

Gabarito Questionário _ Prática 2

1. Descreva as características observadas durante o processo de extração e recristalização. (Exemplo: qual solvente utilizado, cor da noz moscada, observações após o refluxo, processos de filtração, recristalização, formação do cristal, cor do produto final, etc).

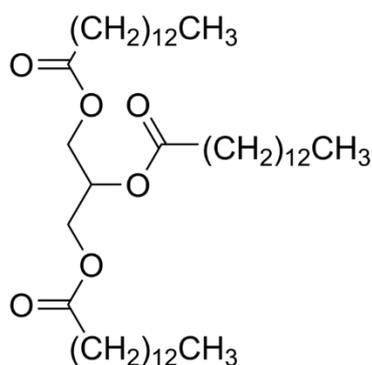
Resposta: De acordo com cada grupo.

2. Qual o componente majoritário da noz moscada? Apresente sua estrutura química, fórmula molecular, massa molar e propriedades físico-químicas.

Resposta:

O componente majoritário da noz moscada é a trimiristina um lipídio (triacilglicerol).

Estrutura química:



Fórmula molecular: C₄₅H₈₆O₆

Massa molar: 723.2 g/mol

Propriedades físico-químicas: Sólido branco a cinza amarelado; Ponto de fusão: 58.5 °C.

3. Quais são os principais métodos de extração? Discuta.

Resposta: Em quase todos os experimentos sintéticos realizados no laboratório de química orgânica, uma série de operações envolvendo extrações é utilizada depois que a reação propriamente tiver sido concluída. Essas extrações formam uma parte importante da purificação. Ao utilizá-las, você separa o produto desejado das matérias-primas que não reagiram ou de produtos secundários indesejados na mistura da reação.

- Na técnica de **extração líquido-líquido** a transferência de um soluto de um solvente para outro é chamada extração. O soluto é extraído de um solvente

para outro porque o soluto é mais solúvel no segundo solvente que no primeiro. Os dois solventes não podem ser miscíveis (se misturar completamente) e devem formar duas fases ou camadas separadas, para que esse procedimento funcione;

- **Extração sólido-líquido**, que, geralmente, é utilizada para extrair um produto natural sólido de uma fonte natural, como uma planta. Escolhe-se um solvente que, seletivamente, dissolve o composto desejado, mas deixa para trás o sólido insolúvel indesejado. Um aparelho de extração contínua, sólido-líquido, chamado extrator de Soxhlet, é comumente utilizado em laboratórios de pesquisa;
- A SPE (Solid Phase Extraction, ou **Extração em Fase Sólida**) é uma técnica relativamente nova, que é similar, em aparência e função, à cromatografia em coluna e à cromatografia líquida de alta performance.

4. Por que a trimiristina deve ser extraída pelo método extração sólido/líquido e não por outros métodos? Como a polaridade está envolvida nesse processo?

Resposta: A trimiristina não é hidrossolúvel. Dessa maneira, não é possível extrai-los com água. Por outro lado, não são voláteis. Portanto, não podem ser extraídos utilizando-se a técnica por arraste a vapor. A metodologia mais apropriada para o isolamento de insumos com tais características é a extração com solventes pouco polares/apolares, para que apenas o componente lipídico, apolar, seja extraído. Por isso, a trimiristina foi extraída da noz-moscada através de uma extração sólido/líquido usando um solvente apolar para o composto ser obtido.

5. A eficiência de extração depende de quais fatores? O que buscaria fazer para melhorar sua eficiência de extração?

Resposta: A eficiência do processo de separação utilizado depende da solubilidade do composto desejado no solvente de extração, do volume de solvente, do número de vezes que o processo é repetido e do grau de pulverização da amostra.

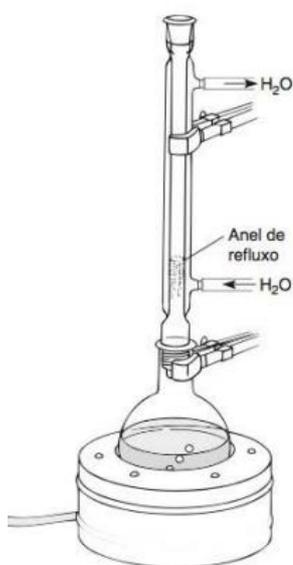
6. Como a eficiência da extração é determinada? Apresente de acordo com o fornecido no roteiro experimental, discutindo os dados experimentais obtidos.

Resposta: A eficiência da extração é determinada do seguinte modo:

$$\text{Eficiência da Extração} = \frac{\text{Peso de composto isolado}}{\text{Peso da matéria - prima}} \times 100$$

7. Como funciona um sistema de refluxo? Liste as vidrarias/equipamentos utilizados e discuta a importância da utilização deste tipo de sistema.

Resposta: Muitas vezes, queremos aquecer uma mistura por um longo tempo e deixá-la em repouso. Um aparelho de refluxo permite esse tipo de aquecimento. O líquido é aquecido até a fervura, e os vapores quentes são resfriados e condensados, à medida que sobem no condensador revestido com câmara de água. Portanto, muito pouco líquido é perdido por evaporação, e a mistura é mantida a uma temperatura constante, o ponto de ebulição do líquido. Diz-se, então, que a mistura líquida é aquecida mediante refluxo.



Aparelho de refluxo para reações em macroescala, utilizando uma manta de aquecimento e um condensador revestido com câmara de água

8. Por que a recristalização é um método de purificação? Apresente e discuta outros métodos de purificação que são amplamente utilizados.

Resposta: Na maioria dos experimentos de química orgânica, o produto desejado é inicialmente isolado em uma forma impura. Se esse produto for um sólido, o método de purificação mais comum é a cristalização. A técnica geral envolve a dissolução do material a ser cristalizado em um solvente (ou mistura de solventes) quente seguido pelo resfriamento lento da solução. O material

dissolvido tem a solubilidade diminuída a temperaturas mais baixas e vai se separar da solução à medida que esta for resfriada. Esse fenômeno é chamado cristalização, se o crescimento do cristal for relativamente lento e seletivo, ou precipitação, se o processo for rápido e não seletivo. A cristalização é um processo em equilíbrio e produz material muito puro. Um pequeno cristal, chamado semente do cristal, é formado inicialmente, e ele então cresce, camada por camada, de maneira reversível. Em certo sentido, o cristal "seleciona" as moléculas corretas a partir da solução. Quando uma segunda cristalização é mais necessária, podemos apropriadamente nomear como recristalização.

Além da cristalização são também amplamente empregados como método de purificação:

Destilação: A destilação é o processo de vaporização de um líquido, condensação do vapor e coleta do produto condensado em outro recipiente. Essa técnica é muito útil para a separação de uma mistura líquida quando os componentes têm diferentes pontos de ebulição ou quando um dos componentes não destilará. Trata-se de um dos principais métodos de purificação de um líquido, sendo quatro métodos de destilação básicos usados pelos químicos: destilação simples, destilação fracionada, destilação a vácuo (sob pressão reduzida) e destilação a vapor.

Cromatografia: A cromatografia é definida como a separação de uma mistura de dois ou mais diferentes compostos ou íons pela distribuição entre duas fases, uma das quais é a fase estacionária, e a outra é a fase móvel. Vários tipos de cromatografia são possíveis, dependendo da natureza das duas fases envolvidas: os métodos cromatográficos sólido-líquido (em colunas, em camada delgada, e em papel), líquido-líquido (líquido de alto desempenho) e gás- líquido (na fase de vapor) são comuns. Toda cromatografia funciona, em grande parte, com base no mesmo princípio que a extração com solventes. Basicamente, os métodos dependem das solubilidades ou capacidades de adsorção diferenciais das substâncias a serem separadas com relação às duas fases entre as quais elas têm de ser particionadas

Filtração: A filtração é uma técnica utilizada para duas principais finalidades. A primeira é para remover impurezas sólidas de um líquido, a segunda, para separar um sólido desejado da solução da qual tenha sido precipitado ou

cristalizado. Várias técnicas de filtração são comumente utilizadas: dois métodos gerais incluem filtração por gravidade e filtração por vácuo (ou sucção).

Extração: A transferência de um soluto de um solvente para outro é chamada extração, ou, mais precisamente, extração líquido-líquido. O soluto é extraído de um solvente para outro porque o soluto é mais solúvel no segundo solvente que no primeiro. Os dois solventes não podem ser miscíveis (se misturar completamente) e devem formar duas fases ou camadas separadas, para que esse procedimento funcione.

Precipitação: Na precipitação o produto desejado é inicialmente separado do solvente em sua forma sólida. Na precipitação, o retículo cristalino é formado tão rapidamente que as impurezas são capturadas no interior do retículo.

9. O que é um agente secante? Quais devem ser suas características químicas? Qual agente secante foi utilizado na prática? Liste outros agente secantes.

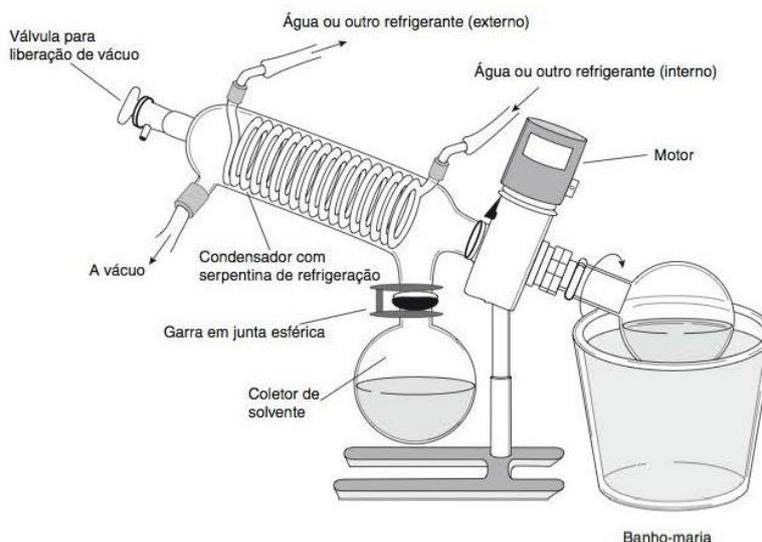
Resposta: Depois que um solvente orgânico é agitado com uma solução aquosa, ele ficará "úmido"; isto é, terá dissolvido um pouco de água, mesmo no caso de sua solubilidade em água não ser grande. A quantidade de água dissolvida varia de um solvente para outro; o éter dietílico é um solvente no qual uma quantidade de água bastante grande se dissolve. Para remover água da fase orgânica, utilize um agente secante, que é um sal inorgânico anidro que adquire águas de hidratação quando exposto ao ar úmido ou a uma solução úmida. Exemplos de agentes secantes: Sulfato de magnésio; Sulfato de sódio; Cloreto de cálcio; Sulfato de cálcio (Drierite) e Carbonato de potássio, entre outros.

10. Qual função de um evaporador rotativo (rotaevaporador)?

Resposta: Em alguns laboratórios de química orgânica, os solventes são evaporados sob pressão reduzida utilizando-se um evaporador rotativo. Trata-se de um dispositivo motorizado, que é projetado para a rápida evaporação de solventes, com aquecimento, enquanto minimiza a possibilidade de colisão. Um vácuo é aplicado ao frasco, e o motor faz o frasco girar. A rotação do frasco espalha uma fina película de líquido sobre a superfície do vidro, o que acelera a reação. A rotação também agita a solução o suficiente para reduzir o problema da colisão. Um banho-maria pode ser colocado sob o frasco para aquecer a solução e aumentar a pressão de vapor do solvente. É possível selecionar a

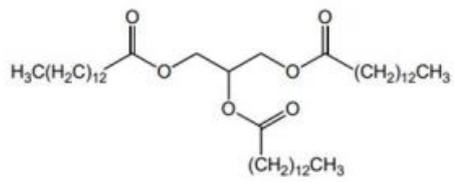
velocidade com que o frasco gira e a temperatura do banho-maria para manter a taxa de evaporação desejada. À medida que o solvente evapora a partir do frasco rotativo, os vapores são resfriados pelo condensador, e o líquido resultante é coletado no frasco.

Abaixo figura do evaporador rotativo.



11. Discuta a hidólise da trimiristina. Apresente a reação química, quais produtos são formados e mecanismo geral de reação.

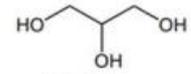
Resposta: A trimiristina pode ser hidrolisada em um ácido graxo, ácido mirístico, e um triol, o trialcool glicerol. A hidrólise é uma reação química na qual um composto químico reage com a água para formar dois fragmentos moleculares. No nosso caso, a trimiristina, um triéster, hidrolisa em glicerol e ácido mirístico. A hidrólise é tipicamente realizada por refluxo do éster em uma solução aquosa básica (KOH ou NaOH), de modo que o ácido mirístico resultante é produzido na forma de sal, um miristato. Este processo é conhecido como saponificação (fazer sabão). Após a saponificação estar completa, o sal pode ser acidificado para liberar o ácido carboxílico livre.



Trimeristina

p.f 55-56 °C
MW 723.14

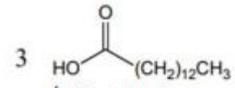
hidrólise



Glicerol

p.e 182 °C/20 mm Hg
MW 92.09

+



Ácido Mirístico

p.e 250 °C/100 mm Hg
MW 228.37