

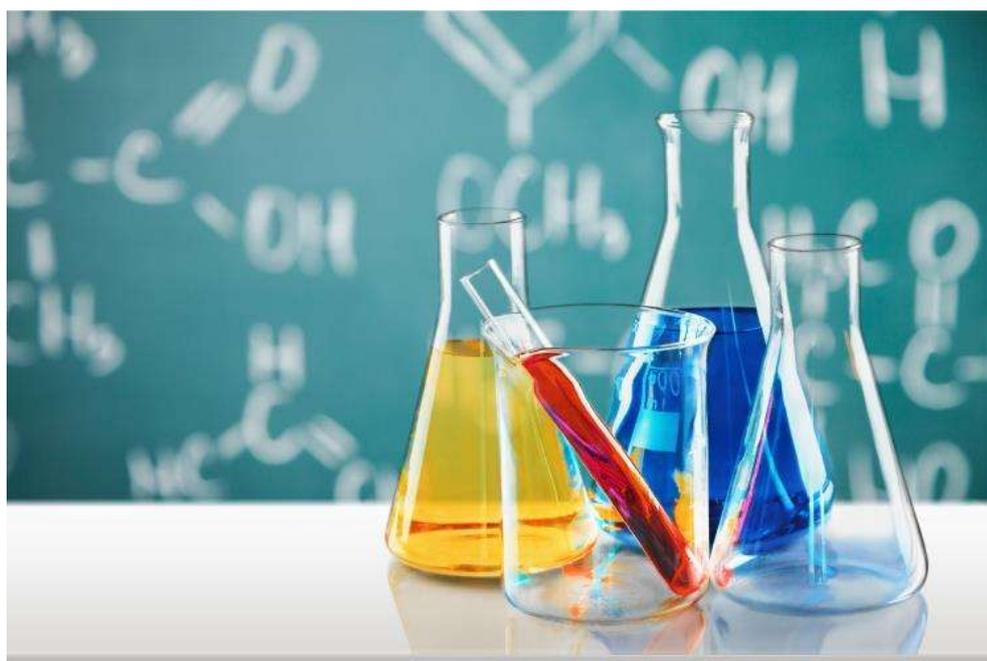
UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO



Faculdade de Ciências Farmacêuticas de Ribeirão Preto

Química Estrutural

Roteiro de Aulas Prática



Profa. Dra. Rose Mary Zumstein Georgetto Naal

Prof. Dr. Zeki Naal

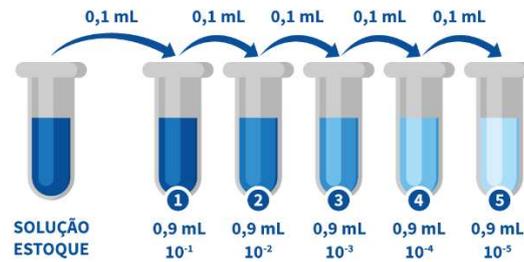
-2023-

CRONOGRAMA DE AULAS

DATA	HORÁRIO	TURMA	ASSUNTO
15/08	8:00 – 12:00 h	C	Soluções e diluições
15/08	14:00 – 18:00 h	B	Soluções e diluições
16/08	14:00 – 18:00 h	A	Soluções e diluições
29/08	8:00 – 12:00 h	C	Determinação do Equivalente-grama de um metal
29/08	14:00 – 18:00 h	B	Determinação do Equivalente-grama de um metal
30/08	14:00 – 18:00 h	A	Determinação do Equivalente-grama de um metal
12/09	8:00 – 12:00 h	C	Espectro de um indicador ácido-base
12/09	14:00 – 18:00 h	B	Espectro de um indicador ácido-base
13/09	14:00 – 18:00 h	A	Espectro de um indicador ácido-base
26/09	8:00 – 12:00 h	C	Produção de HCl e rendimento da reação
26/09	14:00 – 18:00 h	B	Produção de HCl e rendimento da reação
27/09	14:00 – 18:00 h	A	Produção de HCl e rendimento da reação
10/10	8:00 – 12:00 h	C	Determinação da fórmula do hidrato
10/10	14:00 – 18:00 h	B	Determinação da fórmula do hidrato
11/10	14:00 – 18:00 h	A	Determinação da fórmula do hidrato
24/10	8:00 – 12:00 h	C	Cinética de Reação Química
24/10	14:00 – 18:00 h	B	Cinética de Reação Química
25/10	14:00 – 18:00 h	A	Cinética de Reação Química
07/11	8:00 – 12:00 h	C	Fluorimetria - noções
07/11	14:00 – 18:00 h	B	Fluorimetria - noções
08/11	14:00 – 18:00 h	A	Fluorimetria - noções
25/10	10:00 – 12:00h	A, B, C	PROVA de QUÍMICA – Anfi I e II

Avaliação: [(Prova teórica x 0,7) + (média prática x 0,3)]

AULA 01: SOLUÇÕES E DILUIÇÕES



Solução é uma mistura homogênea de duas ou mais substâncias cuja preparação é muito importante nos laboratórios químicos, nos laboratórios farmacêuticos e nas indústrias. O farmacêutico, precisa saber preparar soluções com concentrações conhecidas e saber como diluí-las para obter concentrações bem mais baixas de um determinado produto químico, como por exemplo um fármaco.

Diluição significa acrescentar mais solvente. Com a diluição, a massa do soluto permanece inalterada, no entanto, o volume da solução e a concentração serão alterados.

Diluição seriada é uma técnica na qual se realizam várias diluições progressivas. Inicia-se com a solução mais concentrada chegando a soluções menos concentradas, amplificando o fator de diluição rapidamente.

OBJETIVOS: Aprender sobre diluições e fator de diluição.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

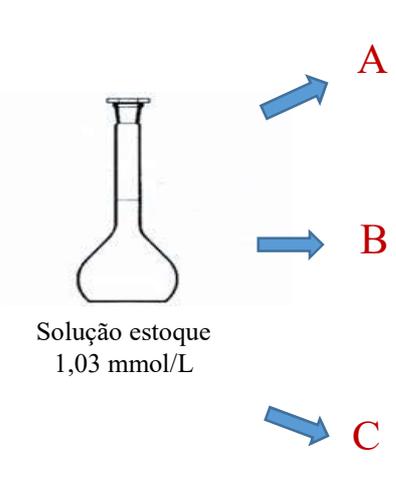
1. A partir da solução estoque do corante alimentício vermelho, na concentração de 1,03 mmol/L, qual volume usar na preparação de 50,00 mL das soluções abaixo? Preste atenção na figura abaixo, pois ela indica que estas soluções fazem parte de uma **diluição serial**. Determinar o volume e preparar as soluções.

Dado: Solução estoque ->  50,00 mL; 1,03 mmol/L



Sç	Volume a ser pipetado, mL	Concentração final da solução, $\mu\text{mol/L}$
1	estoque	1030
2		230
3		60
4		10

2. Quais os volumes a serem usados nas seguintes diluições? Considere volumes finais de solução = 10,00 mL. Quais as concentrações finais?



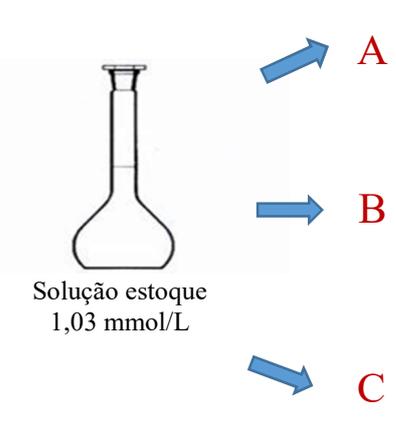
Solução estoque
1,03 mmol/L

A Diluição 1:100, volume a ser pipetado =
Concentração final da solução =

B Diluição 2:50, volume a ser pipetado =
Concentração final da solução =

C Diluição 2:10, volume a ser pipetado =
Concentração final da solução =

3. Qual o volume necessário para preparar 50,00 mL das soluções de concentração abaixo?



Solução estoque
1,03 mmol/L

A Volume a ser pipetado =
Concentração final da solução = 4,94 $\mu\text{mol/L}$

B Volume a ser pipetado =
Concentração final da solução = 17,9 $\mu\text{mol/L}$

C Volume a ser pipetado =
Concentração final da solução = 90,00 $\mu\text{mol/L}$

4. **a)** Carregar a bureta com a solução de corante acertando o volume na marca de 15,00 mL. Em uma proveta de 25,00 mL, escoar o volume de solução da bureta até a marca de 25,00 mL; **b)** Repetir o processo no item “a” e deixar escoar todo o volume da bureta em outra proveta de 25,00 mL. Comparar os resultados de volumes nas duas provetas.

Erros experimentais das micropipetas:

Micropipeta de 50 μL (5 – 50 μL) -> erro = $\pm 0,3\%$ (0,15 μL)
Micropipeta de 100 μL (10 – 100 μL) -> erro = $\pm 0,5\%$ (0,5 μL)
Micropipeta de 1000 μL (100 – 1000 μL) -> erro = $\pm 0,5\%$ (5 μL)

AULA 02: DETERMINAÇÃO DO EQUIVALENTE-GRAMA DE UM METAL



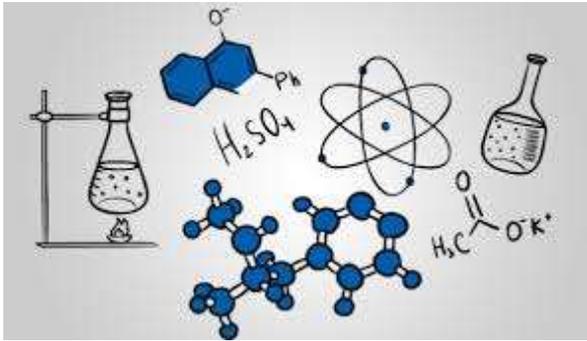
As quantidades de duas substâncias que reagem entre si são chamadas quantidades equivalentes. Em cálculos estequiométricos, o conceito de equivalente-grama é de grande utilidade. O equivalente grama de uma substância é definido como a massa que reage com 8g de oxigênio. Em uma reação química os produtos de partida reagem com o mesmo número de equivalentes, ou seja, 1 equivalente-grama de uma substância reage com 1 equivalente-grama de outra substância envolvida na reação. Esse conceito permite a determinação do equivalente-grama do metal.

OBJETIVOS: Nesse experimento será feita a reação quantitativa de um metal (**Mg**) com ácido clorídrico. Será determinado o volume de hidrogênio produzido durante a reação nas condições ambiente. Os resultados serão empregados na determinação do equivalente-grama do magnésio.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL:

1. Calcular o volume morto da bureta, escoando o volume de água correspondente à parte não graduada dela, em uma proveta.
2. Cortar aproximadamente 7 cm de uma fita de **Mg** e pesá-la cuidadosamente de forma a obter uma massa de aproximadamente 0,06g.
5. Medir 10 mL de **HCl** (aq.) em uma proveta e transferi-lo cuidadosamente para a bureta.
6. Completar o volume da bureta adicionando água, cuidadosamente, com o auxílio de uma pisseta.
7. Prender a fita de magnésio em um espiral de cobre preso à uma rolha e tampar a bureta com essa rolha.
8. Inverter a bureta em um béquer contendo água destilada, sem deixar entrar bolhas de ar na mesma. Se isso acontecer repita esse procedimento.
9. O ácido clorídrico sendo mais denso que água vai se difundir até entrar em contato com o metal e reagir. Espere até a reação terminar e deixe a bureta em repouso até que o gás desprendido alcance a temperatura ambiente.
10. Anote os resultados obtidos e calcule o equivalente-grama do Mg.

AULA 03: PRODUÇÃO DE HCl E DETERMINAÇÃO DO RENDIMENTO DA REAÇÃO



O conceito de equivalente-grama é de grande utilidade em uma reação química, uma vez que cada substância participante da reação reage com o mesmo número de equivalentes.

- Na reação de um ácido com uma base, a solução resultante será estritamente

neutra, o que equivale a dizer que ocorre neutralização quando estão presentes quantidades estequiométricas equivalentes de ácido e base.

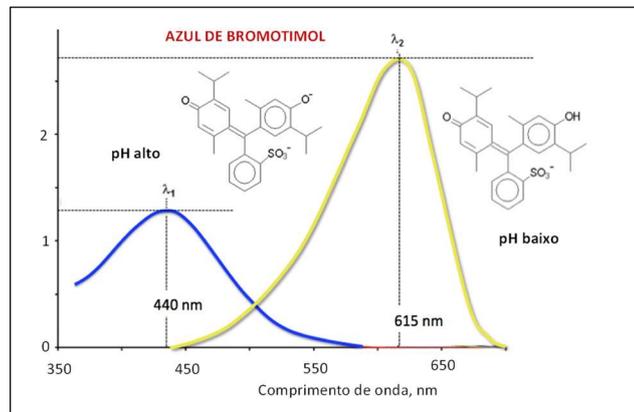
- Um dos métodos de grande utilidade na determinação de concentrações é a titulação, que se baseia na teoria de equivalente-grama. Chama-se titulação o método volumétrico no qual se utiliza uma solução de concentração conhecida, padronizada, para determinar a concentração de uma outra solução, sendo que o ponto de equivalência (ou viragem) é indicada para corantes que são chamados indicadores.

OBJETIVOS: Produzir HCl pela reação de NaCl com H_2SO_4 e determinar o rendimento da reação.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL:

1. Em um erlenmeyer pesar 6,0 g de NaCl.
2. Montar o aparato químico de acordo com a figura que será colocada na lousa.
3. Medir 20,00 mL de H_2SO_4 e transferir para o funil de separação (vide esquema na lousa).
4. Gotejar, lentamente, o H_2SO_4 sobre o NaCl e recolher o gás HCl em um béquer contendo H_2O em constante agitação magnética. Depois de adicionar todo o H_2SO_4 , aquecer o NaCl cuidadosamente para completar a reação química.
5. Após terminada a reação, transferir a água do béquer para um balão volumétrico de 500,00 mL e completar o volume com H_2O destilada. Homogeneizar a solução.
6. Retirar do balão volumétrico uma alíquota de 10,00 mL e transferi-la para um erlenmeyer de 125,00 mL. Gotejar 3 gotas do indicador fenolftaleína.
7. Encher uma bureta de 25,00 mL com NaOH padronizado (concentração conhecida) e titular a solução ácida.
8. Determinar o volume de base necessária para neutralizar o ácido. Repetir a titulação três vezes.
9. Determinar o rendimento da reação usando a estequiometria da reação.

AULA 04: ESPECTRO DE ABSORÇÃO DE UM INDICADOR ÁCIDO-BASE



Absorciometria

A absorciometria é um método fotométrico baseado na propriedade que tem muitas espécies iônicas ou moleculares de absorver a luz de determinados comprimentos de onda nas regiões ultravioleta e visível.

As medidas de absorção são usadas na identificação de substâncias, na determinação de concentrações desconhecidas e no cálculo de constantes moleculares.

A absorção de luz por uma determinada substância depende apenas da sua concentração e do comprimento do caminho percorrido pela luz. Assim, as medidas espectrofotométricas propiciam uma determinação rápida e não destrutiva de espécies químicas diversas.

OBJETIVOS: A) Determinar o espectro de absorção do indicador ácido-base, azul de bromotimol, em meio ácido, neutro e básico. **B)** Determinar o coeficiente de absorvidade molar do corante em meio básico

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL:

PARTE A

1. Transferir aproximadamente 2,5 mL das soluções de azul de bromotimol (pHs, 5,5; 7,0 e 8,0) para as cubetas de absorbância.
2. Calibrar o espectrofotômetro para leitura da absorbância no comprimento de onda desejado.
4. Para cada comprimento de onda selecionado, zerar o aparelho usando o solvente (no caso, água destilada) como branco.
5. Fazer a leitura da absorbância para todas as soluções, de 20 em 20 nm, na faixa de 400 a 700 nm correspondente ao comprimento de onda da luz visível. Não esquecer de zerar o aparelho antes de cada medida. Anotar os resultados.

6. Construir a curva de absorção do azul de bromotimol em três pHs diferentes (5,5; 7,0 e 8,0). Colocar o comprimento de onda o eixo "x" e a absorbância no eixo "y".

PARTE B

1. Preparar 25,00 mL de soluções de azul de bromotimol, em meio básico, nas concentrações de 18,70 $\mu\text{mol/L}$ (ESSA JÁ ESTARÁ PRONTA), 15,00 $\mu\text{mol/L}$, 10,00 $\mu\text{mol/L}$ e 5,00 $\mu\text{mol/L}$. Usar diluição seriada para essas preparações. **MUITA ATENÇÃO!**

2. Medir a absorbância de cada uma das soluções no comprimento de onda máximo de absorção do azul de bromotimol em meio básico. Lembre-se de calibrar o aparelho no comprimento de onda desejado e zerar o aparelho usando o branco.



3. Determinar o coeficiente de absorvidade molar do azul de bromotimol em meio básico. Para isso construir a curva de absorbância (eixo y) versus concentração do corante (eixo x).

AULA 05: DETERMINAÇÃO DA FÓRMULA DE UM HIDRATO



Hidratos sólidos são sais que contêm quantidades estequiométricas de água atribuída aos íons hidratados que compõem o sal. Os sais de um modo geral se dividem em sais deliquescentes, eflorescentes e higroscópios. Os sais deliquescentes absorvem umidade do ar e tendem a formar soluções saturadas. Os sais eflorescentes perdem água para o meio ambiente e os sais higroscópios absorvem umidade do ar, mas não chegam a formar soluções saturadas.

OBJETIVOS: Determinar a fórmula de um hidrato e observar o comportamento de hidratação e desidratação de um sal.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL:

1. Pesar aproximadamente 1g de sulfato de cobre em um cadinho de porcelana e aquecer com um bico de Bunsen até o descoramento. Observar o comportamento.

OBS. Não esqueça de anotar: 1) A massa do cadinho vazio; 2) A massa de sulfato de cobre que foi pesada. **PESAR SEMPRE NA MESMA BALANÇA.**

2. Identificar a cápsula do grupo e colocá-la em um dessecador até que esfrie. Enquanto isso, o grupo deve proceder de acordo com os itens 4 e 5.

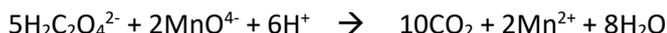
3. Colocar uma pequena quantidade do sal $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (duas pontas de espátula) em um tubo de ensaio e aquecer com cuidado. Observar e anotar o que viu.

4. Esperar o tubo esfriar e adicionar algumas gotas de água. Observar o comportamento. Em seguida adicionar uma quantidade maior de água e algumas gotas de HCl concentrado. Anotar os resultados.

5. Pesar a cápsula fria e anotar os resultados. Determinar a fórmula do hidrato pela estequiometria da reação.

AULA 06: FATORES QUE INFLUEM NA VELOCIDADE DE UMA REAÇÃO

Nesta experiência você analisará a influência da concentração, temperatura e catalisador na velocidade de uma reação química. Para tanto será examinado o sistema de oxido-redução oxalato-permanganato em meio ácido. Essa reação pode ser equacionada como abaixo.



Dos reagentes usados, apenas a solução de permanganato de potássio apresenta cor característica: violeta. Os demais são incolores, bem como os produtos. Uma vez que o KMnO_4 , será totalmente consumido, você poderá analisar a velocidade da reação, pelo tempo necessário para descolorar a solução. Utilizar os quadros abaixo, para anotar seus resultados.

II. Reagentes:

Solução I - HCl 5M

Solução II - ácido oxálico 0,5N

Solução III - KMnO_4 0,04M

Solução IV - Solução diluída de MnSO_4 (~ 0,01 M)

III. Procedimentos Experimentais:

Parte A - Influência da Concentração

1. Com a proveta graduada meça 10 mL da Solução I, transferindo-a para um béquer, assinalado com nº 1.
2. Utilizando uma pipeta, meça 5 mL da Solução II e adicione-a ao nº 1.
3. Com outra pipeta, adicione 4 mL da Solução III ao mesmo béquer, agite-o imediatamente, para obter uma boa homogeneização. Anote o tempo de descoloramento a partir do instante em que adicionou a Solução III. Anote o tempo no quadro respectivo.
4. Utilizando o béquer nº 2, repita os itens (1) e (2), adicionando a seguir 50 mL de água destilada. Homogeneíze bem a solução e a seguir repita o item (3).
5. Utilizando o béquer nº 3, repita os itens (1) e (2), adicionando a seguir 100 mL de água destilada. Homogeneíze bem a solução e a seguir repita o item (3).

INFLUÊNCIA DA CONCENTRAÇÃO

Béquer nº	Sol I, mL	Sol II, mL	Água, mL	Sol III, mL	Tempo reação, s	$[\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4]$, mol/L	$[\text{KMnO}_4]$, mol/L
1	10,00	5,00	-	4,00			
2	10,00	5,00	50,00	4,00			
3	10,00	5,00	100,00	4,00			

Parte B - Influência do Catalisador

- a)** Coloque em um béquer 10 mL da Solução I.
b) Adicione 5 mL da Solução II.
c) Acrescente 50 mL de água destilada, e agite para obter uma solução bem homogênea.
d) Finalmente adicione 4 mL da Solução III, agite e determine o tempo de descoramento anotando-o.
- Repita o item (a), (b) e (c). A seguir adicione 1 mL da Solução IV. Agite para obter uma boa homogeneização. Repita o item (d) da parte 1.
- Idem item 2, com adição de 4 mL da Solução IV.

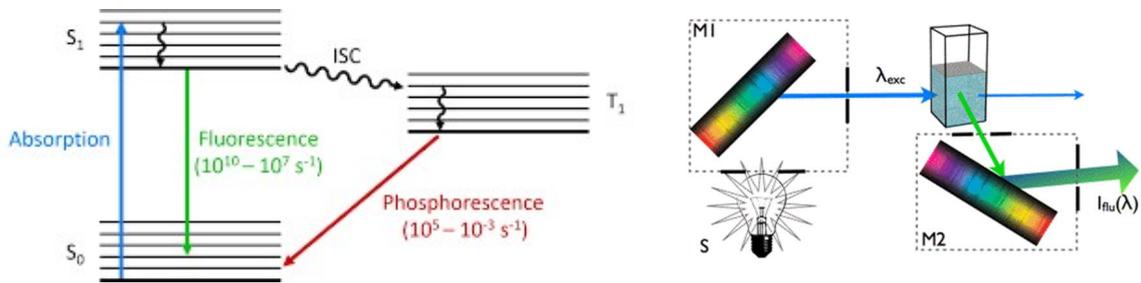
Parte C - Influência da Temperatura

- Em três béqueres numerados (1), (2) e (3) coloque 10 mL da Solução I, mais 5 mL da Solução II, mais 100 mL de água destilada.
- Adicione ao béquer nº 1, 4 mL da Solução III e anote no quadro respectivo o tempo de descoramento.
- Determine a temperatura da solução no béquer nº 1 e anote.
- Aqueça a solução do béquer nº 2, até atingir 40 °C.
- Adicione ao béquer nº 2, 4 mL da Solução III e agite. Anote o tempo de descoramento.
- Repita o item (4), (5) e (6) com béquer nº 3 empregando uma temperatura de 50 °C.

INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA

Béquer nº	Temperatura, °C	Tempo reação, s
1		
2		
3		

AULA 07: NOÇÕES DE FLUORESCÊNCIA



Luminescência é a emissão de luz de qualquer substância e ocorre de estados excitados eletronicamente. A luminescência é formalmente dividida em duas categorias: **fluorescência** e **fosforescência**. Na fluorescência, o elétron do orbital excitado está pareado (spin oposto) com o elétron do orbital do estado fundamental. Dessa forma, o retorno para o estado fundamental é um processo permitido e ocorre rapidamente (tempo inferior a 0,00001s) pela emissão de um fóton. Já na fosforescência, o elétron do estado excitado apresenta a mesma orientação de spin daquele encontrado no orbital fundamental, e, portanto, o retorno para o estado fundamental é considerado um processo não permitido, de forma a ocorrer mais lentamente (milissegundos a segundos).

- A fluorescência tipicamente ocorre em moléculas aromáticas, ou seja, que possuem duplas ligações conjugadas.
- A fluorescência é uma metodologia frequentemente usada em biotecnologia, diagnósticos médicos, sequenciamento de DNA, ciências forenses, análise de produtos farmacêuticos e de alimentos, entre outros.

OBJETIVOS:

- Visualizar o fenômeno de fluorescência e o processo de supressão de fluorescência.
- Relacionar a cor emitida com o comprimento de onda de emissão.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

1. Preparar 100 mL de uma solução de riboflavina na concentração de 5 µg/mL.
2. Pesquisar as massas correspondentes das seguintes concentrações de três soluções de iodeto de potássio: 0,05M; 0,15M e 0,30M, considerando um volume final de 10 mL. Dissolver as massas mencionadas com a solução do item 1. Dados: K=39 g/mol, I=126,9 g/mol.
3. Observar a supressão de fluorescência das soluções preparadas através da irradiação das mesmas com luz UV no comprimento de onda de 366 nm.
4. Você terá na sua bancada três soluções diferentes: quinino, eosina e fluoresceína. Observar a fluorescência de cada uma delas e indicar qual dessas substâncias emite em região mais energética do espectro e qual emite em região menos energética.



REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. RUSSEL, J.B. Química Geral. Vol. 1 e 2, 2ª edição, Makron Books do Brasil Editora Ltda, 1994.
2. MAHAN, B.M. & MYERS, R.J. Química "Um Curso Universitário". Tradução da 4a. edição americana, Editora Edgard Blücher Ltda, 1993.
3. ATKINS, P. & JONES, L. Chemistry: Molecules, Matter, and Change. 3a. edição, W.H. Freeman and Company, 1997.
4. KOTZ, J.C. & PURCELL, K.F. Chemistry & Chemical Reactivity. 2a. edição, Saunders College Publishing, 1991.
5. KOTZ, J.C. & TREICHEL JR., P. Chemistry & Chemical Reactivity. 3a. edição, Saunders College Publishing, 1996.
6. ROCHA FILHO, R.C. & SILVA, R.R. Introdução aos Cálculos da Química. 1992.
7. BASSETT, J.; DENNEY, R.C.; JEFFERY, G.H.; MENDHAM, J.V. Análise Inorgânica Quantitativa. 4a. edição, 1981.
8. VOGEL, A. Química Orgânica Qualitativa.
9. CONSTANTINO, M.G.; SILVA, G.J.; DONATE, P.M. Fundamentos de Química Experimental. 1ª. Edição, Edusp, 2003.
10. SKOOG, D.A. & LEARY, J.J. Principles of Instrumental Analysis. 4a edição, Saunders College Publishing, 1992.
11. HARRIES, D.C. Quantitative Chemical Analysis, 6a. edição, Freeman and Company, 2003.
12. LAKOWICZ, J.R. Principles of Fluorescence Spectroscopy. 3a edição, Springer, 2006.

UM BOM SEMESTRE A TODOS!!!



Rose Mary Zumstein Georgetto Naal
Zeki Naal