

Instituto Federal Catarinense
Campus Concórdia
Engenharia de Alimentos

ERICKA VON BIVENICZKO PEZZIN

MARIA EDUARDA MOREIRA BIGATON

MARIA GIULIA STEFANELLO LANGONE

**RELATÓRIO DE AULA PRÁTICA DE QUÍMICA ORGÂNICA 2: SEPARAÇÃO DE
UMA MISTURA DE COMPOSTOS ORGÂNICOS**

Concórdia - SC

2022

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	3
2. OBJETIVOS	4
3. MATERIAIS E REAGENTES	4
4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	5
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES	6
6. CONCLUSÃO	10
REFERÊNCIAS	

1. INTRODUÇÃO

Não é de hoje que a química orgânica vem sendo muito útil para diversas áreas, sendo uma delas, na produção de produtos naturais e diversas preparações comerciais, tendo em vista que as mesmas utilizam conceitos básicos dessa área, como no caso da separação de misturas de diferentes compostos químicos, visando obter um composto puro, a partir das suas propriedades físicas e químicas diferentes.

Nesse sentido, para a separação de misturas ser possível, é imprescindível ter certos conhecimentos físico-químicos da mistura a ser separada, pois partindo destes, é possível determinar a forma de separação de compostos misturados.

Os líquidos com pontos de ebulição diferentes, por exemplo, são separados por destilação, visto que ao colocar uma fonte de calor em contato com as substâncias, a que apresenta menor ponto de ebulição irá evaporar primeiro, sobrando apenas a desejada. Já para o caso de substâncias que possuem solubilidades diferentes, podem ser separadas pelo método de extração ou por filtração.

Além disso, compostos que apresentam caráter ácido ou básico podem ser convertidos em sais através da reação ácido-base, tornando-se solúveis em água, e tendo a possibilidade de serem isolados dos demais compostos insolúveis em água, pela técnica da extração.

A técnica da extração trata-se de um processo de transferência seletiva de um soluto ou impureza de um meio para um solvente (BARREIROS; MACHADO, 2010). Para realizá-la, um composto presente na forma de uma solução ou suspensão em um determinado solvente, é agitado com outro solvente, no qual o composto orgânico seja mais solúvel e que seja pouco miscível com o solvente que inicialmente contém a substância. E para duas fases líquidas imiscíveis, o método denominado é "extração líquido-líquido".

Como mencionado anteriormente, a extração-líquido-líquido (ou extração por solvente) refere-se a uma ação prática, na qual dois componentes de uma mistura líquida são separados pelo contato com um solvente insolúvel o qual dissolverá preferencialmente um ou mais componentes. Nesta operação, a separação dos componentes depende da diferença da distribuição dos componentes entre os líquidos imiscíveis (USP, 2007).

O solvente usado na extração líquido-líquido é análogo ao calor usado na destilação (*USP, 2007*), sendo geralmente a água (fase aquosa) o solvente para a extração por solvente orgânico (fase orgânica), já que grande parte dos compostos orgânicos são imiscíveis em água, além de a água dissolve compostos iônicos ou altamente polares.

2. OBJETIVOS

O objetivo do presente relatório é estudar a separação dos componentes de uma mistura através de processos de separação como a filtração e a extração líquido-líquido, baseadas nas diferenças de propriedades físicas e químicas das substâncias, além de investigar as reações entre ácidos e bases, podendo ser aplicadas na separação de misturas de substâncias orgânicas.

3. MATERIAIS E REAGENTES

Para a realização da prática foram necessários o uso de algumas vidrarias e reagentes, com o intuito de separar a mistura de naftaleno, ácido benzóico e sacarose (MC), que foi entregue no início da aula.

- Água destilada
- Clorofórmio
- Cento e cinquenta mL de Solução aquosa básica (hidróxido de sódio 5%)
- Cinquenta mL de Solução de HCl 15%
- Sulfato de sódio anidro
- Duas espátulas
- Três béqueres de 100 mL
- Bastão de vidro
- Funil de vidro
- Papel filtro
- Funil de separação
- Funil de Buchner
- Erlenmeyer de 100 mL
- Vidro relógio
- Uma pipetas graduada de 1 mL
- Uma pera

4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

No procedimento de separação da mistura de três compostos orgânicos: naftaleno, ácido benzóico e sacarose, é utilizado solventes reativos. Para isso, a sacarose é separada por filtração. Já o ácido benzóico pode ser extraído da fase etérea com adição de solução aquosa básica (bicarbonato de sódio ou NaOH) a qual converte o ácido no seu respectivo sal. Esse sal ficará retido na camada aquosa, enquanto o naftaleno ficará retido na fase orgânica e pode ser obtido pela evaporação do solvente remanescente em solução.

4.1. SEPARAÇÃO DA SACAROSE

Inicialmente é necessário pesar em um béquer de 100 mL, aproximadamente 2g da mistura de compostos, já pré-preparada. Após a pesagem, 25 mL de clorofórmio são adicionados na mistura e agitados com um bastão de vidro até obter o máximo de dissolução possível.

Posteriormente, esta amostra é filtrada em um papel de filtro previamente pesado, lavando-o com uma pequena quantidade de clorofórmio, após isso, a amostra é seca e a pesagem é realizada novamente no dia seguinte, para calcular a quantia exata de sacarose na amostra (sua massa e percentual na mistura de compostos).

4.2. SEPARAÇÃO DO ÁCIDO BENZÓICO

Para esta separação, a solução contida no béquer da separação anterior é transportada para um funil de separação pequeno e adiciona-se ao funil de separação 15 mL de hidróxido de sódio (NaOH) 5%, agitando a mistura por cerca de 30 segundo a fim de se obter a separação de fases completa.

Em seguida, após ter sido feita a separação, remove-se a fase inferior em um béquer, denominado A, no qual ficará contido o ácido benzóico. É necessário repetir a extração com mais 15 mL de NaOH 5% recolhendo a fase inferior no mesmo béquer, guardando a fase superior orgânica para o último teste (separação do naftaleno).

Para recuperar o composto do béquer com ácido benzóico pela mudança do meio (de básico para ácido), é adicionado ácido clorídrico (HCl) 15% até que o teste com papel de tornassol indique um excesso significativo de ácido e se tenha a formação de cristais de ácido benzóico.

Por fim, filtre o conteúdo do béquer com ácido benzóico em um Funil de Buchner (Filtração a Vácuo) contendo um papel filtro. Após a amostra estar seca, é possível determinar a porcentagem do composto orgânico recuperado.

4.3. SEPARAÇÃO DO NAFTALENO

Nesta separação, é necessário passar a solução de naftaleno contida no funil de separação que estava contida na parte de cima durante a separação de fases, para um erlenmeyer de 100 mL e adicionar aproximadamente 0,5 g de sulfato de sódio anidro (ou cerca de 3 g de cloreto de cálcio) ao erlenmeyer e agitar.

Posteriormente, realiza-se uma filtração simples do conteúdo do erlenmeyer para um béquer, denominado B, previamente pesado. Este procedimento retira o agente secante por filtração.

Por fim, deixa-se o béquer contendo solução de naftaleno na capela até a completa evaporação do clorofórmio. Ao pesar o mesmo béquer (B) seco, pode-se determinar a porcentagem do composto orgânico recuperado (ou quantifique por diferença).

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Nesta seção serão discorridos resultados obtidos ao longo da prática, bem como explicações e possíveis erros os quais possam ter ocorrido.

5.1. SEPARAÇÃO DA SACAROSE

Para a separação da sacarose, inicialmente foi pesado um total de 2,0240 g de mistura de compostos (MC) previamente preparada. Esta, se dissolve em água, por possuir vários grupos OH em sua estrutura, que realizam ligações de hidrogênio com as moléculas de água, o que facilita o processo de dissolução (GOEHLER, 2021).

Nesse cenário, como a sacarose não se dissolve em clorofórmio, foi adicionado 25 mL de este solvente orgânico (CHCl_2 , PM: 119,38 g/gmol) em MC, a fim de solubilizar o máximo possível.

O clorofórmio é um líquido claro, volátil e com odor característico, usado como solvente orgânico em várias áreas de pesquisa, tais como fitoquímica, bioquímica, biologia molecular, e para produtos específicos (vernizes, ceras, gorduras, óleos, graxas) (NETO, *et al*; 2010).

Fato, é consequência de sua ausência, ou baixa ocorrência, de regiões eletricamente densas nas moléculas constituintes, dessa forma, com menores momentos dipolares e menores constantes dielétricas. Logo, encaixando-se na prática, a naftalina, extremamente apolar, é solúvel em clorofórmio.

Nesse cenário, a MC foi filtrada, com o auxílio de um funil e um papel filtro, dobrado e pesado (0,5372 g), e posta secar por 24 horas em um dessecador. Assim, após a evaporação do solvente, em balança analítica, a sacarose e o papel foram novamente pesados (1,4856 g). Dessa forma, com o cálculo da diferença, pôde-se descobrir qual foi a quantidade extraída da mistura.

$$\begin{aligned} & \text{Papel filtro: } 0,5372 \text{ g} \\ & \text{Sacrose + papel filtro: } 1,4856 \text{ g} \\ & 1,4856 - 0,5372 = 0,9484 \\ & \text{Total de sacarose: } 0,9484 \text{ g} \end{aligned}$$

Figura 1 - Filtração da sacarose



Fonte: Os autores (2022)

Os demais componentes foram mantidos na solução com clorofórmio filtrada, para que assim fosse seguido para a próxima etapa de separação dos componentes, os quais eram solúveis no solvente utilizado.

5.2. SEPARAÇÃO DO COMPONENTE DE CARÁTER ÁCIDO

A solução contida no béquer foi separada com um funil de separação no qual foi adicionado 15 mL de hidróxido de sódio (NaOH) 5%, e após 30 segundos de agitação para que as fases ficassem separadas por completo, houve a reação de neutralização ácido-base, entre o solvente e o ácido benzóico, produz sal e água, os quais foram separados pela fase inferior do funil.

Esta metodologia é utilizada para separar líquidos de densidades diferentes, onde não aceitam ser misturados e que também não tenham pesos iguais. Nesta extração o composto foi distribuído entre os dois solventes, NaOH e clorofórmio, insolúveis entre si. Geralmente, o composto a ser extraído é insolúvel ou parcialmente solúvel num solvente, mas é muito solúvel no outro solvente.

Figura 2 - Agitação do funil de separação.



Fonte: Os Autores (2022).

Figura 3 - Separação das fases para filtração.

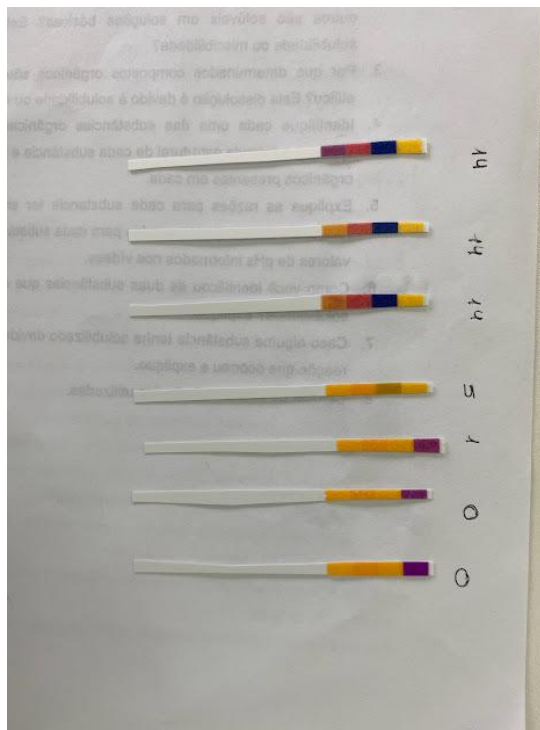


Fonte: Os Autores (2022).

Na recuperação do composto do béquer, no qual dispunha ácido benzóico, a adição do ácido clorídrico provocou a mudança do meio, haja vista a diminuição do pH, e assim, houve novamente a formação de cristais. Assim, como ocorreu a adição de um ácido forte em uma

solução de ácido orgânico com uma base, resultou na protonação da base e ligações por meio de íons H^+ , por fim, houve diferenças nas propriedades (GONSALVES, *et al*; 2013).

Figura 4 - Indicadores de pH



Fonte: Os Autores (2022).

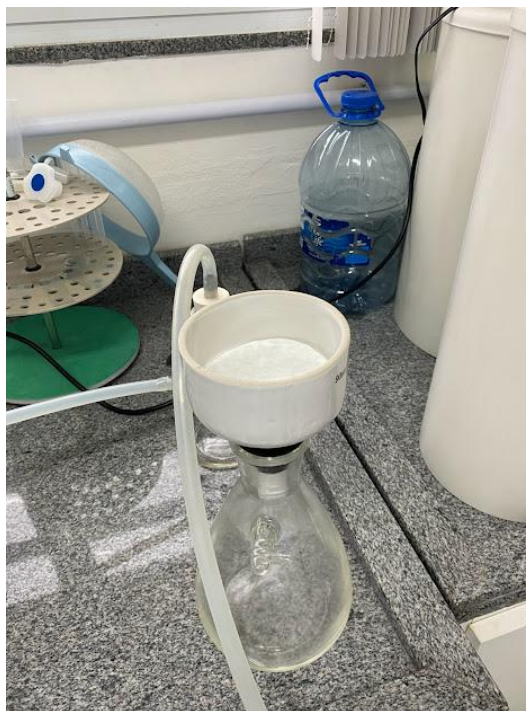
Figura 5 - Cristais de ácido formados



Fonte: Os Autores (2022)

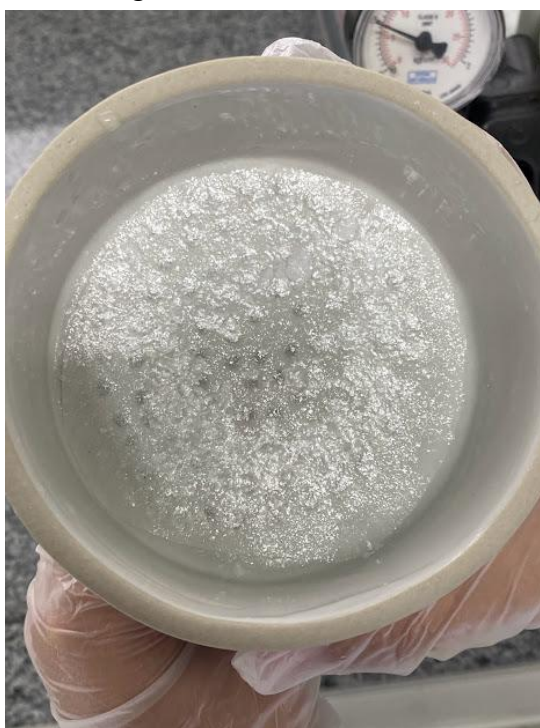
Por fim, o conteúdo foi filtrado em um sistema a vácuo, e posto secar também por 24 horas, para que assim, seu peso fosse determinado, por meio do cálculo da diferença entre a massa final e do papel filtro.

Figura 6 - Sistema de filtração a vácuo



Fonte: Os Autores (2022).

Figura 7 - Cristais filtrados



Fonte: Os Autores (2022).

Após a pesagem, foi determinado uma massa total de 0,6213 g, diminuindo pelo peso do papel filtro (0,4860 g), totalizou-se 0,1353 g de ácido benzóico.

5.3. SEPARAÇÃO DO COMPONENTE NEUTRO

Para averiguar se a extração dos compostos foi eficaz, algumas gotas da solução filtrada no kitassato foram postas em um vidro relógio. Com a exaustão da capela ligada, pode-se perceber o aparecimento de manchas esbranquiçadas, representando a evaporação do solvente.

Figura 8 - Evaporação do solvente restante



Fonte: Os Autores (2022).

Dessa forma, como inicialmente foi pesado 2,0240 g de MC, diminuindo pelas pesagens das duas primeiras extrações, 0,9484 g e 0,1353 g respectivamente, pode-se supor, pelo cálculo da diferença, que o total de naftaleno na mistura foi de 0,9403 g.

6. CONCLUSÃO

Após a aula prática realizada, foi possível observar que existem métodos diferentes de separação, sendo exemplos a filtração e o de extração líquido-líquido, e que para realizá-los corretamente, é necessário conhecer as características físicas e químicas dos compostos.

Além disso, foi possível notar que os métodos de filtração deram certo em cada composto orgânico, naftaleno, ácido benzóico e sacarose, porque foi seguido as características deles. Na sacarose, por exemplo, foi utilizado o método de filtração e posteriormente adicionado a ela um solvente orgânico apolar, que não dissolve a sacarose (por sua polaridade).

Já no ácido benzóico foi utilizado o método de extraído da fase etérea com adição de solução aquosa básica a qual converte o ácido no seu respectivo sal, o qual ficará retido na camada aquosa, enquanto o naftaleno ficará retido na fase orgânica.

O naftaleno que sobrou, pode ser obtido por meio da evaporação do solvente remanescente em solução, sendo feita uma filtragem, e posto em um vidro relógio, que ficou na capela até a evaporação total do clorofórmio.

Por fim, foi possível comprovar que essa aula prática foi de suma importância, já que os métodos escolhidos para cada substância da mistura foram eficientes e pôde-se relacionar os conceitos teóricos no laboratório.

REFERÊNCIAS

BARREIROS, André Luís Bacelar Silva; MACHADO, Samísia Maria Fernandes. **Química Orgânica Experimental 2**. São Cristóvão: Universidade Federal de Sergipe, 2010.

Disponível em:

https://cesad.ufs.br/ORBI/public/uploadCatalogo/18482916022012Quimica_Organica_Experimental_Aula_2.pdf. Acesso em: 06 nov. 2022.

GOEHLER, M. P. D. **Estudo da solubilidade da sacarose em soluções técnicas (impuras) de cana de açúcar**. 2021. 159 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Centro

Universitário FEI, São Bernardo do Campo, 2021. Disponível em:

<https://doi.org/10.31414/EQ.2021.D.131399>.

GONSALVES, et al. **Contextualizando reações ácido-base de acordo com a teoria protônica de Brønsted-Lowry usando comprimidos de propranolol e nimesulida**.

Universidade Federal do Vale do São Francisco, Campus Petrolina Centro, Petrolina - PE, Brasil. Disponível em:

<https://www.scielo.br/j/qn/a/XrR3hMFmXJSjFfYFKXnC3qN/?lang=pt#:~:text=De%20acordo%20com%20esta%20teoria,em%20função%20do%20grupo%20metanossulfonamida.&text=Diante%20destas%20propriedades%2C%20a%20Figura,da%20nimesulida%20em%20meio%20aquoso>. Acesso em: nov. 2022.

NETO, J. O. et al. **Metodologia para tratamento de clorofórmio comercial para uso em separações cromatográficas**, [s.d.]. Disponível em:

<<https://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/bitstream/doc/874418/1/pub145.pdf>>. Acesso em: nov. 2022.