁵⁰ A clorofila (**9**), por exemplo, é um pigmento natural verde, abundante nas plantas, que absorve a luz necessária para a fotossíntese. Nas folhas de beterraba, além da clorofila, **Figura 1**, estão presentes também betacianinas (**10A**) e betaxantinas (**10B**), **Figura 2**.

* Trabalho apresentado na 37ª Reunião Anual da SBQ, Seção de Ensino de Química, maio de 2014, Natal, RN.

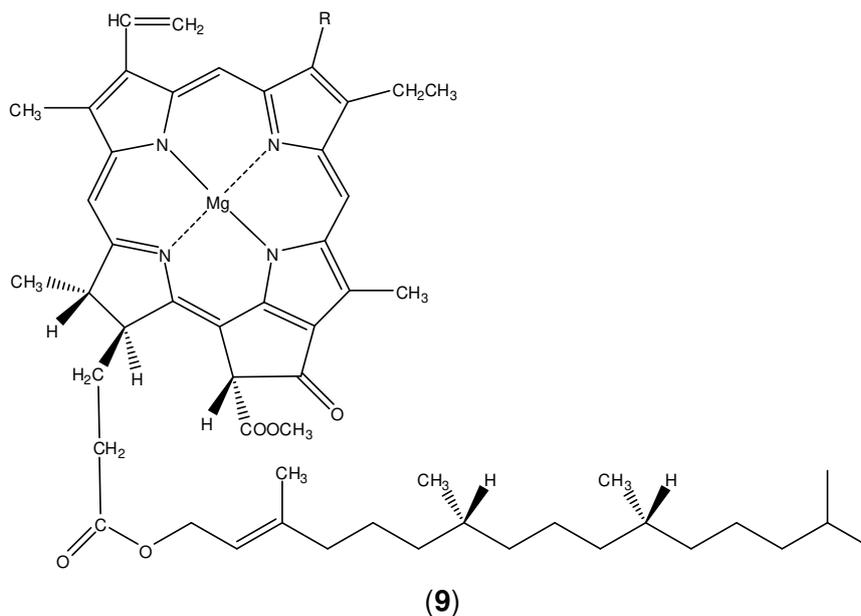


Figura 1. Fórmulas estruturais das clorofilas **A** ($R = \text{CH}_3$) e **B** ($R = \text{CHO}$).

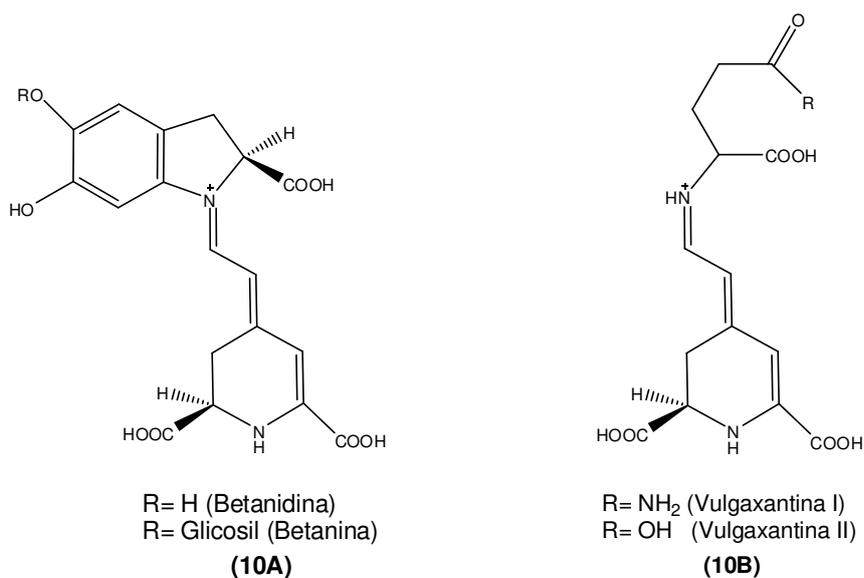


Figura 2. Fórmulas estruturais das betacianinas **(10A)** e das betaxantinas **(10B)**. Adaptado de Bonacin *et al.*, 2009).⁵¹

As betacianinas **(10A)** são pigmentos cuja cor varia de vermelho a púrpura, enquanto que a coloração das betaxantinas **(10B)** varia de amarelo a alaranjado.⁵¹

Trabalhos envolvendo pigmentos em experimentos para o ensino médio serão comentados a seguir.

Pigmentos extraídos do repolho roxo tem sido empregados em experimentos na construção de escalas padrões de pH, para o ensino de equilíbrio ácido-base e para a determinação do caráter ácido-básico de diferentes materiais,⁵² com também para a abordagem de conceitos como solução tampão.^{53, 54}

Extratos de frutas e de suas cascas⁵⁵ e de legumes,⁵⁶ utilizando materiais de fácil obtenção, também foram utilizados em experimentos de medidas de pH e comportamento de indicadores, bem como conceitos relacionados com polaridade de substâncias, solubilidade, funções orgânicas e métodos de separação de misturas.⁵⁸ Diferentes extratos vegetais⁵⁷ foram utilizados para avaliação dos perfis das cores em função do pH, permitindo que os alunos deduzissem, por comparação, os tipos de pigmentos de cada extrato e relacionassem suas observações com os conceitos químicos abordados. Um experimento para extração do principal pigmento da cenoura e sua caracterização,⁵⁸ foi desenvolvido com materiais de fácil aquisição como removedor de ceras, removedor de esmalte contendo acetona e sal de cozinha. Nos testes de caracterização foram utilizados como reagentes soluções de tintura de iodo e de permanganato de potássio (medicamentos).

Um trabalho realizado com alunos do ensino médio, abordando a importância nutricional dos pigmentos naturais e suas propriedades⁵⁹, utilizou cenoura, beterraba e pimentão verde extraídos com água, etanol ou acetona. O experimento possibilitou uma abordagem sobre os principais cromóforos e de alguns conceitos relacionados com a estrutura e a polaridade dos compostos envolvidos.

Metodologia

Os pigmentos das folhas de beterraba foram extraídos conforme o fluxograma da **Figura 3**, com base na baixa miscibilidade entre os solventes utilizados.

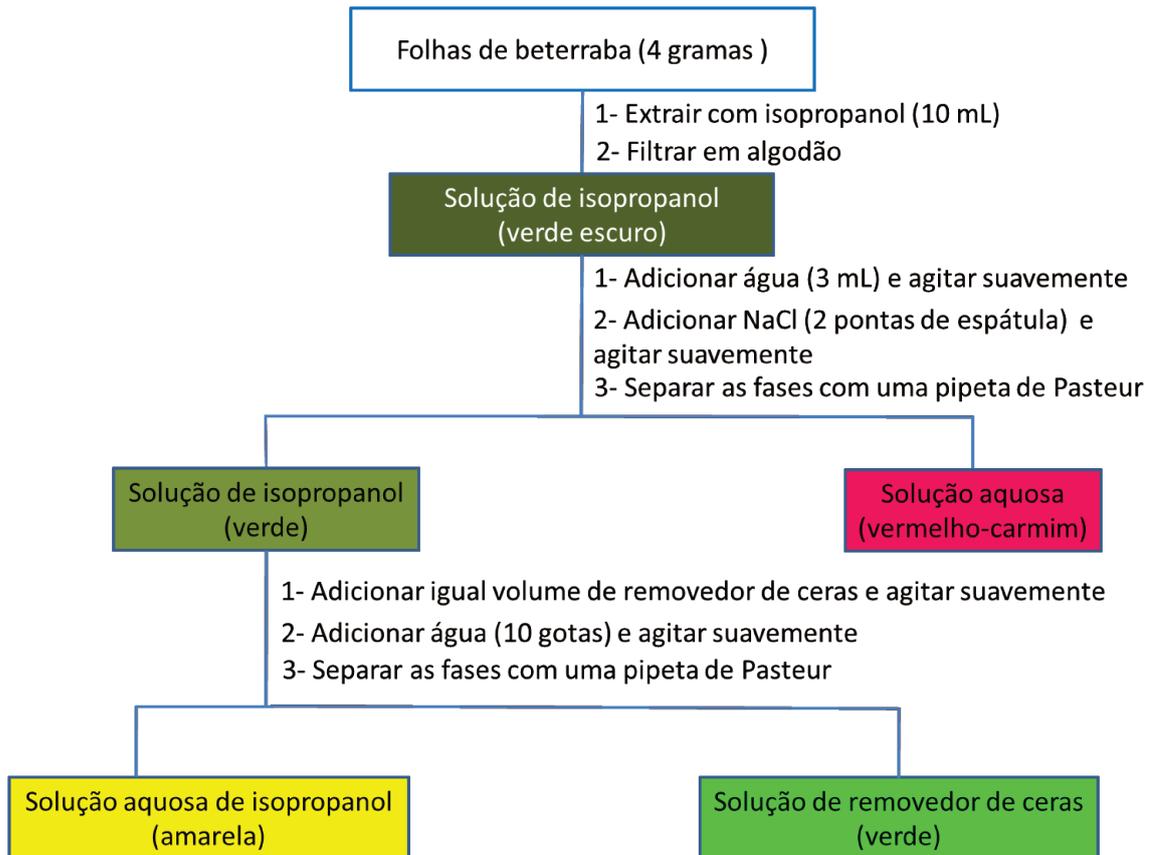


Figura 3. Fluxograma do processo de extração seletiva dos pigmentos das folhas de beterraba.

Resultados e discussão

O extrato bruto foi obtido de folhas de beterraba, cortadas em pequenos pedaços, por maceração com isopropanol (**11**, solvente de limpeza de materiais de informática) em um recipiente de vidro, com um pistilo de madeira, **Figura 4a e 4b**. O extrato obtido foi transferido para um tubo de ensaio e diluído com água.

A adição de NaCl (sal de cozinha) saturando a fase aquosa, permitiu a separação das fases isopropanólica (verde escura, superior) e da fase aquosa (vermelha, inferior), evidenciando a separação das betacianinas (**10A**), substâncias do extrato com maior afinidade com a água. A separação das duas fases evidenciou também as diferenças de densidade dos solventes utilizados (isopropanol, $d \sim 0,8$ e água, $d = 1,0$).

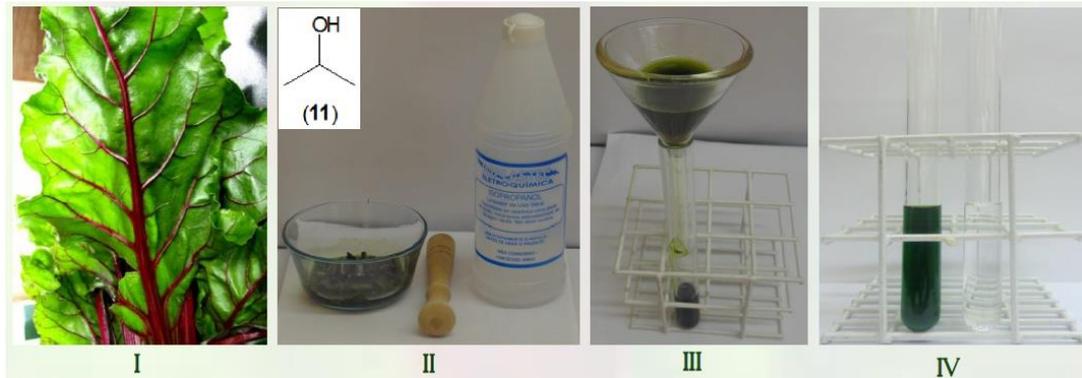


Figura 4a. Etapas da extração e separação dos pigmentos das folhas de beterraba: (I) Folhas de beterraba; (II) Extração por maceração com isopropanol (11); (III) Filtração em algodão; (IV) Extrato bruto filtrado/água destilada.

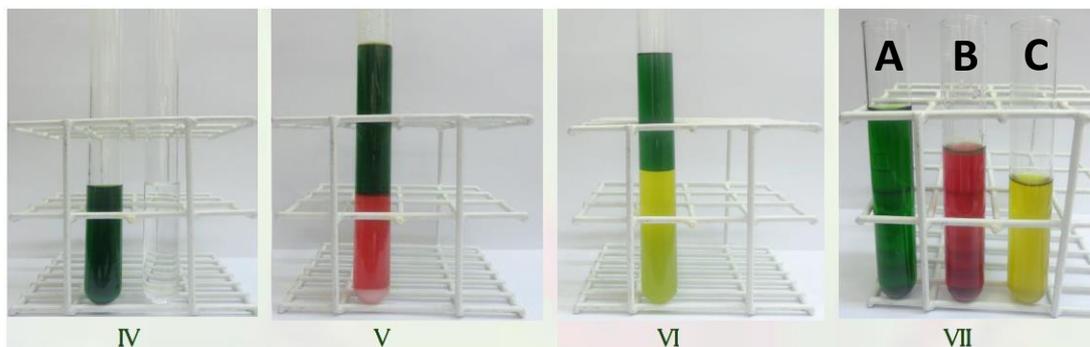


Figura 4b. Etapas da extração e separação dos pigmentos das folhas de beterraba: (IV) Extrato bruto filtrado/água destilada. (V) Extração das betacianinas (10A); (VI) Extração das clorofilas (9) / betaxantinas (10B); (VII) Pigmentos isolados: (A) clorofilas, (B) betacianinas e (C) betaxantinas.

Permaneceram na fase isopropanólica as betaxantinas (10B) e as clorofilas (9A e 9B): as primeiras foram capazes de interagir com o isopropanol por ligações de hidrogênio e outras interações dipolo-dipolo, e as clorofilas, menos polares, através de interações dipolo-dipolo e dipolo-dipolo induzido.

A fase isopropanólica, separada em outro tubo de ensaio, foi extraída com removedor de ceras comercial (8, constituído principalmente por hidrocarbonetos de cadeia longa) e, de início, a separação não foi satisfatória. Entretanto, a adição de algumas gotas de água permitiu a separação bem definida das fases: do removedor (verde), contendo as clorofilas (9A e 9B), e do isopropanol (amarela), com as betaxantinas (10B). A separação das fases foi favorecida pelas ligações de hidrogênio formadas entre o isopropanol e a água, que são mais fortes que as interações dipolo-dipolo induzido existentes entre o isopropanol e o removedor.

Assim, verificou-se que os pigmentos vermelhos e amarelos foram solúveis somente nos solventes polares, isopropanol e água. Essa preferência pode ser explicada pelo fato de existirem um elevado número de hidroxilas presentes nas estruturas das betacianinas (**10A**) e betaxantinas (**10B**), o que permitiu que elas interagissem com esses solventes preferencialmente por meio das ligações de hidrogênio.

Por outro lado, observou-se que os pigmentos verdes, que são pouco polares, foram solúveis tanto no isopropanol, quanto no removedor de ceras, solvente apolar. Com o isopropanol, as clorofilas (**9A** e **9B**) se ligam preferencialmente através de interações do tipo dipolo permanente – dipolo induzido, enquanto que com o removedor de ceras essas interações passam a ser majoritariamente interações do tipo dipolo induzido – dipolo induzido ou forças de Van der Waals.

Conclusões

A metodologia desenvolvida neste trabalho permitiu extrair e separar, de maneira rápida e eficiente, os três principais pigmentos presentes nas folhas de beterraba: as betacianinas (coloração vermelho-púrpura), as betaxantinas (cor amarela) e as clorofilas (cor verde predominante).

O experimento foi realizado com materiais acessíveis e pode ser utilizado para demonstração em sala de aula para uma abordagem sobre forças intermoleculares e solubilidade.

É fundamental, para a compreensão adequada do experimento, um enfoque preliminar sobre forças intermoleculares e solubilidade de substâncias orgânicas.

Considerações adicionais sobre o experimento

As folhas de beterraba devem ser encomendadas previamente a agricultores, donos de pequenas hortas, vendedores em feiras locais ou centrais de abastecimento de produtos de hortifruticultura, pois as folhas são geralmente descartadas. Os próprios alunos da classe algumas vezes se dispõem a conseguir as folhas.

Durante o experimento, mesmo em uma demonstração, é recomendável solicitar aos alunos a apresentarem explicações sobre os fenômenos observados e fazerem comparações entre as diferentes intensidades das forças moleculares envolvidas em todas as etapas. Também é importante que os alunos sejam sempre indagados sobre a composição de cada uma das fases, em cada etapa, antes da adição de qualquer outro componente.

Por não ser muito demorado, se houver disponibilidade de materiais e de laboratório, ou espaço compatível, o experimento permite que grupos de alunos repitam o procedimento demonstrado e façam uma discussão objetiva do processo durante a própria aula.

2.2. ANÁLISE CROMATOGRÁFICA DE COMPOSTOS ORGÂNICOS

A análise, a separação e a purificação de compostos orgânicos são tarefas muito importantes para os profissionais da química, sendo a cromatografia um dos métodos amplamente utilizados nos laboratórios para essas finalidades. Atualmente, várias técnicas cromatográficas são conhecidas e seu uso é considerado essencial para o desenvolvimento de diversas áreas da ciência.

Cromatografia é o nome dado ao processo físico-químico de separação dos componentes de uma mistura baseado na migração diferencial entre duas fases, uma denominada de fase móvel e outra de fase estacionária.⁶⁰ A fase móvel, geralmente é um líquido, um gás ou um fluido supercrítico, que se desloca ao longo de uma fase estacionária, que pode ser um líquido, ou um sólido, retido em um suporte. Durante o seu deslocamento, a fase móvel arrasta os diversos componentes da mistura, em velocidades distintas, em função da maior ou menor interação dos componentes com a fase estacionária. Essa migração diferencial ao longo de todo o percurso é que promove a separação.

Essa técnica, apesar de empregada desde a antiguidade em processos de separação de misturas, só foi reconhecida e identificada, como cromatografia, em 1906, após as publicações dos trabalhos do russo Michael Semenovitch Tswett, que separou e identificou diferentes pigmentos em extratos de plantas. Embora a técnica tenha sido originalmente empregada para a separação de substâncias coloridas, por permitir a visualização de regiões de diferentes cores, o processo de separação

depende essencialmente das interações das substâncias presentes na mistura com as fases móvel e estacionária empregadas.

Nas aulas experimentais de Química Orgânica no Ensino Médio a cromatografia em papel (CP), a cromatografia em camada delgada (CCD) e a cromatografia em coluna (CC) são as modalidades cromatográficas mais abordadas, embora ainda de maneira bastante restrita.

A cromatografia em papel é uma técnica analítica bastante empregada geralmente na separação de compostos polares. Esse processo é realizado sobre uma fina camada de celulose de composição uniforme, que funciona como suporte para as fases móvel e estacionária, ambas líquidas.⁶⁰ O processo de separação utilizado nesse tipo de cromatografia é o de partição líquido-líquido, onde as diferentes afinidades dos componentes da mistura com essas duas fases são primordiais para que processo de separação seja efetivo.

A cromatografia em camada delgada (CCD) é uma técnica analítica utilizada em diversos campos da ciência, para analisar, separar e purificar misturas de substâncias orgânicas ou organometálicas. Nesta técnica o processo de separação cromatográfica se dá fundamentalmente através de um fenômeno conhecido como adsorção, onde os componentes de uma mistura são separados entre duas fases. Uma delas conhecida como fase móvel, formada por um ou mais solventes, e a outra formada por uma fina camada de um material adsorvente retido sobre uma superfície plana de um suporte, geralmente de vidro, alumínio ou plástico, denominada de fase estacionária.

Nessa técnica, a fase móvel se desloca por capilaridade através da fase estacionária promovendo o deslocamento e a separação dos componentes de uma mistura pela diferença de afinidade com a fase estacionária.^{60, 61} Após a separação, os componentes da amostra que apresentarem cor poderão ser vistos diretamente na superfície do material adsorvente. Para os incolores, no entanto, deve ser empregado um revelador para tornar essas substâncias visíveis.

Devido a sua importância, a CCD tem sido ensinada em diversas instituições de ensino, principalmente nos cursos de graduação em química e áreas afins. Geralmente as placas cromatográficas são confeccionadas nos laboratórios da própria instituição sobre um suporte de vidro, embora possam ser adquiridas comercialmente em suportes de alumínio, vidro ou plástico.

Um procedimento utilizado para a confecção de placas de CCD analíticas, de tamanho pequeno, consiste na imersão, em uma suspensão de um material adsorvente, de duas placas de vidro sobrepostas, que são logo retiradas. Esse processo geralmente garante um espalhamento fino e uniforme de uma camada do adsorvente sobre as placas, que são, em seguida, separadas e secadas ao ar, na posição horizontal.

A sílica gel é o adsorvente mais utilizado para essa confecção, devido às suas características físicas favoráveis, embora existam diversos outros adsorventes.⁶² Entretanto, algumas instituições apresentam dificuldade para a obtenção do adsorvente, devido ao seu elevado custo, aliado a outros problemas como o acesso a determinados materiais e reagentes, o que muitas vezes compromete o ensino da técnica.⁶³

2.2.1. Detecção da vitamina C por cromatografia em papel^{64,(*)}

Objetivos

Utilizar a cromatografia em papel para detectar a vitamina C em diferentes polpas de frutas comerciais, utilizando como revelador uma solução de $\text{FeCl}_2/\text{FeCl}_3$, usando materiais alternativos, acessíveis e de baixo custo, para uma abordagem sobre a técnica cromatográfica utilizada.

Introdução

A cromatografia em papel é um método de separação dos componentes de uma mistura que pode favorecer a abordagem de vários conceitos físico-químicos. Apesar de menos usada atualmente, devido ao advento de técnicas mais avançadas, é a que apresenta maior simplicidade operacional e menor custo.⁶⁵

Os compostos a serem separados por cromatografia podem apresentar cor ou não. Quando os compostos não apresentam cor, estes devem ser revelados por algum mecanismo, quer seja ele físico, químico ou biológico. Dos diversos

* Trabalho apresentado no XXXI CLAQ (Congreso Latinoamericano de Química), Área de Educación Química, outubro de 2014, Lima, Peru.

trabalhos envolvendo a cromatografia em papel que são desenvolvidos para o Ensino Médio, grande parte utiliza a cor das próprias substâncias para sua identificação. Entretanto, a maioria dos compostos orgânicos existentes na natureza são incolores, como é o caso da vitamina C (**12**), **Figura 5**, que para ser visualizada ou detectada em um papel necessita o uso de algum tipo de revelador.

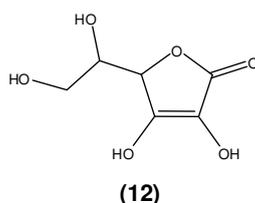


Figura 5. Fórmula estrutural da vitamina C (ácido ascórbico).

Serão comentados a seguir alguns experimentos que, utilizando materiais de fácil acesso, foram desenvolvidos visando a detecção de vitamina C, ou determinação do seu teor, em sucos de frutas.

Utilizando materiais facilmente acessíveis como comprimidos de vitamina C, tintura de iodo, amido de milho e conta gotas, dentre outros, um experimento foi desenvolvido para evidenciar a presença de vitamina C em diversos sucos de frutas⁶⁶ pela reação com tintura de iodo.

Um experimento de cromatografia em papel foi desenvolvido para detectar os ácidos cítrico, láctico e tartárico em amostras de sucos de frutas industrializados de caju e goiaba.⁶⁷ A separação cromatográfica foi realizada em papel de filtro para café utilizando uma mistura contendo álcool etílico, água, hidróxido de amônio e o indicador azul de timol como fase móvel e vapores de ácido clorídrico, como revelador.

Com o uso de materiais de fácil acesso, como soluções de iodo e amido e comprimidos contendo vitamina C, um experimento foi desenvolvido para determinar, utilizando titulações iodométricas, o teor de vitamina C em amostras de sucos naturais de laranja e limão e industrializados.⁶⁸

Metodologia

As polpas de frutas comerciais [**Anexo I, Figura complementar B.1.a**] foram adicionadas (duas pontas de espátula ou palito de sorvete) a tubos de ensaio

rotulados ou a pequenos frascos de medicamentos contendo removedor de esmaltes comercial (com 50% de acetona). Depois de agitadas, as misturas obtidas foram filtradas em algodão e secas com sal de cozinha (NaCl). Um padrão de vitamina C foi obtido por maceração de um comprimido com o removedor de esmaltes, seguida de filtração.

Os extratos das polpas de caju, goiaba, acerola e o padrão de vitamina C foram aplicados em "placas" de cartolina branca (8x4 cm), que foram desenvolvidas com soluções de etanol combustível/água (5:1, v/v, e 3:1, v/v) em um copo de vidro (cuba cromatográfica) de tamanho compatível. Após a evaporação do solvente à temperatura ambiente, as "placas" foram reveladas com uma solução aquosa contendo íons $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$, previamente preparada.

A solução usada com revelador foi preparada pela reação de uma esponja de lã de aço para limpeza, colocada em um copo de vidro, pela adição cuidadosa de 50 mL de uma solução de HCl comercial (ácido muriático)/água (1:1)⁶⁹ (usando luvas de borracha e óculos de segurança). Após o período de reação (cerca de 30 minutos) a mistura reacional foi filtrada sobre algodão com o uso de um funil comum e diluída com 50 mL de água destilada.

Algumas "placas" de cartolina e a solução reveladora foram previamente testadas aplicando-se apenas a solução contendo o padrão de vitamina C [**Anexo I, Figura complementar B.1.b**].

Resultados e discussão

A vitamina C, em presença de íons Fe^{3+} , forma o complexo ascorbato de Fe(III) (**13**) responsável por uma coloração azul característica.^{70, 71} A formação do complexo foi fundamental para a detecção da vitamina C nas polpas de frutas comerciais neste trabalho. A adição da solução reveladora contendo íons $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ a uma solução de vitamina C com removedor de esmaltes (contendo 50% de acetona), em meio básico, levou ao surgimento de uma cor azul escura, indicando teste positivo e confirmando a preparação adequada do revelador.

A formação do complexo ascorbato de Fe(III) foi também evidenciada pelo aparecimento da cor azul, nos locais de uma tira de cartolina em que foram feitas aplicações da solução de vitamina C, quando a tira foi imersa em uma solução de $\text{FeCl}_2/\text{FeCl}_3$. Isso indicou que a solução de $\text{FeCl}_2/\text{FeCl}_3$ poderia ser usada como

revelador, e a tira de cartolina (com propriedades básicas) como “placa”, para a detecção da vitamina C (ácido ascórbico) em cromatografia em papel.

Buscando evidências sobre a composição do complexo de cor azul, trabalhos indicaram que ele é formado por duas moléculas de ácido ascórbico^{70, 71} para cada íon Fe^{3+} .

Embora existam muitos complexos de Fe(III) de geometria octaédrica com ligantes bidentados, com o ácido ascórbico e vários aminoácidos os complexos de Fe(III) possuem geometria “quadrada”.⁷²

Considerando a formação em meio básico, uma sugestão para a representação do complexo ascorbato de Fe (III), $[(\text{HA}^-)_2\text{Fe(III)}]^+$, é mostrada na **Figura 6**.

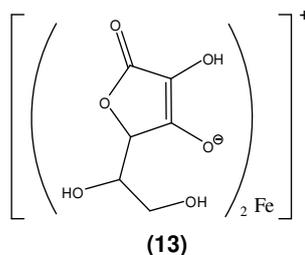


Figura 6. Representação do complexo formado em meio básico entre o ácido ascórbico e os íons Fe^{3+} (adaptada de Zümreoglu-Karam, 2006).⁷¹

Com base nas considerações anteriores, a detecção da vitamina C foi realizada por dois critérios: (a) pela cor do complexo formado na revelação da placa e (b) pela comparação entre o fator de retardamento (R_f) de um padrão de vitamina C e os R_f s apresentados pelas manchas das amostras dos extratos analisados. O fator de retardamento (R_f) foi determinado pela razão entre a distância percorrida pela substância (centro da mancha) desde o ponto de aplicação, D_S , e a distância percorrida pela frente da fase móvel (distância percorrida pela fase móvel do ponto de aplicação da amostra até a linha de chegada), D_{FM} (**Figura 7**).

O surgimento de manchas de cor azul escura no teste inicial com o papel cromatográfico e a revelação da “placa” de papel, que devia possuir propriedades básicas, com a solução aquosa de $\text{FeCl}_2/\text{FeCl}_3$, após o desenvolvimento, indicou a presença de vitamina C nos extratos das polpas de frutas analisadas.

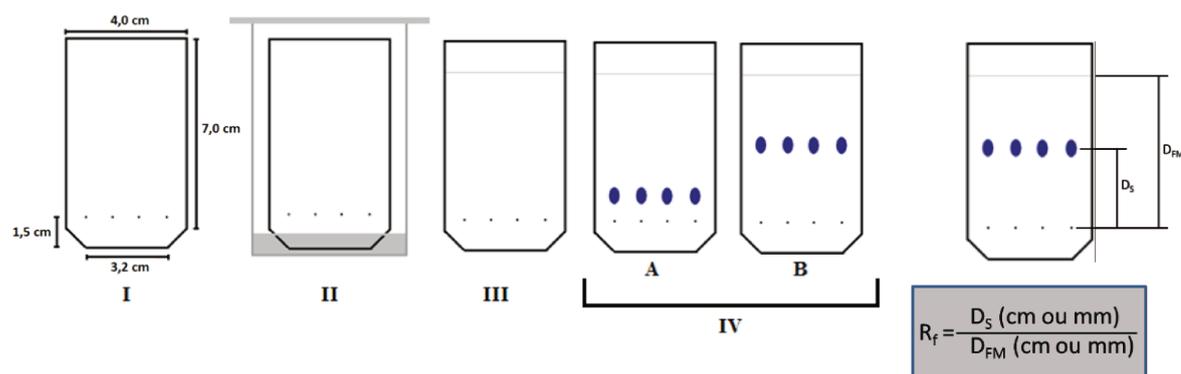


Figura 7. Representação esquemática das quatro etapas cromatográficas: (I) aparência inicial da “placa” de papel; (II) cuba, solvente e “placa”; (III) aparência da “placa” desenvolvida antes da revelação (IV) aparência da “placa” de papel após a revelação: desenvolvimento em (A) etanol/água (5:1, v/v) e (B) etanol/água (3:1, v/v).

As manchas de cor azul apresentaram um R_f de cerca de 0,3 (o mesmo R_f encontrado para o padrão) o que evidenciou uma grande interação com a fase estacionária durante o desenvolvimento cromatográfico. Isso se deve ao fato da vitamina C apresentar vários grupos hidroxila capazes de realizar ligações de hidrogênio mais efetivas com a fase estacionária (H_2O),⁶⁰ ou mesmo com o papel (suporte, constituído de celulose, composto poliidroxilado [Anexo II, Figura complementar I.1.a], do que com a fase móvel utilizada, CH_3CH_2OH/H_2O (5:1), Figura 7 (IVA). O aumento da concentração de água na fase móvel levou a uma mudança de interação e, conseqüentemente, a um diferente R_f da vitamina C, Figura 7 (IVB).

Assim, a vitamina C foi detectada nos extratos de polpas de frutas pela cor azul do complexo formado com os íons Fe^{3+} no processo de revelação das “placas” [Anexo I, Figura complementar B.1.c]. Sua identidade foi evidenciada pela comparação direta das alturas das manchas e correspondentes fatores de retenção (R_f s), com os R_f s de um padrão, em solventes de desenvolvimento com diferentes concentrações de água e etanol.

Conclusões

O experimento foi realizado de forma bastante satisfatória com materiais alternativos, acessíveis e de baixo custo e mostrou que, apesar da vitamina C não apresentar manchas coloridas nas “placas” de papel, foi possível fazer a sua revelação com uma solução contendo íons $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$.

Foi também verificado que a cartolina fina de cor branca apresentou rigidez e propriedades adequadas para que suas tiras pudessem ser usadas como “placas”, sendo uma alternativa viável, embora com limitações, para ser utilizada em experimentos de introdução à cromatografia em papel [**Anexo I, Figura complementar B.1.d**].

Entretanto, é importante salientar que a aplicação do experimento exigirá uma abordagem prévia de tópicos como funções orgânicas, forças intermoleculares, solubilidade de substâncias orgânicas e fundamentos de cromatografia.

Considerações adicionais sobre o experimento

É muito importante que alguns tipos de cartolina sejam previamente testados por causa das diferenças do tratamento do papel e da porosidade. Esses fatores influenciarão nas características do papel e, conseqüentemente, nos resultados dos desenvolvimentos das “placas”.

Devido à baixa concentração de vitamina C em algumas polpas de frutas, é necessário que seja feito um maior número de aplicações dos extratos dessas polpas na “placa”, para que suas manchas sejam facilmente visualizadas.

Para a aplicação das amostras na “placa” de cartolina, agulhas de seringas descartáveis de ponta fina podem ser utilizadas como capilares de aço, desde que as suas calotas plásticas sejam cuidadosamente removidas com o auxílio de um alicate e a ponta da agulha seja quebrada. O lado da agulha de onde foi retirada a calota plástica é o que será utilizado para aplicação das amostras.

Uma solução reveladora recém-preparada geralmente apresenta uma menor concentração de íons Fe^{3+} , que aumenta com o passar do tempo quando a solução é exposta ao ar. Assim, no processo de revelação, utilizando uma solução reveladora recém-preparada, após a retirada da “placa” da solução reveladora, é necessário aguardar certo tempo com a “placa” exposta ao ar para que ocorra a sua

completa revelação. O uso de soluções reveladoras mais antigas, apesar de apresentar uma maior quantidade de íons Fe^{3+} e propiciar a revelação imediata, pode deixar as “placas” muito amareladas ou escurecidas.

2.2.2. Cromatografia em papel utilizando medicamentos^(*)

Objetivos

Desenvolver um experimento envolvendo a cromatografia em papel, usando materiais alternativos e acessíveis de baixo custo, capaz de demonstrar que uma análise ou uma separação cromatográfica depende principalmente das interações das substâncias, coloridas ou não, com a fase estacionária.

Introdução

A Cromatografia em papel com o uso de substâncias de fórmula estrutural conhecida, como as encontradas em medicamentos, é uma ferramenta interessante para o ensino de diversos conteúdos de química orgânica. Além de auxiliar a contextualização, ela pode facilitar a abordagem de diversos conceitos químicos envolvidos no processo de separação, como interações intermoleculares, estrutura dos compostos e polaridade de funções orgânicas.^{73,74}

Por outro lado, pigmentos de diversos tipos e cores têm sido empregados em experimentos para o ensino médio envolvendo diferentes tipos de cromatografia.^{75,76} Entretanto, nem sempre é possível fazer uma correlação satisfatória entre a cor observada e as estruturas das substâncias envolvidas no processo cromatográfico.

Além disso, muitos compostos orgânicos existentes em diversas misturas são incolores, e isso é comum em análises e separações cromatográficas.

A maioria dos experimentos de cromatografia em papel para o ensino médio envolve separações de tintas de canetas, utilizando papel de filtro para café e também papel de filtro convencional, béquer como cuba cromatográfica e alguns materiais acessíveis de baixo custo.

* Trabalho apresentado na 36ª Reunião Anual da SBQ, Seção de Ensino de Química, maio de 2013, Águas de Lindóia, SP.

Tintas de canetas esferográficas e hidrográficas, de diferentes marcas e cores,⁷⁷ foram utilizadas como amostras para a realização de um experimento de cromatografia em papel. Os materiais utilizados na análise cromatográfica foram papel para filtragem de café, um béquer como cuba, e álcool etílico de uso farmacêutico e água como fases móveis.

Uma atividade experimental, também utilizando cromatografia em papel, que pode ser realizada em casa ou no laboratório, segundo os autores, foi proposta para a separação dos corantes presentes em tintas de canetas.⁷⁸ O experimento, utiliza tiras de papel de filtro para café, pequenos copos de plástico e, como solventes de desenvolvimento, água, álcool isopropílico a 70%, vinagre, solução de amoníaco doméstico ou suas misturas.

Outro experimento de cromatografia em papel, utilizando alguns materiais alternativos, foi elaborado para separar diferentes corantes alimentícios presentes em pastilhas de chocolate.⁷⁶ Para a cromatografia foram utilizados de papel de filtro e, como cuba, um conjunto composto por duas garrafas transparentes cortadas. O solvente de desenvolvimento usado foi uma solução aquosa de NaCl a 5% e para a aplicação das amostras foram utilizados palitos de dentes.

Um experimento de cromatografia em papel foi elaborado para separar e identificar pigmentos (carotenos, criptoxantinas, capsantinas e capsorubina) em extratos de pimentões verdes, amarelos e vermelhos.⁷⁴ Nesse trabalho foram utilizadas uma solução de hexano/acetona (5:1), para as extrações dos pigmentos, uma fita de papel de filtro Whatmann nº 1 de 3,0 x 8,5 cm e uma solução de hexano com 5% de acetona como fase móvel.

Outro experimento, utilizando cromatografia em papel, foi desenvolvido para separar os pigmentos (clorofila A e B, caroteno e xantofilas) extraídos das folhas da planta dente-de-leão (*Taraxacum officinale*), e também para demonstrar o processo de separação tanto em fase normal quanto em fase reversa.⁷⁹ O extrato utilizado foi obtido por maceração em acetona, seguida de extração com hexano. Na cromatografia em fase normal foi utilizada a mistura hexano/acetona (9:1). Já na cromatografia em fase reversa foi utilizado papel de filtro impregnado com uma solução de óleo vegetal/hexano (1:16) e uma solução de acetona/água (9:1) foi utilizada como solvente de desenvolvimento.

Metodologia

Neste experimento foi realizada a análise cromatográfica, com o uso de revelador, dos princípios ativos presentes nos medicamentos óleo de cravo (eugenol, **14**), Calotrat[®] (ácido salicílico, **15**), Tylenol[®] (paracetamol, **16**) e Metildopa[®] (**17**), **Figuras 8 e 9**.

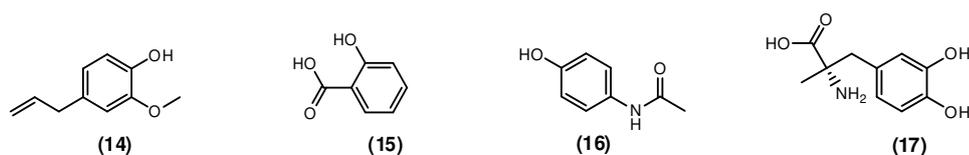


Figura 8. Fórmulas estruturais dos princípios ativos presentes nos medicamentos.



Figura 9. Medicamentos utilizados na análise cromatográfica

Os comprimidos de Tylenol[®] e Metildopa[®] foram triturados e dissolvidos em removedor de esmalte (contendo 50% de acetona) e depois filtrados com algodão. Os medicamentos líquidos (Calotrat e óleo de cravo) foram dissolvidos no mesmo solvente.

A análise cromatográfica foi realizada em “placas” de cartolina fina (4 x 8 cm) e uma solução de etanol combustível/água (9:1, v/v) foi usada como fase móvel, conforme **Figura 10**.

Como revelador foi utilizada uma solução contendo íons Fe^{3+} (**Figura 11A**), que formam complexos coloridos com fenóis (**Figura 11B**). Essa solução foi preparada pela reação de uma esponja de aço (Bombril[®] ou similar) com uma solução de HCl comercial (ácido muriático).⁶⁹



Figura 10. Eluição cromatográfica das substâncias presentes nos medicamentos.

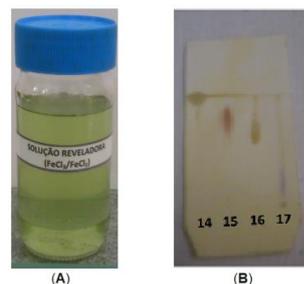


Figura 11. A- Solução reveladora de $\text{FeCl}_2/\text{FeCl}_3$. B- Placa cromatográfica após a revelação com a solução de $\text{FeCl}_2/\text{FeCl}_3$.

Resultados e discussão

O papel cromatográfico empregado, dentro de suas limitações, apresentou resolução e reprodutibilidade satisfatórias, com a vantagem de poder ser utilizado como uma placa, devido à sua rigidez. Com o uso do revelador as manchas dos compostos analisados tornaram-se coloridas.

Assim, foi possível verificar que o eugenol (**14**) foi o composto que apresentou menor interação com o papel (maior R_f), seguido do ácido salicílico (**15**), do paracetamol (**16**) e, finalmente, da metildopa (**17**), com o menor R_f . Os compostos que apresentaram maior capacidade de formar ligações de hidrogênio com a fase estacionária percorreram uma distância menor no papel, enquanto que os com menor interação foram menos retidos. Foi observado que o ácido salicílico (**15**), que pode formar uma ligação de hidrogênio intramolecular, foi menos retido que o paracetamol (**16**) e a metildopa (**17**).

Conclusões

O experimento mostrou que o resultado da análise de uma amostra depende principalmente das interações dos seus constituintes com a fase estacionária do sistema cromatográfico utilizado.

Para a compreensão adequada do experimento, é necessária uma abordagem preliminar sobre os grupos funcionais das substâncias constituintes da formulação dos medicamentos utilizados.

Por outro lado, o experimento propicia aos professores uma forma adicional de explorar as substâncias presentes em medicamentos nas aulas de Química Orgânica.

Considerações adicionais sobre o experimento

O etanol combustível apresenta cerca de 5% de água¹. Entretanto, podem ocorrer pequenas variações nesse teor. Embora tenha sido utilizada como solução de desenvolvimento etanol combustível/água 9:1, é importante que sejam feitos outros desenvolvimentos variando o teor de água da solução de desenvolvimento (sugestão: etanol combustível/água 5:1).

Também é importante dar atenção especial ao tempo de evaporação dos solventes após as aplicações das amostras na “placa” e imediatamente após a retirada da mesma da solução de desenvolvimento.

É importante também que, após a retirada da placa da solução reveladora e aguardado o tempo necessário para que ocorra a sua completa revelação, as manchas sejam circuladas com um lápis imediatamente ou, se possível, que a placa seja fotografada, pois com o passar do tempo ela ficará bastante amarelada prejudicando a visualização das manchas.

2.2.3. Cromatografia em camada delgada de medicamentos com materiais alternativos^(*)

Objetivos

Desenvolver um experimento de cromatografia em camada delgada de medicamentos, utilizando materiais alternativos e de baixo custo para confecção, desenvolvimento e revelação das placas cromatográficas.

Introdução

A cromatografia em camada delgada (CCD) é uma técnica analítica utilizada mundialmente em vários laboratórios para analisar, e também separar,

* Trabalho apresentado na 37ª Reunião Anual da SBQ, Seção de Ensino de Química, maio de 2014, Natal, RN.

diversos materiais e substâncias. Entretanto, seu ensino é geralmente comprometido pela limitação de recursos ou dificuldade de acesso aos materiais necessários.^{60,80}

Utilizando materiais acessíveis, como lâminas de vidro para microscopia e uma mistura de talco e Leite de Magnésia é possível confeccionar placas de cromatografia em camada delgada bastante satisfatórias e, que podem proporcionar a análise de diversas substâncias, inclusive de medicamentos.

Também é possível realizar o desenvolvimento cromatográfico e a revelação das placas, utilizando, respectivamente, solventes comerciais alternativos e acessíveis, e vapor de iodo, produzido *in situ* a partir de iodeto de potássio e água oxigenada.

Embora não sejam muito frequentes, trabalhos buscando alternativas para o ensino de cromatografia em camada delgada (CCD) no ensino médio, utilizando materiais alternativos, são promissores.

Placas de CCD, utilizando talco como adsorvente⁸⁵, foram confeccionadas visando a separação e a identificação de flavonoides, aminoácidos e açúcares. As suspensões utilizadas para a preparação das placas foram feitas com água e com outros solventes como metanol, etanol, propanol, isopropanol e butanol.

Um experimento de cromatografia por adsorção, utilizando bastões de giz⁸¹ como fase estacionária e etanol comum como fase móvel, para separação dos componentes de tintas de canetas do tipo hidrocor de várias cores.

Outro experimento, utilizando também bastões de giz, visando a separação de carotenos e clorofilas de um extrato de espinafre⁸², foi desenvolvido para ilustrar o processo envolvido na cromatografia em camada delgada. Nesse experimento um frasco de vidro de maionese comercial foi utilizado como cuba e benzina como o solvente de desenvolvimento cromatográfico.

Um trabalho buscou verificar se a utilização de suspensões de talco para bebê⁸³, preparadas em dois diferentes solventes, água e etanol, eram adequadas para o preparo de placas de cromatografia em camada delgada para serem usadas no ensino. Algumas propriedades do adsorvente, como o poder de separação dos componentes de amostras de tintas, foram avaliadas e comparadas com as das placas preparadas com Sílica gel 60 GF₂₅₄.

Um experimento foi elaborado visando a separação cromatográfica dos pigmentos do extrato de pimentão vermelho utilizando materiais alternativos.⁸⁴ Nesse experimento uma mistura de farinha de trigo, gesso e água foi utilizada como

suspensão para o preparo da fase estacionária. O desenvolvimento cromatográfico foi realizado em uma cuba cromatográfica (frasco de maionese) contendo uma mistura de removedor de gordura/ removedor de esmaltes (9:1, v/v).

Um trabalho foi desenvolvido visando com o objetivo de testar métodos alternativos para a realização de cromatografia em camada delgada (CCD) utilizando materiais não convencionais.⁸⁵ Quatro adsorventes foram testados: pó da casca do ovo de galinha (PCOG), amido com gesso na proporção de 3:1, amido com PCOG na proporção de 1:3 e gesso. As placas que apresentaram o melhor resultado, considerando separação/tempo de desenvolvimento, foram as de amido com PCOG na proporção de 1:3.

Metodologia

Os medicamentos e princípios ativos utilizados nos experimentos foram óleo de cravo (eugenol, **14**), Calotrat[®] (ácido salicílico, **15**), Paracetamol (**16**, genérico), Aspirina[®] (ácido acetilsalicílico, **18**) e Cibalena[®], comprimido que contém paracetamol (**16**), ácido acetilsalicílico (**18**) e cafeína (**19**), **Figura 12**.

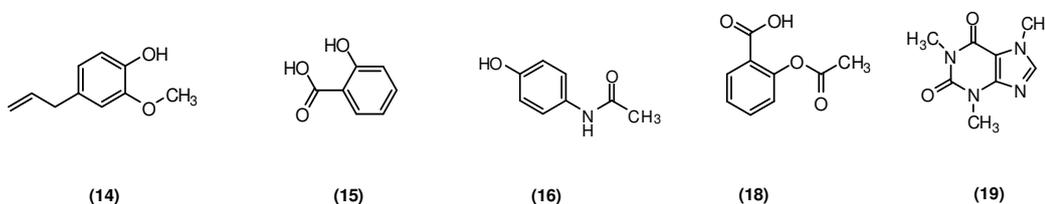


Figura 12. Fórmulas estruturais dos princípios ativos dos medicamentos utilizados.

Para aplicação nas placas, os comprimidos de Paracetamol e Cibalena[®] foram triturados e dissolvidos em removedor de esmalte contendo 50% de acetona e, em seguida, filtrados em algodão. Os medicamentos líquidos (Calotrat[®] e óleo de cravo) também foram dissolvidos no removedor de esmaltes.

As placas de CCD foram confeccionadas com lâminas de vidro, para microscopia, por imersão durante alguns segundos em uma suspensão de talco (30 g), leite de magnésia [contendo 3,0 g de Mg(OH)₂]⁸⁶ e etanol combustível (40 mL), seguida de secagem à temperatura ambiente [**Anexo I, Figura complementar 3.a**]. Os solventes utilizados nas fases móveis foram fluido de isqueiro (mistura de

hidrocarbonetos saturados) e acetato de isoamila [acetato de isopentila, CH_3COOR ; $\text{R} = -\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2$, extraído do óleo de banana comercial]. As revelações das placas foram feitas em “câmara” de iodo produzido *in situ*, em quantidade controlada, através da reação entre tintura de iodo comercial, colocada em um frasco de penicilina, e água oxigenada adicionada em gotas (**Figura 13a**).



Figura 13a. Materiais utilizados na confecção, no desenvolvimento e na revelação das placas de cromatografia em camada delgada.

Resultados e discussão

As placas cromatográficas, depois de desenvolvidas e secas, foram reveladas com vapor de iodo produzido através da reação de oxirredução que ocorreu entre o iodeto de potássio, presente na tintura de iodo, e a água oxigenada (10 volumes), **Figura 13b**.



Figura 13b. Reação utilizada para a produção do iodo a partir do iodeto de potássio e da água oxigenada.

Na cromatografia das amostras contendo eugenol (**14**), paracetamol (**16**) e ácido salicílico (**15**) foi utilizada como fase móvel uma solução de fluido de isqueiro/acetato de isoamila (2:3).

A revelação da placa mostrou que o eugenol (**14**) foi o princípio ativo menos retido pela fase estacionária, seguido do paracetamol (**16**), enquanto que o ácido salicílico (**15**) foi o mais retido, evidenciando as interações diferenciadas com as fases móvel e estacionária (**Tópico 2.1**), **Figura 14**.

As placas da amostra de Cibalena[®], para a detecção do paracetamol (**16**), foram desenvolvidas em uma solução de fluido de isqueiro/acetato de isoamila (1:1) e somente em acetato de isoamila. Essa mudança de solvente evidenciou interações mais efetivas do paracetamol (**16**) com a fase móvel (acetato de isoamila), de maior polaridade, como mostraram as alturas das manchas observadas ou seus R_f s correspondentes (**Experimento 2.2.1**).

As revelações das placas mostraram com clareza a presença do paracetamol (**16**), sendo também visualizadas as manchas do ácido acetilsalicílico (**18**) e da cafeína (**19**), **Figura 15**.



Figura 14. Placa cromatográfica desenvolvida com fluido de isqueiro/acetato de isoamila (2:3) e revelada com iodo produzido *in situ* - eugenol (**14**), paracetamol (**16**) e ácido salicílico (**15**).

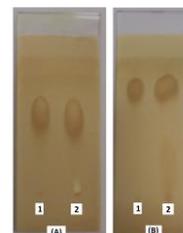


Figura 15. Placas cromatográficas da identificação do paracetamol (**16**) presente no extrato da cibalena[®]: **1** - paracetamol[®], **2** - extrato da cibalena[®], utilizando: (**A**) solução de fluido de isqueiro/acetato de isoamila (1:1) e (**B**) somente acetato de isoamila.

A elaboração do experimento de cromatografia em camada delgada exigiu vários testes em todas as suas etapas. De forma que as placas confeccionadas com talco e leite de magnésia (hidróxido de magnésio), sobre o suporte de vidro, somente apresentaram um aspecto homogêneo após vários testes de preparação da suspensão.

Conclusões

As placas confeccionadas com a mistura de talco e leite de magnésia apresentaram um aspecto homogêneo, com uma boa fixação do adsorvente nas placas de vidro, não sendo necessária ativação.

A revelação com vapor de iodo, gerado *in situ* em quantidade controlada, proporcionou uma visualização das manchas bastante satisfatória, sendo possível

detectar a presença dos princípios ativos analisados mesmo em baixas concentrações.

As substâncias analisadas mostraram interações diferenciadas com a fase estacionária utilizada, possibilitando uma boa separação do paracetamol dos outros componentes do comprimido de Cibalena[®].

Os resultados obtidos mostraram que a utilização da mistura talco/leite de magnésia como fase estacionária, aliada a outros materiais alternativos, é bastante viável para o ensino de cromatografia em camada delgada e para a abordagem de conceitos relacionados.

Considerações adicionais sobre o experimento

A confecção das placas deve ser realizada previamente, observando os cuidados necessários, como a limpeza da superfície das lâminas de vidro, a preparação da suspensão do adsorvente e a secagem das placas. É interessante também mostrar aos alunos os constituintes individuais da fase estacionária utilizada.

Seria muito interessante que parte de uma aula pudesse ser utilizada para mostrar aos alunos como é realizada a confecção das placas. O ideal seria que grupos de alunos pudessem confeccionar suas próprias placas.

Além dos cuidados operacionais, é muito importante comentar objetivamente a forma de revelação que será utilizada e como será produzido o agente revelador.

A cibalena[®] deixou de ser fabricada no início de 2014. Entretanto, existe atualmente no mercado outro medicamento com o nome de doril enxaqueca[®], que apresenta a mesma composição que a cibalena[®].

2.3. TESTES DE CARACTERIZAÇÃO DE COMPOSTOS ORGÂNICOS

Identificar compostos orgânicos desconhecidos é tarefa rotineira em grande parte dos laboratórios de Química Orgânica. Métodos modernos, com o uso de equipamentos sofisticados, facilitam bastante esse trabalho. No entanto, a utilização de reações clássicas continua sendo uma importante ferramenta na

transformação de compostos orgânicos e na obtenção de informações importantes no ensino da Química Orgânica.

Reações características de determinados grupos funcionais podem ser usadas na caracterização de substâncias orgânicas, ou mesmo complementar sua identificação através de derivados.⁸⁷ Alguns testes qualitativos que causam mudança de cor, de estado físico e liberação de gás, dentre outros, permitem a obtenção de informações importantes sobre diversas substâncias orgânicas.⁸⁸

Embora, a princípio, não seja uma tarefa simples, essas evidências experimentais podem ser utilizadas no Ensino Médio, na abordagem e na contextualização de várias reações básicas da Química Orgânica, com a utilização de substâncias acessíveis e de baixo custo.

2.3.1. Medicamento Arcasan[®]: extração e caracterização do benzoato de benzila

Objetivos

Desenvolver um experimento para demonstração e discussão de uma extração líquido-líquido, empregando materiais alternativos e acessíveis de baixo custo, que permita extrair o princípio ativo do medicamento Arcasan[®] para posterior caracterização.

Introdução

A extração líquido-líquido é uma técnica bastante utilizada para a separação de compostos orgânicos de uma mistura. Trata-se de um processo em que dois líquidos imiscíveis, são colocados em contato, geralmente por agitação, para que o composto de interesse, presente em um deles, seja transferido para o outro líquido no qual apresenta maior solubilidade.⁸⁷

A extração líquido-líquido permite, por exemplo, separar produtos de misturas reacionais. Permite separar também princípios ativos de medicamentos comercializados na forma de misturas, como o Arcasan[®], que é utilizado no tratamento de combate à escabiose (sarna), pediculose e outras parasitoses cutâneas e do couro cabeludo.

Na sua formulação, o Arcasan[®] apresenta, além do benzoato de benzila, composto que possui pouco odor intrínseco e é bastante utilizado como fixador em perfumes e cosméticos,⁸⁹ uma quantidade significativa de outros compostos orgânicos. Desses compostos os mais expressivos são o ácido esteárico e a trietanolamina, que são utilizados para a geração *in situ* do estereato de trietanolamina [**Anexo II, Figura complementar II.1.a**], agente emulsificante capaz de aumentar a solubilidade do benzoato de benzila em água.

É importante salientar que extrações líquido-líquido, extrações que usam solventes não miscíveis, são usuais no ensino de graduação, por exemplo, na separação de produtos de uma reação ou na recuperação de um óleo essencial extraído por arraste de vapor.⁹⁶ Entretanto, essa técnica de separação é pouco abordada no ensino médio, principalmente utilizando materiais acessíveis ou de baixo custo. Os trabalhos comentados a seguir ilustram abordagens realizadas utilizando extração líquido-líquido.

Um experimento foi desenvolvido para extração e purificação da cafeína⁹⁰ obtida pela extração líquido-líquido, utilizando cloreto de metileno de uma solução aquosa básica, preparada pelo cozimento das folhas de chá em uma mistura de carbonato de cálcio e água. A cafeína, obtida com o uso de materiais e reagentes convencionais, foi purificada por sublimação e o grau de pureza verificado pela determinação do seu ponto de fusão.

Outro experimento, utilizando extração líquido-líquido, foi desenvolvido com materiais convencionais usando éter dietílico para separar óleos essenciais de cravo e canela de extratos aquosos obtidos em uma máquina doméstica de café expresso.⁹¹ A presença dos óleos nos extratos foi evidenciada pela reação com permanganato de potássio (teste de Baeyer).

Metodologia

A extração do benzoato de benzila (**20**) a partir da mistura de 60 mL de Arcasan[®] com 60 mL de isopropanol (**11**, solvente de limpeza de materiais de informática) foi realizada em um recipiente de decantação construído com mangueiras de PVC cristal, abraçadeiras de nylon e tampas de detergente e refrigerante (**Figura 16**).



Figura 16. Recipiente utilizado como funil de decantação.

A fase isopropanólica foi separada e extraída duas vezes com 25 mL de uma solução aquosa saturada de sal de cozinha (NaCl). Quando necessário, para a separação de fases durante cada extração, foi acrescentada mais uma pequena quantidade de NaCl a mistura. A fase aquosa foi dispensada e a fase isopropanólica foi novamente extraída com 50 mL de removedor de ceras (**8**, mistura de hidrocarbonetos saturados) para remoção de outros constituintes da formulação.

O benzoato de benzila (**20**), contido em 5 mL da fase isopropanólica, foi submetido à hidrólise em presença de 2 mL de uma solução aquosa de NaOH a 20 % em um tubo de ensaio, aquecido com cuidado em chama de bico de Bunsen (ou lamparina) por cerca de 3 minutos. Após o resfriamento, a mistura reacional foi filtrada em algodão, resfriada em banho de gelo e acidificada com uma solução de H₂SO₄ a 20% (solução de bateria), até a máxima precipitação de um sólido branco.

A mistura acidificada foi filtrada em papel de filtro para café e o sólido branco retido no papel foi lavado com alguns mililitros de água destilada gelada. Após a secagem entre dois papéis de filtro (ou toalhas de papel), o sólido branco obtido foi submetido aos testes de solubilidade e desprendimento de gás carbônico [**Anexo II, Figura complementar II.1.b**].

Resultados e Discussão

A presença do benzoato de benzila (**20**) na fase isopropanólica (extração) foi evidenciada pela obtenção do ácido benzóico (**23**), material sólido branco, que foi

recuperado após a hidrólise básica e acidificação da mistura reacional em um tubo de ensaio (ou frasco de penicilina). Esta reação promoveu a transformação do éster nas porções carboxilato (RCOO^-) e álcool benzílico (**22**), e a acidificação da mistura reacional, com solução de bateria (H_2SO_4 20%), converteu o benzoato de sódio (**21**) ao ácido benzóico, que foi separado por filtração simples (Figuras 17 e 18).

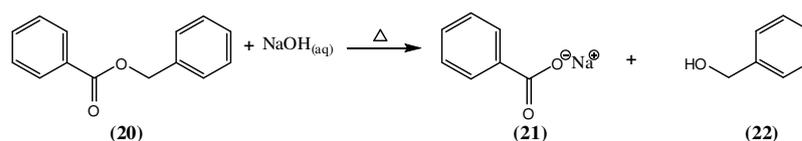


Figura 17. Equação mostrando a hidrólise básica do benzoato de benzila (**20**).

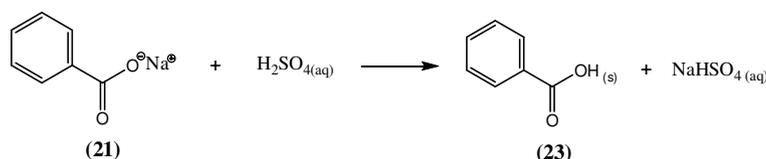


Figura 18. Equação da precipitação do ácido benzóico (**23**) pela acidificação da solução aquosa de (**21**).

O sólido branco obtido foi submetido a testes com soluções aquosas diluídas de NaOH (soda cáustica), com solubilidade total, e de NaHCO_3 , com desprendimento de gás (CO_2) mostrando comportamento típico de ácido carboxílico e evidenciando a obtenção do ácido benzóico.⁹⁶ [Anexo I, Figura complementar C.1.a].

Conclusões

O experimento permite demonstrar de maneira satisfatória como é realizado um processo de extração líquido-líquido. A execução do experimento é viável com uso de um “funil de separação” construído com materiais alternativos.

O procedimento experimental (incluindo a hidrólise básica do benzoato de benzila, com a precipitação do ácido benzoico e testes de caracterização) pode ser executado em um período de duas horas/aula.

Considerações adicionais sobre o experimento

O Arcasan[®], além do benzoato de benzila, apresenta em sua formulação uma quantidade significativa de outros compostos orgânicos. Alguns deles dificultam o processo de hidrólise do benzoato de benzila e interferem na precipitação e na filtração do ácido benzóico. Assim, as etapas da extração devem ser executadas adequadamente para separar o benzoato de benzila desses interferentes.

A extração com a solução saturada de NaCl permite remover da fase isopropanólica os componentes mais polares e solúveis em água que estão presentes na mistura. Já com o uso do removedor é possível separar o benzoato de benzila dos compostos menos polares.

A extração líquido-líquido, realizada nesse experimento com o uso de um “funil de decantação” construído com mangueira de PVC cristal, e outros materiais, foi razoavelmente satisfatória, mas mostrou limitações. O uso de um funil de decantação convencional apresentará melhores resultados.

2.3.2. Diferenciação de adoçantes artificiais utilizando testes de chama e reações de adição^(*)

Objetivos

Diferenciar os principais tipos de adoçantes não calóricos, utilizando testes de chama e reações de adição a ligações duplas olefínicas, e discutir as diferenças de reatividade observadas.

Introdução

Os adoçantes artificiais são encontrados em refrigerantes, sucos, doces e vários alimentos dietéticos.⁹² A Sacarina sódica (**24**) é uma amida sulfônica que contém em sua estrutura um anel benzênico e um grupo carbonila e geralmente está presente nos adoçantes associada ao ciclamato de sódio (**25**), que apresenta em sua estrutura um grupo amino sulfônico e um anel cicloexânico. O Acessulfame (**26**) apresenta uma ligação dupla olefínica e grupos funcionais semelhantes à sacarina (**24**), porém, não apresenta anel aromático. A sucralose (**28**) - uma substância

* Trabalho apresentado no XXXI CLAQ (Congreso Latinoamericano de Química), Área de Educación Química, outubro de 2014, Lima, Peru.

derivada de sacarose (27), o açúcar de mesa, adoçante natural – não apresenta nenhum anel de benzeno ou ligação dupla olefínica, mas apresenta halogênio (cloro) em sua estrutura, **Figuras 19a e 19b**.

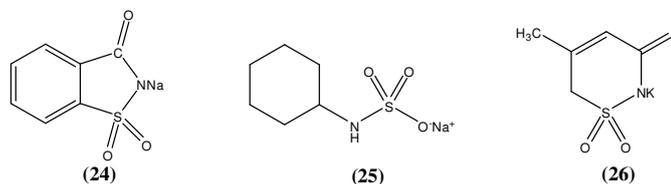


Figura 19a. Fórmulas estruturais dos adoçantes comerciais: sacarina sódica (24), ciclamato de sódio (25) e Acessulfame (26).

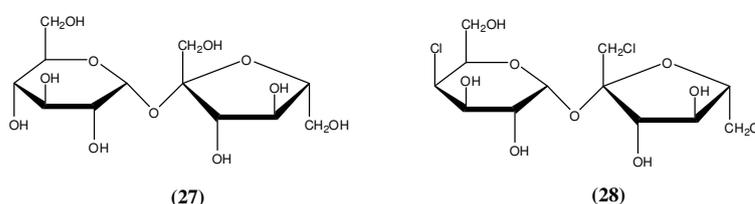


Figura 19b. Fórmulas estruturais da sacarose (27) e da sucralose (28).

As diferenças entre as fórmulas estruturais dos adoçantes, mostradas nas **Figuras 19a e 19b**, permitem a visualização de alguns testes clássicos, empregados em análise orgânica qualitativa, que podem ser utilizados na diferenciação desses adoçantes, com algumas adaptações, usando materiais acessíveis e de baixo custo.

Experimentos envolvendo adoçantes não são encontrados com muita frequência em periódicos voltados para o ensino médio. Os trabalhos mencionados a seguir estão relacionados direta ou indiretamente com o tema.

Um trabalho apresentou uma proposta simples para a obtenção de chamas com duração prolongada, de execução fácil e barata, muito úteis para a realização de testes de chama em cátions.⁹³ No trabalho foram mostradas as obtenções de dois tipos de chama (de difusão e de pré-mistura), utilizando latas de refrigerantes perfuradas e álcoois com cadeias de diferentes tamanhos como o metanol, etanol, butan-1-ol e álcool *tert*-butílico.

Um experimento utilizando o reagente de Benedict foi proposto para detectar a presença de açúcares redutores em alimentos.⁹⁴ No experimento foram utilizados diferentes açúcares redutores, outros materiais e reagentes alternativos, dentre eles adoçantes da marca Finn®.

Em outro trabalho foram desenvolvidos testes de açúcar e amido em bananas verdes e maduras,⁹⁵ usando o reagente de Benedict e uma solução de iodo, respectivamente. No experimento, além das bananas, foram utilizados outros materiais e reagentes alternativos, dentre eles um adoçante sólido.

Metodologia

Testes de chama em bico de Bunsen e reações de adição foram utilizados para diferenciar os adoçantes líquidos comerciais e evidenciar a presença dos edulcorantes artificiais **24**, **26** e **28**. Nos testes de chama foram utilizados fios de cobre (fio elétrico) e de níquel-cromo (resistência elétrica) e nas reações de adição, realizadas em tubo de ensaio, foram usadas soluções aquosas de tintura de iodo e de permanganato de potássio (medicamentos).

Resultados e Discussão⁹⁶

A presença da sacarina (**24**) foi evidenciada pelo teste de combustão (incompleta) que mostrou intensa formação de fuligem [**Anexo I, Figura complementar D.2.a**], já que é o único adoçante que possui anel benzênico. Alguns edulcorantes estavam, em solução, na forma de sais de sódio ou de potássio. A presença destes metais foi detectada na sacarina (**24**) [**Anexo I, Figura complementar D.2.b**] e no acessulfame (**26**) pelo aparecimento de uma coloração amarelada (sódio) e púrpura (potássio), respectivamente, no teste de chama com fio de níquel-cromo.⁹⁷ No ensaio com o adoçante contendo sucralose (**28**), que não possui metal, a cor da chama não foi alterada.

Entretanto, a presença da sucralose (**28**) foi evidenciada pelo aparecimento de uma chama verde momentânea, após o aquecimento com fio de cobre, devido à formação do respectivo halogeneto de cobre [**Anexo I, Figura complementar D.2.c**], uma vez que é o único adoçante que possui halogênio (cloro).

A presença do edulcorante acessulfame (**26**), que possui uma ligação dupla olefínica, foi evidenciada pelas reações com soluções aquosas diluídas de tintura de iodo e permanganato de potássio [**Anexo II, Figura complementar III.2.a** e **III.2.b**], com as descolorações características resultantes de reações de adição a

ligações duplas olefínicas [**Anexo I, Figura complementar D.2.d. e D.2.e**]. Esse descoloramento não ocorreu com os adoçantes líquidos que não continham acessulfame (26).

Conclusões

A diferenciação dos adoçantes artificiais foi realizada por meio de testes de chama e reações de adição, utilizando materiais alternativos e de baixo custo.

Os resultados dos testes de chama e das reações de adição mostraram que o experimento pode ser utilizado para uma introdução à análise orgânica qualitativa em escolas com pouca infraestrutura.

No entanto, é importante salientar que, antes da execução desse experimento, é necessário fazer uma abordagem preliminar sobre as características dos grupos funcionais presentes nos edulcorantes, testes de chama e reações de adição a ligações duplas olefínicas.

Considerações adicionais sobre o experimento

Embora os adoçantes utilizados no experimento fossem misturas de dois ou mais componentes, não houve interferência dos componentes adicionais na especificidade dos testes realizados. Os grupos sulfônicos presentes na maior parte das moléculas analisadas, assim como o anel benzênico presente na sacarina sódica, não interferiram nas reações de adição a ligações duplas olefínicas realizadas com as soluções aquosas de lodo e permanganato de potássio.

Entretanto, uma atenção especial deve ser dada a limpeza dos fios utilizados, principalmente o fio de cobre, para que os resíduos de uma amostra não interfiram no teste de chama da outra. Essa limpeza deve ser feita imediatamente antes da análise de cada amostra, utilizando uma esponja de aço e água destilada (usar, se disponível, ácido clorídrico ou muriático e água destilada) com posterior aquecimento na chama.

2.4. EXPERIMENTOS DE HIDRÓLISE E ESTERIFICAÇÃO

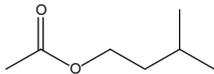
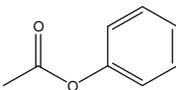
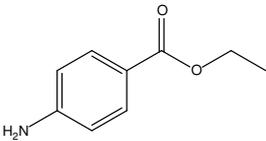
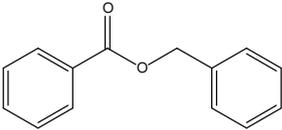
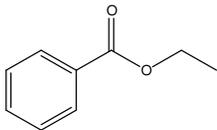
As reações de obtenção e de hidrólise de derivados de ácidos carboxílicos envolvem classes de reações importantes da Química Orgânica e suas

abordagens, tanto clássicas como modernas, estão sempre presentes nas atividades de ensino da área e são frequentes nas atividades de pesquisa.⁹⁶ As reações de hidrólise e esterificação são de grande importância para certos segmentos do setor industrial. Através de reações de esterificação são produzidos, por exemplo, o acetato de isoamilla (**a**), utilizado em fragrâncias e aromas, e o acetato de benzila (**b**), empregado na indústria alimentícia, a benzocaína (**c**) e o benzoato de benzila (**d**), utilizados na indústria farmacêutica, e o benzoato de etila (**e**) com aplicação na indústria de perfumes, **Quadro 2**.^{98, 99, 100, 101}

Os ésteres podem ser obtidos por reações entre álcoois ou fenóis com cloretos ácidos, anidridos ou ácidos carboxílicos. Entretanto, a reação de esterificação mais conhecida, realizada entre um álcool e um ácido carboxílico, em meio ácido e com aquecimento, é denominada de esterificação de Fischer.

O benzoato de etila, por exemplo, um éster muito utilizado como flavorizante artificial com aroma de frutas em diversos produtos e alimentos,¹⁰² é obtido pela reação de esterificação entre o ácido benzóico e o álcool etílico, nas condições mencionadas.

Quadro 2: Alguns ésteres e suas aplicações.

Nome	Fórmula estrutural	Aplicações
Acetato de isoamilla (a)		<i>Tintas para impressão, indústria de couros, fragrâncias e aromas</i>
Acetato de benzila (b)		<i>Medicamentos, sabores artificiais de cereja, abricó e morango</i>
Benzocaína (c)		<i>Anestésico local (géis, soluções, pomadas e aerossóis)</i>
Benzoato de benzila (d)		<i>Fixador de perfumes, modificador de fragrâncias florais fortes e medicamento para o tratamento da escabiose</i>
Benzoato de etila (e)		<i>Indústria de alimentos, produtos farmacêuticos e cosméticos</i>

Por outro lado, uma reação de hidrólise transforma um éster em álcool (ou em fenol) e ácido carboxílico. Ésteres e amidas podem sofrer hidrólise tanto

catalisada por ácido quanto promovida por base, quando aquecidas em meio aquoso. É importante salientar que as hidrólises de ésteres podem ser reversíveis (meio ácido) ou irreversíveis (meio básico), mas as hidrólises de amidas nos dois meios são irreversíveis.^{103,104} Além disso, a hidrólise de amidas geralmente é mais lenta que a dos ésteres, devido a deslocalização do par de elétrons não compartilhado do nitrogênio.¹⁰⁴

As reações de hidrólise estão envolvidas, por exemplo, em alguns processos de degradação de polímeros e na obtenção de alguns ácidos carboxílicos e álcoois.^{105,106} Uma das reações mais conhecidas é a de hidrólise básica de uma gordura animal, denominada de reação de saponificação, onde os triésteres do glicerol são transformados em sabão e glicerol, em meio fortemente básico. O glicerol é uma substância empregada na fabricação de plásticos e explosivos³² e de outros materiais.

Experimentos ou abordagens sobre a hidrólise básica de ésteres de baixa massa molar não são encontrados com facilidade para o ensino médio, envolvendo materiais de baixo custo, ao contrário das saponificações, que são hidrólises básicas de triésteres do glicerol (triglicerídeos) com formação de sabão. Os experimentos envolvem principalmente a preparação de sabão, com os mais variados procedimentos. Entretanto, as abordagens estão voltadas para as propriedades dos sabões, eficiência na limpeza e utilização em estratégias no ensino de química, dentre outras, e nem sempre focalizam aspectos importantes da reação de hidrólise propriamente dita, como mostram os trabalhos destacados abaixo.

Uma abordagem foi feita sobre a composição química, a acidez e a alcalinidade de alguns agentes de limpeza e seus efeitos na estrutura do cabelo.¹⁰⁷ Para uma discussão efetiva sobre a ação dos xampus foi necessário um esclarecimento adequado da estrutura do cabelo, composição do xampu, da reação de saponificação e das características básicas dos sabões e detergentes.

Um experimento foi desenvolvido para alunos produzirem sabões opacos ou transparentes empregando reações de saponificação.¹⁰⁸ A produção de sabões de qualidade envolveu a aplicação de formulações prontas, métodos industriais e o uso de diversos óleos e gorduras, dentre outros materiais.

Outro experimento foi desenvolvido, com o uso de reagentes e materiais convencionais simples, para mostrar que o desempenho de sabões e detergentes depende da dureza da água em que serão usados.¹⁰⁹ A demonstração, que envolveu

o uso de EDTA (etilenodiaminotetraacetato de sódio) e dos sais cloreto de cálcio, de magnésio e o carbonato de sódio, permitiu a verificação do aprendizado de diversos conceitos químicos, como solubilidade, troca iônica e formação complexos.

Um trabalho foi desenvolvido envolvendo síntese, purificação e caracterização da aspirina¹¹⁰ para a abordagem de diversos conceitos químicos com alunos do ensino médio. Nesse experimento um complexo de cor púrpura, formado pelo ácido salicílico e íons Fe^{3+} , foi utilizado para o acompanhamento da cinética da reação de hidrólise da aspirina.

Uma sequência de experimentos e testes foi elaborada envolvendo a aspirina¹¹¹ e outros compostos orgânicos como o ácido salicílico. Este ácido foi obtido pela hidrólise básica do óleo da planta *Gaultheriae procumbens*, rico em salicilato de metila. Testes de solubilidade, cromatografia em camada delgada e complexação com íons Fe^{3+} foram empregados nesse trabalho para acompanhar as reações e analisar os produtos obtidos.

Os dois experimentos seguintes abordam a hidrólise básica dos ésteres ácido acetilsalicílico (Aspirina[®]) e benzoato de benzila.

2.4.1. Hidrólise básica do ácido acetilsalicílico (Aspirina[®]): obtenção do ácido salicílico^(*)

Objetivos

Desenvolver um experimento que permita demonstrar e discutir a hidrólise básica de um éster e também abordar os conceitos relacionados.

Introdução

A hidrólise de derivados de ácidos carboxílicos é uma das classes de reações importantes da Química Orgânica, e pode ser realizada com uma variedade de substâncias em meio ácido ou básico.³² No caso dos ésteres a hidrólise fornece ácido carboxílico e álcool ou fenol. Uma reação que pode ser executada com

* Trabalho apresentado no XXIX Encontro Regional da SBQ – MG, Seção de Ensino de Química, outubro de 2015, Belo Horizonte, MG.

facilidade é a de hidrólise básica do ácido acetilsalicílico (Aspirina, Melhoral, AAS), **18**. A hidrólise pode ser realizada com soda cáustica, hidróxido de sódio comercial, e a acidificação posterior com ácido sulfúrico a 20% (solução para bateria), **Figura 20**, [Anexo I, Figura complementar E.1.a].

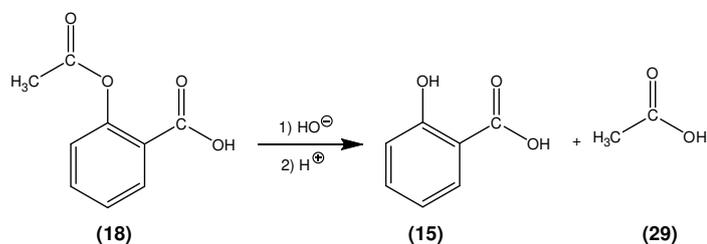


Figura 20. Produtos da hidrólise do ácido acetilsalicílico (**18**): ácido salicílico (**15**) e ácido acético (**29**).

O ácido salicílico (**15**), recuperado na etapa final da preparação, pode ser diferenciado do material de partida por uma reação característica de grupo hidroxila fenólico.

Metodologia

A hidrólise básica do ácido acetilsalicílico (**18**) foi realizada em um erlenmeyer de 250 mL, com 8 comprimidos de 500 mg de um tablete de aspirina, triturados. No erlenmeyer também foram colocados 6 g de soda cáustica (NaOH comercial) dissolvidos em 60 mL de água destilada, e alguns cacos de porcelana porosa. Um funil de vidro, contendo um frasco de penicilina de boca para baixo, foi colocado na boca do erlenmeyer, possibilitando o “refluxo” da mistura reacional durante cerca de 30 minutos, por aquecimento com bico de Bunsen e tela de amianto [Anexo I, Figura complementar E.1.b].

Após o período de refluxo, o resfriamento e a acidificação da mistura reacional, com ácido sulfúrico a 20 % (solução de bateria), levou à precipitação do ácido salicílico (**15**), que foi recuperado por filtração.

Atenção! Na manipulação das soluções de NaOH e de H₂SO₄ devem ser usados óculos de segurança e luvas de borracha.

Resultados e Discussão

A preparação do ácido salicílico (**15**) envolveu duas etapas. Na primeira etapa ocorreu a hidrólise do éster **18**, irreversível, com a formação dos sais solúveis em água, fenóxido (**15a**) carboxilato (**29a**), **Figuras 21a e 21b**. A segunda etapa consistiu na acidificação da solução dos sais **15a** e **29a** para formar o ácido salicílico (**15**) e o ácido acético (**29**), **Figura 22**, [Anexo I, Figura complementar E.1.c].

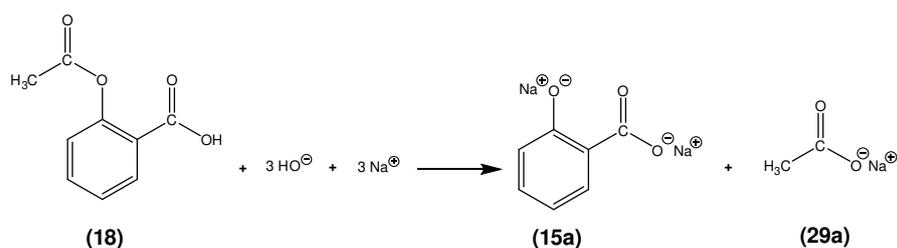


Figura 21a. Produtos da hidrólise básica do ácido acetilsalicílico (**18**) [primeira etapa].

No primeiro passo da reação de hidrólise básica da aspirina (**18**) o íon hidróxido liga-se ao grupo carbonila da função éster para formar um íon intermediário (**18a**), chamado de intermediário tetraédrico (**Figura 21b**).¹⁰⁶ Nos passos seguintes ocorrem quebra e formação de ligações, que levam a outros íons intermediários, até a formação dos íons carboxilato (**15a**) e acetato (**29a**).

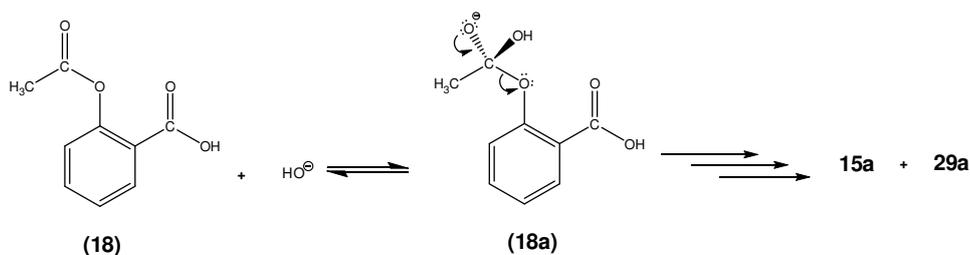


Figura 21b. Intermediário tetraédrico (**18a**) formado pela adição do íon hidróxido ao grupo carbonila do grupo éster.

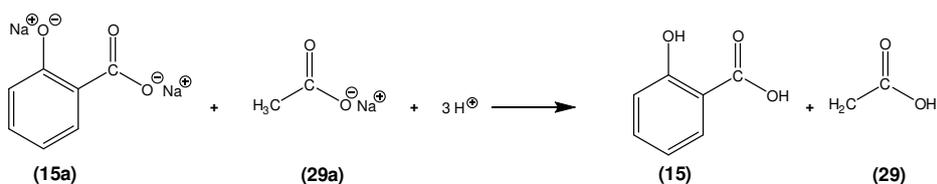


Figura 22. Acidificação dos produtos da hidrólise básica de **18** (segunda etapa).

Adicionalmente, o ácido salicílico (**15**) obtido pode ser diferenciado do material de partida pela reação com uma solução aquosa de FeCl_3 , e aparecimento de uma cor violeta intensa, típica de grupo hidroxila fenólico [**Anexo I, Figura complementar E.1.d**]. O reagente é de fácil preparação com esponja de lã de aço para limpeza e ácido muriático.⁶⁹ O teste realizado com o ácido acetilsalicílico (**18**) não alterou a cor da solução aquosa de FeCl_3 .

Conclusões

A hidrólise básica do ácido acetilsalicílico foi realizada de forma eficiente, com materiais acessíveis de baixo custo, podendo com boa articulação ser executada em um período de duas horas/aula.

Esses aspectos indicam que o experimento é adequado principalmente para escolas públicas de ensino médio. Porém, o experimento requer uma abordagem prévia sobre a reação de hidrólise básica e sobre a acidez de fenóis e ácidos carboxílicos e seus comportamentos frente a bases.

Considerações adicionais sobre o experimento

O processo de trituração dos comprimidos de aspirina pode ser dispensado, uma vez que eles são dissolvidos rapidamente na própria mistura reacional aquecida.

O processo de refluxo utilizando um funil, com o frasco de penicilina invertido, sobre a boca do erlenmeyer é relativamente eficiente e adequado para impedir a perda por evaporação do solvente utilizado.

A solução utilizada para o teste de caracterização de fenol pode ser estocada à temperatura ambiente, por cerca de 30 dias, sem perder a sua atividade. Com o tempo de estocagem há um aumento da concentração de íons Fe^{3+} na solução, melhorando o resultado do teste.

Antes da utilização da solução aquosa de FeCl_3 no experimento é recomendável testá-la [**Anexo I, Figura complementar E.1.e**]. Para isso, pode ser utilizada uma solução do medicamento Calotrat[®], que contém ácido salicílico, ou uma solução de óleo de cravo da Índia, que contém o eugenol.

No teste para detecção do grupo fenólico, com a solução aquosa de FeCl_3 , não há obrigatoriedade da secagem dos cristais de ácido salicílico obtidos: eles podem ser utilizados úmidos. Nesse teste também não é necessária uma lavagem criteriosa dos cristais com água destilada gelada.

2.4.2. Obtenção do ácido benzóico a partir do benzoato de benzila: um experimento de hidrólise básica

Objetivos

O experimento busca motivar professores e alunos, de instituições que apresentem laboratórios com pouca infraestrutura, para uma abordagem sobre uma reação de hidrólise básica de um éster e a demonstração de sua execução.

Introdução

A hidrólise de um derivado de ácido carboxílico pode ser realizada em meio ácido ou em meio básico [Vide **Experimento 2.4.1. Hidrólise básica do ácido acetilsalicílico (Aspirina[®]): obtenção do ácido salicílico**]. Uma reação de hidrólise básica que pode ser executada com facilidade é a do benzoato de benzila (**20**), princípio ativo do medicamento Arcasan[®]. Essa reação pode ser realizada com a utilização de materiais de baixo custo, como soda cáustica e solução de bateria, para fornecer o ácido benzóico (**23**) e o álcool benzílico (**22**), **Figura 23**.

Metodologia

A obtenção do ácido benzóico (**23**) foi realizada em duas etapas. Na primeira etapa, 3,9 mL do benzoato de benzila (**20**) comercial, previamente dissolvidos em cerca de 5 mL de etanol, foram hidrolisados em um frasco de Erlenmeyer de 250 mL contendo 20 mL de uma solução aquosa de NaOH comercial (soda cáustica, 10%), e alguns pedaços (cacos) de porcelana porosa. Um funil de vidro pequeno de haste curta, contendo um frasco de penicilina de boca para baixo, colocado na boca do frasco, possibilitou o “refluxo” moderado da mistura reacional,

aquecida com um bico de Bunsen sobre uma tela de amianto, durante cerca de 30 minutos.

Na segunda etapa, depois do período de “refluxo”, a mistura reacional foi resfriada à temperatura ambiente e filtrada em algodão, em um funil comum, para um Erlenmeyer, com o uso de luvas de borracha e óculos de segurança. O filtrado foi resfriado (banho de gelo) e acidificado com porções de alguns mililitros de uma solução de bateria (H_2SO_4 20%), ocorrendo a precipitação de um sólido branco. A mistura acidificada foi filtrada em filtro de papel para café, o sólido retido foi lavado com uma pequena quantidade de água destilada gelada e foi secado à temperatura ambiente ou entre dois filtros de papel.

Resultados e Discussão

A obtenção do ácido benzóico envolveu duas etapas, conforme mostrado na **Figura 23**. [Vide **Experimento 2.4.1**. Hidrólise básica do ácido acetilsalicílico (Aspirina[®]): obtenção do ácido salicílico].

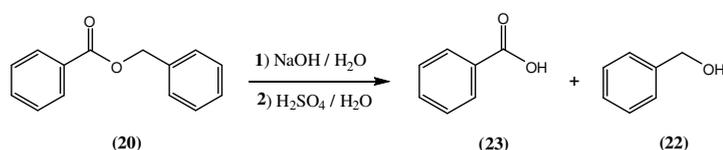


Figura 23. Hidrólise básica do benzoato de benzila.

De maneira similar a hidrólise básica da Aspirina[®], a primeira etapa, foi realizada a hidrólise básica do benzoato de benzila (20) que promoveu a transformação do éster nas porções carboxilato (RCOO^-) e álcool benzílico (22). Na segunda etapa, a acidificação da mistura reacional forneceu o material sólido branco, que foi separado por filtração simples e lavado com água destilada, para retirada de resíduos do ácido inorgânico.

O sólido branco quando foi submetido ao teste de solubilidade com uma solução aquosa de NaOH (soda cáustica) apresentou solubilidade total. O material sólido também foi submetido ao teste com uma solução aquosa NaHCO_3 (fermento) a 5%, apresentou desprendimento de gás, mostrando comportamento típico de ácido carboxílico e evidenciando a obtenção do ácido benzóico (23).

Conclusões

A obtenção do ácido benzóico, a partir da hidrólise do benzoato de benzila e o posterior tratamento com ácido sulfúrico, foi evidenciada pelos resultados dos testes com soluções aquosas de NaOH e NaHCO₃, que são testes típicos para ácidos carboxílicos.

O experimento aborda várias reações que evidenciam a acidez dos ácidos carboxílicos e envolve fortemente conceitos de acidez e basicidade.

Tanto a reação de hidrólise do benzoato de benzila como a obtenção do ácido benzoico, utilizando materiais alternativos e de baixo custo, foram realizadas de forma tranquila e podem ser desenvolvidas em duas horas/aula. Entretanto, atenção especial deve ser dada as medidas de segurança visto que o experimento envolve o manuseio de ácidos e bases fortes.

Considerações adicionais sobre o experimento

O “sistema de refluxo” utilizando um funil de haste curta, com um frasco de penicilina invertido, sobre a boca do erlenmeyer, é relativamente eficiente e adequado para impedir a perda por evaporação dos solventes utilizados.

Após o processo de precipitação e filtração para obtenção do ácido benzóico, é importante lavar criteriosamente os cristais para a retirada de qualquer resíduo de ácido inorgânico, para não prejudicar o teste de desprendimento de gás carbônico dando um teste falso positivo. O ácido benzóico obtido pode ser utilizado, por exemplo, em um experimento de esterificação.

Durante a etapa de filtragem, se for utilizado um papel de filtro convencional, é possível que o álcool benzílico formado seja retido como sobrenadante. A remoção do álcool pode ser feita com uma pipeta de Pasteur para utilização em outros experimentos, como, por exemplo, a obtenção do ácido benzóico através de uma reação de oxidação.

2.4.3. Esterificação do ácido benzóico: obtenção do benzoato de etila^(*)

Objetivos

Obter o benzoato de etila por uma reação de esterificação entre o ácido benzoico e o etanol, utilizando materiais alternativos e acessíveis de baixo custo, que possa ser utilizada para demonstrar e discutir uma reação de esterificação.

Introdução

Ésteres são compostos orgânicos que, frequentemente, contribuem para uma diversidade aromas e sabores em frutas, flores e ceras, por exemplo. Devido a isso, os ésteres são bastante utilizados nas indústrias farmacêuticas, de alimentos, perfumes e cosméticos para conferir aromas, sabores ou outras propriedades aos seus produtos.

Embora encontrados na natureza, vários ésteres podem ser sintetizados em laboratório através de uma reação de esterificação conhecida como esterificação de Fischer, que consiste em aquecer um ácido carboxílico e um álcool (ou um fenol) em presença de um ácido inorgânico, que atua como catalisador.⁹²

A reação de esterificação é outra reação pouco frequente nos experimentos com materiais acessíveis para o ensino médio. Os trabalhos comentados abaixo ilustram duas abordagens para a reação catalisada por um ácido inorgânico, também conhecida como esterificação de Fischer.

Um experimento de esterificação, utilizando materiais e reagentes acessíveis, foi desenvolvido para a síntese do salicilato de etila¹¹² utilizando a reação entre o ácido salicílico e o etanol, em presença do ácido bórico como catalisador. O ácido salicílico utilizado na reação foi obtido pela hidrólise ácida do ácido acetilsalicílico, que foi extraído de comprimidos de aspirina com o uso de álcool isopropílico.

Outro experimento, utilizando materiais e reagentes convencionais, foi desenvolvido para a obtenção de ésteres de baixa massa molar⁹⁹ usando a

* Trabalho apresentado no XXIX Encontro Regional da SBQ – MG, Seção de Ensino de Química, outubro de 2015, Belo Horizonte, MG.

esterificação de Fischer. A reação de esterificação foi confirmada pela comparação entre os aromas dos reagentes utilizados e os aromas de frutas dos ésteres obtidos.

Metodologia

A reação de esterificação entre o ácido benzóico (**23**), 1g, e o etanol (**6**), combustível, 17 mL, foi realizada em presença de uma pequena quantidade de catalisador (H_2SO_4 a 20%, solução de bateria), **Figura 24**, [Anexo I, **Figura complementar F.3.a**].

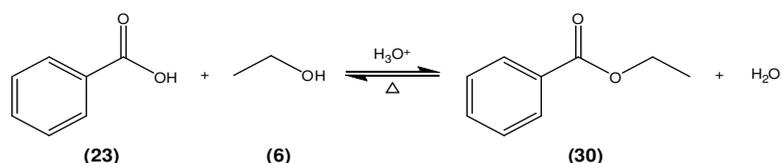


Figura 24a. Equação da reação de esterificação entre o ácido benzóico (**23**) e o etanol (**6**) para formar o benzoato de etila (**30**).

Na reação foi utilizado um erlenmeyer de 125 mL, conectado a um condensador de refluxo construído com mangueiras de PVC cristal e outros materiais alternativos como: prensa-cabos (material elétrico), abraçadeiras de nylon e tampas plásticas de refrigerantes (equipamento usado em outro experimento).

A reação de esterificação foi realizada sob refluxo, durante cerca de 30 minutos, em banho de água quente (“banho-maria”), com excesso de etanol, para favorecer maior produção de éster, pois a reação é reversível.^{88, 92}

Resultados e Discussão

O ácido **23** foi submetido a uma reação de esterificação com etanol (**6**), nas condições descritas anteriormente, fornecendo o benzoato de etila (**30**). A obtenção do benzoato de etila (**30**) foi confirmada, após o período de refluxo, pela formação de uma fase oleosa superior, observada na mistura reacional fria e pelo odor forte e agradável de frutas (cereja) [Anexo I, **Figura complementar F.3.b**].

É importante mencionar que a etapa inicial de uma reação de esterificação de um álcool primário geralmente envolve a protonação inicial do oxigênio do grupo carbonila (**Figura 24a**).

A etapa inicial de uma reação de esterificação de um álcool primário geralmente envolve a protonação inicial do oxigênio do grupo carbonila. Na esterificação envolvendo o ácido benzóico (**23**), o etanol (**6**) liga-se ao ácido protonado para formar um íon intermediário (**23a**), denominado de intermediário tetraédrico.¹⁰⁶ Nas etapas seguintes ocorrem quebra e formação de ligações, que dão origem a outros íons intermediários, até a formação do éster, nesse caso o benzoato de etila (**30**).

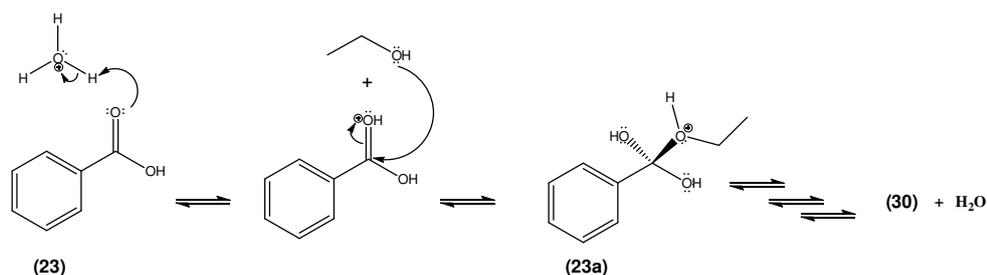


Figura 24b. Etapas iniciais de formação do intermediário tetraédrico (**23a**) pela adição de etanol (**6**) ao grupo carbonila protonado do ácido benzóico (**23**) em uma reação de esterificação catalisada por ácido.

Convém esclarecer que ácido benzóico (**23**), utilizado na reação, foi previamente preparado pela acidificação de uma solução aquosa de benzoato de sódio (**21**), encontrado em casas de produtos para preparação de sabões, com a quantidade adequada de H₂SO₄ a 20% (solução de bateria), **Figura 25**.

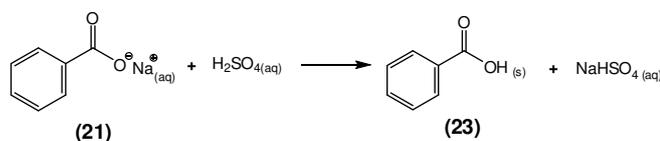


Figura 25. Equação da formação do ácido benzóico (**23**) pela acidificação de uma solução aquosa de benzoato de sódio (**21**).

O ácido benzóico (**23**) preparado, depois de lavado e seco, foi submetido ao teste de desprendimento de CO₂ com uma solução de bicarbonato de sódio a 5%, para evidenciar a presença do grupamento carboxila (-COOH).

Conclusões

O experimento desenvolvido é de execução bastante satisfatória, desde que seja previamente preparado, e se mostra bastante eficiente para a produção do benzoato de etila (**30**). Aliado a isso, seu baixo custo o torna viável e adequado para demonstração em grande parte das escolas de Ensino Médio.

Entretanto, antes da aplicação do experimento, é recomendável uma abordagem preliminar sobre solubilidade, grupos funcionais das substâncias orgânicas envolvidas e reversibilidade de reações.

Considerações adicionais sobre o experimento

O benzoato de sódio utilizado no experimento é encontrado geralmente em casas de produtos para preparação de sabões e é facilmente convertido a ácido benzóico em solução aquosa fortemente ácida.

Caso o professor queira isolar o benzoato de etila, opcionalmente, o éster pode ser extraído da mistura reacional, após o seu resfriamento, com fluido de isqueiro (mistura de hidrocarbonetos voláteis). A fase orgânica pode ser secada com NaCl e “filtrada” com uma pipeta de Pasteur (ou conta gotas) com a ponta envolvida em um pequeno chumaço de algodão. O solvente da extração pode ser evaporado rapidamente com o uso de um secador de cabelos ou à temperatura ambiente por 24h.

2.4.4. Um experimento de hidrólise ácida utilizando comprimidos de Paracetamol[®]

Objetivos

Desenvolver um experimento de hidrólise ácida de uma amida, utilizando o medicamento paracetamol e materiais alternativos e acessíveis de baixo custo, para viabilizar uma abordagem objetiva sobre a reação.

Introdução

Amidas são compostos orgânicos neutros, derivados de ácidos carboxílicos, em que a hidroxila que estava ligada diretamente ao carbono da carbonila foi substituída por um grupo amina.^{113,114} Elas podem ser sintetizadas, por exemplo, a partir do aquecimento de um ácido carboxílico ou anidrido orgânico com uma amina.^{92,115}

O paracetamol (acetaminofeno ou N-acetil-4-aminofenol, **16**), sintetizado pela primeira vez em 1878 e comercializado como medicamento apenas em 1955, nos Estados Unidos, com o nome de Tylenol.^{116, 117} é uma amida largamente utilizada como analgésico e antipirético em todo o mundo.

Uma das principais reações orgânicas que ocorrem com as amidas é a hidrólise que, similar aos ésteres, pode ser catalisada por ácido, quanto promovida por base, quando aquecidas em meio aquoso.

A reação de hidrólise de uma amida pode ser realizada em meio ácido e em meio básico e oferece a possibilidade para diferentes abordagens. Os trabalhos comentados a seguir ilustram alguns enfoques para a reação.

Um experimento, utilizando materiais alternativos, foi desenvolvido para demonstração das reações de esterificação e hidrólise.¹¹⁸ Na demonstração da esterificação foi utilizada a síntese do salicilato de metila, que foi realizada com o uso de comprimidos de aspirina e metanol, em meio ácido. Já a hidrólise, que foi realizada com comprimidos de paracetamol, em meio básico, levou à produção do 4-aminofenol, que foi utilizado no experimento para demonstrar um desenvolvimento fotográfico.

Outro trabalho, envolvendo a síntese do paracetamol,¹¹⁹ a partir do fenol e outros reagentes convencionais, utilizou um método da Farmacopeia Britânica para a análise do paracetamol. O método envolve a hidrólise do paracetamol, catalisada por ácido, e a oxidação, promovida pela titulação com sulfato de amônio e cério (IV), usando ferroína como indicador de um dos produtos formados durante esse processo, o 4-aminofenol.

Um experimento para a preparação da *para*-cloro-anilina¹²⁰ foi desenvolvido empregando o ácido tricloroisocianúrico (ATCI), um composto barato e eficaz em processos de cloração de núcleos aromáticos. Em uma das etapas da

síntese foi realizada a hidrólise ácida da para-cloroacetanilida, utilizando materiais convencionais e soluções aquosas de H_2SO_4 a 70% e de NaOH a 20%.

Metodologia

Quatro comprimidos de Paracetamol[®] (3 g) foram hidrolisados sob refluxo, por cerca de 30 minutos, em uma solução aquosa (20 mL) contendo uma pequena quantidade de catalisador (H_2SO_4 a 20%, solução de bateria).

Na reação foi utilizado um erlenmeyer de 125 mL conectado a um condensador para refluxo construído com mangueiras de PVC cristal e outros materiais alternativos como: prensa-cabos (material elétrico), abraçadeiras de nylon e tampas plásticas de refrigerantes (**Figura 26**).

Cerca de 10 mL mistura reacional obtida foi filtrada em algodão e saturada com cloreto de sódio e extraída duas vezes, em tubos de ensaio, com igual volume de isopropanol, e neutralizada com uma solução de bicarbonato de sódio a 5%. Uma pipeta de Pasteur foi utilizada para separar a fase sobrenadante durante a extração.

Soluções aquosa e etanólica, de CuSO_4 à 5% e vanilina (~0,2 g/mL), respectivamente, foram utilizados para a detecção da amina formada, separada na fase isopropanólica, após a reação de hidrólise [**Anexo I, Figura complementar G.4.a**].

Resultados e Discussão

A hidrólise do paracetamol (**16**) foi realizada em banho-maria, com um período de refluxo de aproximadamente 30 minutos, **Figura 26**.



Figura 26. Sistema de refluxo para hidrólise do paracetamol em meio ácido.

Como produtos da hidrólise foram obtidos: o sal de amônio quaternário do 4-aminofenol (**31**) e o ácido acético (**29**), conforme mostrado na **Figuras 27a e 27b**.

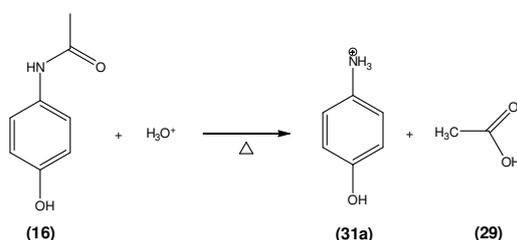


Figura 27a. Equação da hidrólise do paracetamol em meio ácido.

Na reação de hidrólise ácida do paracetamol (**16**) o oxigênio do grupo carbonila é protonado na etapa inicial e, na etapa seguinte, a água liga-se ao carbono do grupo carbonila protonado formando um íon intermediário (**16a**),¹⁰⁶ chamado de intermediário tetraédrico. Nas etapas seguintes acontecem quebra e formação de ligações, que originam outros íons intermediários, até a formação do 4-aminofenol (**31**).

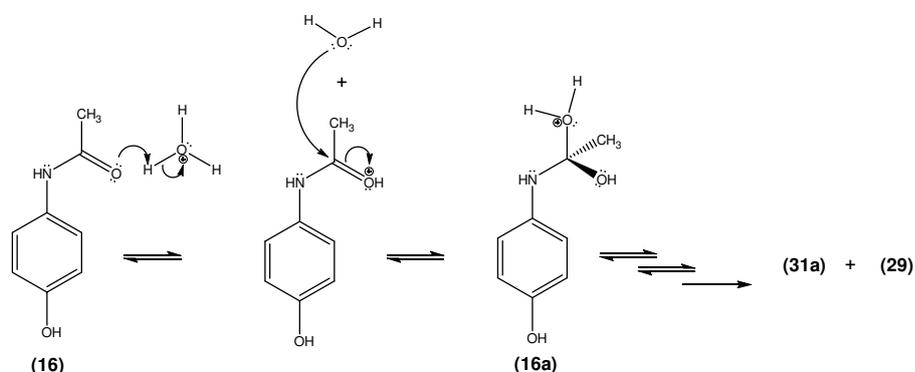


Figura 27b. Etapas de formação do intermediário tetraédrico (**16a**) pela da adição de água ao grupo carbonila protonado do paracetamol.

A hidrólise foi confirmada, após o período de refluxo, pelo odor característico de ácido acético (**29**) constatado na mistura reacional fria e, através de testes específicos para determinação da presença do grupamento amino: (a) aparecimento de uma coloração amarela intensa ao se gotear a solução contendo o 4-aminofenol (**31**), ou seu sal (**31a**), em uma solução de vanilina (**32**) [**Anexo I, Figura complementar G.4.b**] e (b) aparecimento de uma coloração violácea, ao se gotear a solução de sulfato de cobre sobre a solução alcóolica do 4-aminofenol. As

aminas primárias reagem com aldeídos ou cetonas, formando compostos, geralmente coloridos,¹²¹ conhecidos como iminas [Anexo II, Figura complementar IV.4.a]. Também são capazes de complexar com íons Cu^{2+} , de maneira similar a amônia, formando complexos que geralmente apresentam uma coloração azul escura, Figura 28.¹²²

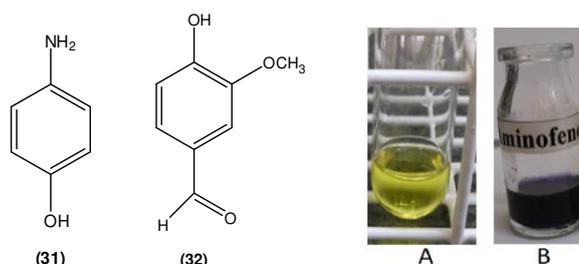


Figura 28. A- Solução amarelada obtida pela formação de uma imina ao se gotear a solução contendo o 4-aminofenol (31), ou seu sal (31a), sobre uma solução de vanilina (32); **B-** Solução azul escura contendo o complexo formado entre o 4-aminofenol (31) e íons Cu^{2+} .

Conclusões

O experimento permite demonstrar de maneira satisfatória uma hidrólise ácida de amida e pode ser desenvolvido em um período de duas horas/aula.

Para uma melhor interpretação dos fenômenos observados, é importante que, antes da execução desse experimento, seja feita uma abordagem preliminar sobre as reações de hidrólise de amidas, acidez de fenóis e basicidade de amidas.

Considerações adicionais sobre o experimento

O 4-aminofenol (31) é um composto que se oxida muito facilmente em meio básico, gerando diversos produtos de coloração escura, motivo pelo qual a hidrólise básica do paracetamol não pôde ser realizada [Anexo I, Figura complementar G.4.c]. Entretanto, a hidrólise realizada em meio ácido produz um sal quaternário de amônio (31a), que é bastante estável e pode ficar armazenado em geladeira por muito tempo sem se degradar, o que torna possível realizar os testes em outra aula.

Opcionalmente, a extração do sal de amônio do meio reacional pode ser realizada por uma extração líquido-líquido, utilizando o isopropanol como solvente

extrator, e o sal quaternário de amônio (**31a**) pode ser posteriormente convertido ao 4-aminofenol (**31**) por desprotonação com uma solução de bicarbonato de sódio a 5%.

Durante a execução de todo o experimento muita atenção deve ser dada às medidas de segurança, visto que o experimento envolve o manuseio de ácidos fortes, sendo, portanto, imprescindível o uso de óculos, jaleco e luvas.

2.4.5. Despolimerização de garrafas de PET por hidrólise básica

Objetivos

Realizar a despolimerização de garrafas PET por hidrólise básica e evidenciar a obtenção do ácido tereftálico.

Introdução

O PET é um dos polímeros termoplásticos mais produzidos no mundo. As suas propriedades físicas, como facilidade de modelagem, resistência mecânica, porosidade e baixo peso fazem com que ele seja bastante utilizado pelas indústrias têxteis e de embalagens plásticas, principalmente para refrigerantes e água mineral.¹²³

Totalmente reciclável, esse material pode ser reaproveitado por meio de um processo conhecido como reciclagem química. Nesse processo uma reação de hidrólise causa a despolimerização do PET e o converte em seus monômeros ou oligômeros originais, que servirão como matéria-prima para a síntese ou preparação de novos produtos. A hidrólise básica do PET é um dos tipos de reciclagem química mais comuns.

A reciclagem de garrafas de PET aparece com frequência como tema de estratégias no ensino de química, enfocando fortemente a conscientização ambiental. Entretanto, a reciclagem química e as reações envolvidas são pouco abordadas. O trabalho comentado abaixo e o experimento proposto nesta tese podem contribuir para preencher essa lacuna.

Um experimento que utiliza a hidrólise básica foi desenvolvido para a reciclagem química de garrafas de PET¹²⁴. No experimento, que utilizou materiais convencionais, pedaços de garrafas de PET foram hidrolisados pelo aquecimento

com uma solução aquosa de hidróxido de sódio. O ácido tereftálico, produto obtido após a adição de ácido sulfúrico à mistura reacional filtrada, foi avaliado quanto a solubilidade, em álcool etílico e água, e quanto a presença de grupo carboxila, utilizando bicarbonato de sódio a 5%.

Metodologia

Pequenos pedaços (aproximadamente 2 mm x 2 mm) [Anexo I, Figura complementar H.5.a] de garrafa PET (5 g) de água mineral pós-consumo foram hidrolisados, sob refluxo, por cerca de 30 minutos em um erlenmeyer contendo 30 mL de uma solução água/etanol (1:1), alguns cacos de porcelana e 6,7 g de hidróxido de sódio. A mistura foi deixada sob refluxo por cerca de 30 minutos. Na reação foi utilizado um condensador de refluxo, construído com mangueiras de PVC cristal e outros materiais alternativos como prensa-cabos (material elétrico), abraçadeiras de nylon e tampas de refrigerantes [Anexo I, Figura complementar H.5.b].

Resultados e discussão

A reação de hidrólise promoveu a despolimerização do PET (33), pela ruptura da ligação éster, originando como produtos o tereftalato dissódico (34a) e o etilenoglicol (35), Figura 29.

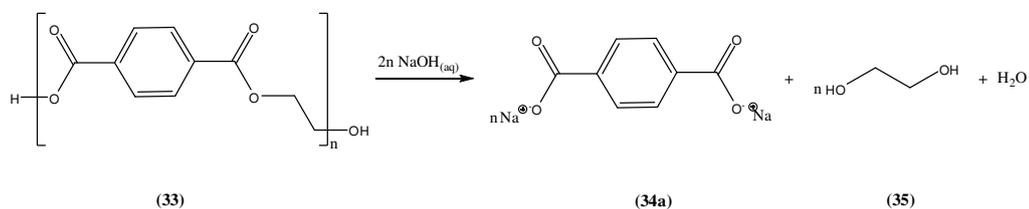


Figura 29. Equação de despolimerização do PET (33) por hidrólise básica mostrando a formação do tereftalato dissódico (34a) e do etilenoglicol (35).

O ácido tereftálico (34), obtido por acidificação e filtração da solução contendo tereftalato dissódico (34a), Figura 30, foi submetido a testes com soluções

aquosas de NaOH (soda cáustica), com solubilidade total, e de NaHCO₃ a 5%, com desprendimento de gás, mostrando comportamento típico de ácido carboxílico.

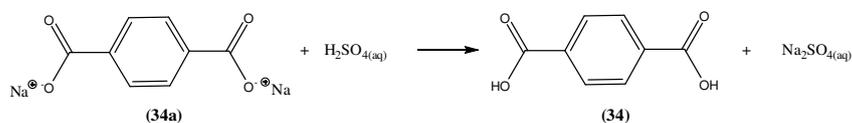


Figura 30. Equação mostrando a formação do ácido tereftálico (**34**) a partir da acidificação da mistura reacional contendo o tereftalato dissódico (**34a**) em solução.

Conclusões

O experimento de reciclagem química de garrafas PET utilizando materiais alternativos e de baixo custo é de execução viável e pode ser realizado em duas horas/aula, desde que previamente preparado.

A hidrólise básica de garrafas PET, além de favorecer o ensino de técnicas laboratoriais básicas, a discussão de temas relacionados à produção e reciclagem química de garrafas PET e sua importância econômica e ambiental, também fornece produtos que podem ser utilizados como matérias-primas em outros experimentos de Química Orgânica.

Considerações adicionais sobre o experimento

Os fragmentos de PET devem ser obtidos de garrafas de PET de água mineral pós-consumo preferencialmente transparentes e de paredes finas. É importante retirar o rótulo e os resíduos de cola dessas garrafas, sempre dispensando o gargalo e o fundo das mesmas.

Durante a execução de todo o experimento muita atenção deve ser dada às medidas de segurança. O uso de jaleco, óculos e luvas é indispensável.

Nesse experimento, diferentes porcentagens de NaOH podem ser utilizadas. Testes foram realizados com porcentagens de NaOH entre 20 a 25% (p/p). Essas variações evidentemente alteram a velocidade de obtenção do ácido tereftálico e, se mantido o tempo reacional, alteram a quantidade ácido tereftálico obtido ao final do processo.

Após o período de refluxo parte do tereftalato dissódico estará precipitado e deverá ser complementemente dissolvido pela adição de água.

2.5. OUTROS EXPERIMENTOS

Nesse último bloco foram propostos experimentos de oxidação do etilenoglicol e de destilação de um removedor de esmaltes comercial para obtenção da acetona.

2.5.1. Oxidação do etilenoglicol a ácido oxálico

Objetivos

Realizar a oxidação do etilenoglicol ($\text{HOCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$), obtido pela despolimerização de garrafas de PET, cortadas em pequenos pedaços, para a obtenção do ácido oxálico (HOOCCOOH) e para viabilizar a abordagem das reações envolvidas.

Introdução

A oxidação de um álcool acontece com a remoção de pelo menos um átomo de hidrogênio de um carbono α (carbono ao qual está ligado o grupo hidroxila) e do hidrogênio do grupo OH, com a formação de um grupo carbonila (de aldeído ou cetona). No caso de um aldeído pode haver a incorporação de um átomo de oxigênio originando um grupo carboxila ($-\text{COOH}$).

Assim, o processo de oxidação que geralmente ocorre com álcoois primários (RCH_2OH), em condições normais, pode produzir aldeídos (RCHO), que podem ser oxidados a ácidos carboxílicos (RCOOH) se não forem retirados do meio reacional. Os álcoois secundários ($\text{RR}'\text{CHOH}$) por sua vez, são oxidados a cetonas (RCOR') e os álcoois terciários ($\text{RR}'\text{R}''\text{COH}$), por não possuírem hidrogênio α (hidrogênio ligado ao carbono α) não são oxidados em condições normais.^{92,125}

A oxidação do etanol, um álcool primário, tem sido abordada em experimentos baseados no bafômetro, usando os mesmos agentes oxidantes ou similares, mas também usando outro oxidante como mostram os trabalhos comentados abaixo.

Um instrumento visual foi desenvolvido para simular a detecção da embriaguez,¹²⁶ utilizando a oxidação de um álcool por uma solução ácida de

dicromato de potássio. O instrumento, que simula um sistema 'ébrio-bafômetro', foi montado com o uso de materiais simples como erlenmeyer, etanol comum e tubos de vidro.

Baseado nas reações principais de um bafômetro, um experimento foi elaborado para realizar a oxidação do etanol.¹²⁷ O experimento, desenvolvido com o uso de materiais de baixo custo, foi realizado em tubos de ensaio, ou em um sistema com seringas e balões de aniversário, utilizando como agentes oxidantes dicromato e permanganato de potássio, na forma de soluções ou impregnados em sílica.

Outro experimento foi desenvolvido para a oxidação do etanol presente no vinho branco.¹²⁸ No experimento, que utiliza materiais alternativos, o etanol foi oxidado a ácido acético (ácido etanoico), em um recipiente aberto e com o uso de água oxigenada, e a variação do pH foi utilizada como evidência de que a oxidação ocorreu.

O experimento proposto nesta tese, descrito a seguir, apresenta uma alternativa para a abordagem da oxidação de álcoois utilizando um diol, o etilenoglicol, obtido em outro experimento.

Metodologia

Em um erlenmeyer de 125 mL foram adicionados 10 mL da solução de etilenoglicol (obtida no **Experimento 2.4.5**) e 10 mL de água destilada. Foram solubilizados nessa solução 2,0 gramas de bicarbonato de sódio e, com o erlenmeyer imerso em um banho de gelo, foram acrescentados à mistura 2,5 gramas de permanganato de potássio, em pequenas porções. A mistura imersa foi agitada por cerca de 5 minutos, e depois, por mais 5 minutos após a sua retirada do banho de gelo. Em seguida, a mistura foi submetida a aquecimento por mais 15 minutos em banho de água quente ("banho-maria" ~70 °C), resfriada e filtrada. O filtrado foi utilizado para a realização de testes para detecção do oxalato de sódio e do ácido oxálico.

Resultados e discussão

O etilenoglicol (**35**) em solução aquosa foi oxidado ao oxalato de sódio (**36a**) pela reação com $\text{KMnO}_{4(\text{aq})}$, em meio básico, **Figura 31**.

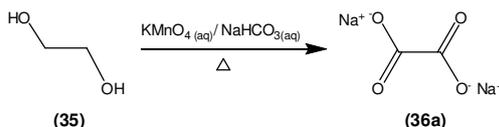


Figura 31. Equação da oxidação do etano-1,2-diol (etilenoglicol, **35**) por permanganato de potássio, em solução aquosa básica, para obtenção do oxalato de sódio (**36a**).

O sal **36a**, assim como a maioria dos sais de sódio, potássio e amônio, é solúvel em solução aquosa, e foi separado por filtração dos outros produtos insolúveis formados durante a reação [**Anexo I, Figura complementar I.1.a**]. A presença do sal **36a**, em solução, foi confirmada pela formação de um precipitado branco [**Anexo I, Figura complementar I.1.b**], após a adição de algumas gotas de uma solução aquosa de cloreto de cálcio comercial (usado na prevenção de mofo em armários), **Figura 32**.

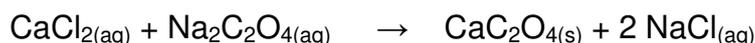


Figura 32. Equação mostrando a formação do oxalato de cálcio.

A presença do oxalato de sódio (**36a**), em solução, foi também confirmada, após a adição de algumas gotas de uma solução aquosa de sulfato ferroso {obtida pela reação entre uma esponja de aço para limpeza (Bombril® ou similar) com 50 mL de solução de bateria, $\text{H}_2\text{SO}_4(\text{aq})$, [**Anexo I, Figura complementar I.1.c**], pela formação de um precipitado amarelo de oxalato de ferro II [$\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4) \cdot 2\text{H}_2\text{O}$], **Figura 33**. O oxalato de ferro II é um complexo muito utilizado como pigmento amarelo em pinturas, vidros e plásticos.¹²⁹ Esse complexo pode ser obtido também pela reação do ácido oxálico com o sulfato ferroso heptahidratado [**Anexo I, Figura complementar I.1.d**].¹³⁰

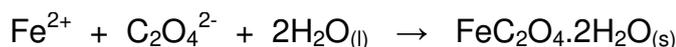


Figura 33. Equação mostrando a formação do oxalato de ferro II diidratado.

Uma confirmação adicional da presença do oxalato de sódio (**36a**), em solução aquosa, foi feita através do descolorimento de uma solução violeta de

permanganato de potássio em meio ácido. Nessas condições, o ácido oxálico (36) foi formado pela protonação do oxalato de sódio, conforme mostrado na **Figura 34**.

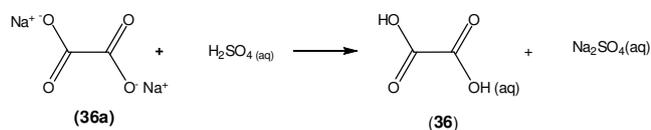


Figura 34. Conversão do oxalato de sódio (36a) em ácido oxálico (36).

Em meio ácido, o permanganato de potássio é um oxidante muito forte e capaz de reagir com o ácido oxálico decompondo-o em CO₂ e água, com intenso desprendimento de bolhas, conforme a **Figura 35**. Durante a reação o íon MnO₄⁻, que apresenta coloração violeta em solução aquosa, foi reduzido ao íon Mn²⁺, que é incolor. Assim, o ácido oxálico, de forma autocatalítica, decora toda a solução permanganato de potássio a 1% [**Anexo I, Figura complementar I.1.e**].¹³¹

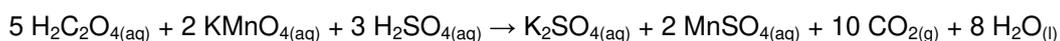


Figura 35. Equação da decomposição do ácido oxálico em CO₂ e H₂O.

Conclusões

O experimento, além exemplificar a oxidação de álcoois primários, possibilita a abordagem de tópicos como reações de oxido-redução e solubilidade de sais. O experimento é viável e, com boa articulação, pode ser realizado como demonstração em um período de aula.

Considerações adicionais sobre o experimento

A realização do experimento exige que todas as soluções e reagentes utilizados sejam previamente preparados. Como pode haver variações na quantidade de etilenoglicol na solução obtida pela despolimerização das garrafas de PET, talvez seja necessária, após o período de aquecimento, caso não haja o consumo total do KMnO₄ (desaparecimento total da coloração violeta e formação de

uma coloração marrom escura) a adição de mais alguns mililitros da solução de Etilenoglicol.

Como alternativa para a limitação de tempo, pode-se dividir o experimento em duas etapas. Na primeira etapa seria produzido somente o sal, oxalato de sódio em solução, que poderia ser armazenada e utilizada em uma segunda etapa para a realização dos testes.

2.5.2. Destilação de um removedor de esmaltes comercial: separação da acetona

Objetivos

Montar um sistema de destilação, construído com materiais alternativos e acessíveis de baixo custo, para separar por destilação fracionada a acetona (propanona) presente em um removedor de esmalte comercial e discutir os fenômenos envolvidos.

Introdução

A destilação fracionada é uma técnica bastante útil para a separação de componentes de misturas líquidas em que os componentes a serem separados apresentem diferentes pontos de ebulição.¹³² Este processo de separação é bastante empregado em diversos laboratórios químicos para a purificação de substâncias líquidas que apresentam baixos pontos de ebulição.

Experimentos de Química Orgânica envolvendo destilação fracionada em instituições com boa infraestrutura são rotineiros. Entretanto, muitas escolas de nível médio deixam de realizá-los pela falta dos materiais necessários.

O experimento de destilação fracionada, proposto a seguir, pode contribuir para o preenchimento dessa lacuna, que também foi objeto de atenção nos trabalhos comentados abaixo.

Dois aparelhos de destilação¹³³ foram desenvolvidos, utilizando materiais domésticos, para demonstrar não só a destilação, mas também a evaporação, a condensação e outros processos. Um dos aparelhos desenvolvidos foi construído

acoplado um canudinho de plástico a uma garrafa de vidro e foi usado para destilar a acetona, que foi evidenciada pela solubilização de um copo de isopor.

Outro procedimento foi desenvolvido para construção de um condensador, do tipo Liebig,¹³⁴ alternativo e de baixo custo. Na construção do condensador foram utilizados tubos de PVC transparentes, borrachas "quebra-jato" e adesivo epóxi, dentre outros.

Uma instrumentação para destilação simples e fracionada,¹³⁵ de baixo custo, foi desenvolvida para a destilação de uma solução de cloreto de sódio (sal de cozinha) e de uma solução fermentada de caldo de cana, respectivamente. Na construção dos equipamentos de destilação foram empregados diversos materiais alternativos, como tubulações para água quente, conexões do tipo "T", luvas e bolas de gude, dentre outros. A identificação das substâncias destiladas foi feita por meio de propriedades físicas (ponto de ebulição, densidade) e organolépticas.

Outro experimento foi desenvolvido para destilação de misturas homogêneas simples utilizando um destilador¹³⁶ construído com materiais acessíveis de baixo custo. O equipamento, confeccionado com embalagens plásticas de detergente, mangueira flexível, fios de cobre e resina epóxi, dentre outros, foi utilizado para a separação de uma mistura de água e um corante alimentício.

Um experimento de destilação foi desenvolvido para a purificação de uma solução salina semelhante a água do mar¹³⁷ utilizando um aparelho de destilação simples construído com materiais alternativos. A avaliação da separação completa da água do sal foi feita por adição de nitrato de prata à água obtida na destilação.

Metodologia

O removedor de esmaltes comercial (100 mL) e alguns cacos de porcelana foram colocados em um erlenmeyer de 250 mL que foi, em seguida, adaptado a um sistema de destilação e aquecido lentamente, de tal modo que a acetona contida na mistura pudesse ser gradativamente separada dos outros componentes e recolhida em um erlenmeyer refrigerado com banho de gelo. O removedor de esmaltes utilizado era constituído de acetona (p.e. 56 °C) acetato de etila (p.e. 77 °C), etanol (p.e. 78 °C) e água (p.e. 100 °C).

O sistema utilizado, composto por uma coluna de destilação e condensador, foi construído com mangueiras de PVC transparentes (alinhadas por

aquecimento com secador de cabelos seguido de resfriamento em água corrente), tampas de refrigerantes, abraçadeiras, prensa cabos (material elétrico), cacos de vidro e outros materiais alternativos (**Figura 36**). Para a refrigeração do sistema foi utilizada uma lata contendo gelo (ou, alternativamente, uma serpentina de cobre mergulhada em banho de gelo), **Figura 37**.

Para evidenciar a presença da acetona (**37**) no destilado foi realizado o teste de formação do Iodofórmio (CH_3I , **38**), utilizando xarope de iodeto de potássio a 2% e iodeto de potássio de uso veterinário a 10 %. Também foram avaliados, em relação ao removedor de esmaltes comercial, o odor do destilado e sua capacidade de solubilizar o isopor.

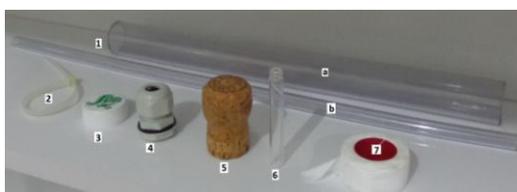


Figura 36. Materiais utilizados na construção do condensador: 1) mangueiras de PVC cristal nos diâmetros de a) 1" e b) 5/16"; 2) abraçadeira de nylon; 3) tampa de refrigerante; 4) prensa-cabos; 5) rolha de espuma; 6) tubo de anestésico; 7) fita veda rosca.



Figura 37. Sistema de destilação.

Resultados e discussão

A destilação foi realizada em cerca de 25 minutos aquecendo-se lentamente, com bico de Bunsen e tela de amianto, cerca de 100 mL do removedor de esmaltes contidos em um erlenmeyer de 250 mL. Foram obtidos cerca de 35 mL de destilado e as evidências de que era acetona (propanona, dimetilcetona, **37**,

ponto de ebulição 56 °C) foram o odor apresentado e os resultados dos testes de solubilidade do poliestireno expandido (isopor) e de produção de iodofórmio (teste do iodofórmio), utilizando iodeto de potássio a 10% ou xarope de iodeto de potássio a 2%), **Figura 38**.

O líquido destilado apresentou odor característico de acetona pura. Ao serem imergidas tiras de isopor em um recipiente contendo o destilado obtido foi observada sua completa solubilização, o que não aconteceu com a mistura utilizada para destilação (**Figura 39**).

A presença de acetona (**37**) no destilado obtido também foi evidenciada pelo aparecimento de um precipitado amarelo, quando o destilado foi submetido ao teste do iodofórmio (CH_3I , **38**), que é indicado para metilcetonas, **Figura 40**.^{88,125,138}

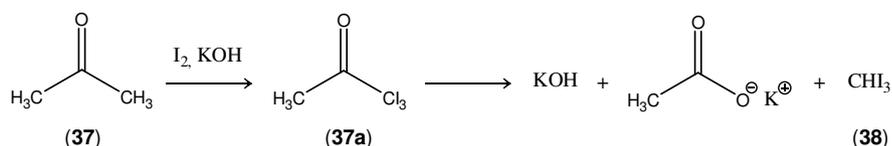
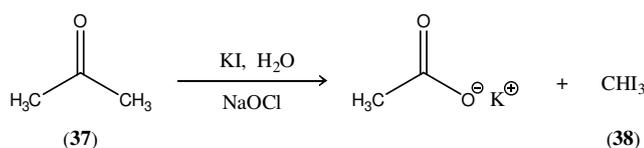


Figura 38. Equações das reações envolvidas na formação do iodofórmio (CH_3I , **38**).¹³⁹

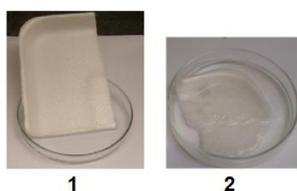


Figura 39. 1- Isopor intacto na presença do removedor de esmaltes comercial; 2- Solubilização do isopor em acetona destilada.

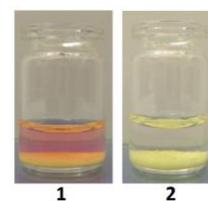


Figura 40. 1- Precipitado formado no teste do iodofórmio com xarope de iodeto de potássio a 2%, 2- Precipitado formado no teste do iodofórmio com iodeto de potássio a 10%.

Conclusões

O sistema de destilação construído com materiais alternativos permitiu a separação da acetona de um removedor de esmalte por destilação fracionada. O experimento proposto é de execução viável, desde que seja previamente preparado.

Embora o experimento se mostre razoavelmente adequado para o ensino da técnica de destilação fracionada em grande parte das escolas de Ensino Médio, o sistema de destilação ainda pode ser melhorado ou simplificado.

Por outro lado, é recomendável e importante que o professor faça uma abordagem prévia sobre as propriedades físicas e químicas dos compostos envolvidos no experimento e dos principais conceitos envolvidos no processo.

Considerações adicionais sobre o experimento

As mangueiras para montagem do condensador e da coluna de destilação podem ser “retificadas” pela ação da gravidade, pelo aquecimento cuidadoso com um secador de cabelos seguido de resfriamento em água corrente. Para evitar vazamentos, as tampas de refrigerantes devem ser envolvidas com fita “veda rosca” e finalmente fixadas à mangueira com o uso de abraçadeiras.

Para que ocorra a formação do iodofórmio é necessário que haja no meio reacional iodo molecular e uma base forte. Esses reagentes podem ser formados *in situ* pela reação do iodeto de potássio com o hipoclorito de sódio. O teste do iodofórmio também pode ser realizado substituindo a solução de iodeto de potássio a 10%, por um xarope de iodeto de potássio a 2%. Apesar do xarope conter pequenas quantidades de corantes, etanol e outras substâncias, esses componentes não interferem substancialmente no teste [**Anexo I, Figura complementar J.2.a**].

Existem trabalhos que utilizam tintura de iodo como reagente no teste do iodofórmio. Entretanto, a presença de etanol na composição da tintura pode gerar falsos positivos, uma vez que o álcool primário pode ser oxidado a aldeído acético, que também dá teste do iodofórmio positivo.

CONCLUSÕES GERAIS

3. CONCLUSÕES GERAIS

O presente trabalho propiciou a elaboração de quatorze experimentos para aulas de Química Orgânica no ensino médio, incluindo a confecção de alguns equipamentos e outros materiais alternativos, que pudessem suprir uma possível falta dos equipamentos e materiais convencionais. Desses experimentos, dois envolvem forças intermoleculares, três tratam de cromatografia (em papel e em camada delgada) e os nove restantes enfocam reações orgânicas. Os experimentos elaborados são de execuções viáveis e capazes de proporcionar ao professor novas alternativas de abordagem, através de demonstrações, de conceitos importantes relacionados aos conteúdos de Química Orgânica do ensino médio.

Dependendo das finalidades e das aulas disponíveis no planejamento do professor, podem ser feitas adequações nos experimentos para que possam ser apresentados de forma parcial, para melhor abordagem de certos tópicos do programa. Convém ressaltar que, para a aplicação adequada dos experimentos propostos, é fundamental a preparação prévia, não só dos materiais, mas também da abordagem teórica necessária. Outro aspecto a ser considerado é que boa parte dos professores das escolas de Ensino Médio não possui uma formação específica em Química, o que poderá trazer dificuldades adicionais na apresentação e na execução dos experimentos propostos.

Os experimentos desenvolvidos, até onde vai o nosso conhecimento, são inéditos na forma em que foram apresentados. Vários já foram divulgados em congressos nacionais e internacionais, na forma de painéis, e um deles foi publicado na Revista Brasileira de Ensino de Química. Alguns dos experimentos foram apresentados como demonstrações, ou executados pelos participantes, em Simpósios de Profissionais do Ensino de Química (SIMPEQ) e em eventos de Química em Ação, realizados no Instituto de Química da UNICAMP, direcionados para professores e alunos do ensino médio, com boa receptividade. É importante mencionar que a maioria dos experimentos desenvolvidos foi testada em aulas do curso técnico em química integrado ao ensino médio do IFNMG (Instituto Federal do Norte de Minas Gerais – Montes Claros).

Esperamos que este trabalho possa auxiliar os profissionais do ensino de Química nas abordagens dos diversos temas focalizados nesta tese. Esperamos também que o trabalho possa despertar nos profissionais do ensino de Química o

interesse para desenvolver novos experimentos, buscando novas alternativas que possibilitem a inserção de mais aulas experimentais abordando conteúdos de Química Orgânica no Ensino Médio.

4. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS:

1. Kreidler, H.; Kreidler, S. *Instructional Science*, **1974**, 3, 75.
2. Junior, W. E. F.; Ferreira, L. H.; Hartwig, D. R. *Química Nova na Escola*, **2008**, n. 30, 34.
3. Kirschner, P. A.; Meester, M. A. M. *Higher Education*, **1988**, 17, 81.
4. Reid, N.; Shah, I. *Chemistry Education: Research and Practice*, **2007**, 8, 172.
5. Hofstein, A. *Chemistry Education: Research and Practice*, **2004**, 5, 247.
6. Högström, P.; Ottander, C.; Benckert, S. *Research in Science Education*, **2010**, 40, 505.
7. Elliott, M. J.; Stewart, K. K. Lagowski, J. J. *Journal of Chemical Education*, **2008**, 85, 145.
8. Sola, A. O.; Ojo, O. E. *Educational Research and Review*, **2007**, 2, 124.
09. Souza, F. L.; Akahoshi, L. H.; Marcondes, M. E. R.; Carmo, M. P. *Atividades experimentais investigativas no ensino de química*, **2013**. Cetec capacitações: Projeto de formação continuada de professores da educação profissional do Programa Brasil Profissionalizado – Centro Paula Souza - Setec/MEC.
10. Monica, I.; Nicholas, T.; David, K. *International Journal of Humanities and Social Science*, **2015**, 5, 110.
11. Duzor, A. G. V. *Journal of Chemical Education*, **2016**, 93, 1725.
12. Gioppo, C.; Scheffer, E. W. O.; Neves, M. C. D. *Educar*, **1998**, n. 14, 39.
13. Rebello, G. A. F.; Argyros, M. M.; Leite, W. L. L.; Santos, M. M.; Barros, J. C.; Santos, P. M. L.; Silva, J. F. M. *Química Nova na Escola*, **2012**, 34, 3.
14. Bianchini, T.B.; Zuliani, S. R. Q. A. In: *VII Encontro Nacional de Pesquisa em Educação em Ciências (Enpec)*, **2009**.
15. Oliveira, M. M.; Rangel, J. H. G.; Neto, J. J. C.; Ribeiro, M. H. O.; Carvalho, R. C. S.; Pessôa, P. A. P.; Brito, R. L.; Farias, T. M.; Santos, H. C. C. *XIV Encontro Nacional de Ensino de Química – ENEQ*, **2008**.

16. Oliveira, P. S.; Nascimento, M. C.; Bianconi, M. L. *Ciência e Cultura*, **2005**, 57, 46.
17. Galiazzi, M. C.; Gonçalves, F. P. *Química Nova*, **2004**, 27, 326.
18. Santos, A. O.; Silva, R. P.; Andrade, D.; Lima, J. P. M. *Scientia Plena*, **2013**, 9, 1.
19. Arroio, A.; Honório, K. M.; Weber, K. C.; Mello, P. H.; Gambardella, M. T. P. *Química Nova*, **2006**, 29, 173.
20. Maia, E. D.; Assis, P. S.; Jesus, R. S.; Santos, M. A. V. In: *IV Colóquio Internacional Educação e Contemporaneidade*, **2010**.
21. Bradley, J. D.; Durbach, S.; Bell, B. Mungarulire, J. *Journal of Chemical Education*, **1998**, 75, 1406.
22. Omori, A. T.; Portas, V. B.; Oliveira, C. S. *Química Nova*, **2012**, 35, 435.
23. Gonçalves, F. P.; Marques, C. A. *Química Nova*, **2011**, 34, 899.
24. Fuccia, D.; Witteck, T.; Markic, S.; Eilks, I. *Eurasia Journal of Mathematics, Science and Technology Education*, **2012**, 8, 59.
25. Teófilo, R. F.; Braathen, P. C.; Rubinger, M. M. M. *Química Nova na Escola*, **2002**, n. 16, 41.
26. Benite, A. M. C.; Benite, C. R. M. *Revista Iberoamericana de Educación*, **2009**, n. 48, 1.
27. Hess, S. *Experimentos de Química com Materiais Domésticos*, 1ª ed., Moderna: São Paulo, **1997**.
28. Siqueira, R. M.; Silva, N. S.; Júnior, L. C. F. *Química Nova na Escola*, **2011**, 33, 230.
29. Pazinato, M. S.; Braibante, H. T. S.; Braibante, M. E. F.; Trevisan, M. C.; Silva, G. S. *Química Nova na Escola*, **2012**, 34, 21.
30. Cooper, M. M.; Williams, L. C.; Underwood, S. M. *Journal of Chemical Education*, **2015**, 92, 1288.
31. Davarcioglu, B. *International Journal of Modern Engineering Research*, **2011**, 1, 443.

32. Barbosa, L. C. A. *Introdução à Química Orgânica*. Pearson Prentice Hall: São Paulo, **2004**.
33. Nagy, P. I. *International Journal of Molecular Sciences*, **2014**, *15*, 19562.
34. Bettelheim, F. A., Brown, W. H., Campbell, M. K. Farrell, S. O. *Introdução a Química Orgânica – Tradução da 9ª ed. norte-americana*, Cengage Learning: São Paulo, **2012**.
35. Curi, D. *Química Nova na Escola*, **2006**, n. 23, 19.
36. Solomons, T. W. G; Fryhle, C. B.; *Química Orgânica*, 10ª ed., vol. 1, LTC: Rio de Janeiro, **2013**.
37. Kirschenbaum, L. J.; Ruekberg, B. *Chemical Sciences Journal*, **2013**, *2013*, 1.
38. Oliveira, S. R.; Gouveia, V. P.; Quadros, A. L. *Química Nova na Escola*, **2009**, *31*, 23.
39. Martins, C. R.; Lopes, W. A.; Andrade, J. B. *Química Nova*, **2013**, *36*, 1248.
40. Dazzani, M.; Correia, P. R. M.; Oliveira, P. V.; Marcondes, M. E. R. *Química Nova na Escola*, **2003**, n. 17, 42.
41. Júnior, W. E. F. *Química Nova na Escola*, **2008**, n. 29, 20.
42. Gonzalez, I. M.; Maldonado, J. A. C.; Medina, I. E. P.; Berríos, V. M.; Lopez, S. N. R. *Journal of Chemical Education*, **2010**, *87*, 396.
43. Pereira, A. S. e Pires, D. X. *Investigações em Ensino de Ciências*, **2012**, v.17, n. 2, 385.
44. Oliveira, B. R. M.; Silva, C. F. N.; Silva, E. L.; Kiouranis, N. M. M.; Rodrigues, M. A. *Revista Electrónica de Enseñanza de las Ciencias*, **2015**, *14*, 326.
45. Clayden, J.; Greeves, N.; Warren., Wothers, P.; *Organic Chemistry*, cap. 1 e 8, Oxford University Press, Oxford, **2001**.
46. Natarén, V. Y. M. *Molienda de pigmentos hasta tamaño de partícula submicron con medición de potencial Z*. Tesis profesional, Departamento de Ingeniería Química y Alimentos. escuela de Ingeniería y Ciencias, Universidad de las Américas Puebla. **2006**. Disponível em:

<http://catarina.udlap.mx/u_dl_a/tales/documentos/lpro/mondragon_n_vy/>.

Acessado em 21 de março de 2017.

47. Kirk-Othmer *Encyclopedia of Chemical Technology*, vol. 8 e 17, John Wiley & Sons, New York, **1979**.

48. Sant'Anna, V.; Gurak, P. D.; Marczak, L. D. F.; Tessaro, I. C. *Dyes and Pigments*, **2013**, *98*, 601.

49. Ganda-Herrero, F. and García-Carmona, F. *Trends in Plant Science*, **2013**, v. 18, n. 6, 601.

50. Delgado-Vargas, F.; Jiménez, A. R.; Paredes-López, O. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, **2000**, *40*, 173.

51. Bonacin, J. A.; Engelmann, F. M.; Severino, D.; Toma, H. E.; Baptista, M. S. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, **2009**, *20*, 31.

52. GEPEQ. *Química Nova na Escola*, **1995**, n. 1, 32.

53. Lima, V. A.; Bataglia, M.; Guaracho, A.; Infante, A. *Química Nova na Escola*, **1995**, n. 1, 33.

54. Marconato, J. C.; Franchetti, S. M. M.; Pedro, R. J. *Química Nova na Escola*, **2004**, n. 20, 59.

55. Terci, D. Br. L.; Rossi, A. V. *Química Nova*, **2002**, v. 25, n. 4, 684.

56. Dias, M. V.; Guimarães, P. I. C.; Merçon, F. *Química Nova na Escola*, **2003**, n. 17, 27.

57. Garber, K. C. A.; Odendaal, A. Y.; Carlson, E. E. *Journal of Chemical Education*, **2013**, *90*, 755.

58. Fonseca, S. F.; Gonçalves, C. C. S. *Revista Brasileira de Ensino de Química*, **2006**, v. 1, n. 1, 9.

59. Melo; N. S.; Silva, A. B.; Jesus, M. P.; Santos, L. D.; Santos, K. R.; Cruz, M. C. P. *Scientia Plena*, **2015**, v. 11, n. 6, 1.

60. Collins, C. H., Braga, G. L., Bonato, P. S. *Fundamentos de cromatografia*, Editora da UNICAMP: Campinas, **2006**.

61. Degani, A. L. G.; Cass, Q. B.; Vieira, P. C. *Química Nova na Escola*, **1998**, n. 7, 21.
62. Gocan, S. *Journal of Chromatographic Science*, **2002**, 40, 1.
63. Teixeira, S. C. G.; Mathias, L.; Canela, M. C. *Química Nova*, **2003**, 26, 931.
64. Freire, M. M.; Fonseca, S. F. *Revista Brasileira de Ensino de Química*, **2016**, 11, 46.
65. Ahuja, S. *Chromatography and Separation Science*. Academic Press, New York, **2003**.
66. Silva, S. L. A.; Ferreira, G. A. L.; Silva, R. R. *Química Nova na Escola*, **1995**, n. 2, 31.
67. Lima, M. B.; Silva, A. L.; Tavares, M. R. S.; Hora, P. H. A. *8º Simpósio Brasileiro de Educação Química (SIMPEQUI)*, Centro de Eventos do Hotel Praiamar, Natal - RN, **2010**. Disponível em: < <http://www.abq.org.br/simpequi/2010/trabalhos/186-7812.htm>>. Acessado em 23 de março de 2017.
68. Silva, J. L.; Moura, C. L. *Brazilian Educational Technology: research and learning*, **2012**, v. 3, n. 1, 1.
69. Fonseca, S. F.; Souza, K. S.; Santos, M. C. *Revista Brasileira de Ensino de Química*, **2011**, 6, 83.
70. Fornaro, A.; Coichev, N. *Química Nova*, **1998**, 21, 642.
71. Zümreoglu-Karan, B. *Coordination Chemistry Reviews*, **2006**, 250, 2295.
72. Davies, M. B. *Polyhedron*, **1992**, 11, 285.
73. Silva, L. B.; Alles, I. M.; Morel, A. F. E.; Dalcol, I. I. *Química Nova na Escola*, **2006**, n. 23, 52.
74. Ribeiro, N. M. e Nunes, C. R. *Química Nova na Escola*, **2008**, n. 29, 34.
75. Fonseca, S. F. e Gonçalves, C. C. S. *Química Nova na Escola*, **2004**, n. 20, 55.
76. Fraceto, L. F.; Lima, S. L. T. *Química Nova na Escola*, **2003**, n. 18, 46.
77. Lisbôa, J. C. F. *Química Nova na Escola*, **1998**, n. 7, 38.
78. JCE Editorial Staff. *Journal of Chemical Education*, **2000**, 77, 176A.

79. Toit, M. H. D.; Per-Odd Eggen; Kvittingen, L.; Partali, V.; Schmid, R. *Journal of Chemical Education*, **2012**, *89*, 1295.
80. Walsh, B. J. M. *Journal of Chemical Education*, **1967**, *44*, 294.
81. Paloschi, R.; Zeni, M.; Riveros, R. *Química Nova na Escola*, **1998**, n. 7, 35.
82. Oliveira, A. R. M.; Simonelli, F.; Marques, F. A. *Química Nova na Escola*, **1998**, n. 7, 37.
83. Ergül, S. *Chemistry*, **2009**, *18*, 3rd ed., 36.
84. Freitas, J. C. R.; Freitas, J. J. R.; Silva, L. P.; Filho, J. R. F. *Revista Brasileira de Ensino de Ciência e Tecnologia*, **2012**, v. 5, n. 1, 71.
85. Souza, A. M. A.; Almeida, A. A.; Chagas, J. A. S. *Cromatografia em Camada Delgada e Casca do Ovo: Limites e Possibilidades*, 53^o Congresso Brasileiro de Química, **2013**. Disponível em: <<http://www.abq.org.br/cbq/2013/trabalhos/6/2563-14125.html>>. Acessado em 09 de abril de 2017.
86. Keefer, L. F. *Journal of chromatography*, **1967**, *31*, 390.
87. Pavia, D. L.; Lampman, G. M.; Kriz, G. S.; Engel, R. G. *Química Orgânica Experimental*, 3^a ed., Cengage Learning: São Paulo, **2012**.
88. Vogel, A. I. *Química Orgânica - Análise Orgânica Qualitativa*, 3^a ed., vol. 2 e 3, Ao Livro Técnico: Rio de Janeiro, **1971**.
89. Pybus, D.H.; Sell, C.S. *The Chemistry of Fragrances. From Perfumer to Consumer*, 2nd ed., RSC Publishing, London, **2006**.
90. Ferreira, M. J.; Ana, F. Gaio, P.; Rosa, P.; Vieira, N. *Química e Ensino*. Boletim da Sociedade Portuguesa de Química, **2012**, *124*, 61.
91. Querubina, A. S.; Coser, M. A.; Waldman, W. R. *Química Nova na Escola*, **2016**, v. 38, n. 3, 269.
92. Solomons, T. W. G; Fryhle, C. B.; *Química Orgânica*, 8^a ed., vol. 1 e 2, LTC: Rio de Janeiro, **2009**.
93. Gracetto, A. C.; Hioka, N.; Filho, O. S. *Química Nova na Escola*, **2006**, n. 23, 43.
94. Oliveira, R. O.; Maria, L. C. S.; Merçon, F.; Aguiar, M. R. M. P. *Química Nova na Escola*, **2006**, n. 23, 41.

95. Marcondes, M. E. R.; Souza, F. L.; Akahoshi, L. H.; Silva, M. A. E. *Química Orgânica: reflexões e propostas para seu ensino*, **2014**. Cetec capacitações: Projeto de formação continuada de professores da educação profissional do Programa Brasil Profissionalizado – Centro Paula Souza - Setec/MEC.
96. Pavia, D. L.; Lampman, G. M.; Kriz, G. S.; Engel, R. G.; *Introduction to Organic Laboratory Techniques – a microscale approach*, 3rd ed., Saunders College Publishing, Philadelphia, **1999**.
97. Vogel, A. I. *A Textbook of Macro and Semimicro Qualitative Inorganic Analysis*, 5th ed., Longman Group Ltd., London, **1979**.
98. Oliveira, C. A.; Souza, A. C. J.; Santos, A. P. B.; Silva, B. V.; Lachter, E. R.; Pinto, A. C. *Revista Virtual de Química*, **2014**, 6, 152.
99. Costa, T. S.; Ornelas, D. L.; Guimarães, P. I. C.; Merçon, F. *Química Nova na Escola*, **2004**, n.19, 36.
100. Buffet, M.; Dupin, N. *Fundamental & Clinical Pharmacology*, **2003**, 17, 217.
101. Surburg, H. and Panten, J. *Individual Fragrance and Flavor Materials*. In: Common fragrance and flavor materials: preparation, properties and uses, 5th ed., Wiley-VCH, Weinheim, **2006**.
102. Yuan, Chao; Lu, Zhifang; Jin, Zhengyu. *Food Chemistry*, **2014**, 152, 140.
103. Constantino, M. G. *Química Orgânica: Curso Básico Universitário*, vol. 1, 2 e 3, LTC: Rio de Janeiro, **2008**.
104. Carey, F.A., *Organic Chemistry*, 4th Ed., McGraw-Hill, New York, **2000**.
105. Mano, E.B., Seabra, A.P. *Práticas de Química Orgânica*. 3^a ed., Edgard Blucher: São Paulo, **1987**.
106. McMurry, J. *Química Orgânica*. 9^a ed., vol. 2, Cengage Learning: São Paulo, **2016**.
107. Barbosa, A. B.; Silva, R. R. *Química Nova na Escola*, **1995**, n. 2, 3.
108. Mabrouk, S. T. *Journal of Chemical Education*, **2005**, 82, 1534.
109. Osorio, V. K. L.; Oliveira, W.; El Seoud, O. A. *Journal of Chemical Education*, **2005**, 82, 257.

110. Borer, L. L.; Barry, E. *Journal of Chemical Education*, **2000**, 77, 354.
111. Lewis, D. *Aspirin. A curriculum resource for post-16 chemistry and science courses*. Royal Society of Chemistry, 2nd ed., London, **2003**.
112. Solomon, S.; Hur, C.; Lee, A.; J., K. S. *Journal of Chemical Education*, **1996**, v. 73, n. 2, 173.
113. Timberlake, K. C. *Chemistry: An introduction to general, organic, and biological chemistry*, 11th ed., Pearson / Prentice Hall: New York, **1996**.
114. Vollhardt, P.; Schore, N., *Química Orgânica: estrutura e função*, 6^a ed., Bookman: Porto Alegre, **2013**.
115. Costa, P.; Pilli, R.; Pinheiro, S.; Vasconcellos, M. *Substâncias Carboniladas e Derivados*, 1^a ed., Bookman: Porto Alegre, **2003**.
116. Bertolini, A.; Ferrari, A.; Ottani, A.; Guerzoni, S.; Tacchi, R.; Leone, S. *CNS Drug Reviews*, **2006**, 12, 250.
117. Saikat, S.; Kumar, C. S. *Indian Journal of Science*, **2014**, 10, 56.
118. Rothenberger, O. Bunting, R. *Journal of Chemical Education*, **1991**, 68, 503.
119. Ellis, F. *Paracetamol. A curriculum resource*, edited by Colin Osborne and Maria Peck. Royal Society of Chemistry, 1st ed., Burlington House, London, **2002**.
120. Pinto, A. C.; Silva, B. V. *A Química Perto de Você: Experimentos de Química Orgânica*. Sociedade Brasileira de Química: São Paulo, **2012**.
121. Vaughan, J. B. *Journal of Pharmaceutical Sciences*, **1969**, 58, 469.
122. Pasto, D. J.; Johnson, C. R. *Organic Structure Determination*, Prentice-Hall, Englewood Cliffs, **1969**.
123. Shimamoto, G. G.; Kazitoris, B.; Lima, L. F. R.; Abreu, N. D.; Salvador, V. T.; Bueno, M. I. M. S. *Química Nova*, **2011**, v. 34, n. 8, 1389.
124. Lessa, S. S.; Rosa, A. H.; Lobo, F. A.; Mancini, S. D. *Reciclagem de garrafas PET via hidrólise alcalina: uma atividade prática alternativa para o ensino de química orgânica e conscientização ambiental*, **2007**. Disponível em: <sec.s bq.org.br/cdrom/30ra/resumos/T0322-2.pdf>. Acessado em 17 de abril de 2017.

125. Allinger, N. L.; Cava, M. P.; Jongh, D. C.; Johnson, C. R.; Lebel, N. A.; Stevens, C. L. *Química Orgânica*, 2ª ed., LTC: Rio de Janeiro, **2009**.
126. Braathen, P. C. *Química Nova na Escola*, **1997**, n. 5, 3.
127. Bustamante, F. L. S.; Côrtes, C. E. S. *Experimentos de oxidação de etanol baseados nas reações principais de um bafômetro, utilizando materiais de baixo custo*, **2008**. Disponível em: <sec.s bq.org.br/cdrom/31ra/resumos/T0640-1.pdf>. Acessado em 17 de abril de 2017.
128. Fogaça, J. *Oxidação de álcool primário*. Disponível em: <<http://educador.brasilecola.uol.com.br/estrategias-ensino/oxidacao-alcool-primario.htm>>. Acessado em 17 de abril de 2017.
129. Vannatta, M. W., Babb, M. R. *Journal of Chemical Education*, **2010**, 87,1225.
130. D'Antonio, M.; Wladimirsky, A.; Palacios, D.; Coggiola, L.; González-Baró, A. C.; Baran, E. J.; Mercaderd, Roberto C. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, **2009**, 20, 445.
131. Skoog, D. A.; West, D. M.; Holler, F. J.; Crouch, S. R. *Fundamentos de Química Analítica*, 8ª ed., Pioneira Thomson Learning: São Paulo, **2006**.
132. Beltran, M. H. R. *Química Nova na Escola*, **1996**, n. 4, 24.
133. Campanizzi, D. R. D.; Mason, B.; Hermann, C. K. F. *Journal of Chemical Education*, **1999**, 76, 1079.
134. Santos, J. M. T.; Rosa, E. A.; Schipanski, M.; Gomes, E. C.; Barabach, M. *Revista Ciências Exatas e Naturais*, **2005**, v. 7, n. 2, 221.
135. Albuquerque, F. R., Nova, S. P. V. *A Destilação no ensino progressivo da Química*, **2009**. Disponível em: <sec.s bq.org.br/cdrom/32ra/resumos/T0810-1.pdf>. Acessado em 18 de abril de 2017.
136. Sartori, E. R.; Batista, E. F.; Santos, V. B.; Fatibello-Filho, O. *Química Nova na Escola*, **2009**, v. 31, n. 1, 55.
137. Kahl, A.; Heller, D.; Ogden, K. *Journal of Chemical Education*, **2014**, 91, 554.
138. Marques, J. A.; Borges, C. P. F. *Práticas de Química Orgânica*, 2ª ed., Editora Átomo: Campinas, **2012**.
139. Russo, T. J.; Meszaros, M. *Journal of Chemical Education*, **1999**, 76, 69.

140. Oliveira, C. M. A.; Mancilha, J. C.; Rocha, L. M. S.; Sassa, L. H.; Mello, M. A.; Sanvido, M. C.; Bergamo, M. E.; Rey, M. D.; Oliveira, P. C. A.; Lopes, W. A. C. *Guia de Laboratório para o Ensino de Química: instalação, montagem e operação*, 2007.

Disponível em:

<www.iqm.unicamp.br/sites/default/files/guiamontagemdelaboratorios.pdf>.

Acessado em 19 de abril de 2017.

141. *Tabela de incompatibilidades – Unifesp*. Disponível em:

<https://www.unifesp.br/campus/san7/images/pdfs/Tabela_Incompatibilidade.pdf>.

Acessado em 19 de abril de 2017.

142. Pimenta, P. R. *Manual de informações sobre segurança, recolhimento e descarte de resíduos químicos nos laboratórios de pesquisas*. Disponível em:

<www.ima.ufrj.br/coleita/downloads/manualdeseguranca2.pdf>. Acessado em 19 de

abril de 2017.

143. *Incompatibilidade entre Produtos Químicos*. Comissão Interna de Prevenção de Acidentes – FMRP – USP. Disponível em:

<cipa.fmrp.usp.br/Html/Recomendacoes/IncompatibilidadeProdutosQuimicos.pdf>.

Acessado em 19 de abril de 2017.

144. *Normas de Gerenciamento de Resíduos Químicos do Instituto de Química da UNICAMP*. Disponível em:

<www.iqm.unicamp.br/sites/default/files/normasResiduos.pdf>. Acessado em 19 de

abril de 2017.

145. Machado, P. F. L.; Mól, G. S. *Química Nova na Escola*, 2008, n. 29, 38.

146. Lide, D. R.; Baysinger, G.; Berger, L. I.; Goldberg, R. N.; Kehiaian, H. V.; Kuchitsu, K.; Rosenblatt, G.; Roth, D. L.; Zwillinger, D. *CRC Handbook of Chemistry and Physics*, 87th ed., edited by D. R. Lide, CRC Press/Taylor and Francis, Boca Raton, 2005.

ANEXOS

ANEXO I

FIGURAS COMPLEMENTARES

2.1. FORÇAS INTERMOLECULARES EM COMPOSTOS ORGÂNICOS

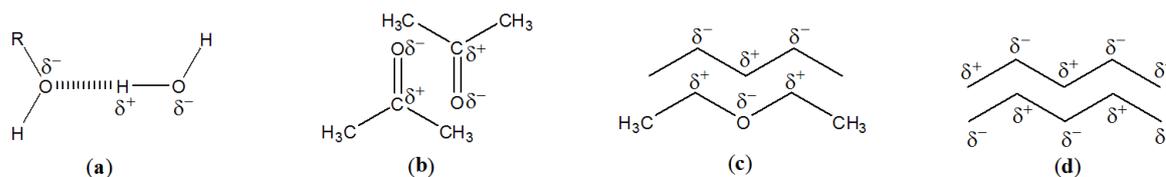


Figura complementar 1. Exemplos de interações intermoleculares entre compostos orgânicos: interações dipolo-dipolo **(a)** entre o etanol e a água (ligação de hidrogênio) e **(b)** entre moléculas da acetona (ligação dipolo-dipolo), interações dipolo-dipolo induzido **(c)** entre as moléculas do éter etílico e as do pentano e, ligações dipolo induzido-dipolo induzido **(d)** entre as moléculas do o pentano.

Experimento 2.1.1. Solubilidade de compostos orgânicos



Figura complementar A.1.a. Resultados dos testes de solubilidade do açúcar **(1)** em água **(5)** e no removedor **(8)**.



Figura complementar A.1.b. Resultados dos testes de solubilidade da glicerina **(2)** em água **(5)** e no removedor **(8)**, com gotas de solução de violeta genciana.



Figura complementar A.1.c. Resultados dos testes de solubilidade da gordura vegetal hidrogenada (4B) em água (5) e no removedor (8).

Experimento 2.2.1. Detecção da vitamina C por cromatografia em papel



Figura complementar B.1.a. Polpas de frutas utilizadas (caju, goiaba e acerola).



Figura complementar B.1.b. Comprimidos de vitamina C utilizados para o preparo da solução padrão.



Figura complementar B.1.c. Cromatograma obtido após a revelação da “placa” contendo a vitamina C (1) utilizada como padrão e as amostras das polpas de caju (2), goiaba (3) e acerola (4). Solvente de desenvolvimento: etanol combustível/água (5:1).

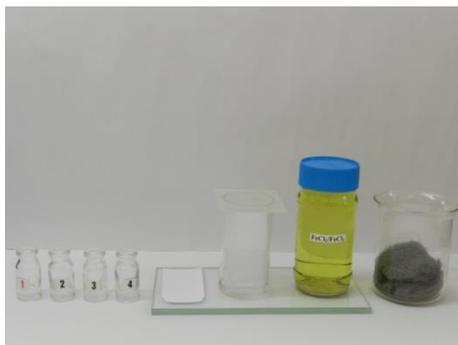


Figura complementar B.1.d. Materiais utilizados no experimento.

Experimento 2.3.1. Medicamento Arcasan[®]: extração e caracterização do benzoato de benzila



Figura complementar C.1.a. Teste de desprendimento de gás carbônico realizado com o ácido benzóico (**23**) utilizando uma solução aquosa de NaHCO_3 a 5%.

Experimento 2.3.2. Diferenciação de adoçantes artificiais utilizando testes de chama e reações de adição



Figura complementar D.2.a. Teste de combustão com a sacarina sódica (**24**).



Figura complementar D.2.b. Teste de chama com a sacarina sódica (24).

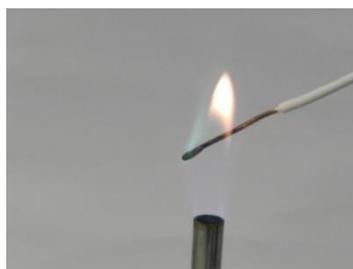


Figura complementar D.2.c. Teste de chama com a sucralose (28) em fio de cobre.



Figura complementar D.2.d. Resultado da reação do acessulfame (26) com solução de KMnO_4 .



Figura complementar D.2.e. Resultado da reação do acessulfame (26) com solução de tintura de iodo.

Experimento 2.4.1. Hidrólise básica do ácido acetilsalicílico (Aspirina®) obtenção do ácido salicílico



Figura complementar E.1.a. Soda cáustica, tablete de aspirina®, funil, erlenmeyer e solução para bateria.



Figura complementar E.1.b. “Sistema de refluxo”



Figura complementar E.1.c. Precipitação do ácido salicílico (**15**) com ácido sulfúrico ~ 20% (solução para bateria).



Figura complementar E.1.d. Solução de $\text{FeCl}_2/\text{FeCl}_3$.

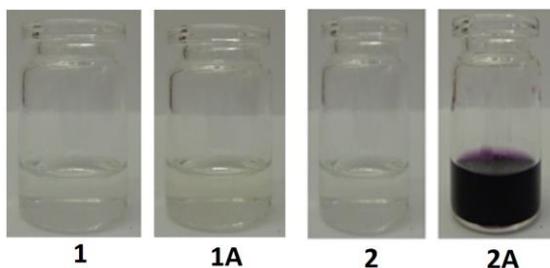


Figura complementar E.1.e. 1- Solução do ácido acetilsalicílico (**18**). **1A**- Solução do ácido acetilsalicílico (**18**) após a adição de gotas de solução de $\text{FeCl}_2/\text{FeCl}_3$. **2**- Solução do ácido salicílico (**15**). **2A**- Solução do ácido salicílico (**15**) após a adição de gotas de solução de $\text{FeCl}_2/\text{FeCl}_3$.

Experimento 2.4.3. Esterificação do ácido benzóico: obtenção do benzoato de etila



Figura complementar F.3.a. Reagentes utilizados para obtenção do benzoato de etila (30).



Figura complementar F.3.b. a) Sistema de refluxo utilizado para obtenção do benzoato de etila (30); b) Fase oleosa superior, observada na mistura reacional fria.

Experimento 2.4.4. Um experimento de hidrólise ácida utilizando comprimidos de Paracetamol[®]



Figura complementar G.4.a. 1- Solução aquosa de CuSO₄ à 5%. 2- Mistura contendo a vanilina utilizada no experimento.

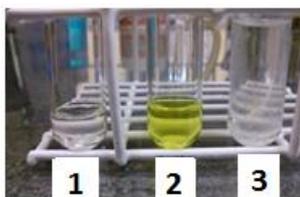


Figura complementar G.4.b. Teste realizado para detecção da amina formada após a reação de hidrólise ácida do paracetamol (**16**): **1**- Solução etanólica do sal do 4-aminofenol; **2**- teste positivo para imina; **3**- Solução etanólica de vanilina.



Figura complementar G.4.c. Mistura reacional resultante da hidrólise do paracetamol[®] em meio básico.

Experimento 2.4.5. Despolimerização de garrafas de PET por hidrólise básica



Figura complementar H.5.a. Garrafa de PET cortada em pequenos pedaços.



Figura complementar H.5.b. Detalhes do condensador de refluxo alternativo.

Experimento 2.5.1. Oxidação do etilenoglicol a ácido oxálico.

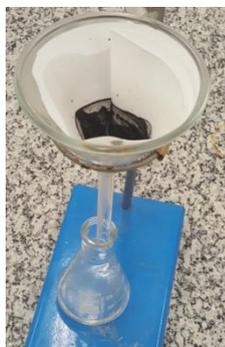


Figura complementar I.1.a. Etapa de filtração, mostrando a solução de oxalato de sódio (**36a**).



Figura complementar I.1.b. Formação do oxalato de cálcio.

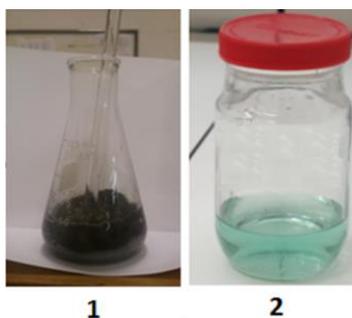


Figura complementar I.1.c. 1- Reação de produção do Sulfato ferroso pela reação entre uma esponja de aço e a solução de bateria ($\text{H}_2\text{SO}_4 \sim 20\%$); 2- Solução de sulfato ferroso.



Figura complementar I.1.d. Complexação do ácido oxálico (36) com íons Fe^{2+} .



Figura complementar I.1.e. Reação de autocatálise do ácido oxálico (36).

Experimento 2.5.2. Destilação de um removedor de esmaltes comercial: separação da acetona



Figura complementar J.2.a. Teste do iodofórmio utilizando xarope de iodeto de potássio a 2%.

ANEXO II

FÓRMULAS ESTRUTURAIS E EQUAÇÕES/FIGURAS COMPLEMENTARES

Experimento 2.2.1. Detecção da vitamina C por cromatografia em papel

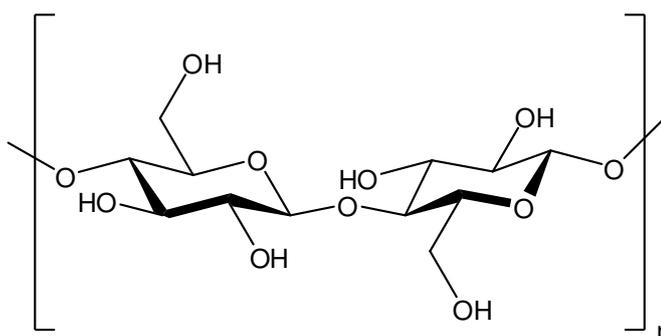


Figura complementar I.1.a. Fórmula estrutural da celulose

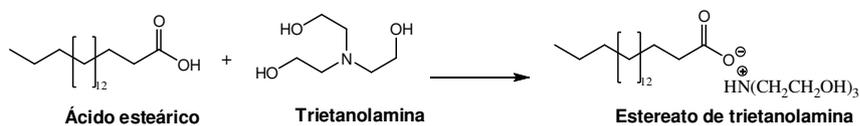
Experimento 2.3.1. Medicamento Arcasan[®]: extração e caracterização do benzoato de benzila

Figura complementar II.1.a. Equação mostrando a formação do estereato de trietanolamina por meio da reação entre o ácido esteárico e a trietanolamina.

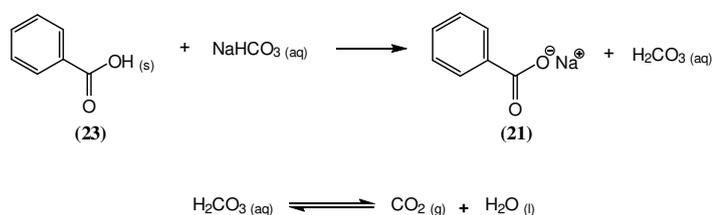


Figura complementar II.1.b. Equação de formação do gás carbônico no teste do ácido benzóico (23) com solução aquosa de bicarbonato de sódio.

Experimento 2.3.2. Diferenciação de adoçantes artificiais utilizando testes de chama e reações de adição

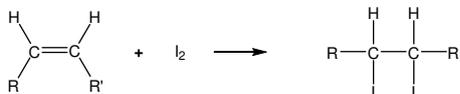


Figura complementar III.2.a. Reação de adição a uma ligação dupla olefínica que ocorre no teste com uma solução alcoólica diluída de tintura de iodo.

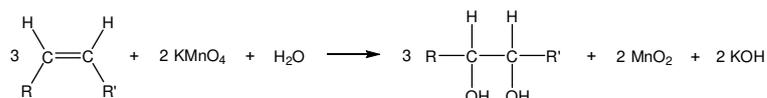


Figura complementar III.2.b. Reação de adição a uma ligação dupla olefínica que ocorre no teste com uma solução aquosa de permanganato de potássio.

Experimento 2.4.4. Um experimento de hidrólise ácida utilizando comprimidos de Paracetamol[®]

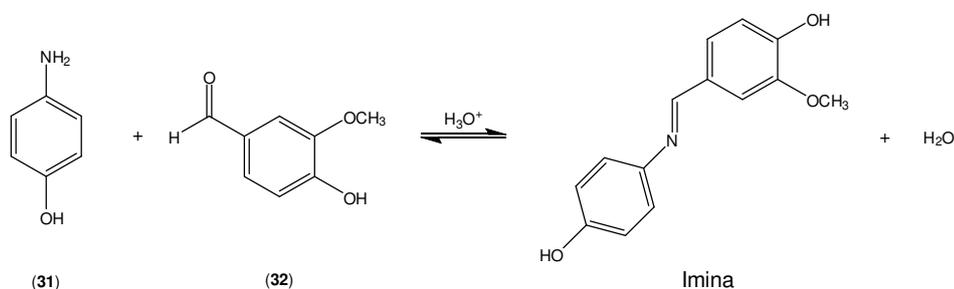


Figura complementar IV.4.a. Equação mostrando a formação da imina pela reação entre o 4-aminofenol (31) e a vanilina (32).

ANEXO III

LISTA DE MATERIAIS E REAGENTES UTILIZADOS NOS EXPERIMENTOS	
<i>Experimento 2.1.1. Solubilidade de compostos orgânicos</i>	
<ul style="list-style-type: none"> ▪ palito de sorvete (colher de café ou espátula) ▪ conta gotas (ou pipeta de Pasteur) ▪ placa de isopor com furos para 20 tubos ▪ 20 tubos de ensaio 16 mm x 150 mm (ou frascos de penicilina) ▪ marcador permanente para identificação dos tubos ▪ removedor de ceras ▪ óleo de banana (acetato de isopentila) ▪ seringa descartável de 2 a 5 mL 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ 100 mL de etanol combustível ▪ 100 mL de água destilada ▪ glicerina (propano-1,2,3-triol) ▪ gordura vegetal hidrogenada ▪ açúcar refinado (sacarose) ▪ vaselina líquida ▪ óleo de soja ▪ cloreto de sódio (sal de cozinha) ▪ frasco transparente 4 cm x 10 cm (embalagem de condimentos)
<i>Experimento 2.1.2. Extração rápida e seletiva dos pigmentos das folhas de beterraba</i>	
<ul style="list-style-type: none"> ▪ 4 g de folhas de beterraba ▪ 10 mL de isopropanol ▪ água destilada ▪ 10 mL de removedor de ceras ▪ sal de cozinha ▪ 6 tubos de ensaios ▪ 1 funil de vidro de haste curta (boca com 10 cm de diâmetro) ▪ 1 pacote pequeno de algodão 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ recipiente de vidro Pyrex® ▪ “pistilo” de madeira ▪ seringa descartável de 10 a 20 mL (ou proveta de 10 mL) ▪ pipeta de Pasteur e chupeta de látex (ou conta-gotas) ▪ placa de isopor com furos para 6 tubos (ou grade para tubos de ensaio)
<i>Experimento 2.2.1. Detecção da vitamina C por cromatografia em papel</i>	
<ul style="list-style-type: none"> ▪ 1 folha de cartolina branca fina (180 g/m²) ▪ 10 capilares (agulhas de seringas descartáveis) ▪ 3 copos de vidros de 200 mL ou frascos de maionese, geleia ou palmito (cubas) ▪ 3 pires (tampas das cubas) ▪ 1 pacote de polpa de caju ▪ 1 pacote de polpa de acerola ▪ 1 pacote de polpa de goiaba ▪ 1 comprimido de vitamina C (500 mg) ▪ 1 bastão de vidro pequeno (ou similar) 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ 5 pipetas de Pasteur ou conta gotas ▪ 1 pinça de metal ▪ 1 pacote pequeno de algodão ▪ esponja de lã aço para limpeza (Bombril® ou similar) ▪ ▪ 50 mL de ácido muriático ▪ 1 papel de filtro para café ▪ 1 funil de vidro de haste curta (boca com 10 cm de diâmetro) ▪ 2 erlenmeyers de 125 mL ou frascos

<ul style="list-style-type: none"> ▪ 1 régua ▪ 1 tesoura ▪ 10 frascos de penicilina limpos e secos ▪ 100 mL de etanol combustível ▪ 10 mL de removedor de esmaltes contendo 50% de acetona 	<p>similares</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ 1 estilete ▪ 1 alicate ▪ 10 folhas de papel toalha ▪ 1 lápis de ponta fina ou lapiseira ▪ papel alumínio
<p>Experimento 2.2.2. Cromatografia em papel utilizando medicamentos</p>	
<ul style="list-style-type: none"> ▪ 1 folha fina de cartolina branca (180 g/m²) ▪ 10 capilares (agulhas de seringas descartáveis) ▪ 3 copos de vidros de 200 mL ou frascos de maionese, geleia ou palmitos (cubas) ▪ 3 pires (tampas das cubas) ▪ óleo essencial ou extrato de cravo-da-índia ▪ Tylenol[®] (1 comprimido 750 mg) ▪ Calotrat[®] (1 frasco de 5 mL) ▪ Metildopa (1 Comprimido de 250 mg) ▪ régua ▪ tesoura ▪ lápis de ponta fina ou lapiseira ▪ 6 frascos de penicilina limpos e secos ▪ 100 mL de etanol combustível ▪ 10 mL removedor de esmaltes contendo 50% de acetona 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ 5 pipetas de Pasteur ou conta gotas ▪ 1 pinça de metal ▪ 1 pacote pequeno de algodão ▪ esponja de lã de aço para limpeza (Bombril[®] ou similar) ▪ 1 bastão de vidro pequeno (ou bastão de madeira) ▪ 50 mL de ácido muriático ▪ 1 papel de filtro para café ▪ 1 funil de vidro de haste curta (boca com 10 cm de diâmetro) ▪ 1 estilete ▪ 1 alicate ▪ 10 folhas de papel toalha ▪ 2 erlenmeyers de 125 mL ou frascos similares ▪ papel alumínio
<p>Experimento 2.2.3. Cromatografia em camada delgada de medicamentos com materiais alternativos</p>	
<ul style="list-style-type: none"> ▪ lâminas de vidro para microscopia 26 x 76 mm (Perfecta) ▪ talco Johnson's Baby ▪ leite de magnésia Phillips[®] original ▪ fluido de isqueiro Flux[®] ou similar ▪ acetato de isoamila Farmax[®] ou similar ▪ tintura de iodo ▪ água oxigenada 10 volumes ▪ pinça ▪ 10 capilares (agulhas de seringas descartáveis) ▪ palito de sorvete (colher de café ou espátula) ▪ 10 folhas de papel toalha 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ 2 frascos graduados de 50 mL (ou provetas de 50 mL) ▪ frasco transparente 4 cm x 10 cm (embalagem de condimentos) ▪ 2 pipetas ou seringas graduadas de 5 mL ▪ 4 conta gotas (ou pipetas de Pasteur e bulbo de borracha) ▪ 50 mL de água destilada ▪ papel alumínio ▪ 1 comprimido de Cibalena[®] ▪ óleo essencial de cravo-da-índia ▪ 1 comprimido Paracetamol[®] 750 mg ▪ 1 frasco de Calotrat[®] (200 mg de

<ul style="list-style-type: none"> ▪ 3 copos de vidros de 200 mL ou frascos de maionese, geleia ou palmitos (cubas) ▪ 3 pires (tampas das cubas) ▪ 10 frascos de penicilina 	<p>ácido salicílico)</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ 1 comprimido de Aspirina[®] 500 mg ▪ 100 mL de etanol combustível
<p>Experimento 2.3.1. Medicamento Arcasan[®]: extração e caracterização do benzoato de benzila</p>	
<ul style="list-style-type: none"> ▪ 1 frasco de 80 mL de Arcasan[®] a 0,25 g/mL ▪ 1 funil de decantação alternativo (ou funil de decantação convencional de 250 mL) ▪ 1 funil de vidro de haste curta (boca com 10 cm de diâmetro) ▪ 1 pacote pequeno de algodão ▪ 1 papel de filtro para café ▪ 100 mL de água destilada ▪ 2 béqueres ou frascos similares ▪ 2 erlenmeyers de 250 mL ou frascos similares ▪ 20 g sal de cozinha (NaCl) ▪ 100 mL de solução de bateria (H₂SO₄ a 20%) ▪ 100 mL de solução aquosa de hidróxido de sódio a 20% 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ 6 tubos de ensaio ▪ 100 mL de isopropanol ▪ 100 mL de removedor de ceras ▪ bacia com gelo ▪ lamparina de álcool ou bico de Bunsen ▪ cacos de porcelana ▪ placa de isopor com furos para 20 tubos (ou grade para tubos de ensaio) ▪ pinça de madeira ▪ 1 frasco graduado de 100 mL (ou proveta de 100 mL) ▪ 100 g de bicarbonato de sódio
<p>Experimento 2.3.2. Diferenciação de adoçantes artificiais utilizando testes de chama e reações de adição</p>	
<ul style="list-style-type: none"> ▪ alça com fio de níquel-crômio (fio de resistência de chuveiro, 220v) ▪ alça com fio de cobre (fio elétrico) ▪ 10 tubos de ensaios ▪ esponja de lã de aço para limpeza (Bombril[®] ou similar) ▪ adoçante - sacarina sódica/ciclamato de sódio ▪ adoçante - acessulfame/sucralose ▪ permanganato de potássio a 0,01% ▪ tintura de iodo a 0,01%. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ água destilada ▪ palito de sorvete (colher de café ou espátula) ▪ pipeta de Pasteur (ou conta gotas) ▪ embalagem vazia de comprimidos (ou placa de toque) ▪ placa de isopor com furos para 6 tubos (ou grade para tubos de ensaio) ▪ 50 mL de ácido muriático ▪ bico de Bunsen (ou lamparina de álcool).

Experimento 2.4.1. Hidrólise básica do ácido acetilsalicílico (Aspirina®): obtenção do ácido salicílico

- | | |
|--|--|
| <ul style="list-style-type: none"> ▪ 8 comprimidos de Aspirina® 500 mg ▪ removedor de esmaltes contendo 50% de acetona ▪ 15 g de hidróxido de sódio ▪ 1 funil de vidro liso de haste curta (boca com 10 cm de diâmetro) ▪ 1 pacote pequeno de algodão ▪ 1 papel de filtro para café ▪ 100 mL de água destilada ▪ 10 mL de etanol 92,8 INPM ▪ 2 béqueres ou frascos similares ▪ 2 erlenmeyers de 250 mL ▪ 7 tubos de ensaio ou frascos de penicilina ▪ 100 mL de água destilada ▪ 100 mL de solução de bateria (H₂SO₄ a 20%) | <ul style="list-style-type: none"> ▪ bacia com gelo ▪ bico de Bunsen (ou “banho-maria”) ▪ cacos de porcelana ▪ placa de isopor com furos para 6 tubos (ou grade para tubos de ensaio) ▪ pinça de madeira ▪ 1 frasco graduado de 100 mL (ou proveta de 100 mL) ▪ tela de amianto ▪ tripé de ferro ▪ solução aquosa de FeCl₃/FeCl₂ ▪ 2 conta gotas ▪ palito de sorvete (colher de café ou espátula) |
|--|--|

Experimento 2.4.2. Obtenção do ácido benzóico a partir do benzoato de benzila: um experimento de hidrólise básica

- | | |
|--|--|
| <ul style="list-style-type: none"> ▪ 1 frasco de 100 mL de benzoato de benzila ▪ 1 funil de vidro de haste curta (boca com 10 cm de diâmetro) ▪ 1 pacote pequeno de algodão ▪ 3 papéis de filtro para café ▪ 100 mL de água destilada ▪ 2 béqueres ou frascos similares ▪ 2 erlenmeyers de 250 mL ou frascos similares ▪ 100 mL de etanol combustível ▪ 100 mL de solução de bateria (H₂SO₄ a 20%) ▪ 100 mL de solução aquosa de hidróxido de sódio a 10%. | <ul style="list-style-type: none"> ▪ bacia com gelo ▪ bico de Bunsen (ou “banho-maria”) ▪ cacos de porcelana ▪ placa de isopor com furos para 6 tubos (ou grade para tubos de ensaio) ▪ 1 frasco graduado de 100 mL (ou proveta de 100 mL) ▪ tela de amianto (ou lata de goiabada com areia) ▪ tripé de ferro ▪ 100 g de bicarbonato de sódio ▪ 6 frascos de penicilina (ou tubos de ensaio). |
|--|--|

Experimento 2.4.3. Esterificação do ácido benzóico: obtenção do benzoato de etila	
<ul style="list-style-type: none"> ▪ 1 pipeta de Pasteur (ou conta gotas) ▪ 100 mL de H₂SO₄ (solução de bateria) ▪ 100 mL de etanol combustível ▪ 10 g de benzoato de sódio (comercial) ▪ 100 g de cloreto de sódio (sal de cozinha) ▪ 1 pacote pequeno de algodão ▪ 2 papéis filtro para coar café ▪ 1 funil de vidro de haste curta (boca com 10 cm de diâmetro) ▪ 100 mL de água destilada ▪ 2 béqueres de 250 mL (ou frascos similares) ▪ 2 erlenmeyers de 125 mL ou frascos similares ▪ 6 tubos de ensaio (ou frascos de penicilina). 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ bacia com gelo ▪ bico de Bunsen (ou “banho-maria”) ▪ cacos de porcelana ▪ placa de isopor com furos para 6 tubos (ou grade para tubos de ensaio) ▪ condensador para refluxo (produzido com material alternativo) ▪ 1 frasco graduado de 100 mL (ou proveta ou seringa descartável de 100 mL) ▪ tela de amianto (ou lata de goiabada com areia) ▪ tripé de ferro ▪ fluido de isqueiro 60 mL ▪ 100 g de bicarbonato de sódio.
Experimento 2.4.4. Um experimento de hidrólise ácida utilizando comprimidos de Paracetamol[®]	
<ul style="list-style-type: none"> ▪ 4 comprimidos de paracetamol 750 mg (ou Tylenol[®]) ▪ 10 capilares (agulhas de seringas descartáveis) ▪ 1 pacote pequeno de algodão ▪ 1 funil de vidro de haste curta (boca com 10 cm de diâmetro) ▪ 200 mL de água destilada ▪ 50 mL de isopropanol ▪ 100 g de cloreto de sódio (sal de cozinha) ▪ 100 g de bicarbonato de sódio ▪ recipiente de vidro Pyrex[®] ▪ 2 erlenmeyers de 125 mL ▪ 10 tubos de ensaio (ou frascos de penicilina) ▪ 4 pipetas de Pasteur (ou conta gotas) ▪ Condensador para refluxo alternativo. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ solução de CuSO₄ a 5% ▪ solução etanólica de Vanilina Mix[®] (~0,2 g/mL) ▪ 100 mL de solução de bateria (H₂SO₄ a 20%) ▪ bico de Bunsen (ou “banho-maria”) ▪ cacos de porcelana ▪ placa de isopor com furos para 6 tubos (ou grade para tubos de ensaio) ▪ 1 frasco graduado de 100 mL (ou proveta de 100 mL) ▪ tela de amianto (ou lata de goiabada com areia) ▪ tripé de ferro ▪ palito de sorvete (colher de café ou espátula).

Experimento 2.4.5. Despolimerização de garrafas de PET por hidrólise básica

- | | |
|--|---|
| <ul style="list-style-type: none"> ▪ 1 garrafa de PET transparente de água mineral ▪ tesoura ▪ 1 pacote pequeno de algodão ▪ 2 erlenmeyers de 125 mL ou frascos similares ▪ 3 papeis de filtro para café ▪ 1 funil de vidro de haste curta (boca com 10 cm de diâmetro) ▪ 100 mL de etanol combustível ▪ 200 mL de água destilada ▪ 50 g de hidróxido de sódio ▪ condensador para refluxo produzido com material alternativo (ou convencional) ▪ 100 g de bicarbonato de sódio ▪ 2 béqueres de 200 mL ou frascos similares ▪ 100 mL de etanol combustível | <ul style="list-style-type: none"> ▪ 10 tubos de ensaio (ou frascos de penicilina) ▪ 2 conta-gotas (ou pipetas de Pasteur e chupetas de látex) ▪ 100 mL de solução de bateria (H_2SO_4 a 20%) ▪ lamparina a querosene (ou bico de Bunsen), lata de goiabada com areia (ou tela de amianto) e tripé de ferro ▪ cacos de porcelana ▪ placa de isopor com furos para tubos (ou grade para tubos de ensaio) ▪ banho de gelo ▪ 1 frasco graduado de 100 mL (ou proveta de 100 mL) ▪ palito de sorvete (ou colher de café). |
|--|---|

Experimento 2.5.1. Oxidação do etilenoglicol a ácido oxálico

- | | |
|---|---|
| <ul style="list-style-type: none"> ▪ 10 mL da solução de etilenoglicol (obtida no Experimento 2.4.5.) ▪ 100 g de bicarbonato de sódio ▪ banho de gelo ▪ 1 funil de vidro de haste curta (boca com 10 cm de diâmetro) ▪ papel de filtro ▪ 20 mL de solução aquosa de cloreto de cálcio de recipiente antimofa doméstico ▪ esponja de lã de aço para limpeza (Bombril® ou similar) ▪ lamparina a querosene (ou bico de Bunsen), lata de goiabada com areia (ou tela de amianto) e tripé de ferro. | <ul style="list-style-type: none"> ▪ 100 mL de água destilada ▪ 2 erlenmeyers de 125 mL ▪ 10 frascos de penicilina limpos e secos. ▪ banho-maria ▪ 2,5 g de permanganato de potássio ▪ conta-gotas (ou pipeta de Pasteur e chupeta de látex) ▪ 1 pacote pequeno de algodão ▪ solução de bateria [$H_2SO_{4(aq)}$ a 20%] ▪ 1 bastão de vidro pequeno ▪ 1 funil de vidro de haste curta (boca com 10 cm de diâmetro) ▪ 2 erlenmeyers de 125 mL (ou frascos similares) |
|---|---|

Experimento 2.5.2. Destilação de um removedor de esmaltes comercial: separação da acetona

- | | |
|--|--|
| <ul style="list-style-type: none">▪ condensador alternativo / “coluna” de destilação▪ 1,5 m de mangueira de PVC cristal de 1/8”▪ 1 erlenmeyer de 250 mL▪ 1 erlenmeyer de 125 mL▪ iodeto de potássio a 10% (de uso veterinário)▪ xarope de iodeto de potássio a 2%▪ 100 mL de removedor de esmaltes comercial contendo pelo menos 40% de acetona. | <ul style="list-style-type: none">▪ solução de NaOH 10%▪ 10 tubos de ensaio (ou frascos de penicilina)▪ bico de Bunsen, tela de amianto (ou lata de goiabada com areia), tripé de ferro▪ termômetro▪ pedaço de isopor (sugestão de tamanho: 1 cm x 1cm x 10 cm).▪ 1 copo de vidro ou béquer de 100 mL▪ 50 mL de água sanitária (hipoclorito de sódio). |
|--|--|

ANEXO IV

DESCRIÇÃO DO PREPARO DOS EQUIPAMENTOS ALTERNATIVOS

FUNIL DE SEPARAÇÃO

O funil de separação foi construído com a utilização de um pedaço de mangueira de PVC transparente de 1" de diâmetro por 35 cm de comprimento, uma tampa com "dosador" de um frasco de detergente, o gargalo cortado de uma garrafa de PET, com a tampa, e duas abraçadeiras de nylon. A mangueira utilizada foi alinhada, em posição vertical, por aquecimento com um secador de cabelo e pela ação da gravidade, com posterior resfriamento em água corrente. As tampas do frasco de detergente e da garrafa de PET foram encaixadas e presas por abraçadeiras nas extremidades da mangueira.

CONDENSADOR

Um pedaço de mangueira de 1" e com 40 cm de comprimento, foi alinhada por ação da gravidade e por aquecimento, com o uso de um secador de cabelos, e seu posterior resfriamento em água corrente. Para a fixação de quatro prensa cabos (material elétrico), quatro furos foram feitos, dois deles no centro de duas tampas de refrigerante e os outros nos lados opostos da mangueira, a cerca de 3,5 cm de suas extremidades. Dois prensa cabos que foram presos às tampas de refrigerante foram utilizados para fixar, no interior da mangueira de 1", uma outra mangueira de 5/16". Os outros dois prensa cabos foram usados para conectar as mangueira externas de 5/16" de entrada e saída de água.

COLUNA DE DESTILAÇÃO

Um pedaço de mangueira de 1" e com 40 cm de comprimento, foi alinhada por ação da gravidade e por aquecimento, com o uso de um secador de cabelos, e seu posterior resfriamento em água corrente. Uma rolha de espuma cortada (utilizada para fixação da coluna a um erlenmeyer) foi fixada no interior de uma tampa de refrigerante. Ambas as tampas foram furadas no centro para a

fixação de um tubo de vidro de anestésico (ou um pedaço de mangueira 5/16" de cerca de 7 cm). Outra tampa de refrigerante, com um furo central, foi acoplada a uma conexão em "Y" de PVC rígido, para o encaixe do condensador e do termômetro). A tampa de refrigerante acoplada à rolha foi envolvida com fita de teflon (veda rosca), para evitar vazamento, e fixada em uma das extremidades da mangueira com o uso de uma abraçadeira. Pequenos pedaços de vidro plano (cacos de vidro) foram colocados dentro da coluna, até uma altura de cerca de 3/4 de sua capacidade. A outra tampa de refrigerante, com a conexão em "Y", foi envolvida com veda rosca e fixada na outra extremidade da coluna com o uso uma abraçadeira de nylon.

ANEXO V

ASPECTOS DE SEGURANÇA / TRATAMENTO, ARMAZENAMENTO E DESCARTE DE RESÍDUOS PRODUZIDOS NAS ATIVIDADES EXPERIMENTAIS.

ASPECTOS DE SEGURANÇA

Todos os experimentos abordados nesta tese exigem cuidados nos aspectos relacionados à segurança. É importante que o professor instrua antecipadamente, os alunos sobre as normas básicas de segurança e a forma correta de proceder no ambiente onde serão realizados os experimentos. Atenção especial deve ser dada aos procedimentos de segurança citados a seguir.

O uso de equipamento de protecção individual (EPI), como avental, óculos de segurança, luvas de borracha ou similares, calças compridas e sapato fechado, devem ser usados na execução de todos os experimentos, principalmente naqueles que envolvem o manuseio de ácidos e bases. O **ácido clorídrico**, por exemplo, pode causar queimaduras. Além disso, ele libera vapores irritantes e que podem atacar os olhos e os pulmões. O **hidróxido de sódio** também pode causar queimaduras graves na pele e é perigoso para os olhos.

Nos experimentos que envolvem o uso de solventes, a inalação de seus vapores deve ser evitada, sendo recomendado que, não havendo um local apropriado, sejam utilizados locais bem arejados. Também é muito importante que se mantenha o ambiente bem organizado e todos os solventes inflamáveis fiquem bem afastados das chamas. A **acetona**, por exemplo, é muito volátil e inflamável, assim como o **isopropanol**, **etanol**, **fluido de isqueiro** e o **removedor de ceras**, e não devem ser manuseados próximo de chamas. Além disso, esses solventes são irritantes para os olhos. O mesmo cuidado deve ser dado ao **acetato de etila** e ao **acetato isoamila**.

Cuidados no manuseio dos produtos sintetizados também são importantes. Os ácidos: **salicílico**, **tereftálico**, **benzóico** e o **4-aminofenol** são irritantes para a pele e os olhos. O **etilenoglicol** e o **benzoato de etila** são menos irritantes, quando comparados às substâncias citadas anteriormente.

TRATAMENTO, ARMAZENAMENTO E DESCARTE DE RESÍDUOS PRODUZIDOS NAS ATIVIDADES EXPERIMENTAIS

Ao final de cada experimento é importante que os resíduos gerados sejam tratados, armazenados e descartados corretamente. Portanto, é necessário que seja feita a separação e a identificação dos tipos de resíduos gerados para facilitar o seu tratamento.

Produtos corrosivos concentrados jamais devem ser descartados na pia. Soluções aquosas de ácidos ou bases devem ser neutralizadas.

Soluções orgânicas básicas devem ser neutralizadas com ácido clorídrico ou ácido sulfúrico diluído, e as soluções aquosas de ácidos orgânicos devem ser neutralizadas cuidadosamente com o uso de soluções diluídas de bicarbonato ou hidróxido de sódio. O uso do bicarbonato de sódio, no entanto, exige bastante cuidado, pois o dióxido de carbono produzido durante o processo de neutralização pode arrastar o ácido presente na mistura e atingir a pele ou os olhos.

Para o armazenamento dos resíduos produzidos em cada experimento é importante utilizar frascos ou recipientes, previamente rotulados, compatíveis com as substâncias a serem armazenadas.

Os solventes orgânicos não devem ser misturados com ácidos ou bases. Como existe uma gama de substâncias que reagem entre si, e que não podem ser armazenadas em um mesmo recipiente, é importante que o professor tenha acesso a uma lista de substâncias incompatíveis^{140,141,142,143,144} e procure armazenar adequadamente cada resíduo químico gerado.

O descarte de solventes inflamáveis e tóxicos na rede de esgoto ou em terrenos baldios sempre deve ser evitado. Alguns autores sugerem que, pequenas quantidades de algumas substâncias orgânicas, que apresentam até 4 átomos de carbono, como álcoois, aldeídos, ácidos carboxílicos, cetonas, ésteres, aminas, éteres e nitrilas, além de açúcares como glicose, sacarose, dextrose ou frutose, possam ser descartadas em lixo comum ou na pia, quando diluídas em água, em concentrações menores que 10%.¹⁴⁵ Entretanto, além de poluir o ambiente essas substâncias podem causar diversos outros problemas ambientais. Assim, é conveniente que os resíduos de solventes gerados nos experimentos sejam armazenados adequadamente para serem reciclados ou reutilizados para extração ou lavagem preliminar de materiais. É recomendável que os solventes sejam

separados em clorados e não clorados e encaminhados para uma unidade competente da região da escola, para que seja feita a destruição ou descarte de forma adequada.

ANEXO VI

Tabela 1. Propriedades físicas de algumas substâncias utilizadas.¹⁴⁶

Substância	Ponto de ebulição (°C)	Densidade (g/cm³)
Acetato de etila	77	0,90
Acetato de isopentila	143	0,88
Acetona	56	0,78
Água	100	1,00
Etanol	78	0,79
Etilenoglicol	197	1,11
Glicerol	290	1,26
Isopropanol	82	0,78
Pentano	36	0,63