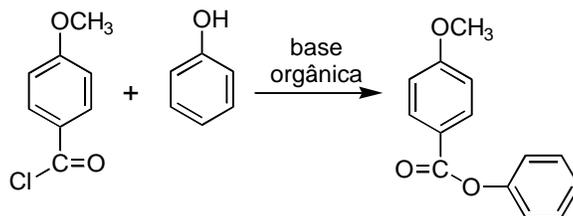


QFL 345- Química Orgânica Experimental  
1ª Estudo Remoto de Laboratório  
Isolamento do Componente Ativo de Medicamentos Analgésicos

1. Explique por que o processo de extração do componente ativo dos comprimidos pulverizados com metanol os comprimidos são triturados antes do processo de extração. Por que o processo é realizado em duas etapas? Qual é o propósito da etapa de centrifugação?
2. Um dos subprodutos esperados na síntese da aspirina seriam os polímeros do ácido salicílico. Explique o processo de formação desses subprodutos e mostre sua estrutura.
3. Na extração do componente ativo da aspirina (ácido acetilsalicílico; AAS) de 2 comprimidos, ocorreu a contaminação deste com outra substância contida no comprimido. De acordo com a CCD, utilizando alumina (fase estacionária) e acetato de etila com 0,5% de ácido acético glacial (fase móvel) foram detetadas duas manchas:  $R_f=0,8$  e  $R_f=0,4$ , sendo que a mancha de  $R_f$  menor corresponde ao AAS. Para separar o AAS da impureza foi realizada uma cromatografia em coluna, tendo como fase estacionária sílica gel e acetato de etila com 10% de ácido acético glacial (fase móvel). Pergunta-se: O procedimento para separar o AAS foi correto? Justifique. Qual dos compostos eluiu primeiro da coluna? (Baseie sua resposta no resultado obtido com a primeira CCD)
4. Durante o procedimento de isolamento do princípio ativo da aspirina, um aluno parou o experimento após o processo de filtração através da coluna de alumina. Uma semana mais tarde o metanol havia evaporado completamente e o ponto de fusão do ácido acetilsalicílico obtido encontrava-se em uma faixa de 110-115 °C. Explique porque o ponto de fusão estava muito abaixo do esperado e porque a faixa de fusão era muito larga.
5. Um estudante aplicou uma amostra desconhecida em uma placa de cromatografia em camada delgada e a eluiu com hexano. Observou-se somente uma mancha com um  $R_f=0,09$ . A amostra analisada é um composto puro? O que poderia ser feito para confirmar a pureza da amostra?
6. Se 285 mg de acetaminofeno são obtidos a partir de um comprimido que deveria conter 750 mg desse princípio ativo, qual seria a porcentagem de recuperação?
7. Um fármaco, cujos efeitos fisiológicos são semelhantes aos da Aspirina, pode ser preparado pelo aquecimento de cloreto de p-metóxi-benzoíla com uma quantidade equimolar de fenol, em presença de excesso de uma base orgânica adequada que atua comoceptor de prótons e como solvente, como mostrado no Esquema 1, a seguir. Admitindo que a reação não se complete a 100%, proponha um procedimento experimental claro e sucinto para o isolamento e purificação desse fármaco.

*Dados:* o produto é um sólido branco, de p.f.132 °C, insolúvel em água, solúvel em éter, álcool e benzeno, a quente.

### ESQUEMA 1



8. Em um Laboratório foram encontrados dois frascos de reagentes cujos rótulos estavam ilegíveis e nos quais se podia ler apenas que ambos possuíam o mesmo ponto de fusão. Se no laboratório dispuséssemos apenas de um aparelho de ponto de fusão, como você faria para saber se os dois frascos contêm a mesma substância.

9. Assista o vídeo 1.4 e comente sobre a técnica de aplicação da amostra e comente quais os problemas que poderiam ocorrer usando a técnica apresentada. Qual seria a melhor maneira de aplicação?

10. Analise o Vídeo 1.5 e descreva os problemas de técnica encontrados.

11. Assista o vídeo 1.6 e procure se há erros de técnica no procedimento. Indique os erros.