



QFL4325 – Química Orgânica Experimental

Informações Gerais sobre a Disciplina

Prof. Dr. Alcindo A. Santos (Sala 506 - B5I) – alcindo@iq.usp.br

Prof. Dr. Reinaldo C. Bazito (Sala 811 – B8I) – bazito@iq.usp.br



Material da Disciplina



<http://disciplinas.stoa.usp.br/>



Descrição da Disciplina

Aprendizagem das técnicas básicas de preparação, isolamento, purificação e caracterização de compostos orgânicos, assim como dos procedimentos de segurança no manuseio e descarte de produtos e resíduos orgânicos e conceitos de “Química Verde” .



Critério de Avaliação

$$M = \left(\sum_{i=1}^3 P_i + \sum_{j=1}^8 R_j \right) / 11$$

Prova Prática 1: 05 e 06/10/2016

Prova Prática 2: 09 e 10/11/2016

Prova Prática 3: 30/11/2016, 01, 07 e 08/12/2016

M: nota final;

P₁ a **P₃** : nota das provas práticas 1 a 3, respectivamente

R₁ a **R₈** : nota dos relatórios 1 a 8, respectivamente

F: frequência

Aprovação: **M** ≥ 5,0 e **F** ≥ 70%

Recuperação: **M** ≥ 3,0 e **F** ≥ 70%

Bibliografia

Síntese e Reações (Geral)

1. K. M. DOXSEE, J. E. HUTCHISON; "Green Organic Chemistry: Strategies, Tools, and Laboratory Experiments", 1ª Ed., Brooks/Cole – Thomson, 2004.
2. J. C. GILBERT; "Experimental Organic Chemistry, a Miniscale and Microscale Approach", 3ª Ed., Brooks/Cole – Thomson, 2002.
3. A. I. VOGEL "Textbook of Practical Organic Chemistry", 3ª, 4ª e 5ª Ed., Longman Scientific and Technical, 1989.
4. D. L. PAVIA, G. M. LAMPMAN, G. S. KRIZ; "Introduction to Organic Laboratory Techniques – A Contemporary Approach", 3ª Ed., Brooks/Cole 1999.
5. J. W. ZUBRICK; "The Organic Chem. Lab. Survival Manual", 4ª Ed., John Willey & Sons, Inc., 1997.
6. A. AULT; "Techniques and Experiments for Organic Chemistry", 6ª Ed., University Science Books, Sausalito, California, 1998.
7. J. CASON, H. RAPOPORT; "Laboratory Text in Organic Chemistry", 3ª Ed., Prentice Hall, Inc., 1970
8. R. M. ROBERTS, J. C. GILBERT, L. B. RODEWALD, A. S. WINGROV; "Modern Experimental Organic Chemistry", 4ª Ed., 1985
9. L. M. HARWOOD, C.J. MOODY; "Experimental Organic Chemistry – Principles and Practice", 1ª Ed., 1990.
10. K. L. WILLIANSON; "Macro and Microscale Organic Experiments", 3ª Ed., 1999.



Bibliografia

Purificação

1. D. D. PERRIN, W. L. F. ARMAREGO; "Purification of Laboratory Chemicals", 4ª Ed., Oxford, 1997.
2. L. F. FIESER, K. L. WILLIANSO; "Organic Experiments", 7ª Ed., Lexington, 1992.

Segurança

1. N.T. FREEMAN, J. WHITEHEAD; "Introduction to Safety in the Chemical Laboratory", Academic Press, 1982.

Espectroscopia

1. R. M. SILVERSTEIN, G. C. BASSLER, T. C. MORRIL; "Spectrometric Identification of Organic Compounds", 5ª Ed., John Wiley & Sons, 1991.
2. D. H. WILLIAMS, I. FLEMING, "Spectroscopic Methods in Organic Chemistry", 4ª Ed., McGraw-Hill, 1989.

Constantes Físicas

1. Dictionary of Organic Compounds
2. Merck Index
3. Handbook of Chemistry and Physics, CRC
4. Handbook of Chemistry and Physics, Lange



Cronograma

Semana		QUARTA-FEIRA	QUINTA-FEIRA
1	03/AGO 04/AGO	Apresentação da disciplina e Aula teórica: Métodos de Caracterização e Técnicas Básicas de Laboratório	Aula teórica: Métodos de Caracterização e Técnicas Básicas de Laboratório
2	10/AGO 11/AGO	Aula teórica: Métodos de Caracterização e Técnicas Básicas de Laboratório	Aula teórica: Métodos de Caracterização e Técnicas Básicas de Laboratório
3	17/AGO 18/AGO	Aula teórica: Métodos de Caracterização e Técnicas Básicas de Laboratório	Divisão de equipes, distribuição dos armários e conferência do material
4	24/AGO 25/AGO	<u>Experimento 01</u> Destilação por arraste de vapor de óleo de cravo e extração quimicamente ativa	
5	31/AGO 01/SET	<u>Experimento 02</u> Resolução cinética-enzimática de álcoois e cromatografia sólido-líquido em coluna	
6	07/SET 08/SET	Semana da Pátria (NÃO HAVERÁ AULA)	
7	14/SET 15/SET	<u>Experimento 03</u> Preparação de uma chalcona: (E)-3-(4-metoxifenil)-1-(4-metilfenil)-2-propen-1-ona	
8	21/SET 22/SET	Semana da Química (NÃO HAVERÁ AULA)	
9	28/SET 29/SET	<u>Experimento 04</u> Preparação do benzil-butil éter (éter benzilbutílico)	
10	05/OUT 06/OUT	<u>1ª AVALIAÇÃO EXPERIMENTAL</u>	
11	12/OUT 13/OUT	Nossa Senhora Aparecida (NÃO HAVERÁ AULA)	Discussão Pós-Lab (Exp. 1 a 4)
12	19/OUT 20/OUT	<u>Experimento 05</u> Preparação da 7-hidróxi-4-metilcumarina	
13	26/OUT 27/OUT	<u>Experimento 06</u> Reciclagem química do PET	
14	02/NOV 03/NOV	Finados (NÃO HAVERÁ AULA)	Discussão Pós-Lab (Prova 1 e Exp. 5 e 6)
15	09/NOV 10/NOV	<u>2ª AVALIAÇÃO EXPERIMENTAL</u>	
16	16/NOV 17/NOV	<u>Experimento 07</u> Síntese da benzoína utilizando coenzima	
17	23/NOV 24/NOV	<u>Experimento 08</u> Reação de acoplamento A ³	
18	30/NOV 01/DEZ	<u>3ª AVALIAÇÃO EXPERIMENTAL</u>	
19	07/DEZ 08/DEZ	<u>3ª AVALIAÇÃO EXPERIMENTAL / Devolução dos armários</u>	



Instruções de Segurança no Laboratório



Uso obrigatório de óculos de segurança



Uso obrigatório de avental (mangas compridas)





Instruções de Segurança no Laboratório



Uso obrigatório de calçado fechado



Uso obrigatório de roupa que proteja as pernas





Instruções de Segurança no Laboratório



*Proibido beber ou comer
no laboratório*

Proibido fumar no laboratório

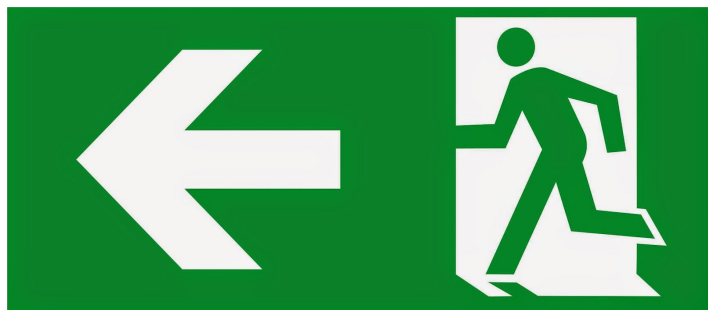




Instruções de Segurança no Laboratório



Verificar onde estão os extintores, as saídas e os chuveiros





Instruções de Segurança no Laboratório

1. Em caso de dúvida sobre segurança em laboratório consultar um docente encarregado.
2. Planejar as experiências com antecedência procurando se inteirar dos riscos que envolvem os reagentes e aparelhagens que serão utilizados.
3. Não se distrair durante o trabalho nem abandonar a experiência aos cuidados de outrem.
4. Não trabalhar sozinho no laboratório. Inteirar-se dos horários de funcionamento do laboratório e de seus procedimentos.
5. Não fumar, não se alimentar, nem beber dentro do laboratório e salas de aparelhos.
6. É obrigatório o uso de óculos de segurança e avental (preferencialmente de algodão). Recomenda-se o uso de sapatos fechados (preferencialmente de couro) durante a permanência no laboratório.
7. Informar-se sobre o funcionamento de extintores de incêndio e locais onde se encontram os chuveiros de segurança.



Instruções de Segurança no Laboratório

8. Evitar transitar sem necessidade pelo laboratório. Carregar a vidraria e reagentes com cuidado e não correr. Cuidado com partes úmidas no chão.
9. Dispor seus pertences pessoais em local apropriado.
10. Antes de utilizar bicos de gás, verificar se a mangueira está bem adaptada e se não há furos ou rachaduras. Não acender bicos de gás sem se certificar da ausência de solventes nas proximidades. Em caso de dúvida, consulte um docente.
11. Trabalhar sempre que possível na capela com vidros abaixados e exaustão ligada.
12. Cuidado ao manusear vidraria. Ao inserir tubos de vidro em rolhas proteger as mãos com um pano e usar lubrificante. Dispor a vidraria quebrada no local indicado.
13. Antes de utilizar a aparelhagem, verificar se as rolhas são adequadas, se as conexões com tubos de água estão bem feitas e se o sistema não está fechado. Por fim, pedir a vistoria de um docente.
14. Ao utilizar chapas ou mantas de aquecimento elétricas verifique se não há fiação desencapada. Os solventes ao serem aquecidos, devem estar condicionados em frascos adequados, sem trincas, e deve-se utilizar pedra de ebulição, antes de iniciar o aquecimento. Chapas quentes não devem ser deixadas sem aviso.



Instruções de Segurança no Laboratório

15. Evitar identificar reagentes pelo cheiro e jamais o fazer pelo sabor.
16. Conhecer a incompatibilidade entre os reagentes que estiver manuseando.
17. Ao proceder a uma extração com solventes (éter etílico, diclorometano etc.), aliviar constantemente a pressão do funil, abrindo a torneira (e dirigindo a saída dos gases para local adequado) e segurando a rolha firmemente. Ao descansar o funil, deixe-o sem rolha e com erlenmeyer embaixo.
18. Utilizar o maçarico somente após ter recebido instruções sobre seu funcionamento.
19. Tomar precauções para o manuseio de vidraria quente e guardar a vidraria limpa.
20. Comunicar quaisquer ocorrências e acidentes ao docente encarregado.

Assinar a ficha:

Declaro que recebi as instruções de segurança acima descritas e concordo com sua implementação.



Antes da Aula – planejamento do experimento:

- Ler o *roteiro*;
- Escrever as *reações químicas* envolvidas;
- Pesquisar as *constantes físicas / toxicidade* de reagentes e produtos;
- *Fluxograma*

Durante a aula – execução do experimento:

- Colóquio (presença obrigatória – sala de aula);
- Execução do experimento – apresentar fluxograma;
- Anotação dados obtidos (massa de produtos, PF, PE, etc);
- Iniciar relatório dirigido.



Após a aula – discussão dos resultados:

- Analisar resultados de caracterização (PF, PE, FTIR, RMN, CG, etc);
- Finalizar relatório (apresentar dados – rendimento, pureza e a discussão dos resultados)

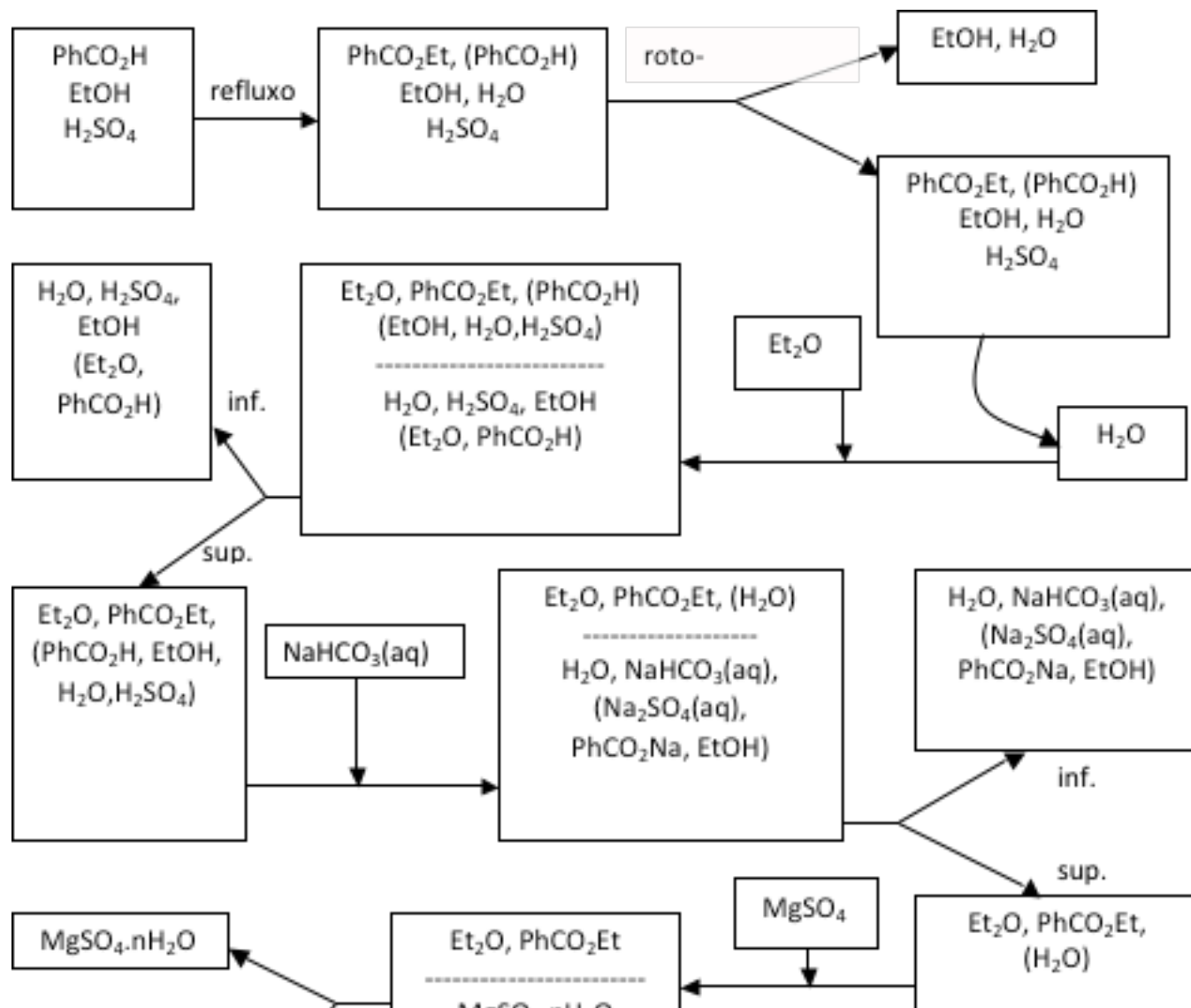


Objetivo:

- Ter uma visão geral dos reagentes e produtos envolvidos (em qual fase estão, impurezas presentes, etc).

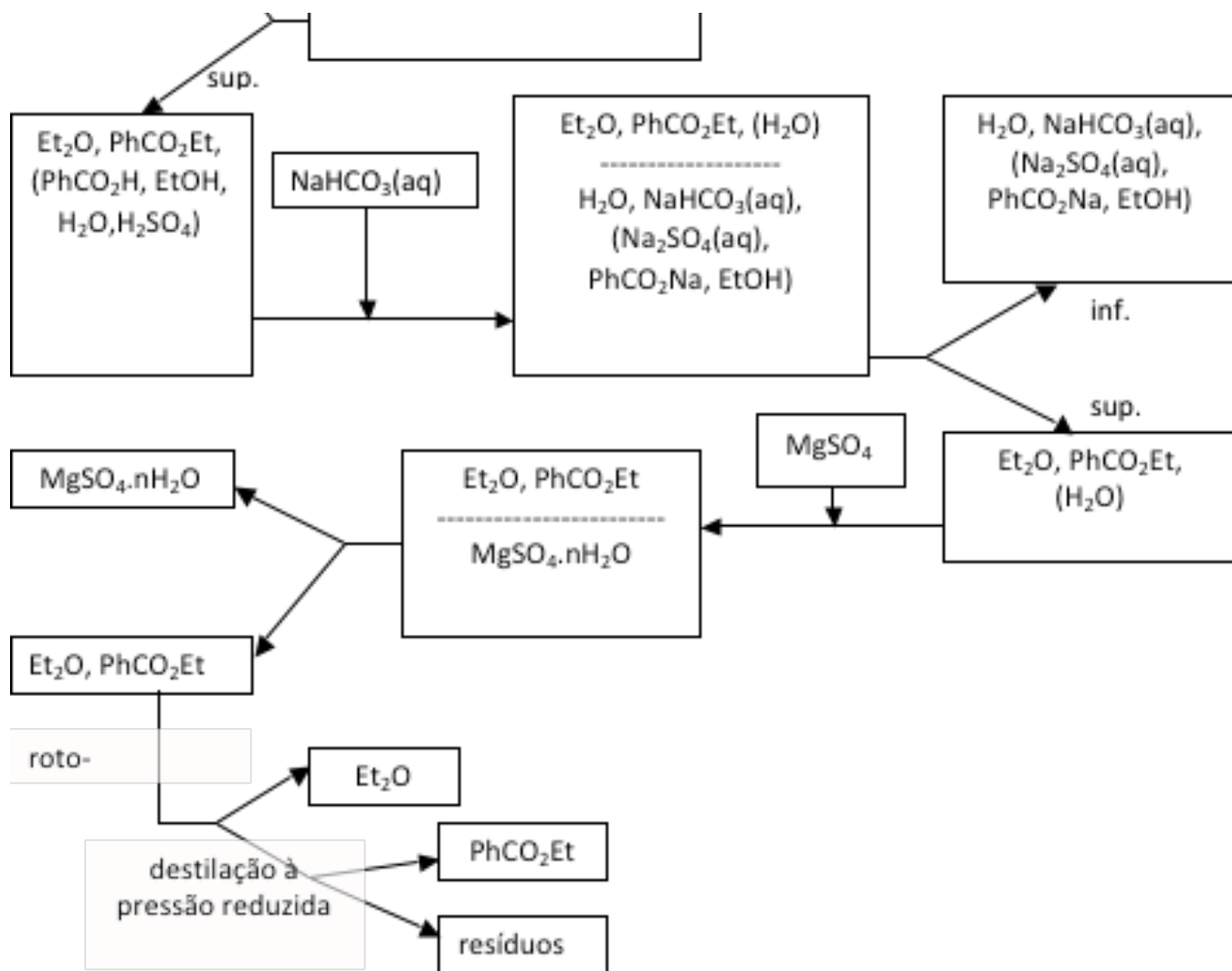


Fluxograma





Fluxograma





- Medir Volume
- Medir Massa
- Transferir / Agitar / “Reagir”
- Aquecer / Resfriar
- Separar / Purificar
- Caracterizar



Medir Volume:

**Ex.: 5mL de diclorometano;
0,100mL de petróleo;
100L de etanol**

- Volume total, precisão desejada e características da amostra definem a aparelhagem adequada (proveta, pipeta, bureta, etc);
- Técnica adequada (condições, segurança, etc)



Medir Massa:

**Ex.: 5,0g de NaOH;
0,100g de óleo de soja;
100kg de cravo**

- Precisão desejada e características da amostra definem a aparelhagem adequada (balança semi-analítica, balança analítica, medir volume e usar densidade para calcular massa, etc);
- Técnica adequada (condições, segurança, etc)



Transferir / Agitar / "Reagir" / Separar / Purificar / Aquecer / Resfriar:

- Quais as técnicas/operações/processos disponíveis?
- Qual a melhor aparelhagem?
- Qual o melhor procedimento?
- Quais as precauções e cuidados?