

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MARINGÁ

CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS

DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

QUÍMICA ORGÂNICA EXPERIMENTAL I

Maringá

BIBLIOGRAFIA

Barros Neto, Benício de. **Planejamento e Otimização de Experimentos**. 2ª ed. Campinas. Ed. UNICAMP, 1996.

CRC Handbook of Chemistry and Physics on CD-ROM. Boca Raton: Chaman & Hall., 2002.

CRC Handbook of Laboratory Safety. 5th. Boca Raton: CRC, 2000.

Harwood, Laurence M., Moody, Christopher J. **Experimental Orgânica Chemistry: Principles and Practice**. /Osney Mead/ : Blackwell Science, 1996.

Mayo, Dana W. Pike, Ronald M., Trumper, Peter K. **Microscale Orgânica Laboratory: with Multistep and Multiscale Syntheses**. 3. ed. New York: John Willey, 1994.

Pavia, Donald L., Lampman Gary M., Kriz, George L., Engel, Randall. G. **Introduction to Organic Laboratory Techniques: A microscale Approach**. 3. ed. Saunders College: Harcourt Brace College, 1999.

The Merck Index: An Enciclopedia of Chemical, Drugs, and Biologicals. 13. ed. New Jersey: Merck, 2001.

Vogel, Arthur I. **Química Orgânica: Análise Qualitativa**. Rio de Janeiro, ao Livro Técnico, 1983.

Vogel, Arthur I. **Vogel's Textbook of Practical Orgânica Chemistry**. 5. Ed. Edinburgh Gate, Harlow: Addison Wesley Longman, 1996.

Williamson, Kennet L. **Macroscale and Microscale: Orgânica Experiments**. 3. Ed. Boston: Houghton Mifflin Co., 1999.

AVALIAÇÃO

Serão realizadas 2 (duas) Avaliações bimestrais, sendo a média final, a média aritmética simples das duas notas

1ª NOTA PERIÓDICA

Prova escrita (70%) e Relatórios (30%).

2ª NOTA PERIÓDICA

Prova escrita (70%) e Relatórios (30%).

AVALIAÇÃO FINAL:

Avaliação escrita sobre o conteúdo ministrado durante o semestre.

RELATÓRIOS: Os relatórios deverão ser entregues 1 (uma) semana depois de realizado o trabalho prático.

ORGANIZAÇÃO DO RELATÓRIO

CAPA: Nome da instituição, nome do professor, título do experimento, nome dos componentes da equipe.

ÍNDICE: Enumeração das principais divisões e sub-divisões do relatório.

CONTEÚDO DO RELATÓRIO

1. TÍTULO: Título da experiência executada

2. INTRODUÇÃO: Discutir os fundamentos teóricos envolvidos, com destaque aos itens mais importantes para o correto entendimento e interpretação dos resultados na prática. Colocar um sub-item com informações sobre propriedades (PE, PF, densidade, solubilidade), toxicidade e emprego dos principais reagentes/substâncias empregados na prática.

3. OBJETIVOS: Os objetivos gerais visam introduzir ao aluno as técnicas básicas de trabalho experimental, fazer com que haja correlação entre os conceitos discutidos em sala de aula e o trabalho de laboratório. Os objetivos específicos referem-se à experiência em questão.

4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL: Descrever de forma resumida o que foi realizado na prática, com descrição de equipamentos e montagens (com figuras). Deve-se notar que não basta copiar o procedimento experimental contido no material referente à experiência, pois sempre existem diferenças de técnica, aparelhagem, montagem ou outras.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO: Mostrar os resultados/observações coletados bem como os cálculos executados. Os dados podem também ser apresentados na forma de tabelas ou gráficos, quando pertinente. Os resultados obtidos devem ser discutidos e confrontados com os valores esperados ou disponíveis na literatura. Eventuais discrepâncias devem ser discutidas, bem como as possíveis fontes de erros.

6. CONCLUSÃO

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS: Mencionar as fontes bibliográficas consultadas. As citações bibliográficas devem ser padronizadas e conter: Nome dos autores, Título do Livro ou Artigo consultado, Edição, Editora, Volume, Páginas, Ano.

SEGURANÇA NO LABORATÓRIO

RISCOS MAIS COMUNS

Uso de substâncias TÓXICAS, CORROSIVAS, INFLAMÁVEIS, EXPLOSIVAS, VOLÁTEIS; Manuseio de material de vidro; Trabalho a temperaturas elevadas; Uso de chama; Uso de eletricidade.

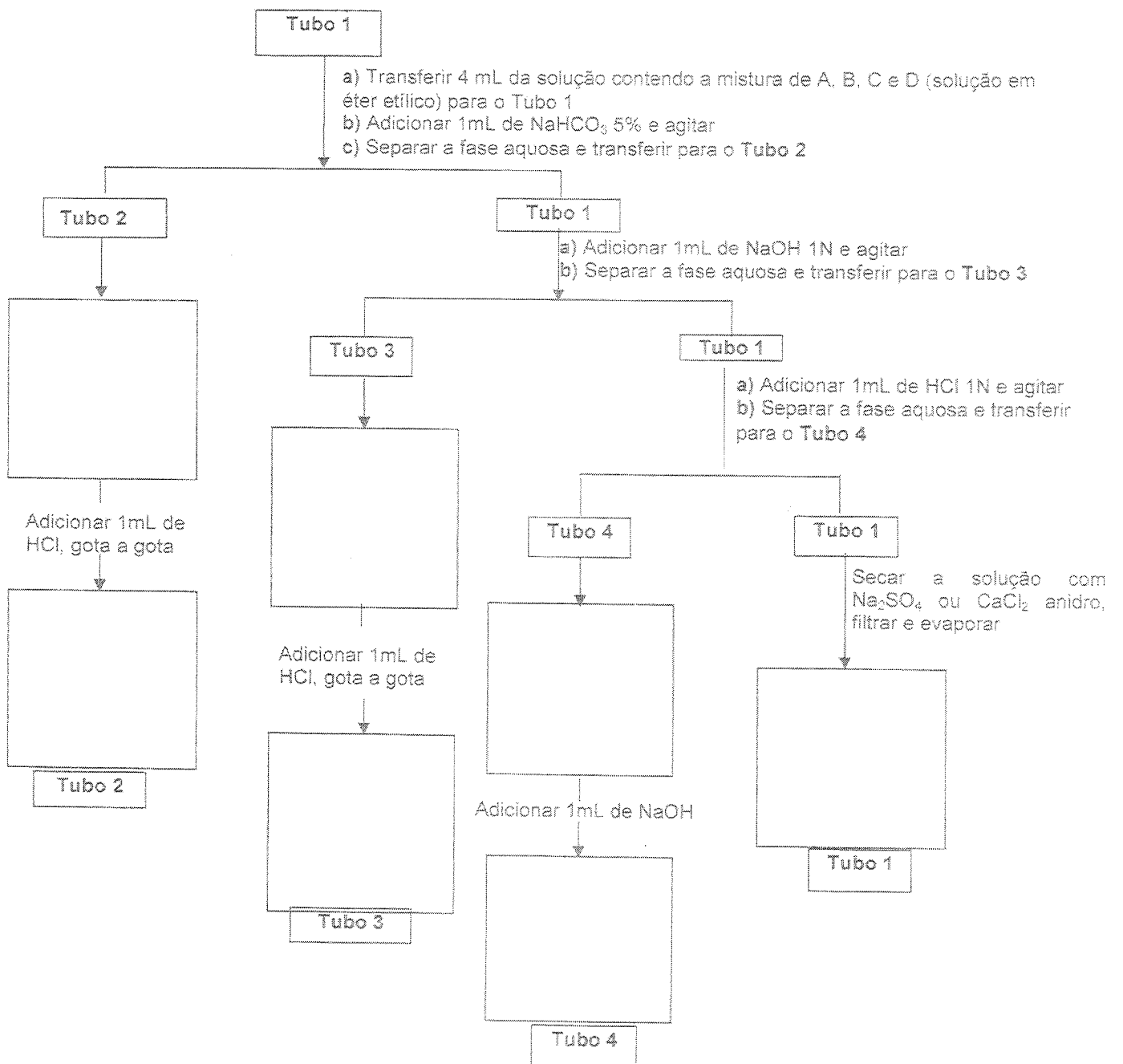
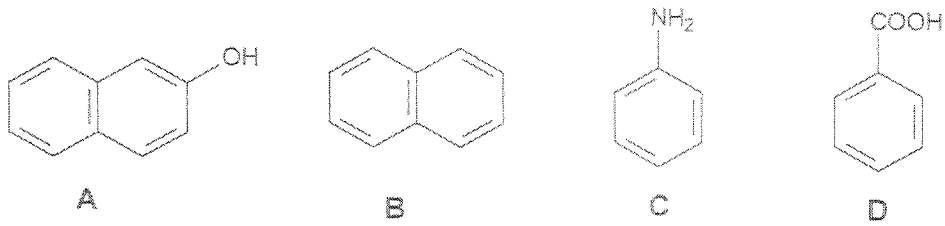
INSTRUÇÕES GERAIS PARA O TRABALHO NO LABORATÓRIO

Certificar-se da localização das saídas de emergência, extintores dentro do laboratório, bem como da balde de areia, conjuntos de primeiros socorros e cobertor.

Preparar-se para realizar cada experiência, lendo antes os conceitos referentes ao experimento e a seguir ler o roteiro da experiência.

- Usar um avental recomendado.
- Não comer ou beber no laboratório.
- Não tocar os produtos químicos com as mãos, a menos que o professor os recomende.
- Nunca provar uma substância ou solução. Para sentir o odor de uma substância, não colocar o rosto diretamente sobre o recipiente. Em vez disso, com a mão trazer um pouco de vapor até o nariz.
- Manter a bancada limpa e arrumada, contendo exclusivamente o que for essencial para a execução do trabalho;
- Não deixar vidro quente em lugar em que possam pegá-lo inadvertidamente. Deixar qualquer peça esfriar durante bastante tempo.
- Ter cuidado com reagentes inflamáveis. Lembre-se que a maioria dos solventes orgânicos são inflamáveis. Não manipular e nem deixar frascos próximos ao fogo.
- Utilizar materiais que possam garantir maior segurança no trabalho, tais como, pinça, luvas, óculos, etc...
- Jogar todos os sólidos e pedaços de papel usados em frasco ou cesto para isto destinados. Não jogar nas pias, fósforo, papel de filtro, ou qualquer sólido ainda que ligeiramente solúvel.
- Não jogar solventes na pia. Estes devem ser guardados em recipientes apropriados.
- Guardar o material de vidro quebrado ou rachado num recipiente próprio e nunca no lixo.
- Ler com atenção o rótulo de qualquer frasco de reagente ou solvente antes de usá-los. Segurar o frasco pelo lado que contém o rótulo para evitar que o reagente escorra sobre este.
- Não recolocar no frasco uma droga não usada.
- Fechar todos os frascos contendo reagentes imediatamente após o seu uso;
- Nunca aquecer sistemas completamente fechados;
- Pipetar sempre os reagentes usando pipetadores apropriados;
- Não evaporar solventes para a atmosfera, a evaporação destes deve ser feita na capela;
- Ao introduzir tubos de vidro em rolhas, umedeça-os convenientemente e enrole a peça de vidro numa toalha para proteger as mãos.
- Ao término do trabalho experimental, lavar todo o material utilizado, deixando-o na ordem em que encontrou. Conservar limpo seu equipamento e sua mesa.
- Ao se retirar do laboratório, verifique se não há torneiras (água ou gás) abertas. Desligue todos os aparelhos, deixe todo o equipamento limpo e lave as mãos.

EXPERIMENTO 1: EXTRAÇÃO ÁCIDO-BASE





EXPERIMENTO 2

DETERMINAÇÃO DO PONTO DE FUSÃO E EBULIÇÃO

2.1 Determinação do Ponto de Fusão: Calibração de Termômetro

Materiais

- ✓ Termômetro
- ✓ Tubo de Thiele
- ✓ Capilares
- ✓ Óleo Mineral ou Glicerina

Reagentes

- ✓ nitrobenzeno
- ✓ m-dinitrobenzeno
- ✓ Ácido benzóico
- ✓ Ácido p-aminobenzóico
- ✓ Ácido cinâmico

Procedimento

Colocar em um capilar, uma pequena quantidade da amostra. Fixar o capilar a um termômetro com auxílio de um elástico, colocar o conjunto (capilar + termômetro) em um tubo de Thiele contendo o líquido banho (glicerina). Aquecer com bico de Bunsen, observar e anotar as temperaturas do início e do fim de fusão. O aquecimento na faixa de fusão deve ser lento (aproximadamente 1°C/min) Repetir a operação pelo menos 3 vezes. Com os dados obtidos, construir uma curva de calibração (valores encontrados *versus* os valores reais).

2.2 Determinação do ponto de ebulição

Substâncias: hexano, acetato de etila e álcool isopentílico

Procedimento

Colocar uma pequena quantidade da amostra em um tubo de ensaio (5 x 50 mm) e mergulhar neste, um capilar com uma das extremidades fechada, a qual deve permanecer para cima. Fixar o tubo de ensaio ao termômetro com o auxílio de um elástico e colocar o conjunto em um tubo de Thiele contendo o líquido banho adequado. Aquecer e observar o aparecimento de bolhas que escapam do capilar e percorrem o líquido. Quando o fluxo de bolhas ficar contínuo, afastar a chama. Observar que as bolhas cessarão e o líquido começará a adentrar no capilar. Anotar essa temperatura (temperatura de início da ebulição). Aquecer novamente e observar o líquido sair do capilar, anotar a temperatura, essa é a temperatura final da ebulição. Repetir a operação pelo menos 3 vezes.

EXPERIMENTO 3

REAÇÃO DE CANNIZZARO – PURIFICAÇÃO DE COMPOSTOS ORGÂNICOS

Dados:

Benzaldeído: PE=178°C

Álcool benzílico: PE=205°C

Éter etílico: d=0,71 g/ml

Ácido benzóico: PF=122°C

Parte I - Tratamento do benzaldeído com solução de NaOH 20%

Em um balão de Claisen de 250 mL, adicionar 30 mL de solução de NaOH 20% a 10 mL de benzaldeído e algumas pedras de porcelana.

Montar a aparelhagem conforme fig. 13 do livro do kit, e refluxar a mistura reacional durante 60 minutos. Esfriar a mistura e transferir para um funil de separação. Extrair o álcool benzílico com éter etílico (3 x 12 mL). Em um frasco (A) contendo CaCl₂, guardar as frações orgânicas (álcool benzílico + éter etílico). Em um frasco (B) a fase aquosa que contém o benzoato de sódio.

Parte II - Precipitação do ácido benzóico e sua purificação

Transferir a fase aquosa para um béquer de 250 mL e adicionar HCl concentrado até reação ácido ao papel tornassol (precipita o ácido benzóico). Esfriar e filtrar em funil de Büchner, lavando o precipitado com água destilada. Dissolver o precipitado em água fervente, adicionar carvão ativo, filtrar à quente e deixar cristalizar. Filtrar novamente à vácuo, sob papel de filtro pesado e dessecar.

Parte III - Destilação do álcool benzílico

Transferir a fase orgânica para um balão de 250 mL. Montar a aparelhagem conforme fig. 04 do kit, e destilar inicialmente o éter etílico coletando o destilado na faixa de 35-40°C. Destilar o álcool benzílico à vácuo na faixa de 205°C. Verificar o volume destilado e guardar em um frasco.

Parte IV - Determinação do Ponto de Fusão do ácido benzóico

Colocar em um capilar, uma pequena quantidade da amostra. Ligar o capilar a um termômetro com auxílio de um elástico, colocar o conjunto (capilar + termômetro) em um tubo de Thiele contendo o líquido banho (glicerina). Aquecer com bico de Bunsen, observar e anotar as temperaturas do início e do fim de fusão. O aquecimento na faixa de fusão deve ser lento (aproximadamente 1°C/min). Comparar com a literatura. Repetir a operação pelo menos 3 vezes.

Parte V - Determinação do Ponto de Ebulição do álcool benzílico

Colocar uma pequena quantidade da amostra em um tubo de ensaio (5 x 50 mm) e mergulhar neste, um capilar com uma das extremidades fechada, a qual deve permanecer para cima. Ligar o tubo de ensaio ao termômetro com o auxílio de um elástico e colocar o conjunto em um tubo de Thiele contendo o líquido banho adequado. Aquecer e observar o aparecimento de bolhas que escapam do capilar e percorrem o líquido. Quando o fluxo de bolhas ficar contínuo, afastar a chama. Observar que as bolhas cessarão e o líquido começará a adentrar no capilar. Anotar essa temperatura, é a temperatura de início da ebulição. Aquecer novamente e observar o líquido sair do capilar, anotar a temperatura, essa é a temperatura final da ebulição. Comparar com a primeira. Repetir a operação pelo menos 3 vezes.

EXPERIMENTO 4

ISOLAMENTO DA CAFEÍNA DO CHÁ

1. Colocar 10 g de folhas moídas de chá em um béquer de 250 mL.
2. Adicionar 100 mL de uma solução aquosa de Na_2CO_3 4%.
3. Aquecer a mistura à ebulição suave por 10 minutos.
4. Filtrar a solução ainda quente, e esfriar o filtrado à temperatura ambiente.
5. Transferir o filtrado para um funil de separação e extrair com 15 mL de clorofórmio (ATENÇÃO: agite cautelosamente para que não ocorra emulsão).
6. Separar a fase orgânica (camada inferior) em um erlenmeyer de 25 mL.
7. Repetir a extração com mais 15 mL de clorofórmio. Recolher a fase orgânica no erlenmeyer juntamente com a anterior.
8. Adicionar Na_2SO_4 anidro à fase orgânica e filtrar em um balão de fundo redondo de 50 mL.
9. Eliminar o solvente (clorofórmio) através de destilação utilizando um sistema de destilação em micro-escala ou em evaporador rotativo.
10. Após eliminação total do solvente, dissolver o resíduo em acetona à quente (utilize banho maria).
11. Verter a solução em um tubo de ensaio e adicionar algumas gotas de éter de petróleo até a precipitação da cafeína.
12. Filtrar, solubilizar em CHCl_3 uma amostra de cafeína recristalizada para análise em CCD.
13. Com auxílio de capilar, aplicar as amostras a serem analisadas por CCD na placa.
14. Colocar a placa para a corrida cromatográfica em cuba com $\text{CHCl}_3:\text{MeOH} - 97:3$.
15. Observar e marcar as fluorescências observadas pela irradiação de luz UV.
16. Aplicar revelador específico de alcalóide "Dragendorff".

EXPERIMENTO 5:

SEPARAÇÃO DE PRODUTOS NATURAIS POR TÉCNICAS CROMATOGRÁFICAS

Preparação do extrato

Colocar eem um béquer 15-25 folhas de espinafre cortadas em pedaços e 30 mL de uma mistura de 20:10 mL hexano/acetona e triturar bem as folhas.

Filtrar o extrato, transferir o filtrado para um funil de separação e adicionar 10 mL de água. Agitar lentamente o funil, pois a agitação brusca pode causar a formação de emulsão. Separar e descartar a fase aquosa. Repetir esta operação mais uma vez, sempre descartando a fase aquosa.

Transferir a solução de pigmentos para um erlenmeyer e adicionar sulfato de sódio anidro. Filtrar a solução em um balão de fundo redondo e evaporar o solvente (filtrado) em evaporador rotativo.

Desenvolvimento do cromatograma

Aplicar com um capilar a solução de pigmentos sobre uma placa de sílica a aproximadamente 1,0 cm de uma das extremidades. Deixar o solvente evaporar.

Preparar uma cuba com 5 mL de clorofórmio e colocar cuidadosamente a placa na cuba, evitando que o ponto de aplicação da amostra mergulhe no solvente. Ao final da corrida, remover a placa e marcar a frente do solvente (linha de chegada da fase móvel). Deixar secar ao ar e observar o número de manchas coloridas. Copiar a placa com as substâncias separadas (cromatograma), obedecendo fielmente a distância entre o ponto de aplicação e a frente do solvente, bem como a distância percorrida por cada substância, iniciando pelo ponto de aplicação até o centro de maior concentração da mancha.

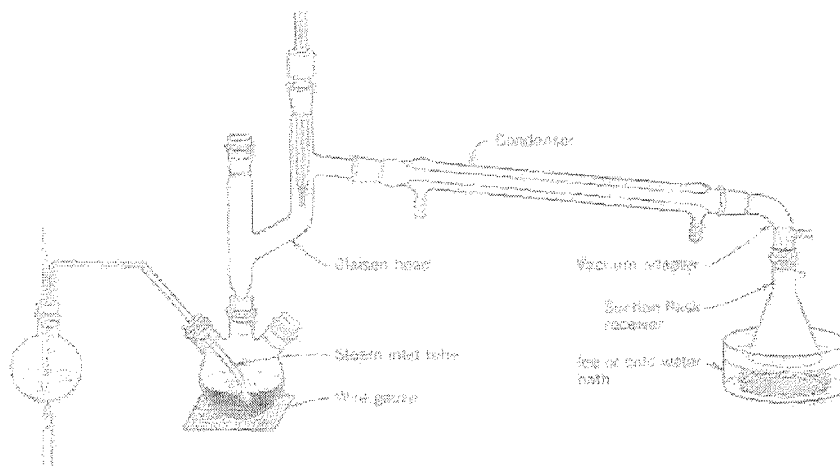
Preparar uma nova cuba usando como eluente uma mistura de CHCl_3 e acetona (9:1). Efetuar um novo desenvolvimento da placa, tendo o cuidado de não deixar que a frente do solvente atinja a mancha amarela de maior fator de retenção (R_f), obtida na primeira eluição. Copiar o cromatograma.

Observação: *As manchas observadas no cromatograma, são normalmente identificadas, em ordem decrescente de valores de R_f , como carotenos (duas manchas laranja), as xantofilas (quatro manchas amarela) clorofila a (azul esverdeada) e clorofila b (verde).*

EXPERIMENTO 6: DESTILAÇÃO POR ARRASTE A VAPOR

1. Em um balão de 250 mL transferir 20-40 g do material vegetal (flores de camomila, cravinho, erva doce, canela em pau ou cascas de laranja), adicionar pedras de porcelana e água destilada até um terço de sua capacidade.
2. Montar a aparelhagem para destilação à vapor (Figura 01, Fonte: <http://www.qmc.ufsc.br/organica/2>).
3. Aquecer o balão (500 mL) gerador de vapor previamente preparado, colocando água até dois terços de sua capacidade e adicionando pedras de porcelana. Manter aquecido, com o uso de uma manta, o balão de destilação mesmo depois que começar a passar o destilado. Usar chama pequena.
4. Recolher em erlenmeyer a mistura destilada e interromper a destilação quando cessar a extração do óleo essencial (quando destilar somente a água).
5. Terminada a destilação, tirar a rolha do gerador de vapor e desconectar o balão de destilação.
6. Transferir o destilado para um funil de separação e recolher a camada de óleo em frasco tarado. Pesar e determinar o rendimento. (Guardar o óleo obtido para análise em CCD, próxima aula, Métodos Cromatográfico).

Observação: Caso não haja formação bem definida da camada de óleo, extrair três vezes com diclorometano. Reunir as fases orgânicas em erlenmeyer de 125 mL. Adicionar sulfato de sódio anidro, agitar, esperar alguns minutos e filtrar. Recolher o filtrado em balão de fundo redondo de 125 mL. Remover o diclorometano em evaporador rotativo, sem aquecer o banho. Transferir para frasco tarado. Pesar e determinar o rendimento.



EXPERIMENTO 7: REAÇÃO DE SUBSTITUIÇÃO NUCLEOFÍLICA:

Parte I: PREPARAÇÃO DO CLORETO DE *t*-BUTILA

Reagentes: ácido clorídrico concentrado, Álcool *t*-butílico; Solução alcoólica de AgNO_3 a 5%; Solução de bicarbonato de sódio a 5%; Sulfato de sódio anidro ou Cloreto de cálcio.

Procedimento

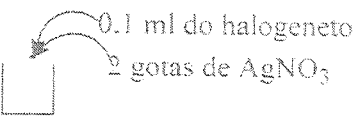
Em um erlenmeyer colocar 10 mL de álcool *t*-butílico e resfriar em banho de gelo a 5°C . Adicionar vagarosamente com agitação constante 28 mL de ácido clorídrico concentrado. Transferir cuidadosamente a mistura reacional para funil de separação. Tampe o funil e inverta-o cuidadosamente. Agitar vagarosamente a mistura do funil de separação. Durante a agitação do funil, abra a torneira para liberar a pressão. Agite o funil durante dois a três minutos, abrindo-a ocasionalmente (para escape). Deixe o funil em repouso (30 minutos) até completa separação das fases. Separe as duas fases. Descarte a fase ácida (inferior). Lavar a fase orgânica com 4mL de bicarbonato de sódio a 5% e a seguir com 4mL água, descartando a fase aquosa. Transfira a fase orgânica para um béquer pequeno seco e adicione sulfato de sódio. Decante o material límpido para um frasco seco.

Transferir para balão de fundo redondo de micro-destilação, adicionar pedras de porcelana e destilar o cloreto de *terc*-butila usando banho-maria. Colete a fração entre $49-51^\circ\text{C}$, contendo o haleto de alquila, em um recipiente com banho de gelo.

Obs.: Não aquecer demais, pois a destilação é rápida!

Teste de Confirmação:

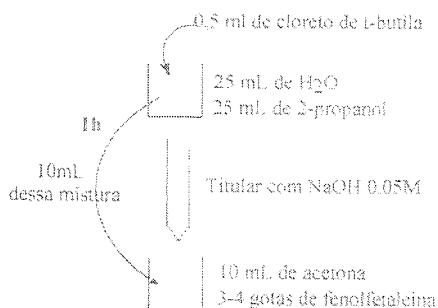
Agitar em um tubo de ensaio, 0,1 mL de halogeneto com duas gotas de solução alcólica de nitrato de prata (se necessário aquecer em banho Maria).. O aparecimento do precipitado branco indica a presença do cloreto de *t*-butila.


Precipitado branco

Parte II: EFEITO DO SOLVENTE NA HIDRÓLISE DE CLORETO DE T-BUTILA

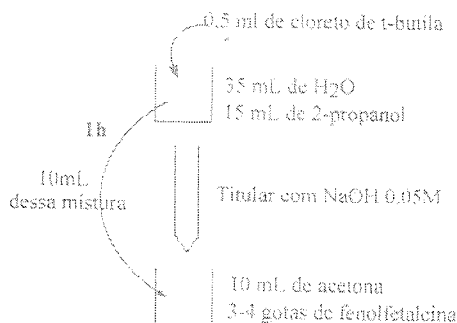
A) Efeito do solvente água/2-propanol (1:1) na hidrólise do cloreto de t-butila

- 1- Preparar em um Erlenmeyer de 50 mL, uma solução com 25 mL de água e 25 mL de 2-propanol. Em seguida adicione 0,5 mL de cloreto de t-butila (Este será o tempo zero) e deixar reagir por 1 hora.
- 2- Após o período de 1 hora, colete uma alíquota de 10,0 mL da mistura reacional e adicione ao Erlenmeyer contendo 10 mL de acetona e 3-4 gotas de fenolfetaleína e titule com solução de NaOH 0,05 M.



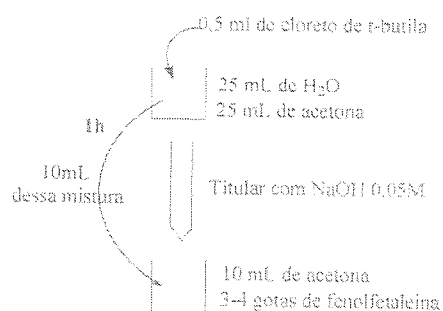
B) Efeito do solvente água/2-propanol (7:3) na hidrólise do cloreto de t-butila

1. Preparar em um Erlenmeyer de 50 mL, uma solução com 35 mL de água e 15 mL de 2-propanol. Em seguida adicione 0,5 mL de cloreto de t-butila (Este será o tempo zero) e deixar reagir por 1 hora.
2. Após o período de 1 hora, colete uma alíquota de 10,0 mL da mistura reacional e adicione ao Erlenmeyer contendo 10 mL de 2-acetona e 3-4 gotas de fenolfetaleína e titule com solução de NaOH 0,05 M.



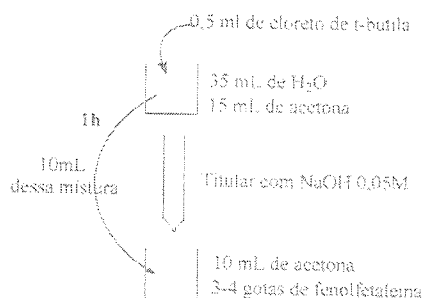
C) Efeito do solvente água/acetona (1:1) na hidrólise do cloreto de t-butila

1. Preparar em um Erlenmeyer de 50 mL, uma solução com 25 mL de água e 25 mL de acetona. Em seguida adicione 0,5 mL de cloreto de t-butila (Este será o tempo zero) e deixar reagir por 1 hora.
2. Após o período de 1 hora, colete uma alíquota de 10,0 mL da mistura reacional e adicione ao Erlenmeyer contendo 10 mL de acetona e 3-4 gotas de fenolfetaleína e titule com solução de NaOH 0,05 M.



D) Efeito do solvente água/acetona (3:7) na hidrólise do cloreto de t-butila

1. Preparar em um Erlenmeyer de 50 mL, uma solução com 15 mL de água e 35 mL de acetona. Em seguida adicione 0,5 mL de cloreto de t-butila (Este será o tempo zero) e deixar reagir por 1 hora.
2. Após o período de 1 hora, colete uma alíquota de 10,0 mL da mistura reacional e adicione ao Erlenmeyer contendo 10 mL de acetona e 3-4 gotas de fenolfetaleína e titule com solução de NaOH 0,05 M.



EXPERIMENTO 8: SÍNTESE DO CICLOEXENO

Reagentes: cicloexanol; ácido sulfúrico concentrado; solução saturada de cloreto de sódio; solução aquosa de carbonato de sódio a 10%; cloreto de cálcio anidro.

Procedimento.

Em um balão de 50 mL, colocar 10 mL de cicloexanol, 1,0 mL de ácido sulfúrico concentrado e algumas pedras de porcelana. Agitar bem e adaptar uma aparelhagem para microdestilação. Usar um frasco coletor imerso em banho de gelo. Aquecer suavemente o balão, até que permaneça no balão um pequeno resíduo. Durante o aquecimento, manter a temperatura de destilado abaixo de 100°C.

Adicionar ao destilado cerca de 2,0 mL de solução aquosa saturada de cloreto de sódio e 2,0 mL de solução aquosa de carbonato de sódio 10% e transferir a mistura para um funil de separação. Separar a camada aquosa (de cima) e verter o produto sobre cloreto de cálcio anidro contido em um frasco. Agitar bem, decantar o produto seco para um balão de capacidade apropriada e destilar o ciclohexeno, coletando a fração entre 80 a 85°C.

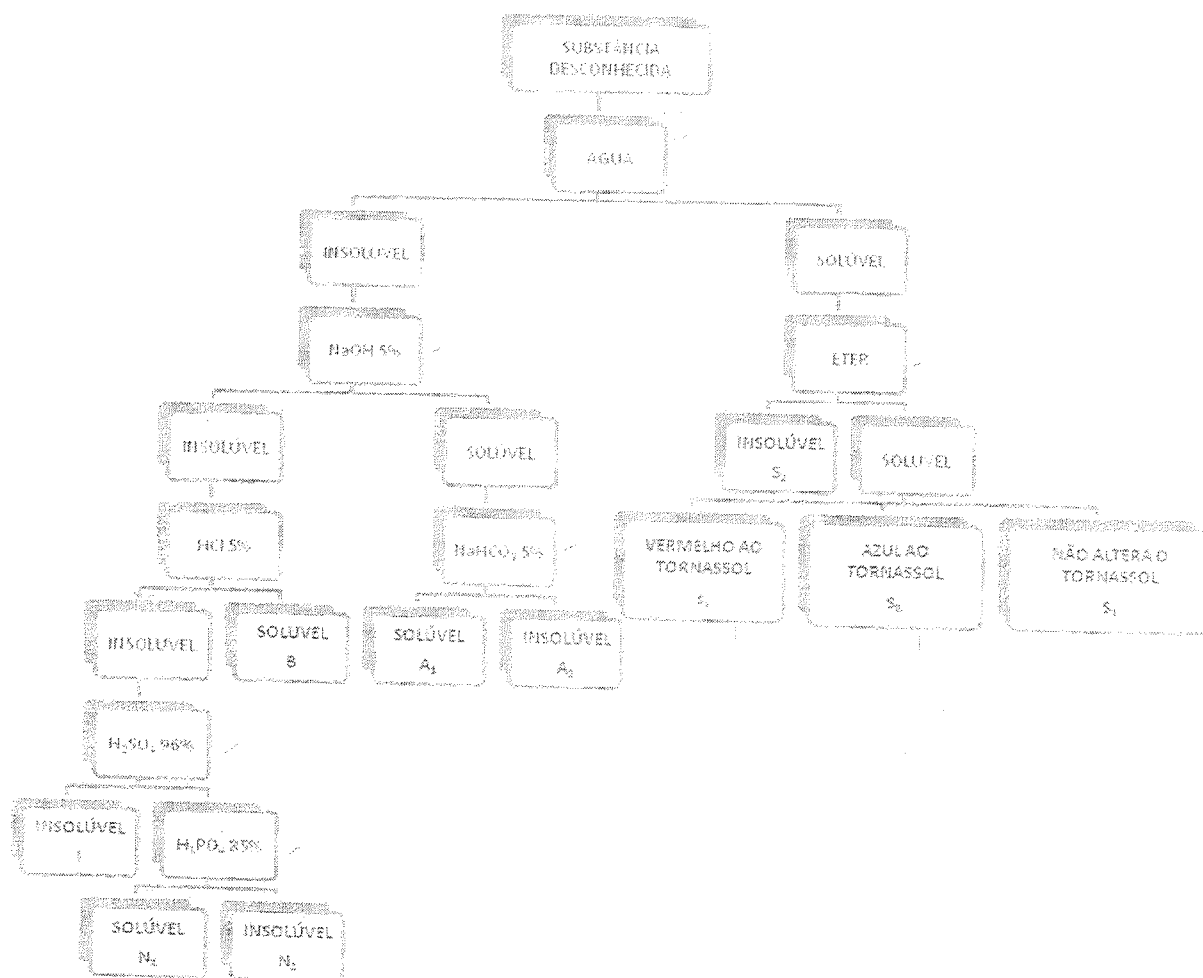
Reações de caracterização:

1. Dissolver, em um tubo de ensaio, algumas gotas de cicloexeno e CCl_4 , e adicionar gota a gota sob agitação, uma solução a 20% de bromo em ácido acético. Contar o número de gotas necessárias para haver persistência da cor. Registrar suas observações e justificar.
2. Em um tubo de ensaio, contendo algumas gotas de cicloexeno, adicionar sob agitação, gota a gota uma solução de permanganato de potássio 5%. Contar o número de gotas necessárias para haver persistência da cor. Registrar suas observações e justificar.

EXPERIMENTO 09:

CLASSIFICAÇÃO DE COMPOSTOS ORGÂNICOS ATRAVÉS DA SOLUBILIDADE.

Amostras: anilina, benzaldeído, naftol, naftaleno, etanodiol (etilenoglicol) e ácido propiônico



Procedimento Experimental

1. Testar a solubilidade das amostras A, B, C, D e E seguindo o roteiro apresentado no Esquema 1, ou seja, realizar o primeiro teste com água, caso a substância seja solúvel em água, testar com éter etílico, caso seja insolúvel em água, testar com hidróxido de sódio 5% e assim por diante. Realizar os testes para cada amostra separadamente.
2. Inicialmente adicionar 2,0 mL do solvente em um tubo de ensaio. No caso dos ácidos e bases adicionar apenas 1 mL (redução de resíduos).
3. Adicionar duas a três gotas do líquido (ou alguns cristais do sólido) desconhecido.

Tabela Solubilidade Org I

Bancadas:

espátula precipitada pipeta 2ml

A
B
C
D
E
F
H₂SO₄
H₃PO₄
éter

Capela:

H₂SO₄
conc
H₃PO₄
conc
éter
etilico

Reativos e bancas:

Água, Éter
 H₂SO₄, H₃PO₄

Béquero e pipeta 2ml

diretamente no solvente. (Atenção não adicionar grande quantidade de amostra porque a análise visual poderá ser comprometida).

4. Agitar cuidadosamente durante alguns minutos, acompanhando visualmente o comportamento do sistema.
5. Se houver dissolução completa da amostra, o composto será considerado solúvel no solvente de teste.
6. Se a amostra dissolver em água, o pH deverá ser medido com papel indicador

Sugestão: Prepare antecipadamente uma tabela para anotar os resultados.

Atenção: O ácido clorídrico e o hidróxido de sódio são corrosivos. O ácido sulfúrico e o ácido fosfórico concentrado provocam queimaduras quando em contato com a pele.

Tabela 1. Compostos orgânicos relacionados às classes de solubilidade.

S ₂	Sais de ácidos orgânicos, hidrocloreto de amina, aminoácidos, compostos polifuncionais (carboidratos, poliálcoois, ácidos, etc.).
S _a	Ácidos monocarboxílicos, com cinco átomos de Carbono ou menos, ácidos arenossulfônicos.
S _B	Aminas monofuncionais com seis átomos de carbono ou menos.
S ₁	Alcoóis, aldeídos, cetonas, ésteres, nitrilas e amidas monofuncionais com cinco átomos de carbono ou menos.
A ₁	Ácidos orgânicos fortes: ácidos carboxílicos, fenóis com grupos eletrofilicos em posições orto e para, β-dicetonas.
A ₂	Ácidos orgânicos fracos: fenóis, enóis, oximas, imidas, sulfonamidas, tiofenóis com mais de cinco átomos de carbono, β-dicetonas, compostos nitro com hidrogênio em α, sulfonamidas.
B	Aminas aromáticas com oito ou mais carbonos, anilinas e alguns oxietéres.
MN	Diversos compostos neutros de nitrogênio ou enxofre Contendo mais de cinco átomos de carbono.
N ₁	Alcoóis, aldeídos, metil cetonas, cetonas cíclicas e ésteres contendo somente um grupo funcional; éteres com menos de oito átomos de carbono; epóxidos.
N ₂	Alcenos, alcinos, éteres, alguns compostos aromáticos (com grupos ativantes) e cetonas (além das citadas em N ₁).
I	Hidrocarbonetos saturados, alcanos halogenados, haletos de arila, éteres diarílicos, compostos aromáticos desativados.

Obs.: Os haletos e anidridos de ácido não foram incluídos devido à alta reatividade.

EXPERIMENTO 10: REAÇÕES DE CARACTERIZAÇÃO DE ÓLEOS E GORDURAS SATURADOS E INSATURADOS

Materiais:

- ✓ Tubos de ensaio
- ✓ Béquer de 250ml
- ✓ Estante de tubos
- ✓ Solução de I_2 em tetracloreto de carbono 1% m/V

Reagentes

- ✓ Óleo de coco
- ✓ Óleo de soja
- ✓ Óleo de arroz
- ✓ Gordura de noz moscada
- ✓ Óleo de girassol
- ✓ Óleo de canola
- ✓ Óleo de milho
- ✓ Óleo de algodão

Procedimento

Em tubos de ensaio limpos, secos e identificados com o nome dos óleos, adicionar 2 mL de cada uma das variedades de óleo ou gordura; depois, acrescentar a cada um dos tubos 1 mL da solução de I_2 1% em CCl_4 e agitar para homogeneizar a mistura. Colocar os tubos dentro de um béquer contendo água e aquecer em banho-maria até $40^\circ C$.

Registrar o tempo necessário para descorar a solução de iodo e anotar a seqüência com que ocorre o descoramento.