



EDUCAÇÃO A DISTÂNCIA

# TÉCNICAS BÁSICAS DE LABORATÓRIO DE QUÍMICA II

Grácia Divina de Fátima Silva  
Lucienir Pains Duarte

( EDITORAufmg )



**TÉCNICAS BÁSICAS DE  
LABORATÓRIO DE QUÍMICA II**



## **UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS**

Reitor: Ronaldo Tadéu Pena

Vice-Reitora: Heloisa Maria Murgel Starling

### **Pró-Reitoria de Graduação**

Pró-Reitor: Mauro Braga

Pró-Reitora Adjunta: Carmela Maria Polito Braga

Coordenadora do Centro de Apoio à Educação a Distância

Maria do Carmo Vila

### **EDITORA UFMG**

Diretor: Wander Melo Miranda

Vice-Diretora: Silvana Cóser

### **Conselho Editorial**

Wander Melo Miranda (presidente)

Carlos Antônio Leite Brandão

Juarez Rocha Guimarães

Márcio Gomes Soares

Maria das Graças Santa Bárbara

Maria Helena Damasceno e Silva Megale

Paulo Sérgio Lacerda Beirão

Silvana Cóser

GRÁCIA DIVINA DE FÁTIMA SILVA  
LUCIENIR PAINS DUARTE

# TÉCNICAS BÁSICAS DE LABORATÓRIO DE QUÍMICA II

Belo Horizonte  
Editora UFMG  
2009

© 2009, Grácia Divina de Fátima Silva, Lucienir Pains Duarte  
© 2009, Editora UFMG

Este livro ou parte dele não pode ser reproduzido por qualquer meio sem autorização escrita do Editor.

S586t Silva, Grácia Divina de Fátima.  
Técnicas básicas de laboratório de química II / Grácia Divina de F. Silva, Lucienir Pains Duarte. – Belo Horizonte: Editora UFMG, 2009.  
90 p. : il. – (Educação a Distância)  
Inclui bibliografia.  
ISBN: 978-85-7041-718-3  
1. Química – Manuais de laboratório. I. Duarte, Lucienir Pains. II. Título. III. Série.

CDD: 542

CDU: 542

Elaborada pela Central de Controle de Qualidade da Catalogação da Biblioteca Universitária da UFMG

Este livro recebeu o apoio financeiro da Secretaria de Educação a Distância do MEC.

COORDENAÇÃO DE PRODUÇÃO DE TEXTOS DE BIOLOGIA: Gleydes Gambogi Parreira

ASSISTÊNCIA EDITORIAL: Euclídia Macedo e Letícia Féres

EDITORAÇÃO DE TEXTOS: Maria do Carmo Leite Ribeiro

REVISÃO E NORMALIZAÇÃO: Alexandre Vasconcelos de Melo

REVISÃO DE PROVAS: Renata Passos

ATUALIZAÇÃO ORTOGRÁFICA: Karen M. Chequer e Robson Miranda

PROJETO GRÁFICO e CAPA: Eduardo Ferreira

FORMATAÇÃO: Daniel I.D. Silva

PRODUÇÃO GRÁFICA: Warren Marilac

EDITORA UFMG

Av. Antônio Carlos, 6.627 - Ala direita da Biblioteca Central - Térreo

Campus Pampulha - 31270-901 - Belo Horizonte - MG

Tel.: + 55 31 3409-4650 - Fax: + 55 31 3409-4768

www.editora.ufmg.br - editora@ufmg.br

PRÓ-REITORIA DE GRADUAÇÃO

Av. Antônio Carlos, 6.627 - Reitoria - 6º andar

Campus Pampulha - 31270-901 - Belo Horizonte - MG

Tel.: + 55 31 3409-4054 - Fax: + 55 31 3409-4060

www.ufmg.br - info@prograd.ufmg.br - educacaoadistancia@ufmg.br

Os Cursos de Graduação da UFMG, modalidade a distância, foram concebidos tendo em vista dois princípios fundamentais. O primeiro deles se refere à democratização do acesso à educação superior; o segundo consiste na formação de profissionais de alto nível, comprometidos com o desenvolvimento do país.

A coletânea da qual este volume faz parte visa dar suporte aos estudantes desses cursos. Cada volume está relacionado com um tema, eleito como estruturante na matriz curricular. Ele apresenta os conhecimentos mínimos que são considerados essenciais no estudo do tema. Isto não significa que o estudante deva se limitar somente ao estudo do volume. Ao contrário, ele é o ponto de partida na busca de um conhecimento mais amplo e aprofundado sobre o assunto. Nessa direção, cada volume apresenta uma bibliografia, com indicação de obras impressas e obras virtuais que deverão ser consultadas à medida que se fizer necessário.

Cada volume da coletânea está dividido em aulas, que consistem em unidades de estudo do tema tratado. Os objetivos, apresentados em cada início de aula, indicam as competências e habilidades que o estudante deve adquirir ao término de seu estudo. As aulas podem se constituir em apresentação, reflexões e indagações teóricas, em experimentos ou em orientações para atividades a serem realizadas pelos estudantes.

Para cada aula ou conjunto de aulas, foi elaborada uma autoavaliação com o objetivo de levar o estudante a avaliar o seu progresso e a desenvolver estratégias de metacognição ao se conscientizar dos diversos aspectos envolvidos em seus processos cognitivos. A autoavaliação auxiliará o estudante a tornar-se mais autônomo, responsável, crítico, capaz de desenvolver sua independência intelectual. Caso ela mostre que as competências e habilidades indicadas nos objetivos não foram alcançadas, ele deverá estudar com mais afinco e atenção o tema proposto, reorientar seus estudos ou buscar ajuda dos tutores, professores especialistas e colegas.

Agradecemos a todas as instituições que colaboraram na produção desta coletânea. Em particular, agradecemos às pessoas (autores, coordenador da produção gráfica, coordenadores de redação, desenhistas, diagramadores, revisores) que dedicaram seu tempo, e esforço na preparação desta obra que, temos certeza, em muito contribuirá para a educação brasileira.

*Maria do Carmo Vila*  
*Coordenadora do Centro de Apoio à Educação a Distância*  
*UFMG*



## SUMÁRIO

|   |    |    |
|---|----|----|
| APRESENTAÇÃO .....  | 9  |    |
| INFORMAÇÕES GERAIS .....  | 11 |    |
| AULA 1  |    |    |
| SEPARAÇÃO DE SUBSTÂNCIAS  |    |    |
| FILTRAÇÃO E EXTRAÇÃO SÓLIDO-LÍQUIDO .....                                 | 17 |    |
| Parte I - Separação de substâncias .....                                  | 17 |    |
| Parte II - Recristalização .....  | 23 |    |
| AULA 2  |    |    |
| CARACTERIZAÇÃO DE UMA SUBSTÂNCIA PURA                                     |    |    |
| PONTO DE FUSÃO E SOLUBILIDADE .....                                       | 29 |    |
| Parte I - Ponto de fusão: caracterização e pureza de uma substância ..... | 29 |    |
| Parte II - Solubilidade: interação entre as substâncias .....             | 34 |    |
| AULA 3  |    |    |
| EXTRAÇÃO LÍQUIDO-LÍQUIDO .....  |    | 39 |
| Parte I - Extração líquido-líquido: separação de substâncias .....        | 39 |    |
| Parte II - Destilação simples: purificação de uma substância .....        | 43 |    |
| AULA 4  |    |    |
| DESTILAÇÃO FRACIONADA .....   |    | 51 |
| AULA 5  |    |    |
| DESTILAÇÃO POR ARRASTE COM VAPOR .....                                    |    | 59 |
| Parte I - Obtenção do destilado por arraste com vapor .....               | 62 |    |
| Parte II - Ensaio para identificação de grupos funcionais orgânicos ..... | 64 |    |
| AULA 6  |    |    |
| DESTILAÇÃO COM ARRASTE DE VAPOR   |    |    |
| OBTENÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DE PLANTAS .....                               | 69 |    |
| Parte I - Obtenção do óleo .....  | 71 |    |
| Parte II - Determinação do rendimento da extração .....                   | 72 |    |
| AULA 7  |    |    |
| CROMATOGRAFIA EM CAMADA DELGADA - CCD .....                               |    | 77 |
| Parte I - Isomerismo <i>cis-trans</i> no azobenzeno .....                 | 84 |    |
| Parte II - Identificação dos compostos benzidrol e benzofenona .....      | 85 |    |
| SOBRE AS AUTORAS .....  |    | 90 |



# Apresentação

Este livro contém os textos sobre as aulas práticas que serão executadas na disciplina Técnicas Básicas de Laboratório de Química II, do curso de Licenciatura em Química, modalidade Ensino a Distância. As experiências que constam aqui também fazem parte do conteúdo do curso presencial, sendo que várias delas vêm sendo executadas, também, em outros cursos da UFMG, como Farmácia e Engenharia Química, em disciplinas oferecidas pelo Departamento de Química.

As autoras entendem que a equivalência das modalidades a distância e presencial é absolutamente necessária, a fim de garantir a qualidade do curso, condição extrema e objeto de preocupação dos professores do Instituto de Ciências Exatas da UFMG.

Para a elaboração dos procedimentos das experiências, baseou-se nos roteiros já existentes, os quais foram compilados com a colaboração dos professores do Setor de Química Orgânica, que ministraram as disciplinas Química Orgânica I - Práticas e Química Orgânica Experimental B1 (Luiz Gonzaga Fonseca e Silva, Nelson de Souza Pereira - *in memoriam* -, Maria do Carmo Miraglia Maltez, Cláudio Luiz Donnici, Júlio César Dias Lopes, Jacqueline Aparecida Takahashi, Lúcia Pinheiro Santos Pimenta, Rossimiriam Pereira de Freitas, Rosemeire Brondi Alves, Henriete da Silva Vieira e Maria Amélia Diamantino Boaventura), a quem as autoras agradecem as valiosas contribuições.

Nas experiências procurou-se estabelecer a relação entre as técnicas e o conhecimento teórico, bem como com o dia a dia vivenciado pelo aluno, tanto na Universidade quanto em casa ou no trabalho.

Os procedimentos foram adaptados, para melhor atendimento à modalidade, assumindo redação específica. Em cada aula, foram inseridas informações relacionadas com as técnicas abordadas, seguidas do trabalho experimental (materiais, reagentes e procedimentos), algumas considerações, uma autoavaliação e a bibliografia recomendada. As aulas ou experiências, em que mais de uma técnica é abordada, foram divididas em partes.

Recomendamos que o aluno faça a leitura prévia de todo o texto antes da execução dos procedimentos e que procure ampliar seu conhecimento lendo atentamente os textos da bibliografia citada ao final de cada aula.

Esperamos que este livro forneça as informações necessárias de modo que as técnicas básicas sejam não somente apresentadas mas experimentadas de fato e sirvam de base para as tarefas executadas no laboratório de química. No entanto, acreditamos que sempre podemos melhorar e, deste modo, comentários e sugestões a respeito do texto e das experiências serão sempre bem-vindos.



Não pode haver bom resultado onde a dedicação não acompanha a execução. Procure ser cauteloso(a) e agir com responsabilidade no laboratório, seja qual for a atividade que você esteja executando.

As autoras

# Informações gerais

---

## 1. OBJETIVOS GERAIS DAS AULAS

- Introduzir algumas técnicas de laboratório pela execução de experiências simples.
- Desenvolver a habilidade no manuseio de reagentes e aparelhagens simples.
- Incentivar a elaboração de relatórios científicos objetivos e concisos.

---

## 2. INTRODUÇÃO

Muitas das técnicas aqui apresentadas serão normalmente utilizadas pelos alunos em seus trabalhos em laboratórios de química. Outras técnicas serão indicadas pelo tutor para conhecimento, apenas como informação e exemplo dos numerosos meios usados atualmente em um laboratório de química.

As experiências serão feitas com o objetivo de apresentar as técnicas, fornecendo informações sobre a sua utilização, importância, detalhes metodológicos e estratégicos, mas também oferecer oportunidade ao aluno para se informar a respeito do tema abordado em cada experiência.

O aluno deverá ler antecipadamente as informações e o(s) roteiro(s) de cada trabalho prático, e, durante a realização das experiências, ficar atento às instruções a serem seguidas.

Serão enfatizadas as técnicas elementares e necessárias em qualquer laboratório de química, dando prioridade aos processos de separação e purificação de substâncias químicas orgânicas, além de avaliação dos seus graus de pureza e de sua identificação. Serão abordadas nesta disciplina as técnicas de filtração, extração sólido-líquido, extração líquido-líquido, destilação, recristalização, ponto de fusão e cromatografia.

Este curso pretende também incentivar e subsidiar a elaboração de relatórios que realmente sirvam como documentação científica, treinando os alunos na redação técnica.

### 3. CONSIDERAÇÕES PRELIMINARES

---

#### Ao aluno:

1. Prepare-se antes de ir para o laboratório lendo previamente e cuidadosamente o texto relacionado à atividade a ser executada.
2. Confira o material recebido. Ao sair do laboratório, deixe os objetos, vidrarias, reagentes, solventes e equipamentos utilizados em seus lugares, exatamente como foram encontrados ou solicitados.
3. Mantenha-se atento e concentrado durante as atividades para um melhor desempenho. Faça um registro cuidadoso de todas as observações e resultados obtidos. Não cite observações que não tenham sido feitas realmente. Se o resultado for insatisfatório, procure descobrir as causas dos erros.
4. Siga as instruções fornecidas, e, em caso de algum problema, não tome nenhuma providência sem antes consultar seu tutor.

#### Ao grupo:

1. Procure harmonizar-se durante a execução da atividade de maneira a evitar acidentes.
2. Procure manter-se nos limites da bancada e com o menor índice de barulho possível.
3. Organize a execução das atividades de modo a deixar a bancada sempre organizada.

### 4. INSTRUÇÕES GERAIS SOBRE SEGURANÇA NO TRABALHO

---

Embora existam normas adequadas de segurança para trabalhos de laboratório, que devem ser seguidas rigorosamente, acreditamos que, de modo geral, de nada adiantam se o “bom senso” não preceder à segurança.

Dessa forma, as informações aqui repetidas são consideradas como exigências mínimas necessárias para a execução das atividades relacionadas neste livro. Para mais informações, leia as normas de segurança constantes no livro *Técnicas básicas e segurança de laboratório I*.

## 5. SEGURANÇA NO TRABALHO

1. Qualquer acidente deve ser imediatamente comunicado ao tutor.
2. Use avental (preferencialmente longo e de manga comprida) e outros acessórios de segurança exigidos pela atividade.
3. Conserve limpo o local de trabalho.
4. Somente utilize o material perfeitamente limpo.
5. Siga, cuidadosamente, o roteiro da atividade (faça uma leitura prévia).
6. Registre os dados de cada etapa da atividade, inclusive com desenhos e representações esquemáticas.
7. Enxugue os frascos antes de aquecê-los.
8. Coloque o material no lugar de origem, à medida que for sendo liberado, respeitando os critérios de limpeza.
9. Não jogue material sólido nas pias, e, quando fizer uso da pia para descartar substâncias, mantenha a torneira aberta.
10. Cuide para que os restos de reagentes sejam devidamente destruídos ou armazenados (conforme informações contidas nos roteiros das atividades e/ou fornecidas pelo tutor).
11. Conserve os frascos sempre fechados.
12. Não recoloque, nos frascos de origem, substâncias deles retiradas que sobraram ou foram recuperadas (sem autorização do tutor).
13. Não misture substâncias ao acaso.
14. Evite levar as mãos à boca ou aos olhos.
15. Quantidades pequenas de líquidos tóxicos não devem ser pipetadas sem ajuda de uma pera de sucção; na ausência desta utilize pequenas provetas. Nunca fazer uso da boca para pipetagem.
16. Para perceber odores ou vapores, arraste com a mão um pouco do vapor em direção ao nariz.
17. Para introduzir tubos de vidro ou termômetros em orifícios de rolhas, lubrifique com glicerina o orifício e a peça a ser introduzida; segure com pano ou papel absorvente e introduza-a com movimentos circulares.

18. Lave as mãos com água e sabão, antes de deixar o laboratório.

## 6. PRIMEIROS SOCORROS

---

1. Se qualquer substância cair na pele, lave-a imediatamente com bastante água.
2. Cortes ou ferimentos leves devem ser logo desinfetados e protegidos com gaze e esparadrapo.
3. Queimaduras:
  - As provocadas por calor não devem ser lavadas e sim cobertas com vaselina.
  - As provocadas por ácidos devem ser lavadas com bastante água e com solução saturada de bicarbonato de sódio.
  - As provocadas por bases devem ser lavadas com água e solução de ácido bórico.
  - As provocadas por alcoóis devem ser lavadas com água e com ácido acético 1%.
  - As provocadas por fenóis devem ser lavadas com etanol.
4. Intoxicações: procurar um local com ar puro para respirar. Nas intoxicações com ácidos beber leite de magnésia ou solução de bicarbonato de sódio.
5. Se os olhos forem atingidos por qualquer substância, lavá-los com bastante água.
6. Se derramar ácido ou base concentrados na própria veste, lavar imediatamente no chuveiro de emergência a parte afetada.
7. Fogo: sobre bancadas deve ser controlado com areia ou extintor de incêndio. Sobre vestes deve ser abafado com um pano grande (de preferência molhado).

## 7. RELATÓRIO DAS AULAS PRÁTICAS

---

Ao final de cada aula prática, um relatório técnico deverá ser elaborado com a descrição e análise adequada dos aspectos importantes observados nos experimentos realizados. O preparo e redação de um relatório claro e legível é de grande vantagem para qualquer pessoa que trabalha ou que venha a trabalhar em qualquer atividade profissional, e, em particular, em ciência experimental. Os

itens que devem, obrigatória ou recomendadamente, constar em um relatório técnico são:

1. Identificação do relatório
  - Nome da disciplina
  - Tutor
  - Número da atividade
  - Título da atividade
  - Data
2. Identificação do(s) autor(es)
  - Grupo
  - Turma
  - Nome(s) do(s) autor(es)
3. Objetivo(s)
4. Material utilizado
  - Incluir reagentes ou substâncias químicas utilizadas, equipamentos, vidrarias e outros.
5. Introdução ao assunto
6. Parte experimental
  - Procedimento(s)
  - Montagens (desenho ou colagem)
7. Resultados
  - Anotações do que foi evidenciado na execução.
  - Tabelas e gráficos: devem ser adequadamente numerados e corretamente referidos no corpo de texto principal. Devem ter uma legenda ou um título adequado.
8. Discussão dos resultados
9. Conclusão
10. Bibliografia completa
11. Anexo(s)
  - Autoavaliação
  - Outros



## Separação de substâncias

### Filtração e extração sólido-líquido

---

#### OBJETIVOS

- Introdução à técnica de filtração simples e filtração a vácuo.
- Extração de um sólido (ácido acetilsalicílico) de uma mistura com um solvente utilizando a técnica de extração sólido-líquido.
- Introdução à técnica de recristalização de um sólido.

---

#### MATERIAL AUXILIAR NECESSÁRIO

- Para cada grupo de trabalho, quatro comprimidos de Aspirina® (500 mg, adulto) ou qualquer outro medicamento contendo o ácido acetilsalicílico (AAS) devem ser providenciados para uso na Parte I desta aula.

---

#### PARTE I - SEPARAÇÃO DE SUBSTÂNCIAS

*Filtração* é uma técnica de separação de misturas heterogêneas constituídas por sólido disperso em meio líquido. Emprega-se um filtro para separar as fases. Os filtros comumente empregados são o papel e o algodão (quando se deseja evitar perda por dispersão através do papel). Os tipos comuns de filtração são: simples e por sucção (a vácuo).

A filtração simples, como mostra a Figura 1.1, é recomendada quando houver interesse no componente líquido, uma vez que ela permite uma melhor retenção da fase sólida no filtro, fornecendo o líquido (filtrado) com menor grau de contaminação.

Na filtração simples com papel de filtro pregueado tem-se maior superfície de filtração e conseqüente aumento na velocidade do processo.

A filtração por sucção, ver montagem na Figura 1.2, é recomendada sempre que houver interesse no componente sólido da mistura (que pode ser obtido com resíduo mínimo de solvente). O rendimento quanto ao tempo, em relação à filtração simples, torna o uso da filtração a vácuo um processo de rotina no laboratório. Entretanto, pode haver perda em eficiência na filtração e desta forma uma filtração simples subsequente é recomendada, caso o filtrado seja o componente de interesse.

Uma filtração “a quente” é utilizada quando as substâncias são solúveis sob aquecimento e insolúveis sob resfriamento, principalmente em recristalizações. Neste caso, utiliza-se funil apropriado com corrente de água ou ar quente, ou mesmo aquecido por eletricidade. Entretanto, usa-se improvisar um aquecimento prévio do sistema de filtração por meio de banho de água quente ou aquecimento em estufa. Na filtração simples com aquecimento é aconselhável utilizar funil sem haste.

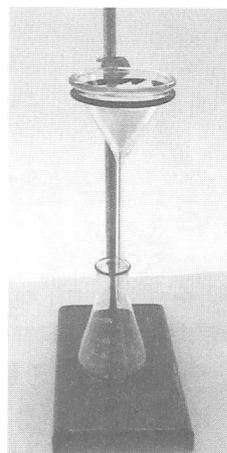


Figura 1.1 - Montagem para filtração simples

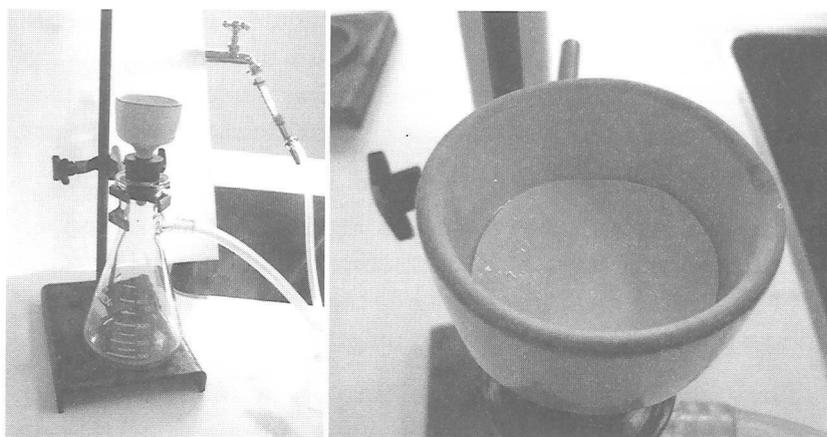


Figura 1.2 - Montagem para filtração sob pressão reduzida. À direita temos uma vista superior do funil de Büchner mostrando o posicionamento do papel de filtro

*Extração* consiste na separação de um componente de uma mistura, por meio de um solvente. São comuns extração sólido-líquido e extração líquido-líquido.

A extração líquido-líquido é largamente empregada para separar um composto orgânico de soluções ou suspensões aquosas. Neste caso, a extração fundamenta-se no fato de que as substâncias orgânicas são, em geral, solúveis em solventes orgânicos e muito pouco solúveis na água. Desse modo, são formadas duas fases pela adição de solvente orgânico, e, após agitação, a substância a ser extraída passa em maior parte da fase aquosa para o solvente orgânico. Uma decantação posterior, com uma subsequente remoção (por destilação) do solvente, permite separar a substância desejada.

A extração simples de mistura sólida (extração sólido-líquido), no entanto, é feita, geralmente, por aquecimento e/ou agitação da mistura com o solvente e posterior filtração. Os componentes do extrato (que estão no líquido) podem ser obtidos através de recuperação (remoção por destilação) do solvente. É possível empregar um solvente que dissolva sob aquecimento certo componente da mistura sólida, tendo-se o cuidado de filtrar o material ainda a quente e, então, deixá-lo em repouso para precipitação do sólido com a redução da temperatura. Neste caso, uma filtração fornecerá o componente sólido extraído.

Outra técnica de extração, a extração exaustiva, é aquela em que a mistura permanece em contato com o solvente por tempo prolongado, ou por extrações repetidas, até total remoção dos componentes desejados.

A extração contínua tanto de misturas sólidas quanto líquidas exige aparelhagem própria como extratores adequados, os percoladores, por exemplo. A montagem da Figura 1.3 apresenta uma extração em aparelho Soxhlet.

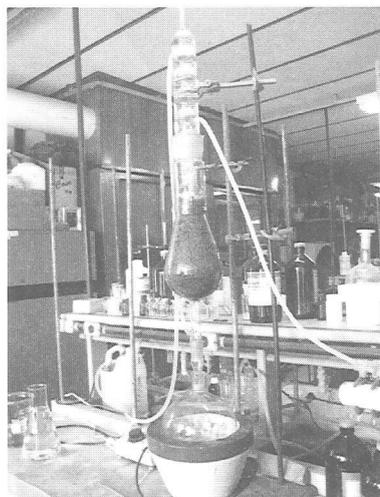
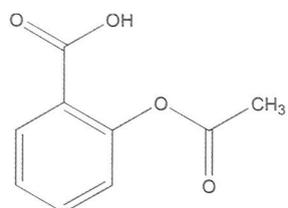


Figura 1.3 - Aparelho Soxhlet

Nesta experiência, o ácido acetilsalicílico, princípio ativo do analgésico e antipirético Aspirina<sup>®</sup>, será extraído do comprimido utilizando a técnica de extração sólido-líquido.



Ácido Acetilsalicílico (AAS)

## Trabalho experimental

### Materiais

- Béquer de 250 mL (1)
- Erlenmeyer de 250 mL (1)
- Proveta de 100 mL (1)
- Bastão de vidro (1)
- Funil simples (1)
- Funil de Büchner (1)
- Kitazato 250 mL (1)
- Trompa d'água (ou bomba de vácuo) (1)
- Papel de filtro (3)
- Mufa (1)
- Garra (1)
- Suporte universal (1)
- Tubo de ensaio (3)
- Conta-gotas (1)
- Garrafa lavadeira (1)
- Tesoura (1)
- Espátula (1)
- Vidro de relógio (1)

### Substâncias químicas, solventes e reagentes

- Quatro comprimidos de Aspirina<sup>®</sup> de 500 mg, adulto (ou outro similar contendo AAS)
- Gelo picado
- Água
- Solução de iodo em iodeto
- Etanol

- Você deve encontrar a solução de iodo em iodeto já preparada.

Solução de iodo em iodeto: dissolver 5 g de iodeto de potássio e 1g de iodo em 330 mL de água.

### Extração do ácido acetilsalicílico de comprimidos

#### Procedimentos

- Coloque 40 mL de etanol (PA) em um béquer de 250 mL.
- Adicione ao etanol quatro comprimidos de Aspirina<sup>®</sup> (ou outro similar contendo AAS). Observe o ocorrido antes de agitar.
- Triture os comprimidos adicionados ao etanol e agite com um bastão de vidro. Observe o ocorrido e anote.
- Faça uma filtração simples para retirar o sólido insolúvel (Sólido I), recolhendo o filtrado em um erlenmeyer de 250 mL.

#### Roteiro para filtração simples:

- a. Monte um suporte universal e conecte um anel para funil à haste do suporte.
- b. Apoie o frasco receptor (béquer, erlenmeyer) à base do suporte e um funil de vidro ao anel de modo que a haste do funil toque a parede interna do frasco (ver Figura 1.1).
- c. Dobre o papel de filtro ao meio, e novamente ao meio, a fim de se obter um cone.
- d. Adapte o cone de papel ao funil e umedeça com solvente (o mesmo líquido da mistura a ser filtrada).
- e. Despeje a mistura no funil, aos poucos, com a ajuda de um bastão de vidro.
- f. Cuide para que a quantidade de resíduo de mistura seja a mínima possível (agite o frasco durante o ato de despejar, ou lave com o mesmo solvente).

- Adicione gelo triturado até o volume de 100 mL. Deixe a mistura em banho de gelo fundente. Aguarde até que todo o gelo triturado tenha derretido. Caso não ocorra formação de precipitado, adicione mais gelo triturado até o volume de 200 mL.
- Filtre a vácuo a solução, usando água gelada para remover o sólido remanescente do erlenmeyer (Sólido II). Seque o sólido o máximo possível, deixando a trompa d'água ou bomba de vácuo ligada.

### Roteiro para filtração a vácuo (por sucção, sob pressão reduzida):

- a. Fixe o kitazato à haste do suporte universal, com auxílio de uma mufa e uma garra para condensador.
- b. Conecte o funil de Büchner ao kitazato através de uma rolha de borracha e conecte o kitazato ao sistema de vácuo (mangueira ligada à trompa d'água e à torneira, ou à bomba).
- c. Adapte um círculo de papel filtro à base do funil de modo a cobrir todos os orifícios (ver Figura 1. 2) e umedeça com solvente (o líquido da mistura a ser filtrada).
- d. Libere o fluxo de água (ou ligue a bomba) para sucção do ar e despeje a mistura sobre o centro da base do funil, com ajuda de um bastão de vidro.
- e. Espere até que a ausência de gotas de filtrado seja verificada para interromper a sucção de ar e, então, feche a torneira (nunca feche a torneira sob sucção de ar! Interrompa a sucção removendo a mangueira ou fechando a torneira da trompa antes de fechar a torneira de água).
- f. Remova o sólido do funil, com ajuda de espátula.

- Transfira uma pequena quantidade da solução contida no kitazato para um tubo de ensaio. Adicione três gotas de solução de iodo em iodeto. Observe e anote o ocorrido.
- Transfira uma pequena quantidade do sólido insolúvel (Sólido I), obtido durante a filtração simples, para um tubo de ensaio contendo cerca de 2 mL de água. Aqueça, agite e resfrie a solução. Em seguida, adicione três gotas de solução de iodo em iodeto.
- Transfira uma pequena quantidade do sólido (Sólido II), obtido durante a filtração a vácuo, para um tubo de ensaio contendo cerca de 2 mL de água. Aqueça, agite e resfrie a solução. Em seguida, adicione três gotas de solução de iodo em iodeto.
- **Compare** os resultados obtidos nos testes.

## PARTE II - RECRISTALIZAÇÃO

*Cristalização* é a formação de cristais de um soluto em uma solução, por abaixamento da temperatura ou aumento da concentração do soluto. O fenômeno da cristalização é justamente o inverso da dissolução. Com o abaixamento da temperatura, o movimento das partículas do soluto no líquido é diminuído, as partículas se aproximam de modo que as forças de coesão e reticulares aumentam e terminam por aprisioná-las na rede cristalina. A cristalização é usada para a obtenção de cristais de certas substâncias, para purificação de substâncias e para separação de solutos. Evidentemente, é essencial que a substância seja solúvel a quente e insolúvel a frio.

Distinguem-se dois tipos de cristalização:

- Cristalização simples – quando a solução contém apenas um soluto.
- Cristalização fracionada – quando a solução contém mais de um soluto.

A *Recristalização* é o método mais comum de purificação de substâncias sólidas e inclui pelo menos quatro etapas:

1. Dissolução da substância impura a uma temperatura mais elevada que a ambiente (dissolução a quente). Às vezes, torna-se necessário uma filtração a quente de modo a eliminar qualquer material insolúvel;
2. Resfriamento da solução;
3. Separação dos cristais formados (recristalizados) e o meio líquido (solução-mãe), geralmente por filtração;
4. Secagem do recristalizado.

O solvente para a recristalização deve dissolver grande quantidade da substância em temperatura elevada e pequena quantidade em temperatura baixa, deve dissolver as impurezas mesmo a frio ou não dissolvê-las, mesmo a quente.

Às vezes, uma mistura de solventes pode ser mais conveniente, desde que um dissolva bem a substância a frio e outro não, mesmo a quente. Neste caso, dissolve-se a substância em pequena quantidade do solvente no qual ela é solúvel, acrescenta-se o outro solvente até ligeira turvação da solução (sob aquecimento) e, então, a torna novamente límpida com o solvente (pequena quantidade) no qual a substância é solúvel.

Nesta experiência, o ácido acetilsalicílico, extraído dos comprimidos de Aspirina<sup>®</sup> (ou similar), será purificado por recristalização.

### Trabalho experimental

#### Materiais

- Erlenmeyer de 100 mL (1)
- Proveta de 50 mL (1)
- Bastão de vidro (1)
- Tripé (1)
- Bico de gás (1)
- Tela de amianto (1)
- Fósforos
- Funil de Büchner (1)
- Kitazato de 250 mL (1)
- Trompa d'água (ou bomba de vácuo) (1)
- Papel de filtro (1)
- Mufa (1)
- Garra (1)
- Suporte universal (1)
- Tubo de ensaio (2)
- Suporte (1)
- Conta-gotas (1)
- Garrafa lavadeira (1)
- Tesoura (1)
- Espátula (1)
- Vidro de relógio (1)

#### Substâncias químicas

- Ácido acetilsalicílico isolado de comprimidos de Aspirina<sup>®</sup> (ou outro similar)
- Solução de iodo em iodeto
- Água

## Recristalização do ácido acetilsalicílico isolado

### Procedimentos

- Transfira o ácido acetilsalicílico obtido de comprimidos de Aspirina<sup>®</sup> (ou outro similar) para um erlenmeyer de 100 mL.
- Adicione 20 mL de água destilada e aqueça até que os cristais se dissolvam. Remova o aquecimento e deixe a solução resfriar em repouso absoluto até que novos cristais sejam formados. Evite agitação e resfriamento bruscos.
- Filtre a vácuo e seque o máximo possível os cristais obtidos, deixando o sistema de vácuo ligado.
- Repita o teste com solução de iodo em iodeto para o sólido obtido e na “água-mãe”. Compare com os testes anteriores. Anote e interprete os dados obtidos.
- Transfira os cristais para um vidro de relógio ou béquer de 50 mL, identifique e deixe em repouso em dessecador, ou na capela, até a aula seguinte, para secar o sólido obtido.

O ácido acetilsalicílico recristalizado nesta aula deve ser recolhido e guardado. Na próxima aula esse material terá o seu ponto de fusão determinado e o seu grau de pureza avaliado.

### **A** ATENÇÃO:

Muito cuidado ao utilizar o bico de gás. Verifique os registros e as mangueiras primeiro. Proteja cabelos, manga de avental etc.

### CONSIDERAÇÕES FINAIS

Ao final desta aula você deve ser capaz de:

- Diferenciar diferentes tipos de filtração.
- Diferenciar diferentes tipos de extração.
- Reconhecer um método de purificação de substância sólida.

- Qualquer dúvida, não hesite em procurar ajuda do tutor da disciplina.

## AUTOAVALIAÇÃO

1. Dada uma mistura heterogênea, que fatores determinam a escolha do filtro e do tipo de filtração a serem utilizados para a separação de suas fases?
2. Como se deve proceder para lavar, no filtro, um sólido razoavelmente solúvel em água?
3. Seria conveniente fazer uma filtração à pressão reduzida com um funil de vidro (usado na filtração simples), em lugar do funil de Büchner? Explique.
4. Para que fins se utiliza a recristalização?
5. Numa cristalização, qual é o efeito exercido sobre o tamanho dos cristais a serem formados, por um processo de resfriamento lento ou rápido da solução?
6. Que cuidados devem ser tomados para se obter cristais maiores em uma cristalização?
7. A Aspirina<sup>®</sup> contém ácido acetilsalicílico e amido. Como podem ser esses dois componentes separados?
8. Por que nos comprimidos usados como medicamento se mistura amido ao princípio ativo?

---

## ELABORAÇÃO DO RELATÓRIO TÉCNICO

---

Redija um relatório descrevendo os preparativos, montagens, desenvolvimentos e os resultados dos três experimentos realizados nesta aula. Pesquise e descreva resumidamente a história do AAS.

---

## BIBLIOGRAFIA RECOMENDADA

---

PAVIA, D. L.; LAMPMAN, G. M.; KRIZ, G. S. *Introduction to Organic Laboratory Techniques. A Contemporary Approach*. 3<sup>rd</sup> ed. New York: Saunders College Publ., 1988.

SHRINER, R. L.; FUSON, R. C.; CUTIN, D. Y. *Identificação sistemática dos compostos orgânicos: manual de laboratório*. 6. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1983.

SOLOMONS, T. W. G. *Química orgânica*. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, 2001. v. 1 e 2.

VOGEL, A. I. *Química orgânica. Análise orgânica qualitativa*. 3. ed. Rio de Janeiro: Ao Livro Técnico e Científico, 1971-1985. v. 1, 2, 3.



## Caracterização de uma substância pura

### Ponto de fusão e solubilidade

#### OBJETIVOS

- Introdução à técnica de determinação de ponto de fusão.
- Introdução aos testes simples de solubilidade de um sólido em um líquido.
- Introdução aos testes simples de miscibilidade líquido-líquido.

#### PARTE I - PONTO DE FUSÃO: CARACTERIZAÇÃO E PUREZA DE UMA SUBSTÂNCIA

As diferentes interações interatômicas e/ou intermoleculares entre as partículas (átomos e/ou moléculas) que compõem a matéria acarretam diferenças nas propriedades físicas de uma substância, como a sua solubilidade, pontos de ebulição (Pe) e fusão (Pf), entre outros.

Os sólidos iônicos têm interações eletrostáticas entre os íons que os formam (íons: cátions e ânions) tão fortes que a sua fusão só é possível a temperaturas muito elevadas (Ex.: Pf NaCl = 801 °C) e a sua vaporização ocorre só a temperaturas altíssimas, da ordem de alguns milhares de graus Celsius (Ex.: Pe NaCl = 1413 °C). Por outro lado, os compostos moleculares, aqueles que têm ligações covalentes, apresentam, em geral, pontos de ebulição e fusão relativamente baixos, pois as interações intermoleculares neles existentes são bem mais fracas; interações do tipo dipolo-dipolo permanente são encontradas nos compostos polares (com ligações covalentes polares) e dipolo induzido-dipolo induzido, nos compostos apolares (com ligações covalentes apolares ou com momento dipolo total nulo). As interações dipolo-dipolo permanente são mais fortes que as do tipo dipolo induzido-dipolo induzido e isto explica por que o metano (CH<sub>4</sub>) é gás, enquanto que o iodometano (CH<sub>3</sub>I) é um líquido, à temperatura e pressão ambientes.

O *ponto de fusão* de um sólido, para uma dada pressão externa fixa, é a temperatura na qual as fases sólida e líquida coexistem em equilíbrio. Para substâncias puras, a mudança do estado sólido para líquido é bem definida, de modo que a temperatura permanece rigorosamente constante desde o primeiro momento em que se observa a desagregação do sólido até o momento em que a amostra se torna completamente líquida. O ponto de fusão é, portanto, valioso para fins de caracterização da pureza de uma substância sólida e, também, para a sua identificação. Entretanto, é preciso considerar a presença de impurezas nos sólidos, o que normalmente altera as suas temperaturas de fusão. Essas impurezas podem ser parcialmente eliminadas pelos chamados agentes secantes, que são utilizados em dessecadores. Procure ler mais sobre os agentes secantes em livros ou na internet. A presença de impureza em uma amostra sólida alarga normalmente a sua faixa de fusão (intervalo entre as temperaturas de início e término da fusão). Uma faixa de fusão pequena é uma indicação da alta pureza de uma substância. Por esses motivos, o ponto de fusão constitui um dos critérios de pureza mais utilizados para substâncias sólidas.

Nesta etapa dos trabalhos práticos desta aula vamos observar as diferenças de propriedades físicas entre compostos orgânicos e compostos inorgânicos.

### Trabalho experimental

#### Materiais

- Suporte metálico (1)
- Mufa (2)
- Garra (2)
- Bico de gás (1)
- Fósforos
- Almofariz com pistilo (1)
- Termômetro (0 a 200 °C) (1)
- Capilar (4)
- Anel (gominha) e tubo de borracha ou látex (1)
- Tubo longo de vidro aberto em ambas as extremidades (1)
- Tubo de Thiele (1)
- Vidro de relógio (1)
- Espátula (1)

### Substâncias químicas

- Glicerina ou óleo (~100 mL)
- Ácido acetilsalicílico (AAS) recristalizado (~20 mg)
- Acetanilida (~20 mg)
- *para*-nitroacetanilida (~20 mg)
- Acetato de sódio (~20 mg)

### Procedimentos

- Monte um aparelho para determinação de ponto de fusão utilizando um tubo de Thiele, colocando um volume adequado de glicerina ou óleo (ver Figura 2.1).
- Escolha um termômetro graduado de 0 a 200 °C, no mínimo.
- Pegue um tubo capilar e feche uma das extremidades girando-o ao leve contato com a chama do bico de gás. Feche outros três tubos.
- Coloque um pouco de AAS recristalizado num vidro de relógio e introduza a substância no capilar tocando-a com a extremidade aberta do mesmo.

### Observação:

Talvez seja necessário pulverizar o sólido: use um bastão de vidro ou a espátula se for necessário realizar essa tarefa.

- Com auxílio de um tubo longo de vidro, compacte o sólido no fundo do capilar. Para isso, deixe o tubo capilar cair dentro do tubo longo de vidro até atingir o chão, com a extremidade fechada para baixo. Verifique a quantidade de sólido no tubo capilar (cerca de 1 cm de altura no capilar) e codifique-o utilizando um pincel atômico.
- Devolva o resíduo de AAS para o frasco original e limpe o vidro de relógio com papel higiênico.
- Repita os procedimentos seguidos acima introduzindo agora acetanilida, *para*-nitroacetanilida e acetato de sódio em tubos capilares distintos; tome o cuidado de codificar os tubos diferenciadamente, utilizando cores diferentes ou diferentes números de traços, por exemplo.

- Com auxílio de uma gominha de látex, fixe cuidadosamente os tubos capilares ao termômetro de modo que as substâncias fiquem na mesma altura do bulbo do termômetro e a gominha o mais próximo possível das extremidades abertas dos capilares.
- Verifique se o termômetro tem um pedaço de tubo de látex na extremidade superior. Prenda-o a uma garra de modo que o bulbo do termômetro atinja o nível da saída superior da alça do tubo Thiele e esteja totalmente submerso no óleo (conforme indicado na Figura 2.1). Confira se a escala do termômetro (para uma faixa de 60 a 220 °C) está acessível para uma leitura simples.

**A Atenção:**

Cuide para que a gominha não seja atingida pelo óleo, nem mesmo após o aquecimento (se for necessário, remova parte do óleo do tubo de Thiele).

- Aqueça cuidadosamente o sistema, tendo o cuidado de manter sempre a chama tocando apenas a alça do tubo Thiele. Atente para a variação na temperatura (que não deve ser muito rápida), para o aspecto físico adquirido pelas substâncias e para a temperatura na qual alguma mudança no seu aspecto for notada. Anote essas observações (temperaturas e modificações físicas).

**A Atenção:**

Eventualmente, pode ser que a fusão da *para*-nitroacetanilida não seja observada, mas sim a sua decomposição, que pode ocorrer antes de 200 °C, e é assinalada por uma modificação da cor do sólido.

- O aquecimento deve ser interrompido ao se verificar a fusão (ou a decomposição) das substâncias. A temperatura de fusão do acetato de sódio é consideravelmente elevada e não será visualizada com esse sistema simples de medidas de ponto de fusão.

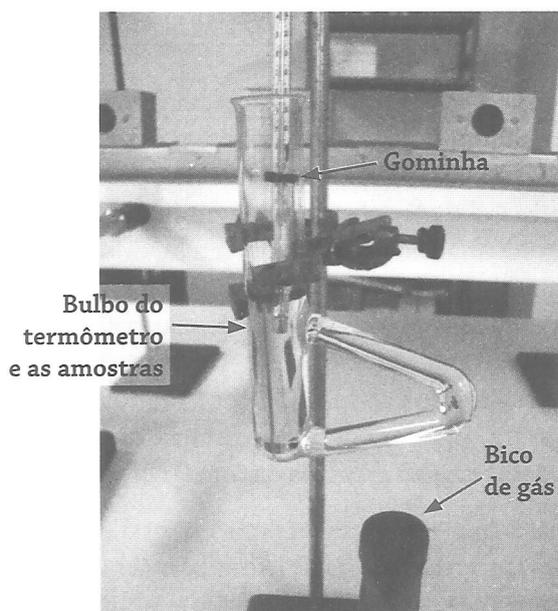


Figura 2.1 - Montagem para determinação do ponto de fusão

Utilize a Tabela 2.1 para o registro das temperaturas e das modificações observadas nas determinações dos pontos de fusão das substâncias investigadas. Dê uma legenda adequada para a Tabela 2.1.

Tabela 2.1

| Substância | Processo de Fusão/temperatura (°C) |         | Observações |
|------------|------------------------------------|---------|-------------|
|            | Início                             | Término |             |
|            |                                    |         |             |
|            |                                    |         |             |
|            |                                    |         |             |
|            |                                    |         |             |
|            |                                    |         |             |

#### Experimento opcional

Caso no laboratório tenha um equipamento para determinar o ponto de fusão, verifique novamente a fusão do produto recristalizado. Compare as observações feitas na determinação do ponto de fusão do AAS nos dois modos: com a montagem empregando o tubo de Thiele e com o equipamento de ponto de fusão próprio.

## PARTE II - SOLUBILIDADE: INTERAÇÃO ENTRE AS SUBSTÂNCIAS

A *solubilidade*, a possível dissolução (de sólido), ou miscibilidade (de líquido) em um líquido qualquer, também é influenciada pelo tipo de interação intermolecular existente entre soluto e solvente. Em relação à miscibilidade, observa-se que líquidos polares são miscíveis em líquidos também polares e que líquidos apolares são miscíveis em líquidos apolares. E do mesmo modo, sólidos polares são solúveis em líquidos polares e sólidos apolares são solúveis em líquidos apolares (a conhecida regra do “semelhante dissolve semelhante”). Cabe ressaltar que sólidos iônicos são praticamente bem solúveis somente em solventes de alta constante dielétrica (capacidade de separação de cargas elétricas opostas) como a água.

Esta experiência visa a observação experimental das diferenças nas solubilidades (propriedade física) de substâncias químicas em relação às ligações intermoleculares solvente-soluto e intramoleculares presentes e, especialmente, a diferenciação entre compostos iônicos e não iônicos.

### Trabalho experimental

#### Materiais

- Tubo de ensaio (12)
- Bastão de vidro (1)
- Espátula (1)
- Conta-gotas (3)

#### Substâncias químicas

- Acetanilida (~200 mg)
- Acetato de sódio (~200 mg)
- Cloreto de sódio (~200 mg)
- Detergente incolor
- Acetona (~20 mL)
- Tolueno (~20 mL)
- Água destilada

#### Procedimentos

1. Avaliação da solubilidade de substâncias químicas em água e solventes orgânicos:

- Coloque uma ponta de espátula de cloreto de sódio, acetanilida e acetato de sódio, separadamente, em três tubos de ensaio, codifique-os e adicione água destilada com conta-gotas (adicione apenas duas gotas).
  - Agite o tubo após cada adição (de duas gotas), anote o número de gotas necessárias para a dissolução de cada sólido e classifique-os em solúvel, parcialmente solúvel e insolúvel. Insolúvel será aquela substância que não se dissolveu com adição de várias gotas de água (para este experimento vamos limitar a 12 gotas).
  - Repita o procedimento utilizando a acetona como solvente e depois utilizando o tolueno.
2. Avaliação da miscibilidade de substâncias químicas em água e solventes orgânicos:
- Coloque água em um tubo de ensaio (cerca de 2 cm de altura no tubo). Pingue uma gota de detergente e observe. Agite e observe novamente.
  - Repita o procedimento utilizando tolueno no tubo de ensaio.

#### **A** Alguns cuidados extras exigidos ao final da aula:

1. Não lave os termômetros. Limpe-os com papel higiênico.
2. Não descarte as gominhas no lixo. Deixe-as sobre a bancada.
3. Descarte os solventes orgânicos em frascos apropriados. Verifique com o seu tutor quais os frascos devem ser utilizados.
4. Descarte os tubos capilares no lixo de vidro quebrado ou em frasco indicado pelo seu tutor e lave o material utilizado.

### CONSIDERAÇÕES FINAIS

Ao final desta aula você deve ser capaz de:

- Entender os diferentes tipos de interações intermoleculares.
- Identificar e medir com auxílio de um termômetro o ponto de fusão de uma amostra.
- Explicar as diferenças na solubilidade de substâncias orgânicas e inorgânicas.

- Qualquer dúvida, não hesite em procurar ajuda do tutor da disciplina.

## AUTOAVALIAÇÃO

1. Conceitue ponto de fusão de uma amostra.
2. Como o ponto de fusão pode ser usado na avaliação da eficiência do processo de recristalização?
3. Qual a finalidade para se triturar uma substância no laboratório?
4. Consulte na literatura os valores dos pontos de fusão das substâncias químicas: ácido salicílico, ácido acetilsalicílico, acetanilida e *p*-nitroacetanilida. Explique a diferença encontrada para os valores dos pontos de fusão dessas substâncias em termos das polaridades (momento dipolo) esperadas para as estruturas de suas moléculas.
5. Consulte na literatura fatos sobre o processo de fusão do acetato de sódio. Explique seu alto ponto de fusão, apesar de ser um composto orgânico, e as transformações experimentais que você observou para essa substância nesta aula.
6. Consulte na literatura a solubilidade entre os compostos abaixo:

| Soluto \ Solvente | Solvente                |                |                           |
|-------------------|-------------------------|----------------|---------------------------|
|                   | H <sub>2</sub> O (g/mL) | Acetona (g/mL) | Tolueno ou Benzeno (g/mL) |
| Cloreto de sódio  |                         |                |                           |
| Acetanilida       |                         |                |                           |
| Acetato de sódio  |                         |                |                           |

7. Explique as diferenças de solubilidade encontradas e compare-as com os resultados que você observou nas atividades práticas desta aula.
8. Faça uma pesquisa em livros ou internet sobre detergentes e amaciantes. Agora responda:
  - a) Qual a estrutura molecular geral dos detergentes comuns? E dos amaciantes?
  - b) Por que detergentes, dissolvidos em água, têm a habilidade de produzir espuma?

---

## ELABORAÇÃO DO RELATÓRIO TÉCNICO

---

Redija um relatório descrevendo os preparativos, montagens, desenvolvimentos e os resultados dos dois experimentos realizados nesta aula.

---

## BIBLIOGRAFIA RECOMENDADA

---

BUDAVARI, S.; O'NEIL, M. J.; SMITH, A.; HECKELMAN, P. E.; KINEARY, J. F. *The Merck Index*. 12<sup>th</sup> ed. New Jersey: Merck & Co., Inc., 1996.

SHRINER, R. L.; FUSON, R. C.; CUTIN, D. Y. *Identificação sistemática dos compostos orgânicos: manual de laboratório*. 6. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1983.

VOGEL, A. *Química orgânica. Análise orgânica qualitativa*. 3. ed. Rio de Janeiro: Ao Livro Técnico e Científico. 1971-1985. v. 1, 2, 3.



## Extração líquido-líquido

### OBJETIVOS

- Introdução à técnica de extração líquido-líquido.
- Eliminação de água contida em líquido utilizando agente secante.
- Introdução à técnica de destilação simples.
- Utilização das técnicas acima, na purificação de um solvente, o clorofórmio.

### PARTE I - EXTRAÇÃO LÍQUIDO-LÍQUIDO: SEPARAÇÃO DE SUBSTÂNCIAS

Os solventes orgânicos adquiridos comercialmente e utilizados no laboratório geralmente apresentam contaminantes que devem ser eliminados antes de serem usados. Muitos desses contaminantes podem ser os verdadeiros responsáveis pela toxicidade do solvente. Um dos solventes orgânicos mais utilizado é o clorofórmio, por apresentar polaridade consistente com uma grande parte das moléculas orgânicas, sendo sua toxicidade atribuída ao fosgênio ( $O=CCl_2$ ), a principal impureza nele contida. Além do fosgênio, uma amostra de clorofórmio comercial pode conter cloro, ácido clorídrico, etanol e acetona.

O clorofórmio comercial pode conter pequena quantidade de etanol (0,5 a 1%), a ele às vezes adicionado para atuar como estabilizador. Se exposto à luz ou ao ar por um tempo prolongado, o clorofórmio se decompõe aumentando as impurezas.

Para se testar a qualidade do clorofórmio pode-se usar testes com reagentes químicos, como nitrato de prata para verificação de presença de íon cloreto (em fase aquosa obtida por lavagem do clorofórmio) e benzidina (4,4'-Diaminodifenila) (adicionada à amostra e deixada em repouso por 24 horas) para verificação de presença de fosgênio, ácido clorídrico, ( $HCl$ ) e cloro, ( $Cl_2$ ) (turvação amarela, turvação esbranquiçada e aparecimento de cor azul, respectivamente).

A eliminação dos contaminantes de amostras comerciais, entretanto, é razoavelmente obtida com lavagens repetidas do solvente com água, com a qual reagem ou são solúveis, mas que apresenta baixa miscibilidade com o clorofórmio. Porém, em amostras de origem duvidosa ou envelhecida, é aconselhável lavar o solvente, inicialmente, com solução aquosa alcalina, a fim de reduzir o nível de fosgênio, embora seja difícil eliminar um conteúdo menor que 0,0003%. Na recuperação de amostra proveniente de extrações, no entanto, é aconselhável um tratamento mais efetivo utilizando, além de hidróxido de sódio, ácido sulfúrico concentrado seguido de bicarbonato de sódio diluído e água.

A purificação de amostra comercial de boa procedência, para fins de medidas de constantes físicas, pode ser feita com utilização de água, seguida de secagem com sulfato de sódio ou de cálcio e posterior destilação em montagem de vidro.

A *extração líquido-líquido* consiste na separação de componentes de uma mistura, por meio de uma distribuição das substâncias entre meios líquidos que formam fases distintas.

Segundo a lei da distribuição ou lei da partição, a uma dada temperatura, se a um sistema formado por duas camadas líquidas for adicionado um terceiro componente sólido, solúvel individualmente em ambas as camadas, então esse sólido irá se distribuir entre os dois solventes na proporção que faz a razão entre as suas concentrações  $C_A$  e  $C_B$ , em cada um dos solventes, permanecer uma constante  $K=C_A/C_B$ . Essa razão  $K$ , é denominada coeficiente de distribuição ou coeficiente de partição. Existe uma boa correspondência entre o coeficiente de partição e a razão entre as solubilidades do componente nos dois solventes.

A extração líquido-líquido é muito empregada para remover um componente de natureza orgânica existente em mistura aquosa ou para remover de um solvente orgânico os compostos inorgânicos indesejáveis, ou outros de natureza iônica ou significativamente polares, solúveis em água. No primeiro caso, a extração fundamenta-se no fato de que as substâncias orgânicas são solúveis em solventes orgânicos e, em geral, muito pouco solúveis em água. Um solvente orgânico é, então, adicionado ao meio aquoso para extração do componente orgânico. No segundo caso, a extração fundamenta-se no fato de que as substâncias inorgânicas (e outras de natureza iônica) são, em geral, muito solúveis na água, de modo que ao se formar duas fases pela adição de água ao solvente orgânico; após agitação, as substâncias mais polares e iônicas passam em maior parte da fase orgânica para a fase aquosa. Tal procedimento é geralmente denominado **lavagem**. Uma decantação posterior e subsequente destilação do componente orgânico (solvente) permitem a sua purificação.

Deve ser considerado que diversas lavagens sequenciais com porções de solvente apresentam melhores resultados do que uma lavagem apenas com o volume total do solvente.

Nesta experiência seguiremos um procedimento simples para a remoção de contaminantes presentes num solvente orgânico, o clorofórmio. Em etapas subsequentes trataremos da sua purificação fazendo o uso da técnica de destilação simples.

## Trabalho experimental

### Materiais

- Funil de separação de 250 mL (1)
- Proveta de 100 mL (1)
- Proveta de 50 mL (1)
- Erlenmeyer de 120 mL (1)
- Suporte (1)
- Anel (1)
- Funil simples (1)
- Substâncias Químicas
- Clorofórmio (50 mL)
- $\text{NaHCO}_3$  aq. 5% (25 mL)
- Água destilada

### Procedimentos

- Num funil de separação de 250 mL, coloque 50 mL de clorofórmio e 25 mL de água destilada. Tampe o funil adequadamente e segure-o de modo que sua haste fique inclinada e voltada para cima, conforme Figura 3.1. Agite, delicadamente, a mistura e libere o gás de seu interior, abrindo a torneira, com o funil invertido e inclinado (ver Figura 3.1). Repita a agitação por outras duas vezes, abrindo-se sempre a torneira, para diminuir a pressão interna.
- Deixe o funil suspenso num suporte acoplado com anel por alguns minutos até que a camada inferior orgânica fique perfeitamente límpida. Remova a tampa do funil e separe essa camada, controlando a torneira do funil e recolhendo-a em erlenmeyer limpo (ver Figura 3.2).
- Recolha a fase aquosa em outro erlenmeyer, passe água destilada no funil de separação, lavando-o e coloque 25 mL de solução aquosa de bicarbonato de sódio,

$\text{NaHCO}_3$ , a 5%. Transfira o clorofórmio para o funil de separação e proceda à extração agitando suavemente por três vezes. Separe as fases recolhendo a fase orgânica no erlenmeyer vazio e a fase aquosa no outro, juntando as fases aquosas.

- Novamente passe água destilada no funil de separação, lavando-o e coloque outros 25 mL de água destilada. Da mesma forma transfira o clorofórmio para o funil de separação e proceda à extração agitando por três vezes. Separe as fases recolhendo a fase orgânica no erlenmeyer vazio e a fase aquosa no outro, juntando as fases aquosas. Descarte a fase aquosa na pia, sob água corrente (com torneira aberta).
- Utilize a fase orgânica na Parte II desta atividade.

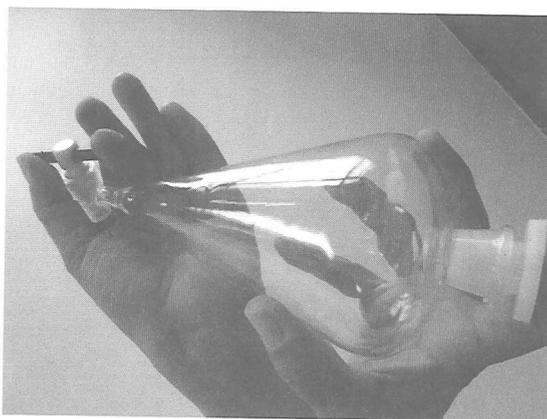


Figura 3.1 - Maneira correta de manusear um funil de decantação



Figura 3.2 - Montagem para separação por decantação

## PARTE II - DESTILAÇÃO SIMPLES: PURIFICAÇÃO DE UMA SUBSTÂNCIA

A *destilação* constitui um processo de separação de substâncias presentes em uma solução de dois ou mais componentes, onde pelo menos um desses componentes é líquida. Essa técnica opera submetendo a solução a um processo de vaporização seguida de condensação. Na destilação simples, apenas um constituinte deve necessariamente ser líquido. Geralmente o líquido está contaminado com compostos sólidos e, desta forma, pode ser separado, permanecendo os contaminantes no balão de destilação.

Aquecendo-se um líquido puro em um equipamento de destilação como o da Figura 3.3, a pressão de vapor do líquido, ou a tendência das moléculas saírem da superfície, aumenta até se igualar à pressão atmosférica, quando então o líquido começa a ferver (formam-se bolhas por entre o líquido). À medida que o sistema vai absorvendo o calor necessário para a transformação do líquido em vapor, ocorre a vaporização, e o vapor é liberado alcançando o condensador, onde, causado por uma troca de calor com a superfície do equipamento, retorna à fase líquida. O processo de vaporização, em substâncias puras, ocorre em temperaturas definidas (ponto de ebulição), que permanecem fixas até a completa vaporização do líquido. Dessa forma, a temperatura de ebulição constitui uma propriedade física útil na caracterização das substâncias químicas puras. De forma semelhante, pode-se avaliar a pureza de um líquido através da temperatura na qual ele destila.

O ponto de ebulição de um líquido pode ser definido como a temperatura na qual sua pressão de vapor é igual à pressão externa exercida, em qualquer ponto, sobre a sua superfície. Dessa forma, a redução da pressão externa que atua sobre um líquido permite que ele destile em temperatura mais baixa que a sua temperatura de ebulição normal. À pressão de 760 mm de mercúrio, ou uma atmosfera, o ponto de ebulição de um líquido é denominado **ponto de ebulição normal**.

A Tabela 3.1 mostra os pontos de ebulição normal e os calores latentes de vaporização para algumas substâncias puras.

Tabela 3.1

Ponto de ebulição e calor latente de vaporização  
para algumas substâncias puras

| Substância               | Pe / °C | Calor latente de vaporização<br>(cal/g) |
|--------------------------|---------|---|
| Acetona                  | 56,2    | 125,3                                   |
| Clorofórmio              | 61,2    | 59,3                                    |
| Metanol                  | 64,7    | 261,7                                   |
| Hexano                   | 68,7    | 79,2                                    |
| Tetracloroeto de carbono | 76,7    | 46,4                                    |
| Etanol                   | 78,3    | 200,0                                   |
| Ciclo-hexano             | 84,5    | 65,8                                    |
| Água                     | 100,0   | 536,6                                   |
| Tolueno                  | 110,6   | 86,8                                    |

Nesta experiência vamos utilizar a técnica de uma destilação simples para obter um solvente, o clorofórmio, com um grau de pureza adequado para utilização em atividades laboratoriais.

### Trabalho experimental

#### Materiais

- Balão de destilação de 125 mL (1)
- Condensador reto (1)
- Mangueira (2)
- Termômetro (1)
- Tela de amianto (1)
- Alonga (1)
- Suporte (3)
- Garra (3)
- Mufa (3)
- Proveta de 50 mL (2)
- Bico de gás (1)
- Fósforos
- Funil de haste longa (1)
- Espátula (1)
- Aro metálico (1)

### Substâncias químicas

- Clorofórmio obtido após a extração líquido-líquido
- $\text{CaCl}_2$  anidro (ou  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  ou  $\text{CaSO}_4$ ) (~5 g)

### Esquema da montagem de um sistema de destilação simples

Um sistema de destilação simples de bancada pode ser visto na Figura 3.3. Analise essa figura e veja, esquematicamente, alguns passos que foram seguidos para a montagem do sistema de destilação:

1. As montagens devem ser feitas seguindo uma ordem preferencial de baixo para cima.
2. O condensador só deve ser inserido na montagem já com as mangueiras.
3. O fluxo de água, no condensador, deve ser feito sempre de forma ascendente. Observe que na Figura 3.3 a mangueira de entrada de água está adaptada na parte inferior à direita, e a saída na parte superior à esquerda.
4. A longa (peça do conjunto de destilação que serve para direcionar o líquido destilado ao frasco coletor) deve ser a última peça a ser colocada na montagem e sempre a primeira a ser retirada.
5. O termômetro só deve ser colocado ao balão de destilação depois de ser introduzido de forma adequada na rolha. Verifique sempre se o orifício na rolha tem o diâmetro apropriado para a introdução de um termômetro de modo a evitar acidentes que possam resultar em quebras. Quebras tanto do termômetro quanto do balão!
6. Atente para as posições e uso correto de garras, mufas, mangueiras etc.
7. Nunca lave um termômetro. Havendo necessidade de secá-lo, use um lenço de papel.
8. Como recomendação final, não se esqueça que, terminadas as operações com o sistema de destilação simples, não se deve fazer descartes de sólidos na pia, mas sim em um lixo apropriado.

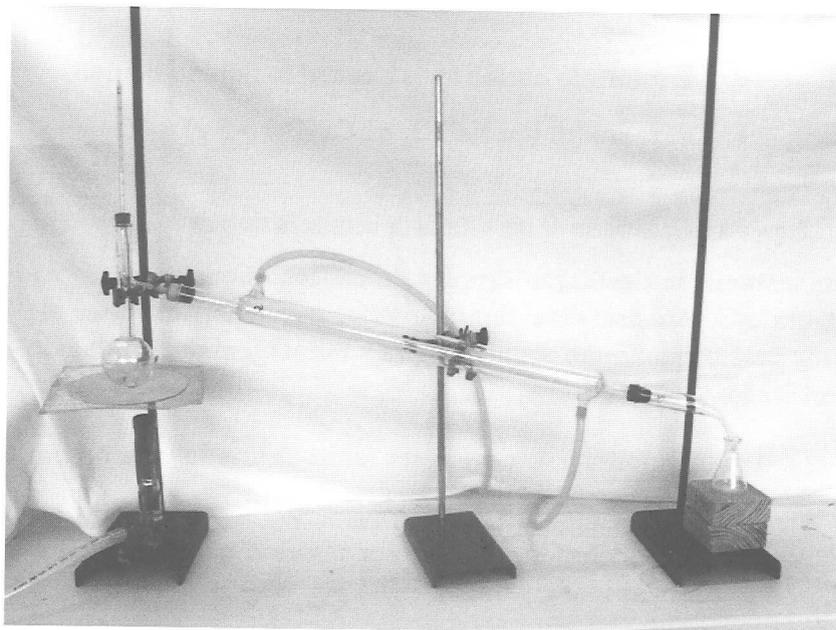


Figura 3.3 - Montagem para destilação simples

#### Procedimentos

- Transfira a fase orgânica obtida após as extrações líquido-líquido para um balão de destilação (utilize um funil de haste longa) de 125 mL e adicione cloreto de cálcio anidro,  $\text{CaCl}_2$  (ou sulfato de sódio ou sulfato de cálcio) até que o líquido fique perfeitamente límpido. Geralmente a quantidade de agente secante necessária é pequena, o suficiente para cobrir o fundo do recipiente. Vire a saída lateral do balão para cima, de modo a impedir a passagem de pó pelo mesmo.

#### Observação:

O agente secante  $\text{CaCl}_2$  dispensa utilização de pérolas de porcelana na destilação, desde que não esteja totalmente pulverizado. Na utilização de outro agente, é necessário introduzir um ou dois pedaços de pérolas de porcelana no balão de destilação, a fim de evitar uma superebulição e conseqüente projeção do líquido, e não do vapor, para o condensador.

Destile o líquido, cuidadosamente, com o auxílio de uma montagem apropriada (ver Figura 3.3).

## A Cuidado!

Faça a montagem do sistema de destilação simples o mais distante possível da torneira e da mangueira de gás! Comece pelo posicionamento do balão de destilação na tela de amianto, deixando 3-5 dedos de distância em relação ao bico de gás. Fique atento para a colocação das mangueiras de água e do termômetro. Sempre conecte o condensador já com as mangueiras colocadas e deixe a alonga por último, colocando-a somente no momento de executar a destilação.

- Atente para a temperatura na qual se inicia o processo de destilação e interrompa o aquecimento antes que se verifique a secura no balão de destilação, com aparente borbulhamento de líquido no agente secante. Anote essa temperatura. Remova a alonga logo que terminar a destilação.
- Desmonte o sistema de destilação e transfira o produto para um frasco identificado, conforme indicado pelo tutor.
- Lave o material e deixe a vidraria secando de forma que o risco de quebra seja o menor possível. Nunca a deixe na parte superior da bancada.

## CONSIDERAÇÕES FINAIS

Ao final desta aula você deve ser capaz de:

- Utilizar de maneira adequada um funil de separação.
- Utilizar de modo adequado agentes secantes.
- Fazer a montagem de uma destilação simples.
- Medir com auxílio de um termômetro o ponto de ebulição de um líquido.

- Qualquer dúvida, não hesite em procurar ajuda do tutor da disciplina.

## AUTOAVALIAÇÃO

1. Conceitue extração líquido-líquido e destilação simples.
2. Pesquise em livros ou na internet, e faça alguns comentários sobre a eficiência e os tipos de agentes secantes mais comumente utilizados para tratar solventes orgânicos. Para que casos específicos são eles empregados?
3. Determine o rendimento obtido no processo de purificação do clorofórmio.
4. Qual foi a função da utilização de bicarbonato de sódio no tratamento do clorofórmio comercial?
5. Forneça as estruturas químicas (fórmula estrutural) das substâncias: clorofórmio, bicarbonato de sódio, acetona, etanol, fosgênio e benzydina.
6. Faça uma pesquisa e comente sobre a ficha de segurança do fosgênio e verifique a sua toxicidade.
7. Pesquise e comente sobre o teste de detecção do fosgênio pela benzydina.
8. Conceitue calor latente de vaporização.
9. Comente sobre as grandes diferenças observadas entre água e metanol nos valores dos seus pontos de ebulição e calor latente de vaporização.

---

## ELABORAÇÃO DO RELATÓRIO TÉCNICO

---

Redija um relatório descrevendo os preparativos, montagens, desenvolvimentos e os resultados dos dois experimentos realizados nesta aula.

---

## BIBLIOGRAFIA RECOMENDADA

---

MORITA, T.; ASSUMPÇÃO, R. M. V. *Manual de soluções, reagentes e solventes*. 2. ed. São Paulo: Edgard Blücher, 1983.

SHRINER, R. L.; FUSON, R. C.; CUTIN, D. Y. *Identificação sistemática dos compostos orgânicos: manual de laboratório*. 6. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1983.

VOGEL, A. I. *Química orgânica. Análise orgânica qualitativa*. 3. ed. Rio de Janeiro: Ao Livro Técnico e Científico, 1971-1985. v. 1, 2, 3.



## Destilação fracionada

---

### OBJETIVOS

- Diferenciar os tipos de destilação simples e fracionada.
  - Determinar a composição de amostras de acetona através de uma destilação fracionada.
- 

### MATERIAL AUXILIAR NECESSÁRIO

---

- Para cada grupo de trabalho, um frasco de 100 mL de acetona comercial deve ser providenciado para uso nesta aula.

### DESTILAÇÃO FRACIONADA: SEPARAÇÃO DE SUBSTÂNCIAS LÍQUIDAS

---

A *destilação fracionada* é o método utilizado para separar misturas homogêneas, do tipo líquido-líquido. Exemplo de mistura desse tipo é o petróleo, ou o álcool líquido obtido em supermercados e drogarias. Na destilação fracionada os líquidos são separados através de seus pontos de ebulição, desde que eles não sejam muito próximos. Quanto maior a diferença entre eles maior a eficiência do processo. Durante o aquecimento da mistura, é separado primeiramente o líquido de menor  $P_e$  (ponto de ebulição), depois o líquido de  $P_e$  intermediário e sucessivamente até o líquido de  $P_e$  maior.

Esta experiência visa a diferenciação dos tipos de destilação: destilação simples e destilação fracionada, bem como a avaliação da composição de amostras de acetona através de destilação fracionada.

Se uma mistura de líquidos miscíveis, tetracloreto de carbono ( $\text{CCl}_4$ ,  $P_e = 76,7 \text{ }^\circ\text{C}$ ) e tolueno ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3$ ,  $P_e = 110,6 \text{ }^\circ\text{C}$ ), por exemplo, for destilada num aparelho como o mostrado na Figura

3.3, o ponto de ebulição final da mistura será um pouco menor que o do tolueno e todas as frações destiladas se manterão ainda como misturas. Como resultado, haverá apenas uma separação mínima dos dois componentes.

Mais exatamente, em um sistema aberto, soluções de líquidos miscíveis, como a mistura  $CCl_4$  e  $C_6H_5CH_3$  do nosso exemplo, destilam a temperaturas intermediárias entre os dois pontos de ebulição e a composição do destilado varia progressivamente durante o processo. Uma vez que as duas substâncias são mutuamente solúveis, cada uma delas é diluída pela outra com conseqüente diminuição na pressão de vapor de cada um dos líquidos. Para uma solução ideal, segundo a Lei de Raoult, “a pressão de vapor  $p_A$  de um componente de uma solução a uma dada temperatura é igual à pressão de vapor  $p'_A$  da substância pura multiplicada pela sua fração molar  $x_A$  na solução” (Lei de Raoult,  $p_A = p'_A x_A$ ). Na solução, os líquidos estão submetidos a uma pressão comum de oposição; a pressão atmosférica e a ebulição têm o início marcado quando a pressão de vapor da mistura se iguala à pressão atmosférica.

A separação dos dois líquidos utilizando um sistema para destilação simples exigiria uma série de destilações sucessivas, visando o enriquecimento de frações destiladas em temperaturas próximas ao  $P_e$  de cada um dos líquidos. Entretanto, a separação desses líquidos pode ser feita de uma só vez com a utilização de uma montagem como a da Figura 4.1.

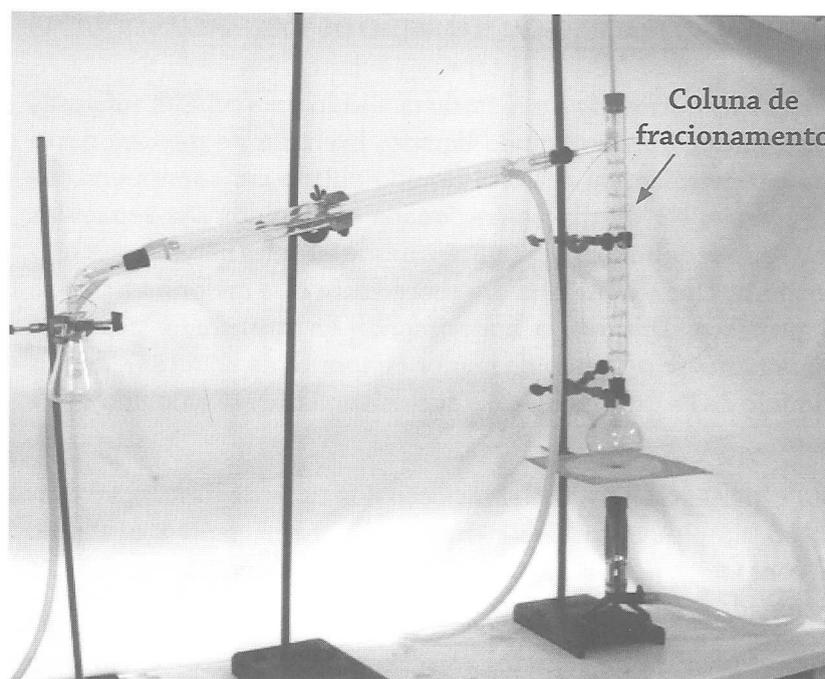


Figura 4.1 - Montagem para destilação fracionada

Uma coluna de fracionamento, como mostrado na montagem da Figura 4.1, contém “obstáculos”, que funcionam como pratos teóricos, que formam um empacotamento para equilibrar o vapor e o condensado. Quando a mistura entra em ebulição, o primeiro vapor que sobe aquece a coluna em sua longitude total e, devido à troca de calor, parte dele se resfria, condensa e flui na descende através do enchimento, retornando finalmente ao balão de destilação. Novos vapores provenientes do balão sobem através do condensado com correspondente troca de calor, pois o vapor está mais aquecido que o líquido, e esse ciclo é mantido durante todo o processo de aquecimento. Como resultante, a parte mais volátil do condensado se evapora e a parte menos volátil do vapor se condensa. O equilíbrio tem lugar ao longo de toda a extensão da coluna de modo que o vapor que alcança o topo e passa no condensador está notavelmente enriquecido do componente mais volátil (A) da mistura, enquanto que o condensado, em refluxo, constantemente retorna ao balão e torna-se gradativamente mais enriquecido do componente menos volátil (B); a Figura 4.2 mostra esse processo. Na Figura 4.2a, as curvas inferior e superior correspondem à composição do resíduo líquido e do vapor destilado, obtidos a uma dada temperatura de ebulição T.

Com a utilização da coluna ilustrada na Figura 4.1, é possível conseguir separações tais como a mostrada na curva de destilação da Figura 4. 2b para misturas de líquidos que fervem com um intervalo de 35 °C. Não obstante, para obter bons resultados é necessário utilizar uma chama protegida de correntes de ar e efetuar a ebulição do líquido de forma lenta e constante, de maneira a permitir um completo equilíbrio entre o líquido e o vapor na coluna.

A eficiência de uma coluna de fracionamento é o poder de separação de componentes de uma mistura por uma porção definida de sua extensão. Essa eficiência é proporcional ao número de pratos teóricos que a coluna apresenta e é frequentemente expressa em termos de **altura equivalente por prato teórico** (AEPT).

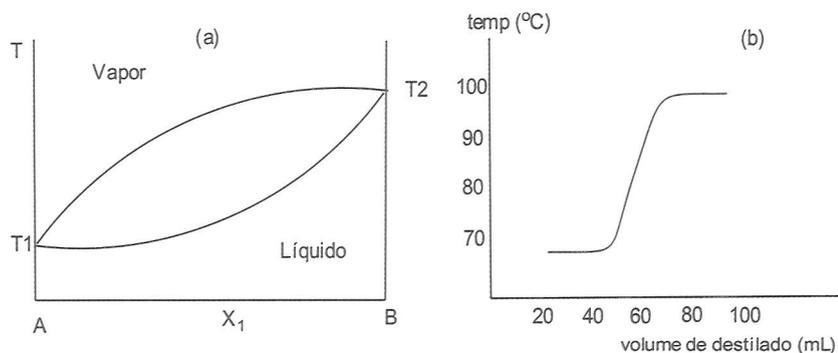


Figura 4. 2 - a) Diagrama de fase líquido/vapor para uma mistura binário; b) Variação do volume do destilado em função da temperatura para uma mistura hipotética

Como a separação efetuada em uma coluna de fracionamento depende do equilíbrio térmico nos múltiplos processos de vaporização e condensação, o poder de separação aumenta proporcionalmente com a diferença entre os calores de vaporização dos líquidos envolvidos. A Tabela 4.1 mostra o ponto de ebulição normal e o calor latente de vaporização para algumas substâncias.

**Tabela 4.1**

**Ponto de ebulição e calor latente de vaporização para algumas substâncias puras**

| Substância               | Pe / °C | Calor latente de vaporização (cal/g) |
|--------------------------|---------|--------------------------------------|
| Acetona                  | 56,2    | 125,3                                |
| Clorofórmio              | 61,2    | 59,3                                 |
| Metanol                  | 64,7    | 261,7                                |
| Hexano                   | 68,7    | 79,2                                 |
| Tetracloroeto de carbono | 76,7    | 46,4                                 |
| Etanol                   | 78,3    | 200,0                                |
| Ciclo-hexano             | 84,5    | 65,8                                 |
| Água                     | 100,0   | 536,6                                |
| Tolueno                  | 110,6   | 86,8                                 |

Nesta aula iremos fazer uma destilação fracionada de amostras de acetona comercial e determinar a sua concentração em acetona.

### Trabalho Experimental

#### Materiais

- Condensador reto (1)
- Coluna de fracionamento (1)
- Balão de fundo redondo de 200 mL (1)
- Alonga (1)
- Tela de amianto (1)
- Proveta de 100 mL (1)
- Proveta 50 mL (2)
- Bico de gás (1) ou manta de aquecimento de 200 mL (1)

- Fósforos
- Termômetro (1)
- Garra (4)
- Suporte (3)
- Mufa (4)
- Aro (1)
- Mangueira para condensador (2)
- Pérola de vidro (ou pedaço de porcelana) (2)
- Funil (1)

#### Substâncias químicas

- Acetona comercial (100 mL)

#### Procedimentos

- Inicialmente, anote as substâncias discriminadas pelo fabricante, que devem ser encontradas em um frasco de acetona comercial.
- Meça e anote o volume do líquido contido no frasco de acetona comercial.
- Introduza o líquido em um balão de fundo redondo de 200 mL. Incline o balão em um ângulo de aproximadamente  $45^{\circ}$  e coloque dois pedaços de porcelana, de modo a fazer com que eles deslizem suavemente pela parede do balão.
- Faça as seguintes conexões: balão  $\rightarrow$  coluna de fracionamento  $\rightarrow$  condensador reto  $\rightarrow$  alonga, de forma a ter a montagem mostrada na Figura 4.1.
- Execute a destilação com uma velocidade uniforme, o tanto quanto for possível; algo em torno de uma gota do destilado por segundo. Recolha o destilado em uma proveta de 100 mL.
- Observe e registre na Tabela 4.2 as variações de temperatura a cada 10 mL de líquido destilado.
- Dê um título adequado para a Tabela 4.2.

Redobre a sua atenção para a observação da variação na temperatura de destilação que deve ocorrer logo que se completarem os primeiros 60 mL de destilado.

Tabela 4.2

| Volume / mL | Temperatura / °C | Volume / mL | Temperatura / °C |
|-------------|------------------|-------------|------------------|
| 0           |                  | 60          |                  |
| 10          |                  | 70          |                  |
| 20          |                  | 80          |                  |
| 30          |                  | 90          |                  |
| 40          |                  | 100         |                  |
| 50          |                  |             |                  |

- Substitua a proveta por outra de 50 mL ao evidenciar um aumento significativo na temperatura de ebulição ou quando ela atingir 60 °C.
- O aquecimento deverá ser interrompido quando o sistema atingir a temperatura de 98 °C ou quando qualquer presença de fumaça ou secura for evidenciada no balão.
- Transfira as frações destiladas sob temperaturas baixas (em torno de 60 °C) para o frasco identificado fornecido por seu tutor e despreze os demais frações coletadas (aquelas destiladas na temperatura superior a 60 °C) na pia, sob água corrente. Despreze também o resíduo do balão com o cuidado de não perder os pedaços de porcelana na pia.

### CONSIDERAÇÕES FINAIS

Ao final desta aula você deve ser capaz de:

- Diferenciar os tipos de destilação, destilação simples e destilação fracionada.
- Fazer uma montagem para um sistema de destilação fracionada.
- Medir com auxílio de um termômetro o ponto de ebulição de mistura de líquidos.

- Qualquer dúvida, não hesite em procurar ajuda do tutor da disciplina.

## AUTOAVALIAÇÃO

1. Diferencie destilação simples da destilação fracionada.
2. Procure em livros ou pesquise na internet e comente sobre os diferentes tipos de coluna de fracionamento: Vigreux, Dufton e Hempel etc. Ilustre, com desenhos ou esboço estes diferentes tipos de coluna.
3. Construa um gráfico da variação da temperatura de ebulição em função do volume da acetona comercial destilada, com os dados obtidos durante a atividade prática.
4. Os constituintes da acetona comercial foram de fato separados como substâncias puras?
5. O que você sugere para que a separação entre dois líquidos por destilação fracionada torne-se mais eficiente?
6. O resultado da análise por destilação fracionada da amostra de acetona comercial está de acordo com as informações contidas no frasco fornecidas pelo fabricante?
7. Qual seria o resultado esperado para o caso de uma amostra de acetona comercial ser destilada por meio de uma destilação simples?

### ELABORAÇÃO DO RELATÓRIO TÉCNICO

---

Redija um relatório descrevendo os preparativos, as montagens, os desenvolvimentos e os resultados dos experimentos realizados nesta aula.

### BIBLIOGRAFIA RECOMENDADA

---

MORITA, T.; ASSUMPÇÃO, R. M. V. *Manual de soluções, reagentes e solventes*. 2. ed. São Paulo: Edgard Blücher, 1983.

SHRINER, R. L.; FUSON, R. C.; CUTIN, D. Y. *Identificação sistemática dos compostos orgânicos: manual de laboratório*. 6. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1983.

VOGEL, A. I. *Química orgânica. Análise orgânica qualitativa*. 3. ed. Rio de Janeiro: Ao Livro Técnico e Científico, 1971-1985. v. 1, 2, 3.

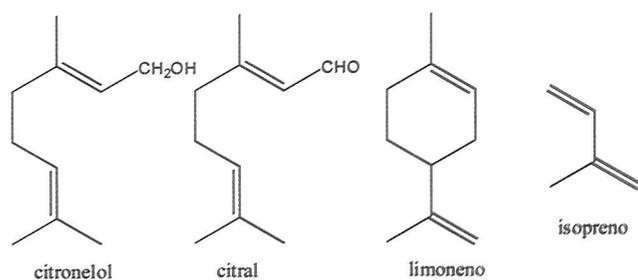
## Destilação por arraste com vapor

### OBJETIVOS

- Introduzir a técnica da destilação por arraste com vapor.
- Isolar componentes de plantas com a técnica da destilação por arraste com vapor.
- Introduzir ensaios de caracterização química para identificação de grupos funcionais.

### DESTILAÇÃO POR ARRASTE COM VAPOR

Muitas substâncias de interesse industrial, medicinal ou biológico são de origem natural. Sabores e odores característicos de frutos são, geralmente, provenientes de compostos orgânicos; o limoneno, o citral e o citronelol são exemplos típicos de constituintes de óleos essenciais. Esses constituintes pertencem a uma classe de substâncias naturais denominadas terpenos, compostos cujos esqueletos carbônicos são constituídos por unidades isoprênicas (provenientes do isopreno, o 2-metil-1,3-butadieno, que é um dieno de ocorrência natural).



O limoneno é o principal terpeno encontrado em muitos óleos, incluindo o de limão, laranja e mexerica, enquanto o citral e o citronelol são encontrados no óleo do capim cidreira. Constituintes aromáticos também podem ser encontrados em óleos essenciais, como o cinamaldeído presente no óleo obtido da canela e o

eugenol no óleo do cravo-da-índia. Esses óleos podem ser isolados submetendo determinadas partes da planta a uma destilação por arraste com vapor. O vapor da água passa pela membrana das células e arrasta consigo substâncias solúveis e insolúveis em água. Uma posterior extração utilizando solventes orgânicos permite separar esses óleos e essências das plantas.

A *destilação por arraste com vapor* é um meio muito utilizado para separação e purificação de compostos orgânicos. Essencialmente, a operação consiste em volatilizar uma substância, que seja insolúvel ou muito pouco solúvel em água, passando-se vapor em uma mistura aquosa contendo o composto. Caso o composto desejado tenha uma pressão de vapor apreciável a 100 °C (pelo menos 5-10 mmHg), ele destilará com o vapor e pode ser separado do destilado, já que é imiscível em água. A “destilação a vapor” tem lugar a uma temperatura abaixo do ponto de ebulição da água e, portanto, em numerosos casos, bem abaixo do ponto de ebulição dos compostos desejados. Dessa forma, a “destilação a vapor” constitui um bom recurso para purificação de substâncias de alto ponto de ebulição, principalmente aquelas que se decompõem ao serem destiladas à pressão atmosférica.

Na experiência selecionada para esta aula, pretendemos, em uma primeira etapa, introduzir a técnica da destilação por arraste com vapor e isolar os componentes essenciais de plantas. Realizaremos também ensaios de caracterização química para identificação de alguns grupos funcionais orgânicos. Posteriormente, utilizando a técnica de extração líquido-líquido, extrairemos o óleo essencial do destilado ou também chamado de hidrolato, utilizando um solvente orgânico e após eliminação deste solvente, novamente realizaremos alguns testes químicos para detecção de grupos funcionais.

### Trabalho experimental

#### Materiais

- Condensador reto (1)
- Balão de destilação de 1 Litro (1)
- Balão de fundo redondo de 500 mL (1)
- Alonga (1)
- Tela de amianto (1)
- Bico de gás (1)
- Fósforos

- Garra (4)
- Suporte (3)
- Mufa (4)
- Mangueira para condensador (2)
- Pérola de vidro (ou pedaço de porcelana) (2)
- Erlenmeyer de 250 mL (1)
- Tubo de vidro (em forma curva com ângulo de  $\sim 105^\circ$ ) (2)
- Tubo oco de Vidro de  $\sim 1$  metro (tubo de segurança) (1)
- Tubo de látex (2)
- Suporte para tubos de ensaio (1)
- Tubo de ensaio (6)
- Pinça de madeira (1)
- Tripé (1)
- Rolha furada (2)

#### Substâncias químicas e reagentes

- Cloreto de sódio ( $\sim 3\text{g}$ )
- Reagentes específicos para testes de grupos funcionais:
  - a) Reagente de Baeyer, solução aquosa a 4% de  $\text{KMnO}_4$
  - b) Solução de 2,4-dinitrofenilidrazina
  - c) Reagente de Fehling
  - d) Solução etanólica a 10% de cloreto férrico
  - e) Reagente de Lucas
- Pequenos pedaços de planta verde ou cravo-da-índia (100 g).

Você deve encontrar preparadas as seguintes soluções:

**Reagente de 2,4-dinitrofenil-hidrazina (2,4-DNFH):**

3g de 2,4-DNFH em 15 mL de  $H_2SO_4$  conc.

Adicionar, sob agitação, 20 mL de água destilada e 70 mL de etanol.

Agitar bastante a mistura e filtrar.

**Reagente de Lucas:**

68g de  $ZnCl_2$  anidro em 52,5 mL de  $HCl$  conc. (Ou 136g de  $ZnCl_2/105$  mL  $HCl$ (conc.), preparar em banho de gelo na capela. Manter em frasco âmbar.

**Reagente de Fehling:**

Solução A = 17,3g de  $CuSO_4$  penta-hidratado em 250 mL de água destilada.

Solução B = 86,5g de tartarato de potássio e sódio e 35g de NaOH (ou 62g de KOH) em 250 mL de água destilada

Antes de iniciarmos os procedimentos, algumas recomendações são convenientes. Se a opção for utilizar cascas de laranja ou limão, essas frutas devem ser descascadas devagar para evitar perdas de óleo; as cascas devem sair bem finas de modo que a polpa, a parte branca, permaneça no fruto. O cravo-da-índia pode ser usado diretamente. Pese o material antes de transferi-lo para o frasco apropriado. É necessário um mínimo de 50 gramas de planta; para folhas e cascas aconselha-se a utilização de 100 gramas.

## PARTE I - OBTENÇÃO DO DESTILADO POR ARRASTE COM VAPOR

### Procedimentos

- Inicialmente, faça a montagem do sistema a ser utilizado na destilação conforme Figura 5.1. Introduza o balão de destilação já com alguns pedaços de porcelana.
- Corte as partes da planta em pedacinhos fazendo uso de faca ou tesoura. Se a opção for fazer o uso do cravo-da-índia, ele pode ser colocado diretamente no balão de fundo redondo como recebido.
- Coloque no balão gerador de vapor um volume de água aproximadamente igual à metade da sua capacidade mais 100 mL (até um pouco acima do meio do balão). No outro frasco da montagem (balão menor ou um erlenmeyer), no qual passará o vapor, adicione as partes trituradas da planta.

- Confira as conexões entre os componentes de vidro da montagem. Verifique se o tubo maior não toca o fundo do frasco ou se não está entupido. Cuide para que o tubo longo de vidro não toque o fundo do balão e nem fique muito distante deste.
- Aqueça o balão gerador de vapor até a água entrar em ebulição. Deixe passar vapor através da planta até atingir 50 mL de destilado no frasco coletor.
- Recolha pequenas porções do destilado (menos de 1 cm de altura) em cinco tubos de ensaio para testes e continue recolhendo o destilado enquanto ele revelar presença de óleo. Recolha o volume de destilado indicado por seu tutor (200 mL ou até a solução sair inteiramente límpida). Retire o aquecimento e confirme o volume do destilado recolhido.
- Adicione uma espátula de sal de cozinha ao destilado, identifique o frasco e deixe-o em repouso. Esse destilado será utilizado na próxima aula para a realização da extração líquido-líquido.
- Desmonte o sistema de destilação. Retire os restos de planta com adição de água e auxílio de uma peneira de plástico e despreze convenientemente o material no lixo.

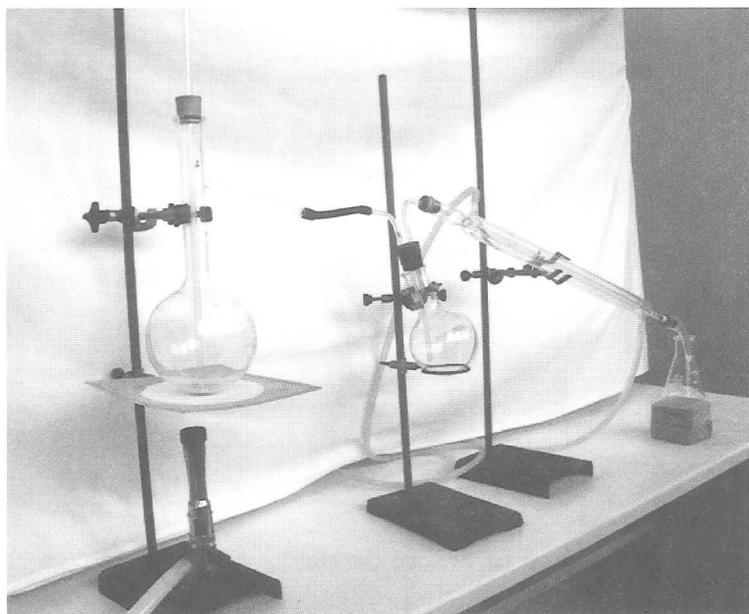


Figura 5.1- Montagem para destilação com arraste de vapor

## PARTE II - ENSAIOS PARA IDENTIFICAÇÃO DE GRUPOS FUNCIONAIS ORGÂNICOS

### Procedimentos

Faremos agora alguns ensaios para a caracterização de grupos funcionais: carbonila, fenol, hidroxila alcoólica e insaturação olefínicas. Para isso, siga o roteiro:

- Teste para a presença de grupo carbonila de aldeído e cetona: adicione três gotas de 2,4-DNFH a um dos tubos que contém o destilado e verifique se há turvação ou formação de precipitado colorido.
- Teste para insaturação: adicione uma gota de reagente de Baeyer (solução aquosa de  $\text{KMnO}_4$ ) a outro tubo e observe se ocorre aparecimento de uma cor marrom.
- Teste para hidroxila alcoólica: adicione o conteúdo de meio conta-gotas de reagente de Lucas (solução de  $\text{ZnCl}_2$  em  $\text{HCl}_{\text{conc}}$ ) ao outro tubo de ensaio e verifique se há turvação ou modificação na consistência do líquido. Essa modificação pode ocorrer somente após aproximadamente 10 minutos.
- Faça o teste de Fehling no outro tubo para verificar presença de grupo formila de aldeído. Para isso, em um tubo de ensaio limpo adicione cinco gotas da Solução de Fehling A e cinco da solução de Fehling B; em seguida adicione o destilado sobre esta solução e aqueça cuidadosamente o conteúdo do tubo de ensaio. Observe se há modificação na cor da solução de azul para marrom.

#### **A** Atenção:

Aqueça o tubo de ensaio em uma posição que o tenha formando um ângulo menor que  $45^\circ$  com relação à horizontal. Aproxime a superfície do líquido periodicamente da chama até que o início de fervura seja observado. Não faça o aquecimento pelo fundo do tubo de vidro, pois isto pode ocasionar a projeção do líquido para fora do recipiente.

- No último tubo com destilado, faça o teste com cloreto férrico. Adicione duas gotas da solução de cloreto férrico e observe se há o aparecimento de uma cor intensa. A simples variação de cor “azul a vermelho ou marrom” revela a presença de fenol no meio.

---

## CONSIDERAÇÕES FINAIS

---

Ao final desta aula você deve ser capaz de:

- Fazer uma montagem de uma destilação por arraste com vapor de água.
- Reconhecer alguns grupos funcionais orgânicos utilizando testes químicos.

- Qualquer dúvida, não hesite em procurar ajuda do tutor da disciplina.

## AUTOAVALIAÇÃO

1. Em que circunstâncias a “destilação a vapor” é recomendada?
2. Como uma substância líquida pode ser “purificada” utilizando a destilação por arraste com vapor? Exemplifique.
3. Explique a função do NaCl adicionado ao destilado.
4. Que grupos funcionais você identificou no destilado da planta investigada?

---

## ELABORAÇÃO DO RELATÓRIO TÉCNICO

---

Os resultados desta aula e da Aula 6 serão apresentados em um único relatório.

---

## BIBLIOGRAFIA RECOMENDADA

---

MORITA, T.; ASSUMPÇÃO, R. M. V. *Manual de soluções, reagentes e solventes*. 2. ed. São Paulo: Edgard Blücher, 1983.

SHRINER, R. L.; FUSON, R. C.; CUTIN, D. Y. *Identificação sistemática dos compostos orgânicos: manual de laboratório*. 6. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1983.

VOGEL, A. I. *Química orgânica. Análise orgânica qualitativa*. 3. ed. Rio de Janeiro: Ao Livro Técnico e Científico, 1971-1985. v. 1, 2, 3.



## Destilação com arraste de vapor Obtenção do óleo essencial de plantas

### OBJETIVOS

- Realizar extração líquido-líquido com solvente orgânico.
- Obter óleo essencial após eliminação de solvente.

### OBTENÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DE PLANTAS

Após a realização da destilação por arraste com vapor de água, obtivemos o hidrolato que contém o óleo essencial. Para extrairmos o óleo essencial do hidrolato utilizaremos a técnica extração líquido-líquido empregando, neste caso, um solvente orgânico bem volátil, por exemplo, éter etílico, clorofórmio etc.

Após a extração líquido-líquido, para obtenção do óleo essencial, faz-se necessária a eliminação do solvente orgânico. A eliminação desse solvente pode ser realizada pela evaporação em banho-maria ou pela destilação simples. No caso da remoção de solvente orgânico volátil, a destilação simples pode ser realizada utilizando um evaporador rotatório, como mostrado na Figura 6.1. Esse aparelho é muito utilizado nos laboratórios de pesquisas, pois permite a remoção do solvente orgânico de maneira rápida e eficiente.

### Trabalho experimental

#### Materiais

- Proveta de 50 mL (1)
- Proveta de 10 mL (1)
- Bico de gás (1)
- Fósforos
- Garra (4)

- Suporte (3)
- Mufa (4)
- Erlenmeyer de 100 mL (1)
- Funil de separação de 250 mL (1)
- Funil simples haste curta (1)
- Sistema para destilação simples (evaporador rotativo) (1)
- Suporte para tubos de ensaio (1)
- Tubo de ensaio (6)
- Pinça de madeira (1)
- Béquer de 1 L (1)
- Tela de amianto (1)
- Tripé (1)
- Algodão

#### Substâncias químicas e reagentes

- $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anidro (~5 g)
- Clorofórmio, éter etílico ou outro solvente orgânico (~50 mL)
- Reagentes específicos para testes de grupos funcionais:
  - a) Reagente de Baeyer, solução aquosa a 4% de  $\text{KMnO}_4$
  - b) Solução de 2,4-dinitrofenilidrazina
  - c) Reagente de Fehling
  - d) Solução etanólica a 10% de cloreto férrico
  - e) Reagente de Lucas

Nesta aula será utilizado o destilado que você obteve na Aula 5.

---

## PARTE I - OBTENÇÃO DO ÓLEO

---

### Procedimentos

- Transfira o destilado para um funil de separação. Lave o erlenmeyer que continha o destilado com 10 mL de clorofórmio (ou outro solvente orgânico, conforme indicação do tutor), e transfira este solvente para o funil de separação, tampe e agite o funil cuidadosamente com a haste levemente inclinada para cima. Em seguida, libere o ar de dentro do funil. Deixe o sistema em repouso, sob um anel, até que a decantação se complete e transfira a fase orgânica para o erlenmeyer de 100 mL.
- Repita a extração mais duas vezes juntando todas as fases orgânicas em um único erlenmeyer. Despreze a fase aquosa na pia e adicione  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  à fase orgânica a fim de secá-la. Adicione  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  até verificar que o líquido está límpido e livre de gotas de água.
- Filtre a fase orgânica para um balão de fundo redondo com boca esmerilhada previamente pesado, para isso utilize um funil simples e como filtro um pequeno pedaço de algodão. A seguir, remova o solvente orgânico com auxílio de um evaporador rotativo (ver Figura 6.1). Atente para a temperatura da água do banho para não haver muita perda de solvente. Alternativamente, o solvente orgânico pode ser removido utilizando banho-maria.
- Se a quantidade de óleo essencial for muito pequena, talvez seja conveniente destilar as fases orgânicas de mais de um grupo (que esteja usando o mesmo vegetal) num mesmo balão. Neste caso, os grupos envolvidos deverão transferir entre si seus dados para os cálculos do rendimento do processo e da composição do destilado.



Figura 6.1 - Evaporador rotatório para destilação e remoção de solvente

## PARTE II - DETERMINAÇÃO DO RENDIMENTO DA EXTRAÇÃO

Registre cuidadosamente os resultados de todos os ensaios e, ao final das atividades, lave todo o material e coloque-o para secar.

### Procedimentos

- Pese o balão contendo o óleo extraído, para determinar o rendimento do processo. Meça o volume de óleo obtido, utilize para isso uma proveta de 1 a 10 mL ou pipeta para o cálculo da composição do destilado.
- Repita para o óleo extraído os mesmos testes de reconhecimento de grupos funcionais realizados para o destilado obtido (quinta aula) e que deram resultados negativos. Será necessário utilizar apenas uma gota do óleo para cada teste.
- Transfira o óleo para um vidro apropriado deixando um pequeno resíduo na proveta. Remova o resíduo do balão utilizando solvente orgânico (não mais que 2 mL) e transfira-o para a proveta. Transfira a solução para o(s) tubo(s) de ensaio para os testes.

---

## CONSIDERAÇÕES FINAIS

---

Ao final desta aula você deve ser capaz de:

- Obter óleo essencial a partir de extração líquido-líquido.
- Reconhecer alguns grupos funcionais **orgânicos** utilizando testes químicos.

- Qualquer dúvida, não hesite em procurar ajuda do tutor da disciplina.

## AUTOAVALIAÇÃO

1. Que tipo de destilação pode ser feita em evaporador rotatório comum?
2. Determine o rendimento do processo executado e a composição do destilado obtido.
3. Que grupos funcionais você identificou no óleo?
4. Que componente principal você propõe para o óleo, a partir dos grupos orgânicos identificados?

---

## ELABORAÇÃO DO RELATÓRIO TÉCNICO

---

Redija um relatório descrevendo os preparativos, as montagens, os desenvolvimentos e os resultados do experimento realizados na Aula 5 e nesta aula. Na introdução fale um pouco sobre a planta utilizada.

---

## BIBLIOGRAFIA RECOMENDADA

---

MORITA, T.; ASSUMPÇÃO, R. M. V. *Manual de soluções, reagentes e solventes*. 2. ed. São Paulo: Edgard Blücher, 1983.

SHRINER, R. L.; FUSON, R. C.; CUTIN, D. Y. *Identificação sistemática dos compostos orgânicos: manual de laboratório*. 6. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1983.

VOGEL, A. I. *Química orgânica. Análise orgânica qualitativa*. 3. ed. Rio de Janeiro: Ao Livro Técnico e Científico, 1971-1985. v. 1, 2, 3.



## Cromatografia em camada delgada - CCD

---

### OBJETIVOS

- Introdução à técnica de análise cromatográfica em camada delgada.
  - Emprego de cromatografia no acompanhamento da fotoisomerização do azobenzeno.
  - Emprego de cromatografia para a diferenciação entre o benzidrol e benzofenona.
- 

### CROMATOGRAFIA

*Cromatografia* é um processo de análise que se presta à purificação, separação, identificação ou dosagem de substâncias orgânicas e inorgânicas. A base física da técnica da cromatografia é a diferença de velocidade com que as substâncias se movem através de um meio poroso (fase estacionária) quando arrastadas por um solvente (eluente) em movimento.

Acredita-se que o termo “cromatografia” foi utilizado pela primeira vez pelo bioquímico russo Michael Tswett, quando, em 1906, separou a clorofila de uma mistura de pigmentos vegetais. Ele utilizou uma pequena coluna de vidro empacotada com carbonato de cálcio em pó e então, eluiu a amostra com éter de petróleo. Quando a amostra migrou ao longo da coluna, os componentes da mistura deslocaram com diferentes velocidades, formando bandas distintas. Devido à natureza dos pigmentos da amostra, cada banda apresentava-se com uma cor diferente. Assim, o termo cromatografia foi moldado a partir das palavras do grego para cor (*chromos*) e escrever (*graphia*).

Separações ou análises cromatográficas podem ser feitas de acordo com os métodos descritos a seguir.

### Cromatografia em papel mono-direcional ascendente

Este método, algumas vezes, chamado cromatografia de partição em papel, é o mais elementar e consiste em gotejar a solução contendo a mistura a ser analisada próximo à extremidade de uma folha de papel de filtro quadrangular, ou retangular e a folha de papel é colocada em contato com o solvente que se encontra em um recipiente fechado (câmara cromatográfica), de maneira a facilitar a ascensão do solvente por capilaridade. O solvente passa sobre a mancha arrastando os componentes com velocidades diferentes. O sistema é um complexo envolvendo o solvente e a mistura de compostos, o papel e a água (umidade) que está normalmente no papel.

Na cromatografia em papel, algumas vezes é desejável, para objetivos analíticos, obter os chamados valores de “fator de retenção” ( $R_f$ ) que são calculados por meio da equação:

$$R_f = \frac{\text{Distância percorrida pela substância}}{\text{Distância percorrida pelo eluente}}$$

As distâncias percorridas pela substância,  $d_1$ , e pelo eluente,  $d_2$ , podem ser vistas na Figura 7.1, por definição os valores de  $R_f$  devem ser menores que a unidade. Quando este valor for igual à zero conclui-se que a substância em análise não se deslocou ao longo do papel cromatográfico e, contrariamente, quando for igual à unidade conclui-se que a substância se move junto com o solvente. Em ambos os casos, deve-se mudar a fase móvel, o solvente, veja a Figura 7.1, para que a técnica da cromatografia possa ser útil.

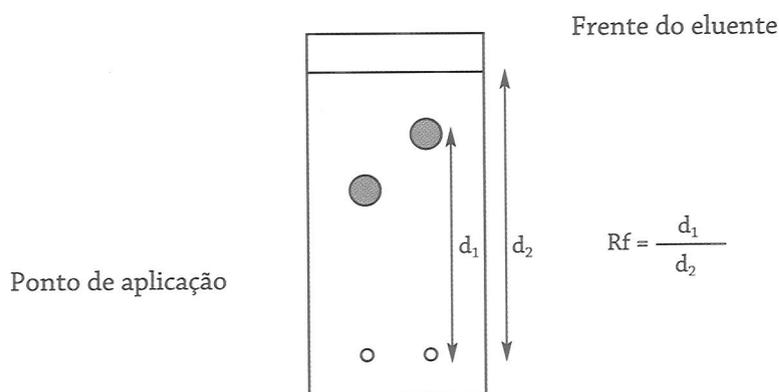


Figura 7.1 - Esquema de uma cromatoplaça

### Cromatografia em camada delgada

O método da **cromatografia em camada delgada (CCD)** foi introduzido por Egon Stahl. Nele, uma placa de vidro (ou uma folha de plástico, ou mesmo metálica) é revestida com uma camada fina de um material adsorvente (sílica, alumina, celulose etc.) formando as cromatoplas. A amostra a ser analisada é aplicada numa extremidade e o desenvolvimento do cromatograma deve ser feito em atmosfera saturada com o solvente empregado, numa cuba de eluição, como apresentadas na Figura 7.2. Muitas das substâncias analisadas por esse processo não são coloridas, mas a cor pode ser desenvolvida momentaneamente por exposição do sistema à luz ultravioleta; alternativamente, essas substâncias incolores podem ser convertidas a derivados coloridos quando a cromatoplasca é pulverizada com um reagente apropriado, como o sulfato cérico, ou exposta à atmosfera de um reagente apropriado, como o iodo, por exemplo (ver Figura 7.3).

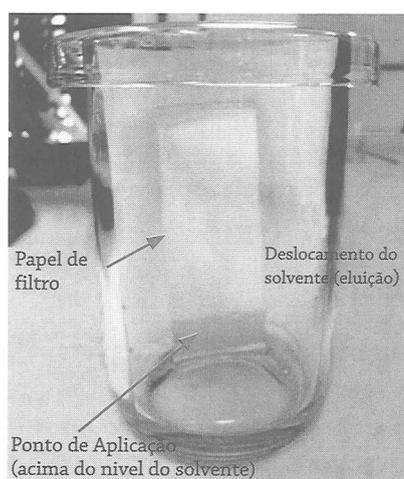
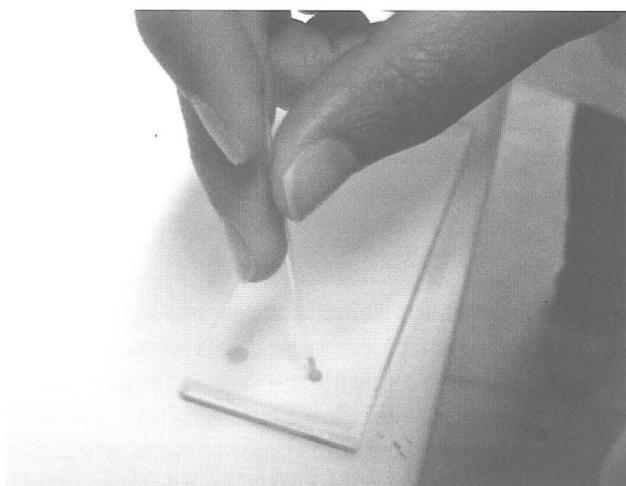


Figura 7.2 - Processo de aplicação e eluição em uma cromatografia de camada delgada

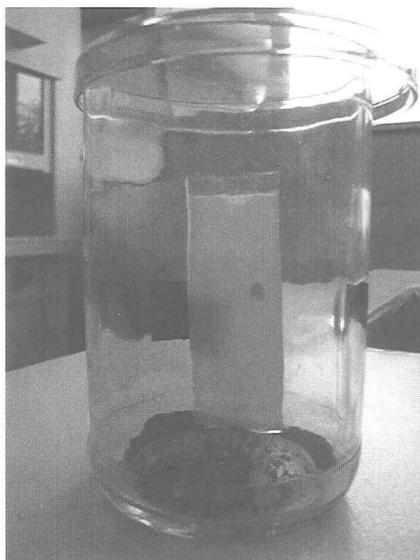


Figura 7.3 - Processo de revelação e cromatografia em camada delgada

Após a aplicação das substâncias na cromatoplaça, elas irão interagir com a sílica. Após a eluição e revelação, observa-se que substâncias com diferentes polaridades interagem de modos diferentes com a sílica, sendo que as substâncias mais polares ficam mais retidas do que as substâncias menos polares, uma vez que a sílica tem caráter polar.

A cromatografia em camada delgada apresenta algumas vantagens em relação à cromatografia em papel, tais como maior nitidez, alta sensibilidade, grande rapidez e ainda, a possibilidade do emprego de solventes e reveladores que são nocivos ao papel (à base de ácidos concentrados e complexos fortemente oxidantes) e de utilização de aquecimento até 300 °C; o que torna mais visível o cromatograma. A análise em CCD permite avaliar o grau de complexidade de uma mistura e a identificação de compostos através da comparação com amostra autêntica.

Pode-se utilizar a CCD como um processo de separação de substâncias químicas. Nesse caso, a camada de adsorvente deve ser um pouco mais espessa, a cromatoplaça deve ser maior e é denominada cromatoplaça preparativa.

### Preparo das cromatoplaças

Utiliza-se como suporte de adsorvente placas de vidro de 5x10 cm ou lâminas de microscópio. Essas placas devem ser lavadas com água e sabão, e limpas com algodão embebido em acetona ou etanol, para retirar gorduras. Faz-se uma suspensão do adsorvente com água.

Para uma consistência ideal, utiliza-se um volume de água correspondente ao dobro da massa da sílica acrescido de 1 mL.

A aplicação é feita por meio de espalhadores apropriados (ver Figura 7.4). Após efetuada a aplicação da suspensão sobre a placa, esta é levada a uma estufa com aquecimento controlado entre 100 °C a 105 °C durante 30 minutos para secar. Essas placas devem ser guardadas em dessecadores contendo alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), cloreto de cálcio ( $\text{CaCl}_2$ ) anidro ou sílica gel ou pré-aquecidas em estufa quando forem utilizadas.

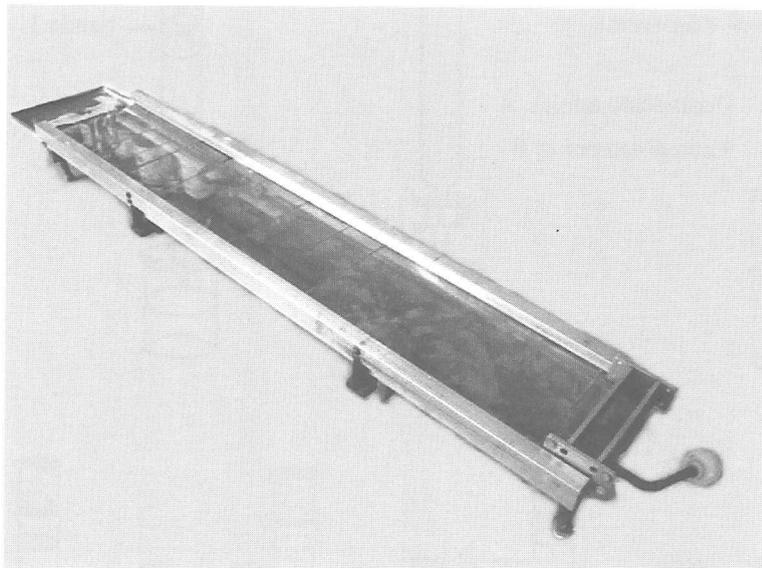


Figura 7.4 - Dispositivo para preparação de placas cromatográficas

### Cromatografia em coluna

Neste processo um tubo de vidro é empacotado com um material adsorvente. A coluna é colocada na posição vertical e a solução a ser analisada passa de cima para baixo. A eluição é feita de modo a obter frações que possam conter mistura de compostos ou compostos puros. Todo o processo é esquematizado como mostra a Figura 7.5. Essa eluição normalmente é acompanhada por análise em CCD.

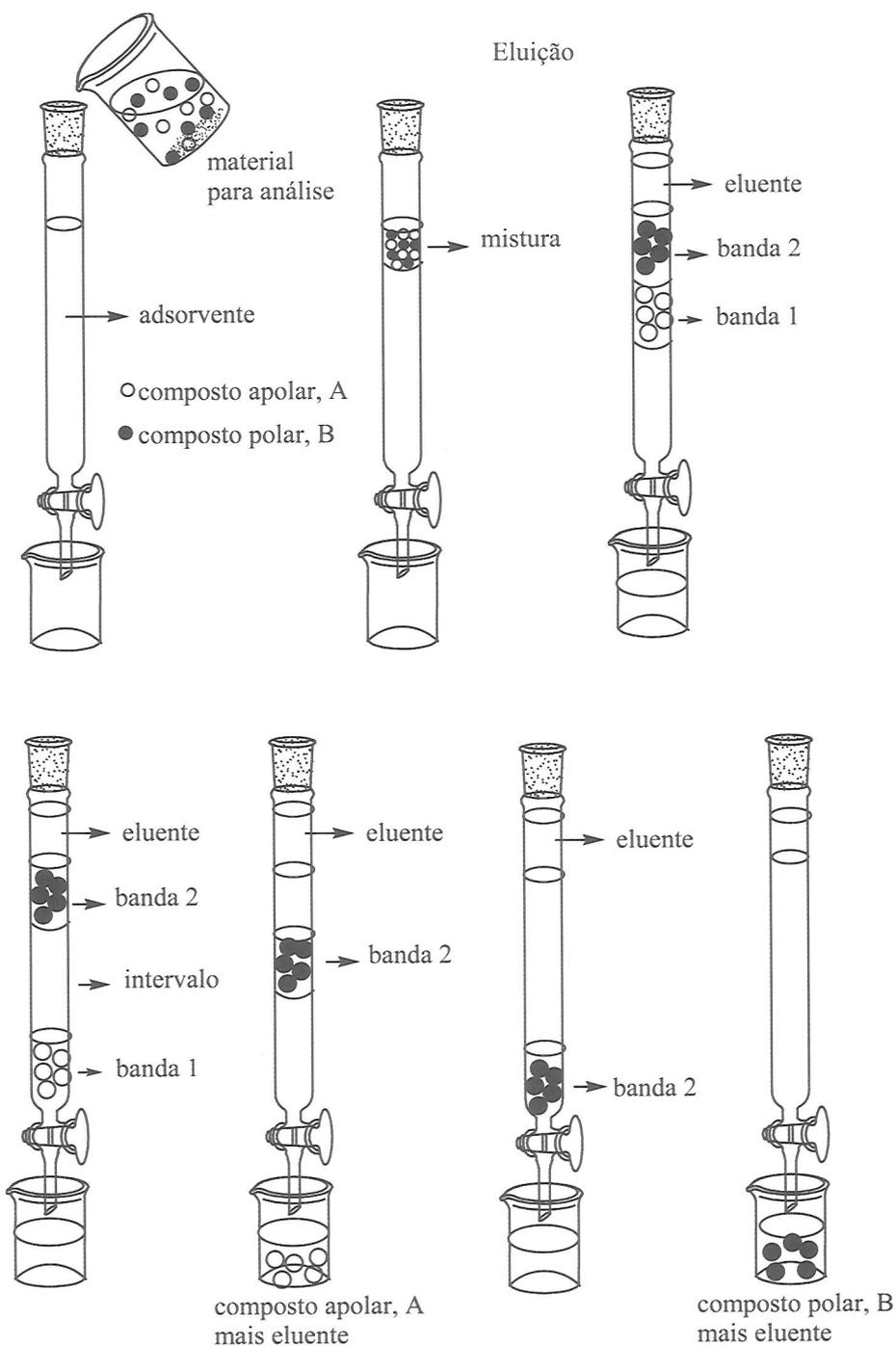


Figura 7.5 - Representação do processo de eluição em coluna cromatográfica

### Cromatografia gás-líquido

Os componentes da mistura submetidos ao processo de separação cromatográfica estão no estado de vapor quando passam através de uma coluna empacotada. Os vapores são arrastados através da coluna por um gás transportador, normalmente os gases hélio ou nitrogênio ou hidrogênio. O método é empregado primariamente

para objetivos analíticos, embora equipamentos sejam disponíveis para separar pequenas quantidades de substâncias. Um registrador automático constrói um gráfico da concentração relativa *versus* o tempo de retenção na coluna.

A cromatografia gasosa constitui um dos melhores recursos para se avaliar a pureza de uma substância química ou a complexidade de uma mistura. Acoplada a um espectrômetro de massas permite a caracterização e identificação de cada um dos componentes da mistura.

### Fotoisomerização do azobenzeno

Da mesma forma que os alquenos di-substituídos não terminais existem como isômeros *cis* e *trans*, os compostos com ligação dupla entre dois nitrogênios, denominados azocompostos, genericamente representados por  $RN=NR$ , também apresentam isomeria *cis/trans*, como pode ser visto na Figura 7.6.

Nos alquenos, as ligações duplas carbono-carbono são relativamente fortes e a isomerização *cis-trans* só é possível em condições muito energéticas. No entanto, os azo-derivados têm na ligação  $N=N$  um centro fotoquimicamente sensível na região do visível da radiação eletromagnética que leva facilmente à isomerização.

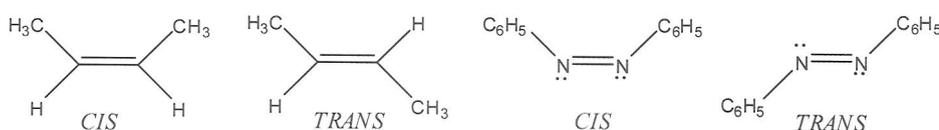


Figura 7.6 - Isomeria *cis-trans* em derivados alquenos e azocompostos

Esta experiência pretende introduzir a técnica da cromatografia em camada delgada no estudo da fotoisomerização *cis-trans* do azobenzeno e na diferenciação cromatográfica do benzidrol da benzofenona.

### Trabalho experimental

#### Materiais

- Béquero de 50 mL (1)
- Tubo capilar (4)
- Placa cromatográfica previamente preparada (2)
- Cuba de vidro (2)
- Vidro de “penicilina” (2)

- Iodo sólido
- Papel de filtro (1)
- Espátula pequena (1)
- Conta-gotas (1)

#### Reagentes e solventes

- Tolueno (~50 mL)
- Solução de azobenzeno (3%)
- Benzidrol (~5 mg)
- Benzofenona (~5 mg)
- Acetona (~5 mL)

### PARTE I - ISOMERISMO *CIS-TRANS* NO AZOBENZENO

---

#### Procedimentos

- Aplique, usando cuidadosamente um tubo capilar, uma solução de azobenzeno (que deve ser mantida em um local escuro) a 1,0-1,5 cm de altura em uma placa cromatográfica, conforme Figuras 7.1 e 7.2. Após aplicação retorne a solução de azobenzeno para um local escuro.

• Ao fazer a aplicação, cuide para que o capilar não toque o adsorvente e fique o mais na vertical possível; a mancha não deve ter um diâmetro maior que aproximadamente 5 mm. Faça a aplicação considerando que uma outra amostra será aplicada na mesma placa; aplique-o, portanto, o mais próximo de uma de suas bordas laterais.

- Exponha a placa ao sol por pelo menos 15 minutos, levando-a para um local apropriado na parte interna ou externa do laboratório. Nesse intervalo de tempo, realize o experimento da Parte II desta aula.
- Após o tempo necessário de exposição ao sol, recolha a placa cromatográfica e faça uma segunda aplicação de azobenzeno; para isso utilize um capilar novo. Use a solução de azobenzeno que permaneceu no escuro.

- Verifique se o solvente a ser usado na eluição se encontra em cuba já preparada. Caso a cuba esteja seca, adicione o solvente de modo a encostá-lo na fase estacionária e não tocar na substância aplicada. A presença de um pedaço de papel de filtro permite saturar de vapor a cuba.

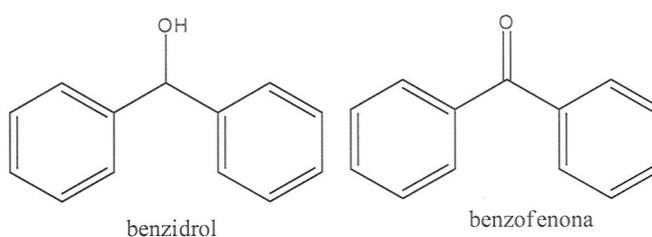
- Introduza a placa na cuba de eluição, conforme Figura 7.3, tampe-a e deixe que o solvente suba até atingir uma altura correspondente a cerca de 1 cm abaixo da extremidade superior da placa.
- Remova a placa para o exterior e marque, imediatamente, com auxílio de lapiseira ou outro material fino pontiagudo, a posição atingida pelo eluente, denominada de frente do eluente.
- Observe a diferença das posições e o número de manchas formadas na cromatoplaça. Deixe o solvente evaporar e meça as distâncias entre o ponto de aplicação da amostra e a frente do eluente. Meça, também, a distância entre o ponto de aplicação e o centro de cada uma das manchas deslocadas, para os requeridos cálculos dos Rf's.
- Identifique as manchas associadas ao *cis*-azobenzeno e ao *trans*-azobenzeno.

## PARTE II - IDENTIFICAÇÃO DOS COMPOSTOS BENZIDROL E BENZOFENONA

### Procedimentos

- Transfira uma pequena quantidade, uma pontinha de espátula, da substância contida no frasco marcado com o rótulo A para um frasco pequeno (béquer ou vidro de “penicilina”). Adicione três gotas de acetona para dissolver a substância. Aplique, em seguida, a solução em uma placa cromatográfica, de modo que o ponto de aplicação esteja mais próximo a uma das bordas laterais da placa. Reabasteça o capilar e faça uma segunda aplicação no mesmo ponto.
- Pegue um segundo frasco pequeno e, de modo semelhante, dissolva uma pequena quantidade da substância contida no frasco marcado com o rótulo B em uma pequena quantidade de acetona. Aplique a nova solução num ponto mais próximo à outra borda lateral da placa, de modo que os pontos de aplicação das substâncias A e B não fiquem muito juntos; uma separação de cerca de 1 cm é adequada.

- Verifique se o solvente a ser usado na eluição se encontra em cuba já preparada. Caso a cuba esteja seca, adicione o solvente de modo a encostar na fase estacionária e não tocar na substância aplicada. A presença de um pedaço de papel de filtro permite saturar de vapor a cuba.
- Introduza a placa na cuba de eluição, conforme Figura 7.3, tampe-a e deixe que o solvente suba até atingir uma altura correspondente a cerca de 1 cm abaixo da extremidade superior da placa. Remova a placa e marque a frente do eluente.
- Espere até a total evaporação do solvente, após introduzir a placa cromatográfica por 3 a 5 minutos numa estufa com uma temperatura apropriada e, então, introduza a placa numa cuba reveladora contendo iodo. Aguarde até que o iodo forme um complexo colorido na placa; isso permite uma boa visualização das manchas. Remova a placa, contorne as manchas com auxílio de material pontiagudo como um lápis, e faça as medidas das distâncias das posições das manchas para os respectivos cálculos dos Rf's.
- Associe as respectivas manchas produzidas pelo Benzidrol e a Benzofenona.



Terminados os experimentos, despreze o adsorvente, os capilares, bem como o eluente, em local indicado pelo tutor. As placas, após uma cuidadosa raspagem da camada de adsorvente, podem ser lavadas com água e sabão. Os vidrinhos (vidros de “penicilina”) devem ser lavados previamente com um pouco de acetona ou etanol, para remover os compostos orgânicos e, então, lavados com água e sabão. Não lave a cuba de eluição, apenas retorne o eluente para o frasco adequado.

### CONSIDERAÇÕES FINAIS

Ao final desta aula você deve ser capaz de:

- Conhecer as várias técnicas de cromatografia.

- Diferenciar compostos utilizando cromatografia em camada delgada.
- Entender o processo de fotoisomerização de azo-compostos.

- Qualquer dúvida, não hesite em procurar ajuda do tutor da disciplina.

## AUTOAVALIAÇÃO

1. Em que consiste a técnica CCD?
2. Em que situações a CCD pode ser utilizada como técnica de separação ou purificação? Justifique.
3. Consulte a bibliografia adequada e complete a tabela abaixo. (Dê uma legenda adequada para a tabela):

| Substância               | Estrutura | Polaridade<br>(ordem decrescente) | Rf |
|--------------------------|-----------|-----------------------------------|----|
| <i>Cis</i> -azobenzeno   |           |                                   |    |
| <i>Trans</i> -azobenzeno |           |                                   |    |
| Benzidrol                |           |                                   |    |
| Benzofenona              |           |                                   |    |

4. Qual azobenzeno foi utilizado na atividade da primeira parte desta aula? Justifique.
5. Qual isômero geométrico dos azobenzenos é o mais estável na ausência de luz? Por quê?
6. O que ocorreu com o azobenzeno durante a sua exposição pela luz? Escreva a(s) equação(ções) química(s) que descreve(m) a reação química correspondente ao processo.
7. Identifique as substâncias A e B estudadas.
8. Como a confirmação da identidade das substâncias A e B poderia ser feita utilizando CCD?

---

## ELABORAÇÃO DO RELATÓRIO TÉCNICO

---

Redija um relatório descrevendo os preparativos, as montagens, os desenvolvimentos e os resultados do experimento realizado nesta aula.

---

## BIBLIOGRAFIA RECOMENDADA

---

COLLINS, Carol H.; BRAGA, Gilberto L. *Introdução a métodos cromatográficos*. Campinas: Editora Unicamp, 1987.

SHRINER, R. L.; FUSON, R. C.; CUTIN, D. Y. *Identificação sistemática dos compostos orgânicos: manual de laboratório*. 6. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1983.

STAHL, E. *Thin-Layer Chromatography: A Laboratory Handbook*. 2<sup>nd</sup>, 6<sup>th</sup> rep. da New York: Springer-Verlag, 1990.

SOLOMONS, T.W.G.; FRYHLE, C. B. *Química orgânica*. 8. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2005. v. 1.

SOLOMONS, T. W. G.; FRYHLE, C. B. *Química orgânica*. 8. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2006. v. 2.

## SOBRE AS AUTORAS

---

*Grácia Divina de Fátima Silva*, doutora em Ciências, é professora do Departamento de Química da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG). Coordena o Núcleo de Estudo de Plantas Medicinais (NEPLAM), onde atua como orientadora de estudantes em estágio, de iniciação científica, mestrado e doutorado. Publicou vários artigos em periódicos nacionais e internacionais na área de Química.

*Lucienir Pains Duarte*, doutora em Ciências, é professora do Departamento de Química da UFMG e subcoordenadora do NEPLAM. Orienta estudantes em estágio, de iniciação científica, mestrado e doutorado. Publicou vários artigos em periódicos nacionais e internacionais na área de Química.





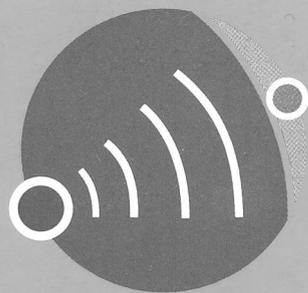
Para obter mais  
informações sobre  
outros títulos da  
EDITORA UFMG,  
visite o site

[www.editora.ufmg.br](http://www.editora.ufmg.br)

A presente edição foi composta pela Editora UFMG, em caracteres Chaparral Pro e Optma Std, e impressa pela Imprensa Universitária, em sistema offset, papel offset 90g (miolo) e cartão supremo 250g (capa), em abril de 2009.



ISBN 978-85-7041-718-3



CENTRO DE APOIO  
À EDUCAÇÃO A  
DISTÂNCIA UFMG

**PRÓ-REITORIA DE GRADUAÇÃO**  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

Secretaria de Educação a Distância  
Ministério da Educação

