

# **ROTEIRO DE PRÁTICAS**

## **ORGÂNICA EXPERIMENTAL II**

**INSTITUTO DE QUÍMICA – UFRN**

**2018.1**

**Aluno:**



## Experimento 1 – Propriedades Físicas e Químicas de Alcoóis

### Objetivo

Observar propriedades físicas (solubilidade e ponto de ebulição) e químicas (reatividade) para diferentes tipos de alcoóis.

### Conceitos e habilidades abordados neste experimento

Polaridade de moléculas e interações intermoleculares

Solubilidade e ponto de ebulição de compostos orgânicos

Mecanismo  $S_N1$ , reações de oxidação e acidez de alcoóis

### Referências para estudo complementar

VOLLHARDT, K. Peter C.; SCHORE, Neil E. *Química Orgânica: estrutura e função*. 4.ed. Porto Alegre: Bookman, 2004. 1112p. (p.259-307)

### Introdução

Os alcoóis são compostos orgânicos que contêm o grupo funcional hidroxila (OH), possuindo fórmula geral R-OH, em que R é um grupo substituinte alquila. Os alcoóis podem ainda ser classificados em primários, secundários ou terciários, quando o grupo hidroxila encontra-se ligado a carbonos primários, secundários ou terciários, respectivamente.

### Propriedades físicas de alcoóis

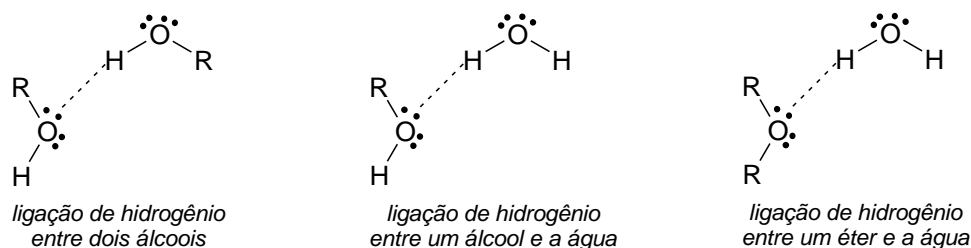
A presença da ligação O-H faz com que os alcoóis, à semelhança com a água, sejam capazes de formar interações intermoleculares do tipo **ligação de hidrogênio**, que é o tipo mais forte de interação intermolecular. Como o ponto de ebulição de um composto orgânico depende fundamentalmente de sua massa molar e do tipo de interação intermolecular que é capaz de realizar, é de se esperar que os alcoóis apresentem um alto ponto de ebulição. De fato, se compararmos o ponto de ebulição de alcoóis, éteres e hidrocarbonetos com massa semelhante, como mostrado na **Tabela 1**, fica evidenciado que quanto mais forte o tipo de interação intermolecular, maior o ponto de ebulição do composto.

**Tabela 1** – Comparação entre o ponto de ebulição de alcoóis, éteres e alcanos

Composto	Peso molecular	Função orgânica	Interação intermolecular	Ponto de ebulição
CH <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	44,09 g/mol	Alcano	Van der Waals	-44,5 °C
CH <sub>3</sub> -O-CH <sub>3</sub>	46,07 g/mol	Éter	Dipolo-dipolo	-24,0 °C
CH <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub> -OH	46,07 g/mol	Álcool	Ligação de hidrogênio	78,5 °C

A solubilidade por sua vez está relacionada à polaridade do soluto e do solvente. Compostos polares dissolvem-se em solventes polares e compostos apolares em solventes apolares, quando formam interações intermoleculares com ordem de grandeza similares as que existiam no composto puro, isso dá suporte a uma antiga regra empírica: “semelhante dissolve semelhante”. A grande diferença de eletronegatividade entre os átomos de oxigênio e hidrogênio torna o grupo hidroxila altamente polar e faz com que os alcoóis de baixo peso molecular (até 3 carbonos) sejam totalmente solúveis em água. A alta solubilidade desses alcoóis provém da possibilidade de formação de ligações de hidrogênio entre o grupo hidroxila do álcool e a hidroxila da água (**Figura 1**). No entanto, à medida que são acrescentados átomos de carbono, aumenta-se a cadeia hidrocarbônica, que é

hidrofóbica, ou seja, apolar, provocando a diminuição da solubilidade do álcool em água. Assim, alcoóis superiores, como 1-butanol, 1-pentanol e 1-hexanol são apenas parcialmente solúveis em água.



**Figura 1** – Interações do tipo ligação de hidrogênio entre álcoois, álcool-água e éter-água

No que diz respeito aos alcoóis isoméricos, como, por exemplo, 1-butanol, 2-butanol e 2-metil-2-propanol, estes também apresentam ponto de ebulição e solubilidade diferentes entre si, conforme observado na **Tabela 2**.

**Tabela 2** – Propriedades físicas de isômeros do butanol

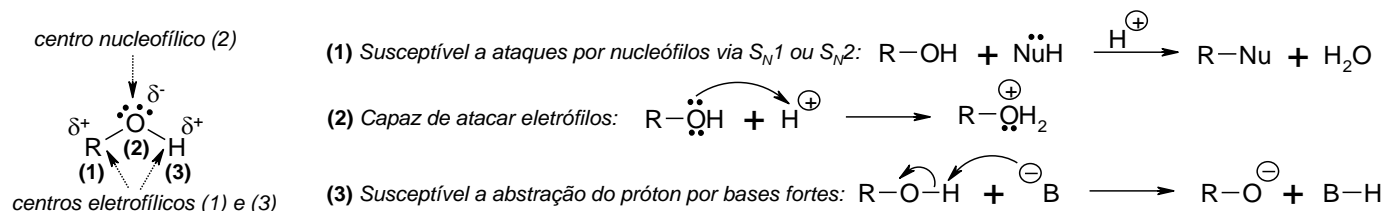
Álcool	Ponto de ebulição	Solubilidade em água
1-butanol (álcool <i>n</i> -butílico)	117,9 °C	7,3 g / 100 mL
2-butanol (álcool <i>sec</i> -butílico)	99,5 °C	29 g / 100 mL
2-metil-2-propanol (álcool <i>t</i> -butílico)	83,0 °C	Totalmente miscível

Além das interações intermoleculares do tipo ligação de hidrogênio, os alcoóis também apresentam interações do tipo dipolo-dipolo e van der Waals. As duas primeiras estão presentes em todos os alcoóis monofuncionais de forma semelhante, enquanto que a última torna-se maior na medida em que se aumenta a área superficial da parte alquílica. Portanto, alcoóis contendo cadeias alquílicas lineares apresentarão maior área superficial, permitindo um maior número de interações de van der Waals que contribuirão para um ponto de ebulição superior quando comparados aos alcoóis ramificados.

O mesmo entendimento pode ser aplicado para explicar a diferente solubilidade observada para os isômeros do butanol. Porém, nesse caso, quanto maior a área superficial da cadeia alquílica apolar, maior será a hidrofobicidade da molécula, e conseqüentemente, menor será sua solubilidade em água. O álcool *t*-butílico é o que apresenta o menor volume para a parte alquílica e, portanto, é o único dentre os isômeros do butanol que é totalmente miscível em água.

### **Propriedades químicas de alcoóis**

A química dos alcoóis é controlada essencialmente pelo grupo funcional hidroxila. A alta eletronegatividade do oxigênio determina a polaridade das ligações O–H e C–O, produzindo uma região de alta densidade eletrônica em torno do átomo de oxigênio e outras duas regiões deficientes em elétrons próximas aos átomos de carbono e hidrogênio. Ou seja, o oxigênio do grupo hidroxila tem características nucleofílicas, enquanto que o hidrogênio e o carbono ligado à hidroxila apresentam propriedades eletrofílicas (**Figura 2**).



**Figura 2** – Centros reativos do grupo hidroxila

As três classes de alcoóis (primários, secundários e terciários) possuem propriedades químicas particulares que permitem distingui-los e usufruir da reatividade distinta. Em geral, a quebra da ligação O–H é favorecida nos alcoóis primários, enquanto que a quebra da ligação C–O é mais favorável nos alcoóis terciários.

A quebra da ligação O–H envolve a abstração de próton e a formação do íon alcóxido. Portanto, nesta reação, o álcool atua como ácido de Bronsted. Em um álcool terciário, os três grupos alquila ligados ao carbono contendo o grupo hidroxila são capazes de doar densidade eletrônica por hiperconjugação ao alcóxido formado, aumentando mais ainda o seu caráter nucleofílico e, por conseguinte, desestabilizando-o. Logo, o alcóxido gerado a partir de um álcool terciário será mais básico e o seu álcool correspondente menos ácido. Assim, a acidez em alcoóis primários é superior a dos alcoóis secundários, que é maior que os terciários.

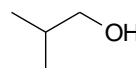
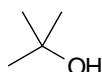
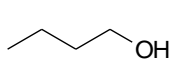
Os compostos fenólicos são aqueles que apresentam o grupo hidroxila ligado a um substituinte arila (Ar). Os fenóis são mais ácidos que os alcoóis, pois a quebra da ligação O–H é facilitada devido à formação de uma base conjugada (íon fenóxido) que esta pode ser estabilizada por ressonância.

Por sua vez, a quebra da ligação C–O envolve, geralmente, o ataque de um nucleófilo ao carbono eletrofílico. Em se tratando de um mecanismo  $S_N1$ , a primeira etapa da reação consiste na dissociação da ligação C–O do álcool protonado, gerando um intermediário carbocátion e eliminando água. Carbocátions terciários são mais estáveis que secundários que são mais estáveis que primários, devido também ao efeito de hiperconjugação — doação de densidade eletrônica da ligação sigma C–C ou C–H ao orbital  $p$  vazio do carbocátion. Como a estabilização do intermediário carbocátion favorece a ocorrência da reação, alcoóis terciários, que geram os carbocátions mais estáveis, serão os mais reativos.

Os alcoóis também são capazes de sofrer reações de oxidação na presença de fortes agentes oxidantes. Os alcoóis primários se oxidam a aldeídos, que posteriormente se oxidam a ácidos carboxílicos. Os alcoóis secundários se oxidam a cetonas. Já os alcoóis terciários não sofrem reações de oxidação. A reação de oxidação de alcoóis é muito utilizada em testes qualitativos para alcoóis, como nos bafômetros.

### Questionário Pré-Laboratório

1. Explique como as interações intermoleculares influenciam no ponto de ebulição e na solubilidade de um composto orgânico.
2. Coloque os álcoois a seguir em ordem  *crescente* de ponto de ebulição: (i) 1-propanol, (ii) 2-metil-1-butanol e (iii) 1-pentanol.
3. Qual a ordem de solubilidade em água para os álcoois abaixo? Justifique sua resposta.



4. Justifique o fato de o éter dietílico apresentar ponto de ebulição mais baixo que os álcoois butílicos isoméricos e aproximadamente a mesma solubilidade em água.

5. Explique a maior acidez do fenol em relação a um álcool qualquer.
6. Indique os sítios de maior densidade eletrônica ( $\delta$ ) e assinale a carga eletrônica correspondente na molécula do etanol ( $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ ).

### Metodologia

No presente experimento serão investigadas propriedades físicas e químicas de alcoóis através de testes rápidos e eficazes.

A solubilidade água será verificada pela simples mistura dos alcoóis com o solvente, seguida da observação de formação ou não de uma solução homogênea. A temperatura de ebulição será verificada a partir do aquecimento dos alcoóis até fervura, anotando a temperatura dos respectivos vapores.

As propriedades químicas dos alcoóis serão exploradas a partir de reações de substituição nucleofílica (utilizando o reagente de Lucas), de oxidação (utilizando o reagente de Bordwell-Wellman) e formação de xantato (a partir da reação com dissulfeto de carbono). Em todos os três casos, a estrutura do álcool vai ser primordial para a efetividade da reação.

Por fim, será realizado um teste de identificação de fenóis a partir da formação de um complexo de coordenação colorido, via complexação com ferro.

### Parte Experimental

#### Materiais e Reagentes

Tubos de ensaio, pipetas de Pasteur, pipetas, béquer bastão de vidro, termômetro, chapa de aquecimento, álcool metílico, álcool etílico, *n*-butílico, álcool *s*-butílico, álcool *t*-butílico, glicerol, resorcinol 3%, reagente de Lucas, solução sulfocrômica, acetona, dissulfeto de carbono, hidróxido de sódio, solução de  $\text{FeCl}_3$  5%, amostras desconhecidas A e B.

#### Cuidados e Segurança

O reagente de Lucas contém ácido clorídrico concentrado, que provoca queimaduras quando em contato com a pele. Utilize luvas e faça a adição desse reagente na capela.

A solução sulfocrômica (Reagente de Bordwell-Wellman) contém ácido sulfúrico concentrado, que é corrosivo. Utilize luvas e faça a adição deste reagente na capela.

A exposição prolongada aos vapores de dissulfeto de carbono pode causar danos à saúde. Faça a adição deste reagente na capela e evite aspirar seus vapores.

## Procedimento experimental

Prepare com antecedência um banho-maria para aquecimento dos tubos de ensaio.

### 1ª Parte: Testes de solubilidade

1. Separe cinco tubos de ensaios limpos e adicione em cada um 2 mL de água destilada.
2. Adicione ao primeiro tubo 8 gotas de 1-butanol (*n*-butanol), ao segundo 8 gotas de 2-butanol (álcool *sec*-butílico), ao terceiro 8 gotas de 2-metil-2-propanol (álcool *ter*-butílico), ao quarto tubo 8 gotas de glicerol e ao quinto tubo 8 gotas da amostra de álcool desconhecido A.
3. Agite vigorosamente a mistura contida em cada tubo e após 1-2 minutos de repouso observe a solubilidade de cada um dos compostos adicionados à água. Anote seus resultados na **Tabela 3** abaixo.

**Tabela 3** – Resultado dos testes de solubilidade aquosa para álcoois

Álcool	Observações
<i>n</i> -butanol	
<i>sec</i> -butanol	
<i>ter</i> -butanol	
Glicerol	
Amostra A	

### 2ª Parte: Determinação do ponto de ebulição

1. Separe um tubo de ensaio limpo e seco, adicione 2 mL de metanol p.a. e uma ou duas pedras de porcelana porosa. Mergulhe o tubo contendo o álcool no banho-maria. Antes que a amostra entre em ebulição, adapte um termômetro, com o auxílio de um fio (ou barbante) e um anel de suporte, à entrada do tubo de ensaio de modo que o bulbo fique 4 a 5 cm acima do nível do líquido. Atente-se para que o bulbo do termômetro não esteja tocando nas paredes do tubo de ensaio. Acompanhe a temperatura dos vapores formados com o termômetro e anote seu valor na **Tabela 4** quando a temperatura observada permanecer constante durante 3 minutos. Repita esta mesma operação para o etanol P.A.

**Tabela 4** – Ponto de ebulição observado e obtido da literatura para álcoois.

Álcool	Ponto de ebulição	
	Observado	Literatura
Metanol P.A.		
Etanol P.A.		

**3ª parte: Teste de Lucas**

1. Separe cinco tubos de ensaio limpos e secos, adicione em cada um 1 mL do reagente de Lucas (solução de cloreto de zinco em ácido clorídrico concentrado), faça isso na capela.
2. Leve os tubos de ensaio para a bancada e adicione 4 gotas de 1-butanol ao primeiro tubo de ensaio, agite a mistura com um bastão de vidro e observe se ocorre turvação e o tempo para isto. No segundo tubo, adicione 4 gotas de *sec*-butanol, agite como no primeiro, e faça a mesma observação. Repita esta operação para o álcool *ter*-butílico, a amostra de álcool desconhecido A e para a amostra de álcool desconhecido B, sempre adicionando 4 gotas do álcool ao tubo contendo o reagente de Lucas. Registre suas observações (precipitação, turvação, variação de coloração, aquecimento ou resfriamento do tubo) na **Tabela 5**.

**Tabela 5** – Resultados obtidos durante os testes químicos para álcoois

Álcool	Reagente de Lucas	Reagente de Bordwell-Wellman	Xantato
<i>n</i> -butanol			
<i>sec</i> -butanol			
<i>ter</i> -butanol			
Amostra A			—
Amostra B			—

**4ª parte: Teste de Bordwell-Wellman**

1. Separe cinco tubos de ensaio limpos e secos, adicione em cada um, 1 mL de acetona.
2. Ao primeiro tubo adicione 3 gotas de 1-butanol, ao segundo tubo adicione 3 gotas de *sec*-butanol, ao terceiro 3 gotas de álcool *ter*-butílico, ao quarto 3 gotas da amostra desconhecida A e ao quinto tubo 3 gotas da amostra desconhecida B.
3. Em seguida, na capela, adicione em cada um destes tubos 1 gota do reagente de cromo (Bordwell-Wellman) e agite. Registre suas observações na **Tabela 5**.

**5ª parte: Formação de xantatos**

1. Separe três tubos de ensaio limpos e secos adicione cerca de 1 mL de 1-butanol ao primeiro tubo, 1 mL de *sec*-butanol ao segundo, e 1 mL de álcool *ter*-butílico ao terceiro tubo.
2. Em seguida, na capela, adicione 3 gotas de dissulfeto de carbono (CS<sub>2</sub>) e uma pequena lentilha de hidróxido de sódio em cada tubo. Agite a mistura contida em cada tubo durante cerca de 3 minutos e registre suas observações na **Tabela 5**.



**6ª parte: Teste para fenóis**

1. Separe três tubos de ensaio limpos e secos adicione 10 gotas de uma solução aquosa de resorcinol 3% ao primeiro tubo, 10 gotas da amostra desconhecida A ao segundo tubo, e 10 gotas da amostra desconhecida B ao terceiro tubo.
2. Em seguida, adicione uma gota da solução aquosa de cloreto férrico ( $\text{FeCl}_3$ ) 5%. Registre suas observações na **Tabela 6**.

**Tabela 6** – Resultados obtidos durante o teste químico para fenóis

Álcool	Observações
Resorcinol	
Amostra A	
Amostra B	

**Questionário Pós-Laboratório**

1. Discuta os diferentes resultados de solubilidade encontrados para os três isômeros do butanol e para o glicerol.
2. Escreva as reações químicas envolvidas no teste de Lucas, no teste de Bordwell-Wellman, na formação de xantatos e no teste para fenóis. Qual a evidência experimental em cada reação?
3. Explique a maior velocidade da reação do álcool terciário na reação com o teste de Lucas. Forneça o mecanismo para esta reação.
4. A que espécie se deve a coloração esverdeada observada em um teste positivo de Bordwell-Wellman? Escreva o mecanismo para esta reação e explique por que a reação com alcoóis terciários não ocorre nas condições utilizadas neste experimento.
5. Explique por que apenas alcoóis primários e secundários formam xantatos com velocidade apreciável nas condições utilizadas neste experimento. Forneça o mecanismo para esta reação.
6. Com base em todas as reações e testes realizados, classifique em primário, secundário ou terciário os alcoóis desconhecidos A e B.



## Experimento 2 – Oxidação de aldeídos

### Objetivo

Examinar a reatividade de aldeídos e cetonas frente a agentes oxidantes

### Conceitos e habilidades abordados neste experimento

Oxidação de compostos carbonílicos

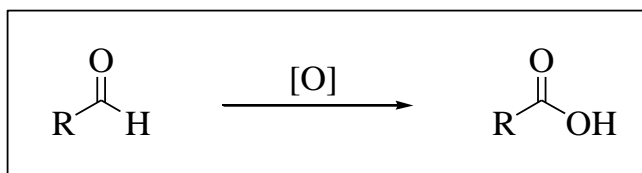
### Referências para estudo complementar

PAVIA, Donald L. et al. **Introduction to Laboratory Techniques: Small Scale Approach**,. Harcourt Brace and Company, 1998. 957p. (p.510)

VOGEL, A.I. et al. **Vogel's Textbook of organic chemistry**. Longman, 1989, 1514p. (p.1218-1220; p.1257)

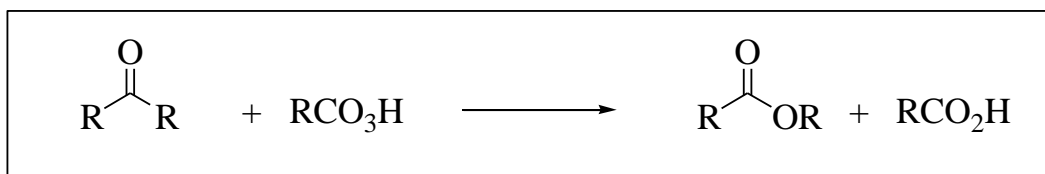
### Introdução

Aldeídos como função química, têm destacado papel na química orgânica, dentre eles a facilidade de sofrer oxidação. Por outro lado, as cetonas são mais resistentes à oxidação requerendo reagentes e condições adequadas. Esta diferença de reatividade permite diferenciar aldeídos de cetonas através de reações simples de oxidação, importantes para um teste qualitativo rápido e eficaz. De fato, diversos são os agentes oxidantes conhecidos para oxidação de um determinado aldeído a ácido carboxílico ou íon carboxilato (Esquema 1), dentre os quais se destacam os cátions metálicos  $\text{Ag}^+$  e  $\text{Cu}^{2+}$  e o ânion  $\text{MnO}_4^-$ .



**Esquema 1.** Oxidação de aldeídos a ácido carboxílico.

Cetonas também podem ser oxidadas usando reações tais como de Bayer-Villiger, a reação entre uma cetona e um perácido levando à formação de um éster (produto de oxidação da cetona) e um ácido carboxílico (subproduto da reação), conforme exemplificado pelo Esquema 2. Ainda, metilcetonas podem ser oxidadas à ácidos carboxílicos via reação do halofórmio, que ainda será visto no presente componente curricular.



**Esquema 2.** Oxidação de cetonas via reação de Bayer-Villiger.

### Questionário Pré-laboratório

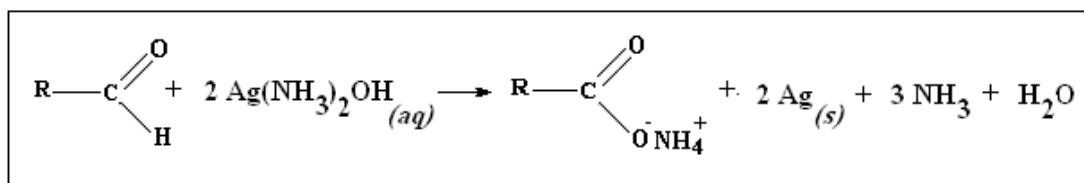
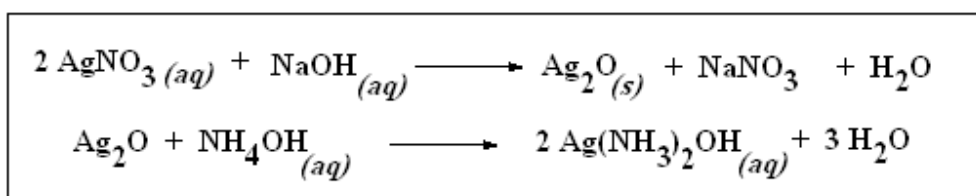
1. Por que carbonilas de aldeídos e cetonas são tão reativas?
2. Explique a maior reatividade da carbonila em aldeídos do que cetona frente tanto às reações de adição nucleofílica quanto de oxidação.
3. Busque na literatura o mecanismo de reação para a oxidação de um aldeído pelo ânion permanganato.

### Metodologia

Serão realizados três testes qualitativos envolvendo reações de oxidação específicas de aldeídos, sendo cetonas inertes sob as mesmas condições, e, dessa forma, uma boa maneira de diferenciar tais classes de compostos carbonílicos. O sucesso dos testes é baseado em observações tais como: mudanças de coloração e formação de precipitados em função, principalmente, da redução sofrida pelos agentes oxidantes.

### Oxidação com Reagente de Tollens:

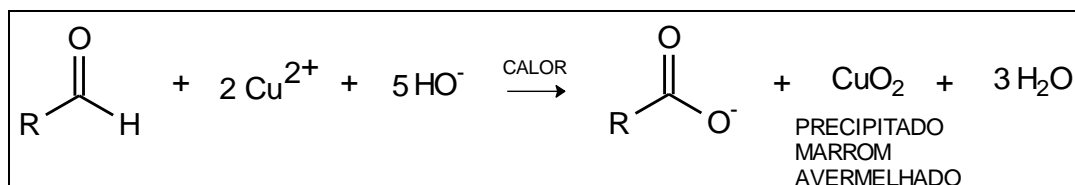
Aldeídos são oxidados pelo cátion  $\text{Ag}^+$  em levando à formação de um ânion carboxilato como produto de oxidação. A efetividade da reação é verificada pela formação do chamado espelho de prata, que se refere à prata metálica (resultado da redução do  $\text{Ag}^+$ ) que se deposita na parede do tubo de recipiente onde a reação ocorre. Um fator importante diz respeito ao cátion  $\text{Ag}^+$  ser insolúvel em  $\text{NaOH}$ , requerendo adição de  $\text{NH}_4\text{OH}$ . O Esquema 3 representa as reações envolvidas no referente processo.



**Esquema 3.** Reações envolvidas na oxidação utilizando o reagente de Tollens.

### Reagente de Fehling:

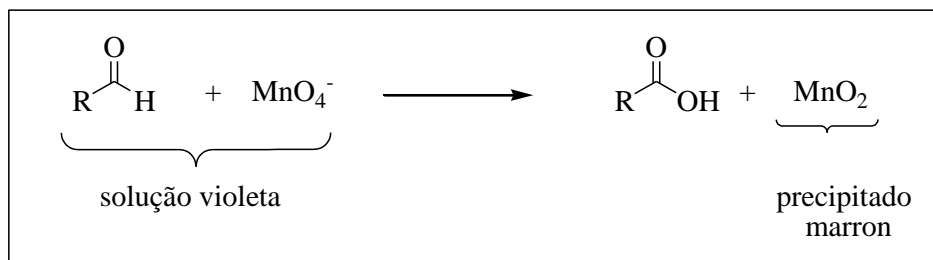
Tem como principal componente o cátion  $\text{Cu}^{2+}$ . O anion tartarato mantém o cátion em solução no meio alcalino. A solução apresenta coloração azul intenso. Na presença de aldeído o cátion  $\text{Cu}^{2+}$  é reduzido a  $\text{Cu}^+$  que precipita sob a forma de  $\text{Cu}_2\text{O}$  vermelho cerâmica. A coloração azul intenso da solução desaparece. Cetonas não são oxidadas pelo  $\text{Cu}^{2+}$ . Não descolorem a solução azul nem precipitam  $\text{Cu}_2\text{O}$ . A oxidação utilizando o reagente de Fehling é apresentada no Esquema 4.



**Esquema 4.** Reação de oxidação utilizando o reagente de Fehling.

### Reação com Permanganato de Potássio:

O referente teste qualitativo para identificação de aldeído oxidação de aldeído é baseado no fato de que na presença de tais compostos carbonílicos, a cor violácea intensa, característica do  $MnO_4^-$ , é perdida prontamente, na medida em que o ânion vai sendo reduzido, formando o precipitado escuro de  $MnO_2$  (O cátion  $Mn^{7+}$  é reduzido à  $Mn^{4+}$ ). A oxidação do aldeído ocorre a frio e não necessita adição de ácido ou base (como nas reações de alquenos), porém, tal oxidação também pode ser realizada na presença de ácido, condição mais drástica, em que o cátion  $Mn^{7+}$  é reduzido à  $Mn^{2+}$  solúvel. No Esquema 5 está apresentada a oxidação de um dado aldeído pelo ânion permanganato.



**Esquema 5.** Oxidação de aldeído por permanganato.

### Materiais e Reagentes

Pipeta, tubos de ensaio, béquer, chapa de aquecimento, formaldeído, acetaldeído, acetona, solução de nitrato de prata 10%, solução de hidróxido de sódio 10%, solução de hidróxido de amônio 5%, reativos de Fehling (A e B), solução de permanganato de potássio 4%, solução de ácido sulfúrico 10%.

### Cuidados e Segurança

Soluções de hidróxido de sódio, hidróxido de amônio, permanganato de potássio e ácido sulfúrico são corrosivas e causam queimaduras em contato com a pele.

Formaldeído é tóxico se inalado ou ingerido.

### Procedimentos

#### *Oxidação com reagente de Tollens*

1. Separe um tubo de ensaio adicione 1 ml de solução de nitrato de prata a 10%, e (10 gotas) 0,5 ml de NaOH 10%, agitando em seguida. Acrescente gotas de  $NH_4OH$  5,0 % e agite vigorosamente até que o precipitado castanho se dissolva. Se o precipitado não se dissolver acrescente mais algumas gotas de  $NH_4OH$  com agitação e ou aquecimento em banho-maria  $\sim 75^\circ C$  (obs: as soluções de  $NH_4OH$  perdem  $NH_{3(g)}$  com o tempo).
2. Adicione 15 gotas de solução de acetaldeído 12,5%. Observe.
3. Repita a operação anterior substituindo o acetaldeído por acetona. Observe

*Descarte: Combine os reagentes usados e não usados num becker, adicione HCl 6 M até terminar formação de precipitado, cloreto de prata e guardar. Filtre o cloreto de prata e filtrado deve ser neutralizado com carbonato de sódio para descartar na pia.*

*Para o técnico de laboratório:*

*O reagente de Tollens deve ser preparado imediatamente antes do uso e, da mesma forma, todos os resíduos descartados após a utilização com grande quantidade de água na pia. Sob armazenamento o reagente tende a formar fulminato de prata (AgONC), substância muito explosiva. Soluções contendo os reagentes de Tollens combinados jamais devem ser estocadas.*

### **Oxidação com reagente de Fehling**

1. Separe dois tubos de ensaio, em cada um deles coloque 1 ml do reativo de Fehling A;
2. Acrescente a cada um deles 1 ml do reativo de Fehling B e agite até dissolução completa;
3. Ao primeiro tubo acrescente 15 gotas de solução de acetaldeído a 12,5%;
4. Ao segundo acrescente 10 gotas de acetona;
5. Coloque os dois tubos em banho-maria em ebulição, e observe a formação do precipitado vermelho do óxido cuproso em um dos tubos enquanto que o outro permanece inalterado.

*Descarte de resíduos:*

*Para proteger o meio ambiente o conteúdo dos tubos de ensaio contendo cobre deverá ser descartado em frasco reservado na capela. Não despeje na pia.*

*Para o técnico de laboratório - Preparação do reativo de Fehling:*

- *Fehling A: 34,54g de sulfato de cobre para 500mL de H<sub>2</sub>O;*
- *Fehling B: 173g de C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub>KNa e 125g de KOH para 500mL de H<sub>2</sub>O;*

### **Oxidação com permanganato de potássio diluído**

1. Separe três tubos de ensaio, coloque em cada um deles 1 ml de água e 4 gotas de solução de KMnO<sub>4</sub> a 4%.
2. Acrescente ao primeiro 0,5 ml de formaldeído, ao segundo 0,5 ml de solução de acetaldeído a 12,5% e ao terceiro 0,5 ml de acetona. Agite e observe o que ocorre em cada tubo.
3. Repita os testes anteriores substituindo a água por uma solução de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1:10).
4. Compare os resultados.

### **Questionário Pós-laboratório**

1. Apresente o mecanismo de uma reação de oxidação de aldeído por permanganato de potássio.
2. Qual a função do tartarato de sódio e potássio na oxidação de Fehling?
3. Represente alguns compostos orgânicos que você poderia diferenciar com as reações da prática de hoje.

### Experimento 3 – Derivatização de aldeídos e cetonas

#### Objetivo

*Obtenção de derivados de aldeídos e cetonas a partir de reações com nucleófilos*

#### **Conceitos e habilidades abordados neste experimento**

*Reações de adição nucleofílica na carbonila*

*Reações de condensação na carbonila*

*Purificação e caracterização de compostos orgânicos*

#### **Referências para estudo complementar**

PAVIA, Donald L. et al. **Introduction to Laboratory Techniques: Small Scale Approach**,. Harcourt Brace and Company, 1998. 957p. (p.648-655;)

VOGEL, A.I. et al. **Vogel's Textbook of organic chemistry**. Longman, 1989, 1514p. (p.135-153; p.1258; p.1289)

---

#### Introdução

O grupo funcional carbonila ocupa uma posição central na química orgânica, especialmente em função da variedade de derivados carbonilados existentes e, conseqüentemente, de suas propriedades físicas, químicas e biológicas. Na carbonila, a ligação C=O é altamente polarizada, fazendo com que o carbono se torne consideravelmente eletrofílico e reaja com diferentes nucleófilos. As substâncias carboniladas podem ser divididas em dois grupos principais, em função, principalmente, dos tipos de reações com nucleófilos à quais estes grupos estão sujeitos:

- i) aldeídos e cetonas: salvo exceções, essas duas classes de compostos sofrem apenas reações de adição nucleofílica e condensação, por não possuírem um grupo de saída em potencial ligado diretamente ao carbono carbonílico;
- ii) ácidos carboxílicos e derivados: conhecidos por realizarem reações de substituição nucleofílica por possuírem grupos de saída em potencial ligado ao carbono carbonílico.

Aldeídos e cetonas, de modo geral, são líquidos e, dessa forma, difícil de serem isolados e, inclusive, caracterizados prontamente em laboratório sem o auxílio de dados espectroscópicos. Todavia, os mesmos podem ser indiretamente identificados através de reações de caracterização, as quais são baseadas na formação de um derivado sólido de propriedades bem definidas, especialmente, a temperatura de fusão. No presente experimento, serão exploradas duas reações de caracterização de aldeídos e cetonas: a adição de bissulfito e a condensação com 2,4-dinitrofenilhidrazina.

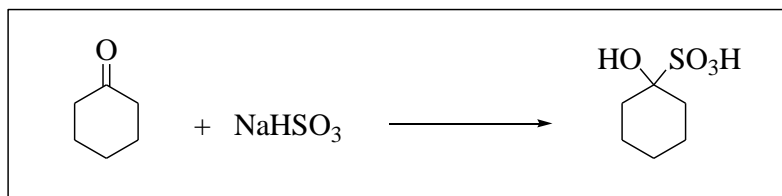
#### Questionário Pré-laboratório

1. Por que, de modo geral, aldeídos e cetonas não possuem grupo de saída em potencial?
2. Apresente os mecanismos completos das reações envolvidas no presente experimento.
3. Justifique a utilidade de preparar um derivado de aldeídos e cetonas que seja sólido a temperatura ambiente.
4. Defina reações: a) de adição nucleofílica; b) de substituição nucleofílica; c) de condensação.
5. Apresente ao menos um exemplo dos derivados carbonilados: aldeído, cetona, imina, enamina, ácido carboxílico, haleto de ácido, anidrido ácido, éster, amida e nitrila.

## Metodologia

### Reação com bissulfito de sódio

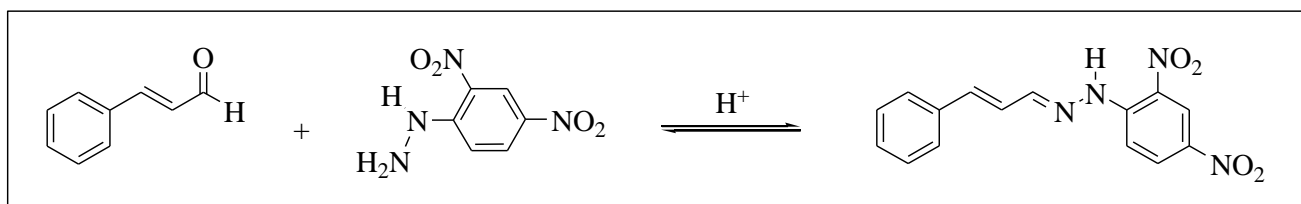
As reações de adição nucleofílica do ânion bissulfito de sódio a aldeídos ou cetonas cíclicas levam à formação de derivados bissulfíticos (Esquema 1), em geral sólidos cristalinos, insolúveis em soluções aquosas. É importante salientar que a reação pode ser facilmente revertida a partir do tratamento com  $\text{NaHCO}_3$  ou ácido mineral, de forma a neutralizar o bissulfito e 'liberar' o composto carbonilado purificado.



**Esquema 1.** Reação de cicloexanona com o ânion bissulfito.

### Reação com 2,4-dinitrofenilhidrazina

As reações de condensação de 2,4-dinitrofenilhidrazina com aldeídos ou cetonas, em meio ácido, levam à formação de 2,4-dinitrofenilhidrazonas (Esquema 2), compostos sólidos, em geral coloridos (especialmente quando o composto carbonilado apresenta conjugação), e com temperaturas de fusão de bem definidas.



**Esquema 2.** Reação de cinamaldeído com o 2,4-dinitrofenilhidrazina, em meio ácido.

## Parte Experimental

### Materiais e reagentes

Pipeta, espátula, erlenmeyer, funil de Buchner, kitassato, tubos de ensaio, cicloexanona, cinamaldeído, bissulfito de sódio, solução de 2,4-dinitrofenilhidrazina a 1% em etanol 95% com 1mL de ácido clorídrico concentrado, etanol 95%, solução de ácido clorídrico 1M, solução de bicarbonato de sódio a 5%.

### Cuidados de segurança

Solução de ácido clorídrico é corrosiva, causa queimadura em contato com a pele e é tóxica se ingerida.



## Procedimento experimental

### *Reação de cicloexanona com bissulfito de sódio*

1. Num erlenmeyer de 50 ml coloque 3 ml de solução saturada de bissulfito de sódio e adicione 0,5 ml de cicloexanona. Agite o erlenmeyer contendo a mistura e deixe em repouso por 10 minutos.
2. Adicione 8 ml de etanol 95 %, agite muito bem e resfrie o sistema em banho de gelo:sal.
3. Coletar o precipitado formado (produto de adição do bissulfito) por filtração a vácuo e, antes de removê-lo do funil, lave-o com 3 ml de etanol 95 % gelado.
4. Divida o precipitado obtido em três porções.
5. Separe dois tubos de ensaio e coloque uma porção em cada tubo de ensaio. Acrescente ao primeiro 3 ml de solução de HCl 1M e ao segundo 3 mL de solução de NaHCO<sub>3</sub> 5%. Agite cada um deles e observe.
6. A terceira porção use para medir a temperatura de fusão do sólido obtido.

### *Reação de benzaldeído com 2,4-dinitrofenilhidrazina*

1. Num erlenmeyer pequeno ~50 mL, dissolver ~ 0,5 mL (~10 gotas) de benzaldeído em 2 mL de etanol e adicionar 1 mL (~20gotas) da solução de 2,4-dinitrofenil-hidrazina.
2. Agitar manualmente o frasco por 30 segundos e deixar em repouso por 15 minutos. Caso não ocorra precipitação, aquecer suavemente a mistura reacional em banho Maria e deixar em repouso por mais 15 minutos.
3. Um precipitado amarelo-avermelhado deverá ser coletado por filtração, lavado com um mínimo de uma mistura de água-etanol 1:1 (v/v) gelado.
4. Secar o papel de filtro (numa abertura do banho-maria, sobre um vidro de relógio) com o sólido para eventual medida do ponto de fusão, ou guarde em frasco indicado pelo instrutor.

*\*Informação para o técnico de laboratório:*

*Solução de 2,4-dinitrofenil-hidrazina a 1% em etanol 95% contendo 1 ml de HCl concentrado.*

## Questionário Pós-laboratório

1. Como você procederia para calcular os rendimentos das reações realizadas no experimento de hoje?
2. Pesquise e descreva o princípio do funcionamento do etilômetro, ( "bafômetro").
3. Discuta acerca de como se verificar a pureza dos derivados de aldeídos e cetonas obtidos no experimento de hoje.
4. Por que o produto da reação entre cicloexanona e o ânion bissulfito é uma álcool e não um alcóxido?
5. A reação de condensação ocorreria de forma efetiva sem a presença do meio ácido? Justifique.



## Experimento 4 – Condensação aldólica e reação do halofórmio

### Objetivo

Explorar a química do hidrogênio alfa na formação de ligações carbono-carbono e para transformação de metilcetonas em ácidos carboxílicos

### Conceitos e habilidades abordados neste experimento

Acidez e basicidade

Química do hidrogênio alfa carbonila

Recristalização de compostos orgânicos

### Referências para estudo complementar

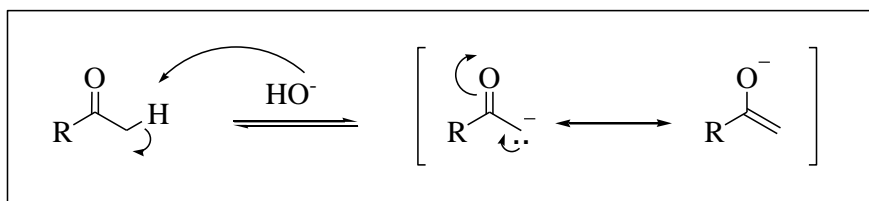
PAVIA, Donald L. et al. **Introduction to Laboratory Techniques: Small Scale Approach**,. Harcourt Brace and Company, 1998. 957p. (p.395-413; p. 512; p.528; p. 648-665)

VOGEL, A.I. et al. **Vogel's Textbook of organic chemistry**. Longman, 1989, 1514p.(p.135-153;p. 799-800 p. 1220)

## Introdução

### Acidez do hidrogênio alfa

Uma propriedade de extrema importância relacionada à reatividade dos compostos carbonílicos diz respeito à acidez do hidrogênio alfa. Quando uma dada substância carbonilada reage com uma espécie básica, é possível que um hidrogênio ligado ao carbono alfa em relação à carbonila seja abstraído. O carbânion formado é estabilizado através da conjugação do par de elétrons livres com a carbonila, levando à formação de um ânion enolato (Esquema 1).



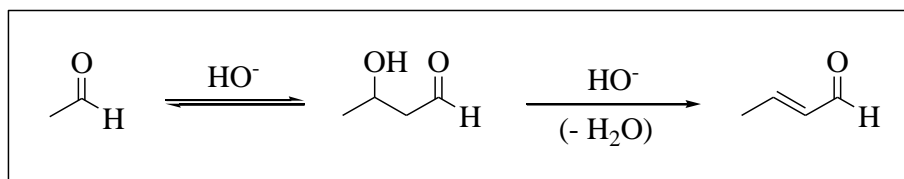
**Esquema 1.** Formação de carbânion via abstração do H $\alpha$  e do respectivo enolato.

De fato, a possibilidade de gerar uma espécie nucleofílica (carbânion) abre um leque de possibilidades sintéticas no que se refere à funcionalização de compostos carbonílicos, incluindo: reações de alquilação e acilação (processos altamente úteis na formação de ligação carbono-carbono) e de halogenação.

### Reação aldólica e condensação aldólica

Quando um aldeído ou cetona, contendo um hidrogênio alfa, é tratado com uma solução básica (NaOH<sub>(aq)</sub>, por exemplo), é verificada a formação de um beta-hidroxi aldeído ou beta-hidroxi cetona que, posteriormente, podem ser desidratadas a um enal ou a uma enona, respectivamente (Esquema 2). O primeiro passo descrito acima diz respeito à reação aldólica, relatada pela primeira vez em 1872, e que nada mais é que uma adição nucleofílica catalisada por base, do ânion enolato à carbonila. O

passo posterior, uma reação de desidratação, completa a processo chamado de condensação aldólica, com formação de derivados  $\alpha,\beta$ -insaturados, através de um mecanismo do tipo E1cB.



**Esquema 2.** Reação de condensação aldólica envolvendo o acetaldeído, em meio básico.

Tanto a reação aldólica quanto a etapa de desidratação podem ocorrer também via catálise ácida. Ainda, se a espécie carbonilada não possuir hidrogênio alfa, nenhum dos dois processos pode ocorrer.

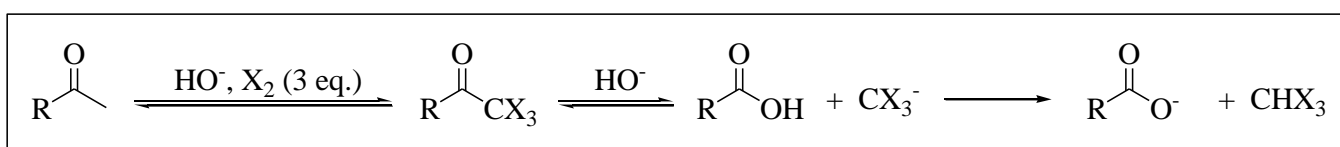
Essas reações podem envolver também dois compostos carbonilados diferentes (reação aldólica mista ou cruzada), todavia, para ser útil, devemos escolher bem qual derivado será o componente precursor do eletrófilo e qual será precursor do enolato nucleofílico. É bem ilustrativa a reação envolvendo um aldeído aromático reagindo com uma alquil cetona. O aldeído aromático não pode formar enolato e, portanto, não pode atuar como nucleófilo. Ainda, um produto de desidratação neste caso é favorável devido à conjugação da ligação dupla com o anel aromático.

### Reação do halofórmio

A reação do halofórmio é uma das mais antigas na Química. Em 1822, Serulla, acidentalmente, verificou que o tratamento de etanol com hipiodito, formado a partir de iodo em solução básica de hidróxido, levava à obtenção de iodofórmio e íon formato, por reação de oxidação do álcool a acetaldeído, seguida da tri-iodometilação e finalizada por hidrólise básica da respectiva cetona via substituição do ânion  $CX_3^-$  ( $X = I, Br, Cl$ ). Muitas aplicações e adaptações da reação de halofórmios são relatadas na literatura.

A reação do halofórmio tem início pela abstração de um hidrogênio alfa pela base, formando um ânion enolato que é  $\alpha$ -halogenado. Após a primeira halogenação, um novo enolato é formado, mais rapidamente em função do efeito indutivo dos halogênios, acarretando em um derivado  $\alpha,\alpha$ -dihalogenado. Uma terceira halogenação, ainda mais rápida, acarreta na formação na tri-halometilcetona. O ânion  $CX_3^-$  ( $X = Cl, Br, I$ ), apesar de se tratar de um carbânion, é comumente relatado na literatura como grupo de saída, sendo que, quando substituído pelo ânion hidróxido, ocorre conseqüente formação de um ânion carboxilato e do respectivo halofórmio.

De fato, a reação do halofórmio é de extrema versatilidade sintética, uma vez que transforma uma metilcetona (ou acetaldeído) em um ânion carboxilato (Esquema 3). Ainda, uma vez que o iodofórmio é um sólido, de cor amarelada, a mesma é um bom teste qualitativo para identificação de metilcetonas (Obs. Tanto clorofórmio quanto bromofórmio são líquidos).



**Esquema 3.** Reação do halofórmio.

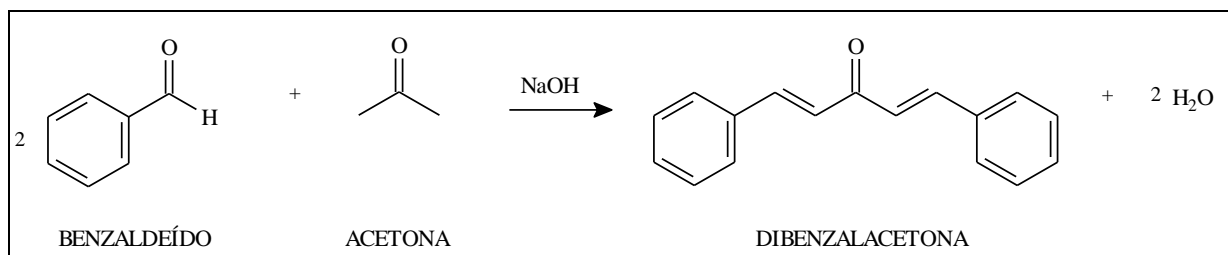
### Questionário Pré-laboratório

1. Apresente o mecanismo completo de condensação aldólica para o tratamento de acetaldeído com solução de hidróxido de sódio
2. Por que um hidrogênio ligado ao  $C_{\alpha}$  é considerado ácido? O hidrogênio ligado ao  $C_{\beta}$  também o é?
3. Apresente o mecanismo completo da reação do halofórmio.
4. Por que na reação do halofórmio, o produto formado é um ânion carboxilato e não um ácido carboxílico?

### Metodologia

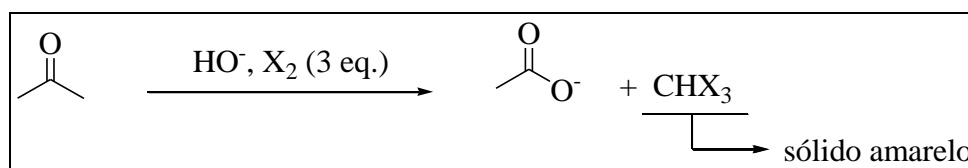
#### Condensação aldólica

No presente experimento, será preparada a dibenzalacetona através da reação aldólica clássica entre acetona e benzaldeído, em meio básico (NaOH). À medida que a reação evolui observaremos a precipitação de um sólido amarelo. Um ponto crítico desta experiência é a lavagem do produto que não poderá conter qualquer traço de NaOH, razão pela qual esta operação deve ser acompanhada de controle do *pH*. A operação final será a recristalização do produto em etanol.



#### Reação do halofórmio

A partir da  $\alpha,\alpha,\alpha$ -triiodação da acetona, seguida de hidrólise da mesma, será verificada a formação do iodofórmio, um sólido de coloração amarelada. O experimento exemplificará um teste qualitativo para identificação de metilcetonas.



### Parte Experimental

#### Materiais e reagentes

Pipetas, balão de fundo redondo, erlenmeyer, espátula, funil de Buchner, kitassato, termômetro, acetona, benzaldeído, iodo, iodeto de potássio, aparelho de medida de temperatura de fusão, tubo de ensaio, balão volumétrico.

#### Cuidados e Segurança

Hidróxido de sódio é corrosivo e causa queimaduras em contato com a pele.

Iodo desprende vapores tóxicos.

**Procedimento da Condensação aldólica: preparação da dibenzalacetona (1,5-DIFENIL-(E,E)-1,4-PENTADIEN-3-ONA)**

1. Num balão de 250 mL adicione com auxílio de um funil simples, 20 mL de solução aquosa de hidróxido de sódio 10%, em seguida coloque no balão uma barrinha magnética.
2. Adicione nesse balão, 15 mL de etanol 95% e resfrie a solução resultante até 20 °C. Adapte e ajuste o balão numa garra sobre o agitador magnético.
3. Use a capela do laboratório para preparar num erlenmeyer uma mistura homogênea de 2,1 mL de benzaldeído e 1,5 mL de acetona.
4. Adicione metade dessa solução no balão com a solução alcalina com auxílio de uma piteta *Pasteur* e agite vigorosamente o meio reacional por 10 minutos a temperatura ambiente.
5. Adicione a metade restante da solução de acetona e aldeído, e mantenha a mistura reacional sob agitação por mais 30 minutos, deve se formar um sólido, produto da reação.
6. Filtre o sólido amarelo obtido, num sistema de filtração a vácuo em funil de *Büchner*.
7. Transfira o sólido retido para um béquer limpo, adicione 100 mL de água destilada e agite a mistura até verificar a formação de uma pasta fina.
8. Filtre novamente em funil de *Büchner* ( a vácuo) e lave o sólido retido com água até obter um filtrado ('água de lavagem') com pH neutro (testar com papel tornassol ou fenoftaleína).
9. Recristalize o produto em etanol se necessário.

Após o produto estar seco, determine o ponto de fusão e calcule o rendimento da reação.

Dados:

*Benzaldeído*: MM 106,12 g/mol,  $d = 1,0415$  g/ml,

*NaOH* : MM = 39,9971 g/mol.

*Acetona* : MM = 58,08 g/mol;  $d=0,79$  g/ml

*Temperatura de fusão da Dibenzalacetona* 110-112 °C.

**Reação do halofórmio: preparação do iodofórmio**

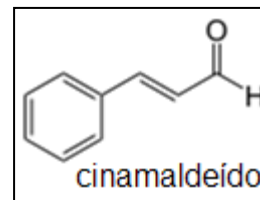
1. Separe um tubo de ensaio, adicione 5 gotas de acetona em seguida adicione cerca de 1,0 mL de solução aquosa de NaOH 10% e uma solução de iodo/iodeto gota a gota até a cor vermelho do iodo persistir.
2. Agite a mistura e aqueça em banho-maria, em torno de 60 °C, por aproximadamente 10 minutos. Adicione mais algumas gotas da solução de iodo/iodeto se a cor vermelho do iodo desaparecer. ((Caso tenha sido colocado excesso da solução de iodo (persistência da coloração do iodo), este excesso pode ser eliminado por adição de gotas de solução aquosa NaOH 10% e pequena porção de água destilada ~3,0 mL)).
4. O teste positivo para a reação é a formação de um sólido amarelo que deve formar-se em até ~15 minutos.

Informação para o técnico de laboratório:

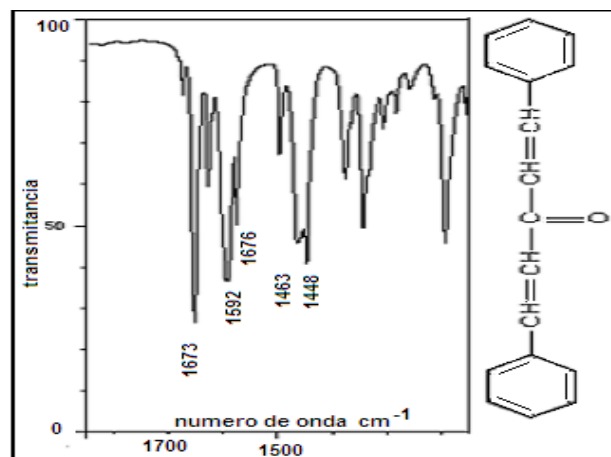
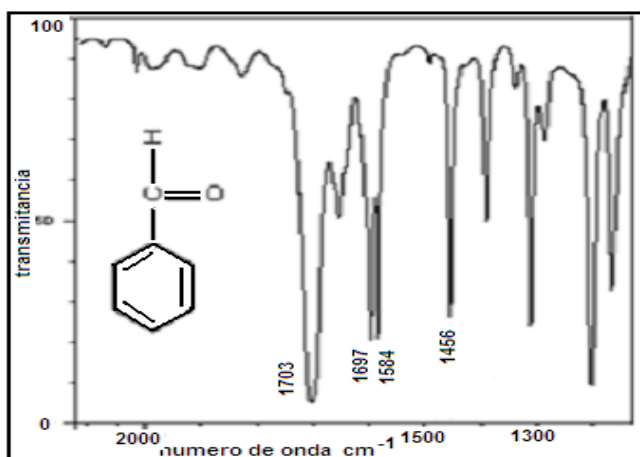
Preparação da solução de iodo/iodeto de potássio: Dissolver 50 g de iodeto de potássio e 25 g de iodo, em 200 mL de água destilada. Agitar a mistura até solução homogênea.

### Questionário Pós-laboratório

1. O cinamaldeído, um constituinte aromático do óleo extraído da canela, pode ser sintetizado por uma reação de condensação aldólica mista. Indique os reagentes que você usaria para esta síntese e escreva a reação e as estruturas.



2. O infravermelho é a espectroscopia vibracional das ligações químicas, pequenas diferenças na força de uma ligação podem ser detectadas. Qual principal indicativo que você apontaria nestes sinais desta região de infra-vermelho (transmitância x numero de onda) do reagente e produto, para evidenciar e confirmar a formação do produto de condensação aldólica, o dibenzalacetona, explique.



3. Qual característica estrutural deve ter a cetona para dar teste positivo de iodofórmio?

4. Um líquido solúvel em água, não reage com o reagente de Tollens, mas o faz com dinitrofenilhidrazina. Ele pode ser identificado por duas observações: (1) tratamento com iodo e solução de NaOH dá um precipitado de iodofórmio (2) o tratamento com hidrogênio e catalisador forma um álcool que não pode ser resolvido em formas óticamente ativas por método algum. Qual é o líquido? Apresente a seqüência de reações envolvidas.





## Experimento 5 – Esterificação

### Objetivo

Obtenção de um éster, o acetato de etila, a partir da reação entre um ácido carboxílico e um álcool, em meio ácido (esterificação de Fisher)

### Conceitos e habilidades abordados neste experimento

Substituição nucleofílica em carbono carbonílico

Reações sob refluxo

Solubilidade de compostos orgânicos

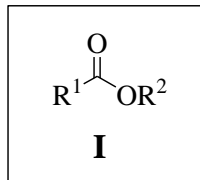
### Referências para estudo complementar

PAVIA, Donald L. et al. **Introduction to Laboratory Techniques: Small Scale Approach**, Harcourt Brace and Company, 1998. 957p. (p.529-533; p. 619-620)

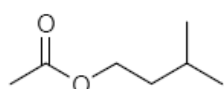
VOGEL, A.I. et al. **Vogel's Textbook of organic chemistry**. Longman, 1989, 1514p. (p.80; p.1198; 696-697)

### Introdução

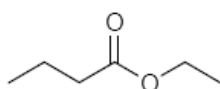
De origem natural ou sintética, os ésteres constituem uma classe de compostos de extrema importância para a química orgânica em si e mesmo para a sociedade de um modo geral. Em termos estruturais, um éster contém um grupo alcóxi ligado diretamente a uma carbonila, conforme representado pela estrutura I, abaixo.



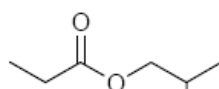
Ésteres são compostos amplamente encontrados na natureza. Os ésteres simples tendem a ter um odor agradável, estando geralmente associados com as propriedades organolépticas (aroma e sabor) de frutos e flores. Em muitos casos, os aromas e fragrâncias de flores e frutos originam-se de uma mistura complexa de substâncias, onde há a predominância de um único éster. Muitos ésteres voláteis possuem odores fortes e agradáveis, sendo, inclusive, costumeiramente utilizados nas indústrias alimentícias e cosméticas, como flavorizantes e aromatizantes. Abaixo estão apresentados alguns exemplos de ésteres e seus respectivos aromas.



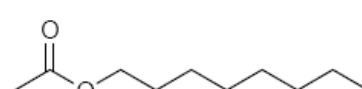
Acetato de isoamila  
Banana  
(feromônio de abelhas)



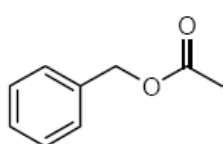
Butirato de etila  
Abacaxi



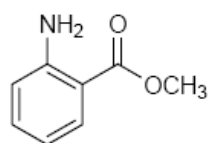
Propionato de isobutila  
Rum



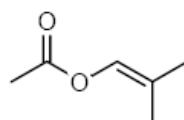
Acetato de octila  
Laranja



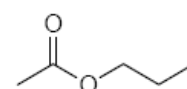
Acetato de benzila  
Pêssego



Antanilato de Metila  
Uva



Acetato de isopentenila  
"Suco de frutas"



Acetato de n-propila  
Pêra

A importância dos ésteres para química orgânica é bastante significativa. De fato, as reações de hidrólise de ésteres contribuíram (e continuam a contribuir) sobremaneira para os estudos mecanísticos das reações de substituição nucleofílica na carbonila, especialmente do que diz respeito à catálise e processos biológicos.

Outra aplicação dos ésteres que atualmente vem sendo considerada de alta relevância diz respeito quanto à atuação dos mesmos como fonte de energia. Por exemplo, *biodiesel* nada mais é do que um éster obtido por uma reação de transesterificação a partir de outros ésteres derivados do glicerol e de cadeia longa, constituintes naturais dos óleos vegetais ou gorduras animais.

Por fim, outra classe de ésteres de extrema relevância, em especial para sistemas biológicos, diz respeito aos ésteres de fosfato. Tal classe de compostos, bastante abrangente, é componente fundamental de biomoléculas tais como o ATP, ADP, DNA e RNA. Além disso, os mesmos possuem aplicações como pesticidas ou mesmo armas químicas.

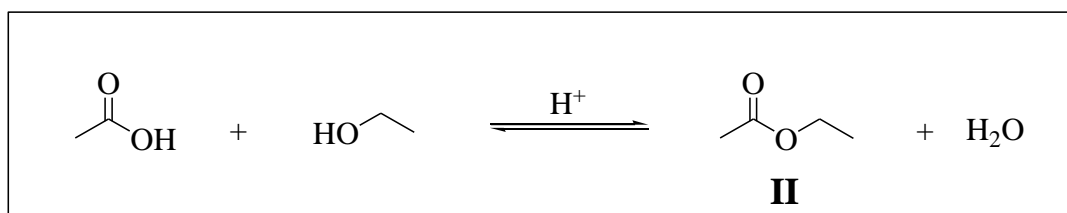
### ***Métodos de obtenção de ésteres***

De modo geral, os ésteres orgânicos representados pela estrutura **I** podem ser obtidos em laboratórios de química orgânica de três formas:

- i) *Esterificação de Fisher*: a partir da reação entre um ácido carboxílico e um álcool, em meio ácido.
- ii) *Varição da Síntese de Williamson*: a partir de uma reação de substituição nucleofílica em carbono saturado envolvendo um sal de ácido carboxílico e um haleto orgânico.
- iii) *Reações de alcoóis com derivados de ácidos carboxílicos*: nesse método, se utiliza derivados de ácido carboxílico dotados de bons grupos de saída, tais como haletos de ácidos e anidridos ácidos.

### **Metodologia**

No experimento de hoje, será preparado um éster a via esterificação de Fisher, ou seja, da reação de um ácido carboxílico com um álcool, catalisada por ácido. Dessa forma, o acetato de etila, **II**, será obtido a partir da reação entre ácido acético e álcool etílico, em presença de quantidade catalítica de ácido sulfúrico, conforme apresentado no Esquema 1.



**Esquema 1** – Obtenção do acetato de isoamila.

Uma vez que tal processo é reversível, e, mais além, desfavorece a formação do éster, para que o mesmo apresente bons rendimentos deve-se deslocar a reação no sentido de formação do éster. Dessa forma, será aplicado o princípio de *Le Chatelier* utilizando refluxo e excesso de álcool (“*Se for imposta uma alteração, de concentrações ou de temperatura, a um sistema químico em equilíbrio, a composição do sistema deslocar-se-á no sentido de contrariar a alteração a que foi sujeito*”).

O isolamento e purificação do produto (éster) se dará, basicamente, em função da diferença de solubilidade entre os componentes do sistema.

## Parte Experimental

### Materiais e reagentes

Pipetas, provetas, balão de fundo redondo, condensador de refluxo; ácido acético glacial, álcool etílico absoluto, ácido sulfúrico concentrado, solução saturada de cloreto de sódio.

### Cuidados e Segurança

Ácido sulfúrico concentrado é altamente corrosivo e provoca queimaduras quando em contato com a pele.

Ácido acético é irritante ao ser inalado.

Reações sob refluxo requerem cuidado extra em função do aquecimento.

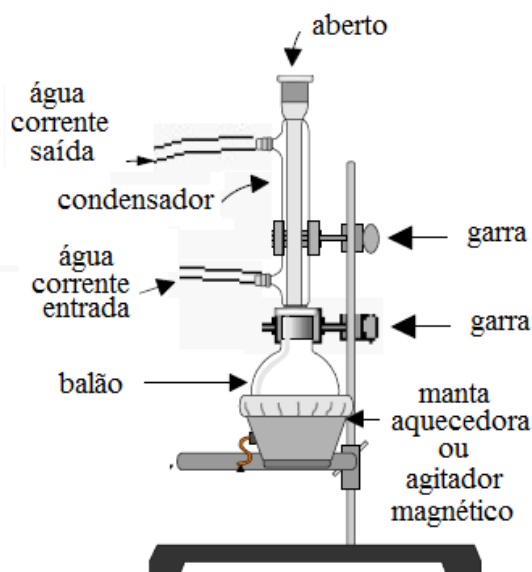
Qualquer procedimento de adicionar reagentes deve ser feito evitando molhar a boca esmerilhada dos frascos.

### Procedimento

1. Num balão de fundo redondo ou chato, misture 5,0 mL de ácido acético (~0,087 mol) com 2,5 mL de álcool n-butílico (0,027 mol), faça essa mistura na capela.
2. Adicione cuidadosamente à mistura 0,5 mL (cerca de 10 gotas) de ácido sulfúrico concentrado (catalisador) depois adicione pequenos pedaços de louça quebrada ou barra magnética se usar agitador magnético. Cuidado para não molhar a tetina de sucção com ácido
3. Adapte o balão numa montagem para aquecimento em refluxo, aqueça e agite a mistura reacional durante 50 minutos (Figura 1). Após este período, esfrie o balão à temperatura ambiente.
4. Transfira a mistura reacional, para uma proveta de 50 ml contendo 10 mL de água, com auxílio de uma pipeta. Agite suavemente essa mistura com o auxílio de um bastão de vidro, em seguida, deixe a mesma repousar meça o volume da camada superior do acetato de butila, para determinação (aproximada)\* do rendimento da reação.

\*Rendimento exato requer lavagem da mistura reacional com auxílio de solventes e isolamento do produto por evaporação do solvente.

*(Para o instrutor: (Purificação) Transferir os produtos semelhantes de reação para um funil de separação, lavar a mistura com 50 mL de água e em seguida adicionar com cuidado e aos poucos solução saturada de bicarbonato de sódio até neutralizar o meio aquoso, finalmente lavar com solução saturada de cloreto de sódio. Decantar o éster e secar com sulfato de sódio anidro e filtrar por gravidade. Guardar num frasco para destilação posterior se necessário.)*



**Figura 1.** Montagem para aquecimento em refluxo.

### Questionário Pós-laboratório

- 1- Escreva o mecanismo da reação de esterificação. Qual a função do ácido sulfúrico? É ele consumido ou não, durante a reação?
- 2- Mostre a reação do ácido acético com o bicarbonato de sódio e comente sua evidência experimental.
- 3- Que condições experimentais são empregadas para deslocar o equilíbrio para o éster?
- 4- Qual é o reagente limitante na esterificação de Fischer? Demonstre através de cálculos:
- 5- Calcule o rendimento da reação de esterificação e discuta seus resultados (purificação, dificuldades, rendimentos):
- 6- Ésteres também estão presentes na química dos lipídeos. Forneça a estrutura geral de um óleo e uma gordura.

## Experimento 6 – Preparação, purificação e caracterização da acetanilida

### Objetivo

Através de uma reação de acetilação, preparar uma amida dotada de atividade analgésica, acetanilida. Entender e aplicar a técnica de recristalização. Caracterizar um composto por sua temperatura de fusão.

### Conceitos e habilidades abordados neste experimento

Reações de substância carboniladas

Purificação e caracterização de compostos orgânicos

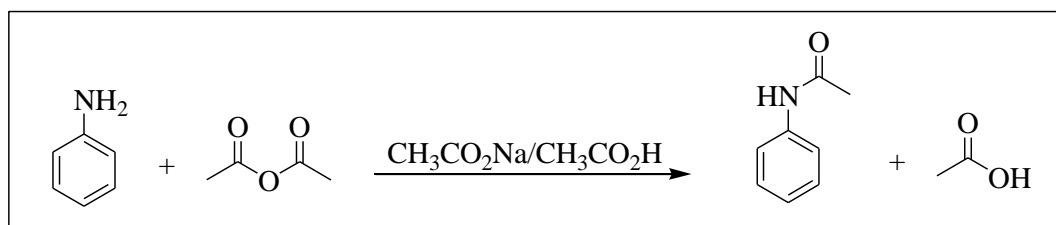
### Referências para estudo complementar

PAVIA, Donald L. et al. **Introduction to Laboratory Techniques: Small Scale Approach**,. Harcourt Brace and Company, 1998. 957p. (p.57, p.648-665)

VOGEL, A.I. et al. **Vogel's Textbook of organic chemistry**. Longman, 1989, 1514p.(p.135-153; p.238; 1273-1274)

### Introdução

Dentre os fármacos conhecidos como inibidores da cefaleia (popular dor de cabeça), se encontram algumas amins aromáticas simples *N*-aciladas, tais como acetanilida, *p*-hidroxiacetanilida (acetaminofen) e *p*-etoxiacetanilida (fenacetina). De fato, esses fármacos, que possuem ação analgésica suave (aliviam a dor) e, inclusive, antipirética (reduzem a febre), podem ser preparados a partir da reação entre o respectivo derivado de anilina e uma gente acilante, comumente anidrido acético ou cloreto de acetila, na presença de uma solução tampão, conforme exemplificado através do Esquema 1, para a acetanilida.



**Esquema 1.** Obtenção da acetanilida via reação de acilação da anilina por anidrido acético.

A reação operante envolve uma substituição nucleofílica na carbonila, sendo que a amida formada pode ser purificada através de uma recristalização (utilizando, inclusive, carvão ativado), uma técnica simples, porém de grande importância, que é baseada na diferença de solubilidade que pode existir entre um composto cristalino e as impurezas presentes no produto de uma determinada reação. Dessa forma, uma escolha adequada do solvente (ou de uma mistura de solventes) é imprescindível, e deve preencher os seguintes requisitos:

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

Outro fator importante no processo de recristalização é o resfriamento, que deve ser feito lentamente para que se permita a disposição das moléculas em retículos cristalinos, com formação de cristais grandes e puros.

Sempre que se isola um composto orgânico fruto de uma síntese (ou tora sintética), deve-se ter certeza de que o produto obtido é o que se almejava e, sendo assim, o mesmo deve ser caracterizado. Em geral, as técnicas espectroscópicas (tais como infravermelho, ressonância magnética nuclear, massas, dentre outras) são àquelas indicadas para tal função, todavia, caso já tenha sido relatado na literatura, uma simples medição da temperatura de fusão da substância pode informar o sucesso ou não na preparação, além de ser um bom indicativo da pureza do produto.

### Questionário Pré-Laboratório

1. Defina reação de acilação.
2. Apresente o mecanismo completo da reação realizada no presente experimento.
3. Faça uma discussão geral acerca da técnica de recristalização.
4. O fenol também pode ser acetilado por anidrido acético? Justifique.
5. Quem reage mais facilmente com cloreto de acetila: anilina ou benzilamina? Justifique.
6. Na preparação da acetanilida, por que é necessária uma solução tampão?
7. Como você pode caracterizar um determinado composto orgânico pela medida de sua temperatura de fusão?

### Metodologia

No presente experimento pretende-se obter a acetanilida, **1**, a partir da reação entre a anilina e anidrido acético, conforme o Esquema 1. Esta reação é dependente do pH, sendo, dessa forma, necessário o uso de uma solução tampão (ácido acético/acetato de sódio, pH ~ 4,7) que fornece o pH ótimo para que a reação ocorra com maior velocidade e rendimento.

A acetanilida sintetizada é solúvel em água quente, mas pouco solúvel em água fria. Utilizando-se estes dados de solubilidade, pode-se recristalizar o produto, dissolvendo-o na menor quantidade possível de água quente e deixando resfriar a solução lentamente para a obtenção dos cristais, que são pouco solúveis em água fria (ao contrário das impurezas). Ainda, para remoção de impurezas no soluto pode-se usar o carvão ativo, que atua adsorvendo as impurezas coloridas e retendo a matéria resinosa e finamente dividida.

O ponto de fusão é utilizado para identificação do composto e como um critério de pureza. Compostos sólidos com faixas de pontos de fusão pequenas (< 2°C) são considerados puros.

### Parte experimental

#### Materiais e reagentes

Béqueres, erlenmeyers, espátulas, pipetas, pedrinhas de porcelana, funil simples, funil de Buchner, kitassato, papel filtro, anilina, anidrido acético, acetato de sódio seco, ácido acético glacial, água destilada, etanol, banho de gelo, carvão ativado.

## Cuidados e Segurança

A anilina é um composto tóxico.

O ácido acético glacial possui ação corrosiva.

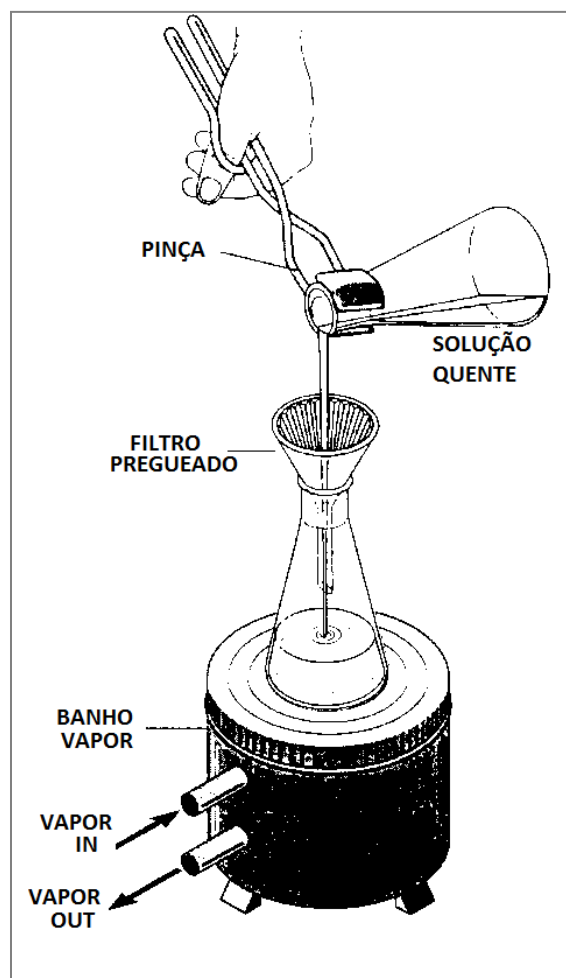
## Procedimentos

### 1ª Parte: Preparação da acetanilida

1. Fazer as misturas na capela. Em um erlenmeyer de 250 mL, na capela, prepare uma suspensão de 1,0 g de acetato de sódio anidro em 3,0 mL de ácido acético glacial.
2. Coloque uma barrinha magnética no frasco, agite por rotação manual suave e adicione 3,0 mL de anilina .
3. Mantenha essa agitação e adicione lentamente 3,5 mL de anidrido acético.
4. Após bem misturados, cubra com papel filme plástico a boca do erlenmeyer e leve para a bancada, ligue o agitador magnético e agite durante 5 minutos.
5. Após esse período, despeje a mistura reacional sobre 100 mL de H<sub>2</sub>O destilada contidos num becker.
6. A acetanilida separa-se em palhetas cristalinas incolores. Resfrie a mistura em banho de gelo, filtre os cristais sob vácuo em funil de Buchner e lave com H<sub>2</sub>O gelada. Seque e determine o ponto de fusão.

### 2ª Parte: Recristalização da acetanilida (realizar na aula subsequente)

1. Transfira a acetanilida para um erlenmeyer de 250 mL, adicione 50 mL de água destilada e agite com barrinha magnética.
2. Adicione 0,2 g de carvão ativo - aproximadamente 2% em peso - (*não adicione o carvão ativo à solução em ebulição*), agite e leve a ebulição por alguns minutos e filtre a solução quente (Figura 1) através de papel filtro pregueado.
3. Deixe em repouso para permitir a formação de cristais. Filtre novamente usando um funil de *Büchner*, seque, determine o ponto de fusão e o rendimento obtido.



**Figura 1.** Ilustração de uma filtração simples a quente.

**Questionário Pós-Laboratório**

1. Qual a função da mistura  $\text{CH}_3\text{COO}^- \text{Na}^+ / \text{CH}_3\text{COOH}$  durante o processo de síntese?
2. Qual é o solvente usado na recristalização da acetanilida?
3. Por que é recomendável utilizar apenas uma quantidade mínima de solvente no processo de recristalização?
4. Por que se usou o carvão ativo na etapa de recristalização?
5. Ao purificar um composto por recristalização, é aconselhável esfriar a solução lenta ou rapidamente? Explique.
6. Quais características deve ter um bom solvente, para que possa ser usado numa recristalização?
7. Como se deve proceder para verificar se os compostos acima foram realmente purificados após a recristalização dos mesmos?
8. Qual o ponto de fusão teórico da acetanilida? Compare com aquele obtido experimentalmente e justifique, se existir, a diferença entre eles.



## Experimento 7 – Saponificação de óleo vegetal

### Objetivo

Estudar uma reação de hidrólise básica de éster, obtido de uma fonte natural (a gordura vegetal), e verificar sua aplicação na obtenção de sabão

### Conceitos e habilidades abordados neste experimento

Hidrólise de éster

Acidez e basicidade

Solubilidade de compostos orgânicos

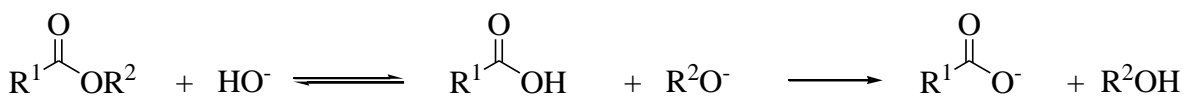
### Referências para estudo complementar

PAVIA, Donald L. et al. *Introduction to Laboratory Techniques: Small Scale Approach*, Harcourt Brace and Company, 1998. 957p. (p.108)

VOGEL, A.I. et al. *Vogel's Textbook of organic chemistry*. Longman, 1989, 1514p. (p.1198-1204; 1266-1267)

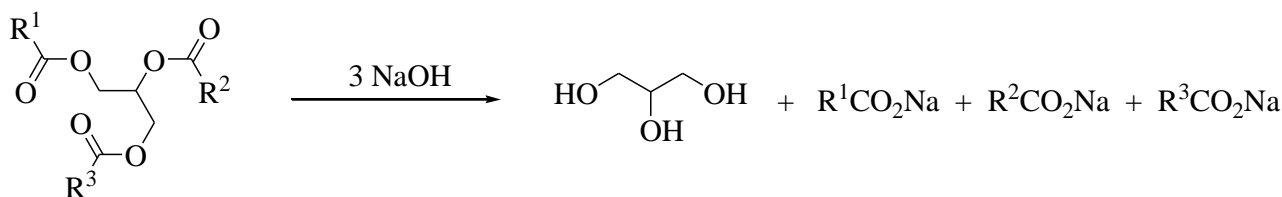
### Introdução

As reações de hidrólise de ésteres estão entre as mais conhecidas da química orgânica, sendo, inclusive, de suma importância em estudos mecanísticos e bioquímicos. Um determinado éster, quando colocado em meio fortemente alcalino, é hidrolisado de forma a produzir uma molécula de ácido carboxílico e um ânion alcóxido, que por diferença de acidez, dão origem ao par ânion carboxilato e álcool (Esquema 1).



**Esquema 1.** Reação de hidrólise de ésteres em meio básico.

Os lipídeos englobam uma variedade de classes de compostos orgânicos, que como o próprio nome sugere, são insolúveis em água. Dentre os principais lipídeos, encontram-se os triglicerídeos (ou triacilgliceróis), conhecidos popularmente como óleos e gorduras. Essas substâncias são formadas a partir da associação de uma molécula de glicerol e três moléculas de ácidos graxos (ácidos carboxílicos de cadeia alongada, 18 a 30 átomos de carbono, saturados ou insaturados) e, dessa forma, quando as mesmas sofrem hidrólise em meio básico, produzem glicerol e uma mistura de sais de ácido carboxílico. Esses sais de ácidos graxos são popularmente conhecidos como *sabões* e, conseqüentemente, a reação de formação dos mesmos, é a *saponificação*, exemplificada no Esquema 2.



**Esquema 2.** Reação de saponificação.

Os ácidos graxos formadores dos triacilgliceróis podem ser de diferentes naturezas, mais além, um óleo vegetal ou gordura animal, pode ser constituído por diferentes triacilgliceróis. Por exemplo, hidrólise básica do óleo de soja fornece, em média, uma mistura de sais de: ácido mirístico (0,1%), ácido palmítico (10,5%), ácido esteárico (3,2%), ácido oléico (22,3%), ácido linoléico (54,5%), ácido linolênico (8,3%), ácido araquídico 0,2% e ácido eicosanóico (0,9%).

**Questionário Pré-laboratório**

1. Pesquise e defina índice de saponificação e explique sua utilidade.
2. Apresente o mecanismo completo de uma hidrólise de éster em meio básico.
3. Considerando a massa molecular média para o óleo de soja como sendo 875,00 g/mol que volume de uma solução a 20 % de NaOH m/v seria necessário para hidrolisar totalmente o óleo de soja.
4. O que são micelas? De que forma as mesmas atuam no uso do sabão como agente de limpeza?

**Metodologia**

No presente experimento, será realizada uma reação de saponificação a partir da hidrólise básica de ésteres constituintes do óleo vegetal. O produto obtido (sabão) será isolado por filtração e testado qualitativamente.

**Parte Experimental****Materiais e reagentes**

Pipeta, proveta, espátula, erlenmeyer, barra de agitação magnética, funil de Buchner, sistema de filtração a vácuo, tubos de ensaio, óleo vegetal, solução de hidróxido de sódio 20% em etanol, solução saturada de cloreto de sódio, água destilada, solução saturada do sabão obtido, solução aquosa de ácido clorídrico 0,1 M, solução de cloreto de sódio saturada, solução aquosa de cloreto de cálcio a 10%.

**Procedimento experimental**

1. Adicione ~10 mL de óleo vegetal num balão de boca de 250 mL com boca esmerilhada.
2. Em seguida adicione, sobre o óleo, 20 mL de solução aquosa de NaOH 20% e mais 4 mL de etanol, tenha cuidado para não molhar a conexão esmerilhada do balão com a solução de base, use um funil de vidro. (Molhar o esmerilhado com solução de NaOH pode dificultar a desconexão, se molhar limpe antes de ajustar o condensador ).
3. Aqueça a solução resultante num sistema de refluxo até ebulição, sob agitação constante, por aproximadamente 30 minutos, até a formação de uma 'massa pastosa' opaca.
4. Após esse período, resfrie o balão de reação sob fluxo de água corrente em suas paredes (cuidado frasco quente), depois em banho de gelo.
5. Após a mistura resfriada, adicione 50 mL de uma solução saturada de cloreto de sódio, agite a mistura e filtre num sistema de vácuo em funil de Buchner, pressionando com uma espátula para

retirar o máximo de solução. Lave o sólido pastoso resultante (sabão) no funil usando ~20 mL de água destilada gelada e retire o papel filtro com o sabão e reserve sobre um vidro de relógio.

### **Testes qualitativos para o sabão obtido**

#### *Teste 1*

Prepare uma solução aquosa saturada do sabão obtido e coloque 2 mL dessa solução em 3 tubos de ensaio. Em seguida, adicione os reagentes conforme a tabela abaixo e anote os resultados observados.

	TUBO 1	TUBO 2	TUBO 3
solução de sabão*	2 ml	2 ml	2 ml
solução de NaCl	5 gotas	-	-
solução de HCl	-	5 gotas	-
solução de CaCl <sub>2</sub>	-	-	5 gotas

#### *Teste 2*

Numere 2 tubos de ensaio e adicione os reagentes conforme apresentado na tabela abaixo. Em seguida, agite vigorosamente os tubos de ensaio, anote os resultados imediatos e de após 10 minutos de repouso.

	TUBO 1	TUBO 2
óleo de soja	0,5 ml	0,5 ml
água destilada	10 ml	-
solução de sabão	-	10 ml

### **Questionário Pós-laboratório**

1. Qual a diferença entre sabão e o detergente?
2. Desenhe uma estrutura molecular geral para um sabão de ácido graxo.
3. O que é um ácido graxo saturado?
4. O que é um ácido graxo insaturado? Represente uma estrutura geral com a estereoquímica correta.
5. Liste os percentuais dos ácidos graxos componentes do óleo de soja e da manteiga.
6. Represente o mecanismo da saponificação, a partir de um triacilglicerol.
7. A medir o pH da solução do sabão obtido, o a mesma seria ácida, básica ou neutra.
8. O que são grupos hidrofóbicos e hidrofílicos do sabão?
9. Por que o sabão perde eficiência da "limpeza" na água "dura"?



## Experimento 8 – Preparação de um corante contendo grupamento azo

### Objetivo

Preparar um azo composto de importância na indústria de corantes

### Conceitos e habilidades abordados neste experimento

Reatividade de aminas e compostos aromáticos

Corantes

Controle de temperatura

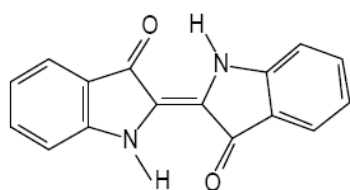
### Referências para estudo complementar

PAVIA, Donald L. et al. *Introduction to Laboratory Techniques: Small Scale Approach*, Harcourt Brace and Company, 1998. 957p. (p.317-318, p.611)

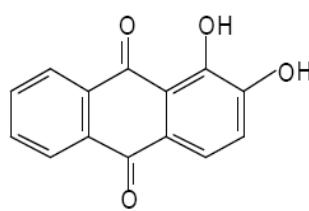
VOGEL, A.I. et al. *Vogel's Textbook of organic chemistry*. Longman, 1989, 1514p. (p.70; p.946-952)

### Introdução

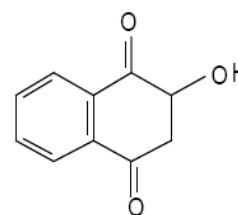
A prática do uso de corantes é uma arte que vem desde a antiguidade. Os egípcios, fenícios e romanos já empregavam alguns corantes, que eram compostos químicos em estado puro como o indigo, a alizarina e a henna. Até meados do século XIX, os principais corantes eram de origem vegetal como o índigo, isolado da planta *Indigofera tinctoria*, conhecido há mais de 4000 anos na Ásia.



Indigo



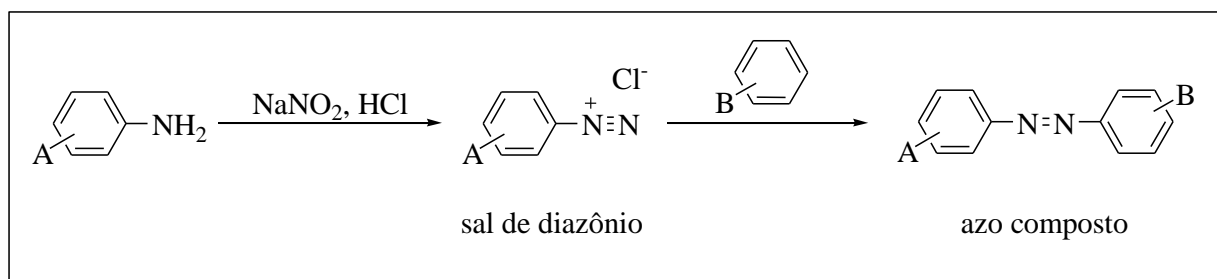
Alizarina



Henna

### Azo compostos como corantes

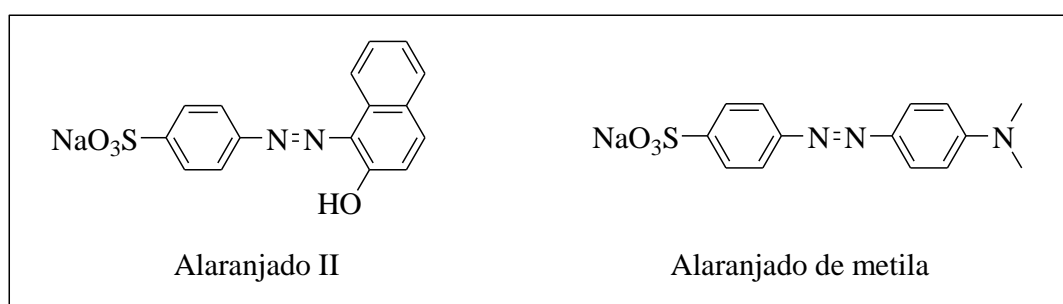
Dentre as diversas classes químicas que produzem cor, os azo-compostos, indubitavelmente, ocupam um papel de destaque, em função, principalmente, da facilidade e variedade com as quais os mesmos podem ser sintetizados. De fato, a grande maioria das aminas aromáticas primárias pode ser transformadas em sais de diazônio a partir do tratamento com  $\text{NaNO}_2$  ou  $\text{HNO}_2$ , em meio ácido (geralmente se usa  $\text{HCl}$ ), sendo estes, espécies eletrofílicas (fracas) que realizam acoplamentos com espécies aromáticas ricas em elétrons (Esquema 1).



Esquema 1. Formação de sal de diazônio e de um azo composto.

Os azo compostos, de modo geral, são espécies contendo conjugação  $\pi$ -estendida, que emitem luz na região do visível e, por isso, dentre outras aplicações, podem ser utilizados com corantes. À medida que uma molécula se torna mais conjugada, a mesma requer menos energia para passar do estado fundamental para o estado excitado (ou seja, tem seu *gap* de energia diminuído) por, basicamente, dois motivos: i) aumento da energia do HOMO; ii) diminuição da energia do LUMO; e como  $E \sim 1/\lambda$ , a emissão de luz tende a ocorrer em comprimentos de ondas maiores. Tal fato se torna ainda mais pronunciado quando na presença simultânea de grupos doadores e aceptores de elétrons nas moléculas, o que explica a atuação dos azo-compostos como corantes, uma vez que os anéis aromáticos unidos pela 'ponte' azo (-N=N-) são funcionalizados por grupos NR<sub>2</sub>, OH, OH, SO<sub>3</sub>Na, dentre outros. Ainda, substituintes polares como -SO<sub>3</sub>Na e -OH são importantes agentes de fixação do corante na superfície de uma fibra polar como algodão, lã ou náilon.

Abaixo estão apresentados dois exemplos de azo compostos utilizados como corantes na indústria e também como indicador de pH..



### **Cor e o espectro visível**

Para que o olho humano possa ver a cor de um objeto, este deve emitir luz na região visível (400-800 nm) do espectro eletromagnético. Um objeto preto absorve todos os comprimentos de onda da luz visível. Quando somente alguns dos comprimentos de onda são absorvidos, a cor é detectada devido aos comprimentos de onda que são refletidos ou transmitidos. Nós vemos a cor complementar daquela que é absorvida. Deste modo, um material que absorve a luz azul, por exemplo, pode aparecer com a coloração amarela. A diferença entre os comprimentos de onda absorvidos e emitidos é chamada de deslocamento de Stokes e se deve pelas diferentes formas de dissipação de energia (quando uma molécula retorna do estado excitado ela libera energia, sendo essa, basicamente, na forma de luz e calor).

**Tabela 1.** Cor observada e comprimento de onda absorvido.

$\lambda_{\max}$	Cor absorvida	Cor observada
380-460	Azul	Amarelo
440-560	Verde	Vermelho
540-650	Amarelo	Azul
380-420 e 610-700	Vermelho	Verde

## Questionário Pré-laboratório

1. Justifique o porque dos compostos azo serem estruturalmente adequados para serem utilizados como corantes.
2. Comente acerca da relação conjugação/absorção/emissão de luz.
3. Apresente o mecanismo de formação de um sal de diazônio.
4. Apresente um mecanismo geral de substituição eletrofílica aromática envolvendo um sal de diazônio como eletrófilo.

### Metodologia

No presente experimento, será obtido o corante alaranjado II (um azo composto) a partir da reação de acoplamento entre o  $\beta$ -naftol, um composto aromático rico em elétrons, e o sal de diazônio do ácido sulfanílico. O produto obtido será testado no tingimento de um pedaço de tecido. Para a obtenção do Alaranjado II, são necessárias duas preparações prévias e simultâneas, a do sal de diazônio e a do anel aromático rico em elétrons. A primeira preparação, a do sal de diazônio, envolve a uma reação de nitrosação e requer cuidado rigoroso com a temperatura, que deve ficar próxima de 0°C, para evitar as decomposições do ácido nitroso e do sal de diazônio. A segunda preparação, a do anel rico em elétrons, consiste na deprotonação do  $\beta$ -naftol em solução alcalina. A etapa final, a reação de acoplamento, é feita pela combinação destes reagentes.

### Parte Experimental

#### Materiais e reagentes

Pipetas, erlenmeyers, espátula, funil, termômetro, ácido sulfanílico,  $\beta$ -naftol, nitrito de sódio, ácido clorídrico, hidróxido de sódio, água destilada, banho de gelo, cloreto de sódio.

#### Cuidados e Segurança

De modo geral, os derivados de anilina são tóxicos.

Ácido clorídrico e hidróxido de sódio são corrosivos, causam queimaduras em contato com a pele e é tóxico se inalado e/ou ingerido.

### Procedimento

#### 1ª Parte: Preparação do corante

1. Em um erlenmeyer de 50 ml dissolva rapidamente 0,40 g de  $\beta$ -naftol em 10 ml de uma solução de hidróxido de sódio a 10%, medida com pipeta graduada. Aqueça se necessário, porem esfrie a mistura em banho de gelo antes da próxima etapa.
2. Em outro erlenmeyer de 50 ml dissolva 0,5 g de ácido sulfanílico em 2 ml de uma solução NaOH 10% medida em pipeta graduada. Resfrie a mistura entre 0 a 5°C em banho de gelo/sal (3:1). Adicione a esta solução, 2 ml de  $\text{NaNO}_2$  a 20%, recentemente preparado. Mantendo a temperatura

próxima de zero grau e crescente, lentamente e com agitação vigorosa (agitação com barra magnética), 5 ml de HCl 5 N.

- Com a mistura ainda sob agitação, adicione a solução alcalina e gelada de  $\beta$ -naftol.
- Continue a agitação da mistura e deixe que adquira espontaneamente a temperatura ambiente (~10 minutos).
- Acrescente então 2 g de NaCl a mistura, filtre o corante (filtração comum) e lave-o com 30 ml de água gelada. Deixe secar ao ar.

## 2ª Parte: Tingimento

- Coloque um pedaço de tecido (2x5 cm) em um Becker com 50 ml de água e aqueça a 50°C por 10 minutos.
- Em outro Becker de 100 ml contendo 50 ml de água prepare o banho de tingimento dissolvendo aproximadamente 0,25 g de Alaranjado II, 0,4 g de sal de Glauber (sulfato de sódio) e 0,25 ml de ácido acético. Aqueça a 50°C. Com o auxílio de um bastão de vidro transfira o tecido para o banho de tingimento e eleve lentamente a temperatura até alcançar ebulição mantendo-a por 10 minutos. Remova o tecido, lave bem, esprema e seque.

## Questionário Pós-laboratório

- Mostre a síntese do Alaranjado II a partir de  $\beta$ -naftol, ácido p-aminobenzenosulfônico e reagentes inorgânicos necessários.
- Escreva o mecanismo para todas as etapas.
- Justifique o controle da temperatura (0 a 5°C) neste experimento.
- O acoplamento entre o sal de arildiazônio e o  $\beta$ -naftol ocorre mais rapidamente em solução ligeiramente alcalina. Justifique.
- Indique as funções do cloreto de sódio e da água gelada.
- Circle os grupos que se encontram ligados aos anéis aromáticos dos corantes acima e indique suas funções.
- Escreva o mecanismo para a reação abaixo:

