

# Exame Prático

Orgânica



Departamento de Química  
9 de Setembro 2006

## *Material e reagentes disponíveis*

Durante o exame prático algum material de vidro poderá ser usado mais de uma vez. Limpe-o cuidadosamente.

A hotte e o material nela encontrado poderá ser usado por vários estudantes. O número da sua hotte está escrito na sua bancada.

### **Material**

1 par de luvas  
1 esguicho com água destilada (500 mL)  
1 frasco para resíduos (por bancada)  
1 placa de agitação  
1 barra magnética  
1 suporte universal  
1 garra e noz  
1 termómetro  
1 tina pequena para gelo  
1 matraz/erlenmeyer de 100 mL  
1 vareta  
1 funil de vidro  
1 funil de Büchner com papel de filtro  
1 kitasato  
1 argola de borracha para filtração  
1 porta-amostras (B3)  
1 proveta graduada (10 mL)  
2 copos de iogurte

### **Material**

1 copo/gobelé (25 mL)  
1 espátula  
25 tubos de ensaio  
Suporte para tubos de ensaio  
10 pipetas de Pasteur  
4 tetinas  
2 pedaços de papel de alumínio  
1 trompa de vazio (para cada 2 alunos)  
6 placas de TLC com indicador  
2 câmara de cromatografia (frascos de vidro com tampa)  
10 capilares de TLC  
Lâmpada de UV (por laboratório)  
*Parafilm*<sup>®</sup>  
Estojo (régua, lápis, borracha, caneta, caneta de acetato/marcador de vidro)

### **Reagentes**

etanol (frasco com 20 mL)  
diclorometano  
acetato de etilo  
boro-hidreto de sódio (frasco com solução 0,25 g / 2 mL água)  
ácido clorídrico (frasco com 30 mL HCl 10 %)  
gelo  
  
solução de bromo (Br<sub>2</sub> em CCl<sub>4</sub>)  
solução de hidrogenocarbonato de sódio (NaHCO<sub>3</sub>)  
solução de dicromato de potássio (K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> em H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)  
solução de Fehling 1  
solução de Fehling 2  
solução de Brady (solução de 2,4-dinitrofenil-hidrazina)  
solução de hidróxido de sódio  
solução de iodo

### **Reagentes**

**A1** – Café  
**A2** – Medicamento contido no copo  
**A3** – molho de abacaxi  
**A4** – Sumo de laranja  
**Pa1** – paracetamol  
**Pf1** – Dikar (fenólico)  
  
benzofenona (frasco com 1 g)  
benzofenona (porta-amostras **B2**)  
composto desconhecido **A**  
composto desconhecido **B**  
composto desconhecido **C**  
composto desconhecido **D**  
composto desconhecido **E**  
composto desconhecido **F**  
composto desconhecido **G**  
composto desconhecido **H**  
composto desconhecido **I**

## Enigma 1– Análise qualitativa por TLC



### INTRODUÇÃO

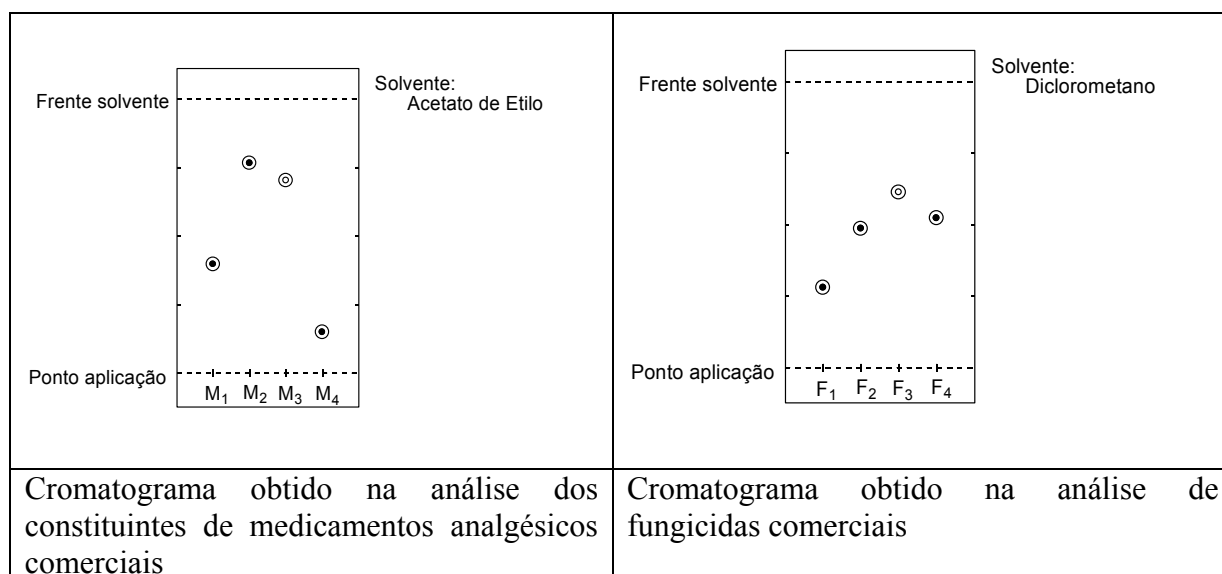
O Sr. José Vicente morreu inesperadamente após o jantar comemorativo do seu 85º Aniversário. Inicialmente, a causa de morte foi atribuída a uma intoxicação alimentar; no entanto, a neta Cármen, desconfiada, resolveu não só guardar o copo no qual a tia Amália tinha dissolvido o medicamento em pó que deu ao seu avô, como também pedir a realização de uma autópsia ao cadáver do seu avô.

A governanta Antónia, que conhecia como ninguém toda a família do Sr. Vicente e viu nascer todos os filhos e netos, achou por bem conservar/guardar todos os restos/sobras do jantar que o Patrão José Vicente tinha ingerido. Guardou o molho de abacaxi preparado pela filha Clara e que o Sr. Vicente tanto gostava, o sumo de laranja, que o filho Sérgio havia preparado, e o resto do café que a filha Beatriz, o mais novo, lhe tinha levado para a mesa. Todas estas amostras foram facultadas ao Inspector William, da Polícia Criminal, quando este resolveu ir a casa do Sr. José Vicente e falar com toda a família e empregados.

A autópsia demonstrou que a morte do Sr. José Vicente foi consequência de um envenenamento que poderá ter sido causado pela ingestão de um fungicida, do tipo fenólico, ou de um medicamento, contendo paracetamol, ao qual o Sr. José Vicente era alérgico.

O Inspector William, após ter conversado com todos os empregados da casa e com todos os familiares, concluiu que apenas os filhos do Sr. Vicente davam indícios de culpa pelo envenenamento do Pai. Assim, enviou para o laboratório central da Polícia Criminal, amostras do café, sumo de laranja, molho de abacaxi, bem como o resíduo do copo que conteve o medicamento dado pela filha Amália com o seguinte pedido: *Procurar vestígios de paracetamol e/ou fungicida do tipo fenólico.*

A equipa no laboratório efectuou uma análise prévia aos analgésicos e fungicidas disponíveis no mercado tendo obtido os seguintes cromatogramas.



# Prova Prática 2



## Realização Experimental

1. Utilizando a técnica de cromatografia em camada fina analise as amostras que o Inspector William disponibilizou, utilizando duas placas cromatográficas.

### Amostras trazidas pelo Inspector William:

**A1** – Café

**A2** – Resíduo do copo que conteve o medicamento

**A3** – Molho de abacaxi

**A4** - Sumo de laranja

### Padrões disponíveis no laboratório:

**Pa1** – paracetamol

**Pf1** – Dikar (fungicida do tipo fenólico)

## Redução da Benzofenona



### Introdução

Algumas das transformações mais importantes entre grupos funcionais envolvem reacções de oxidação – redução. É do senso comum que na oxidação ocorre perda de electrões, enquanto na redução ocorre ganho de electrões. No caso dos compostos orgânicos temos de considerar os estados de oxidação do átomo de carbono envolvido na transformação (Fig.1).

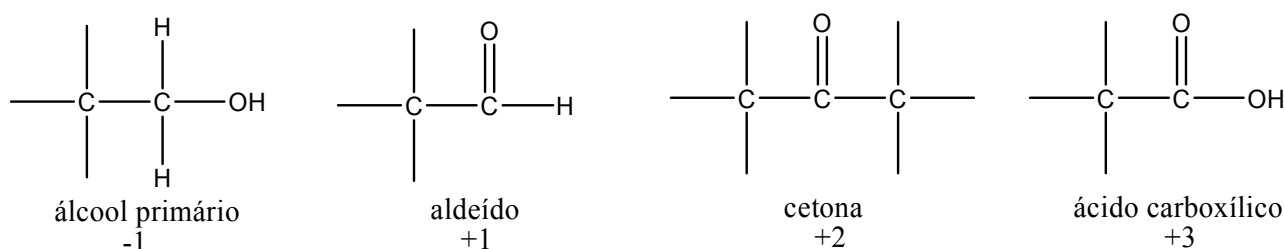


Figura 1

A redução de compostos de carbonilo constitui um importante método de síntese de álcoois. Das três principais formas de executar reduções em laboratório, hidrogenação catalítica, redução com hidretos de metais e redução com metais, a mais usada na redução de cetonas é a redução com hidretos de metais, destacando-se o uso do boro-hidreto de sódio ( $\text{NaBH}_4$ ). O boro-hidreto transfere um ião hidreto para o carbono carbonílico e o oxigénio do grupo carbonilo liga-se ao boro. No final teremos a transferência dos quatro iões hidreto e a ligação a quatro moléculas do composto orgânico, este, por hidrólise ou alcóolise, é transformado no respectivo álcool. (Fig.2).

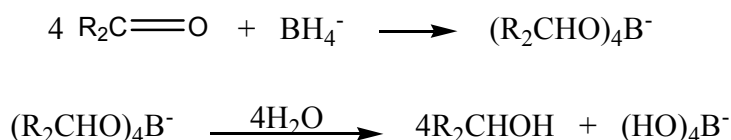


Figura 2

O objectivo deste trabalho é efectuar a redução da benzofenona (1) e comprovar que foi obtido o respectivo álcool (2) (Fig.3).

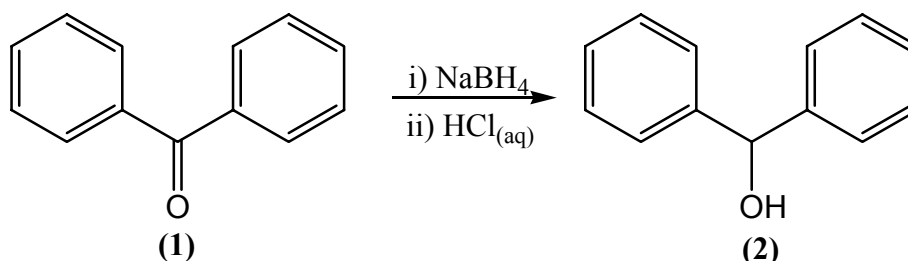


Figura 3

## *Realização experimental*

1. Coloque a benzofenona (porta-amostras - 1 g) num erlenmeyer de 100 mL e adicione o etanol (20 mL). Agite, utilizando o agitador magnético, a solução resultante. Quando toda a cetona estiver dissolvida, coloque um banho de gelo por baixo do erlenmeyer e mantenha a agitação.
2. Adicione lentamente e em pequenas quantidades a solução de boro-hidreto de sódio. Controle a temperatura da mistura, para garantir que não excede os 45 °C.
3. Quando toda a solução de boro-hidreto de sódio tiver sido adicionada, remova o banho de gelo, tape o erlenmeyer com parafilme e mantenha a agitação por mais 15 minutos.

*Nota: Enquanto a reacção decorre, pode terminar o enigma 1 ou iniciar a resolução do enigma 2.*

4. Coloque o erlenmeyer/matraz contendo a mistura reaccional num banho de gelo e adicione-lhe, muito lentamente, a solução aquosa de HCl a 10 % (30 mL).
5. Filtre os cristais sob vazio e lave-os bem com água fria.

*Nota: Enquanto a filtração decorre, pode terminar o enigma 2.*

6. Recolha o sólido obtido no porta-amostras fornecido (**B3**) e guarde o filtrado no frasco indicado para o efeito.
7. Utilizando a benzofenona fornecida (porta-amostras **B2**) e o sólido que obteve (porta-amostras **B3**) efectue **um teste** químico simples que possibilite comprovar que ocorreu a reacção desejada. Caso ache que os tubos devem ser aquecidos, solicite ao seu supervisor.

## Enigma 2 – Identificação de grupos funcionais



### Introdução

A identificação rápida de compostos é feita através de reacções simples onde podem ocorrer alterações de cor, formação de sólidos ou libertação de gás. As famílias de compostos orgânicos apresentam variadíssimas reacções que podem ser usadas na sua identificação.

O objectivo deste ponto é identificar a que família de compostos orgânicos pertencem os compostos desconhecidos **A, B, C, D, E, F, G, H** e **I**. E, assim, conseguir seleccionar das estruturas apresentadas (Fig.1) a correspondente a cada composto desconhecido.

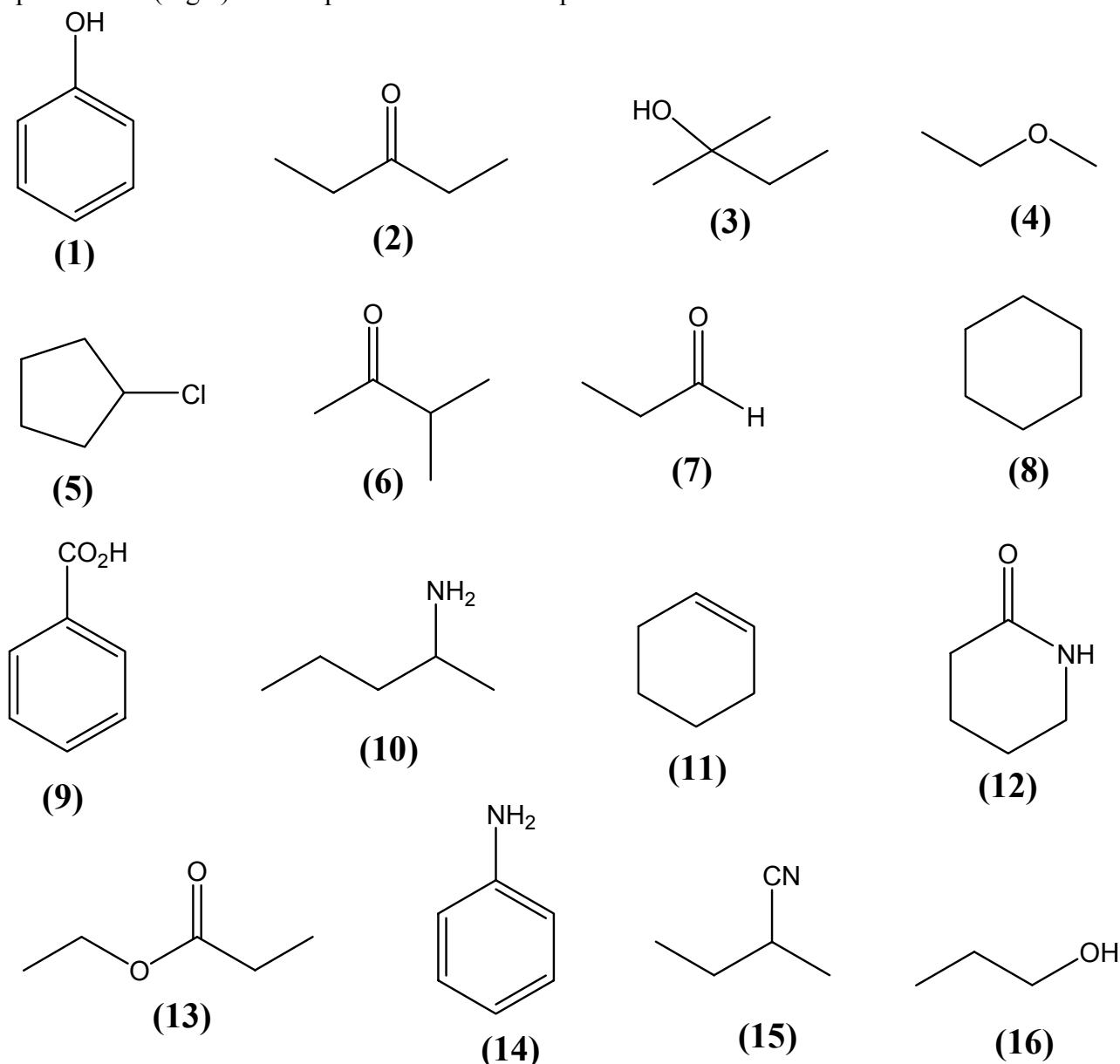


Figura 1

Selecione, nos quadros apropriados existentes nas folhas de resposta, a opção correcta conforme o resultado observado em cada tubo. Responda às questões adicionais. A execução dos testes desta experiência pode ser feita seguindo uma ordem arbitrária.

## *Realização experimental*

1. Reacção com bromo ( $\text{Br}_2/\text{CCl}_4$ ):
  - ✓ Utilize quatro tubos de ensaio e numere-os de 1 a 4.
  - ✓ Envolve os tubos de número par (tubos 2 e 4) com folha de papel de alumínio para os proteger da luz.
  - ✓ Coloque nos tubos 1 e 2 cerca de 20 gotas do composto **A** e nos tubos 3 e 4 cerca de 20 gotas do composto **B**.
  - ✓ Adicione cerca de 3 gotas da solução  $\text{Br}_2/\text{CCl}_4$  a cada um dos tubos.
  - ✓ Coloque os tubos de número ímpar próximo da janela para apanhar o máximo de luz e os de número par dentro de um armário.
  - ✓ Ao fim de 30 minutos observe e registe se ocorre reacção para todos os tubos.
2. Reacção com hidrogenocarbonato de sódio ( $\text{NaHCO}_3$ ):
  - ✓ Utilize dois tubos de ensaio.
  - ✓ Coloque o composto **C** no tubo 1 e o composto **D** no tubo 2.
  - ✓ Adicione cerca de 5 gotas da solução de  $\text{NaHCO}_3$  a cada um dos tubos.
  - ✓ Observe e registe se ocorreu reacção durante e imediatamente após a adição.
3. Reacção com dicromato de potássio ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ):
  - ✓ Utilize cinco tubos de ensaio e coloque, em cada um deles, cerca de 5 gotas de solução de dicromato de potássio em ácido sulfúrico diluído.
  - ✓ Adicione a cada um dos tubos cerca de 5 gotas de **um** dos compostos a testar (**E**, **F**, **G**, **H** e **I**). (Um composto diferente por tubo).
  - ✓ Aguarde cerca de 5 minutos e registe se ocorreu reacção em cada caso.
4. Reacção com o reagente de Fehling:
  - ✓ Utilize três tubos de ensaio e coloque, em cada um deles, cerca de 5 gotas de **solução de Fehling 1** e igual quantidade de **solução de Fehling 2**.
  - ✓ Adicione a cada um deles cerca de 5 gotas de **um** dos compostos a testar (**E**, **F** e **I**). (Um composto diferente por tubo).
  - ✓ Aguarde cerca de 5 minutos e registe se ocorreu reacção em cada caso.



5. Reacção com a solução de Brady (solução alcoólica ácida de 2,4-dinitrofenil-hidrazina):
- ✓ Utilize cinco tubos de ensaio e coloque, em cada um deles, cerca de 5 gotas de solução alcoólica ácida de 2,4-dinitrofenil-hidrazina.
  - ✓ Adicione, a cada um deles, 10 gotas de **um** dos compostos a testar (**E, F, G, H e I**).
  - ✓ Agite e deixe repousar durante cerca de 15 minutos. Registe se ocorreu reacção em cada caso.
6. Teste do iodofórmio:
- ✓ Utilize dois tubos de ensaio.
  - ✓ Coloque num tubo 5 gotas do composto **F** e noutra tubo 5 gotas do composto **I**.
  - ✓ Adicione, a cada um deles, 5 gotas de solução de NaOH e 7 gotas da solução de iodo. Agite, deixe repousar e indique se ocorreu reacção em cada caso.