

Roberto Ribeiro da Silva
Nerilso Bocchi
Romeu C. Rocha-Filho
Patrícia Fernandes L. Machado

INTRODUÇÃO À QUÍMICA EXPERIMENTAL

2ª edição

MANUAL DO PROFESSOR

EdUFSCar
São Carlos, 2015

© 2015

Roberto Ribeiro da Silva, Nerilso Bocchi, Romeu C. Rocha-Filho e Patrícia Fernandes L. Machado

EdUFSCar

Prefácio

Este manual destina-se a professores e instrutores de cursos universitários e técnicos de nível médio que disponham de laboratórios e adotam a 2ª edição do livro *Introdução à Química Experimental*.

Neste manual, os professores e instrutores encontrarão informações que completam e, em alguns casos, são essenciais para a realização das experiências apresentadas no texto principal. Neste sentido, a seguir são descritos os tipos de amostras utilizadas em cada experiência, os resultados obtidos pelos alunos ao longo dos anos em que estas experiências foram aplicadas, bem como as observações necessárias para que elas possam ser realizadas em qualquer laboratório.

Os Autores

São Carlos, abril de 2015

EXPERIÊNCIAS

EXPERIÊNCIA 1: IDENTIFICAÇÃO DE AMOSTRAS SÓLIDAS POR DENSIDADE

Amostras: utilizar dois ou três conjuntos de amostras sólidas maciças de uma mesma substância ou material com densidade maior que a do líquido a ser deslocado e que não reaja com este líquido. Substâncias tais como: alumínio (Al), chumbo (Pb), ferro (Fe), nióbio (Nb), níquel (Ni), titânio (Ti), zinco (Zn), cobre (Cu) e alguns polímeros têm sido utilizados para deslocar um dado volume de água, apresentando valores de densidade que permitem identificá-los dentre os valores listados numa tabela de densidades. É importante lembrar que esta tabela de densidades das substâncias e ou materiais que o aluno irá consultar deve ser elaborada no próprio laboratório, devido a possíveis variações na composição química das amostras e à dependência do volume destas com a temperatura. Além disso, podem existir imperfeições no interior dos sólidos e que podem ocasionar diferenças nos valores de densidade. Outros materiais também utilizados pelos alunos foram: nylon (1,13-1,15 g/cm³), polimetilmetacrilato (acrílico, 1,18 – 1,20 g/cm³), resina de poliéster (1,25 – 1,30 g/cm³), polietileno (0,90 – 0,95 g/cm³), pinho (0,50 – 0,60 g/cm³), jacarandá (0,80 – 0,90 g/cm³) e pau-ferro (1,0 – 1,1 g/cm³).

Dimensões das amostras sólidas: empregar, preferencialmente, conjuntos de amostras cilíndricas com aproximadamente 8 mm de diâmetro e altura de cerca de 8 mm, 12 mm, 16 mm, 20 mm e 30 mm, cujas dimensões são compatíveis para se deslocar um dado volume de líquido contido numa proveta de 10 mL.

EXPERIÊNCIA 2: IDENTIFICAÇÃO DE SÓLIDOS METÁLICOS POR ANÁLISE QUÍMICA QUALITATIVA

Amostras metálicas: utilizar amostras de metais, na forma de limalhas. Os íons formados produzem hidróxidos insolúveis na presença de uma solução aquosa de hidróxido de sódio (NaOH). Amostras de cobre (Cu), ferro (Fe) e

zinco (Zn) têm sido frequentemente utilizadas, pois amostras de cromo (Cr) e cobalto (Co) apresentam custos maiores.

Observação: a adição de solução aquosa de hidróxido de sódio (NaOH) à solução contendo íons cobre (Cu^{2+}), deve ser feita lentamente para evitar desprendimento de calor em demasia e a consequente transformação do hidróxido cúprico [$\text{Cu}(\text{OH})_2$], de cor azul, em óxido cúprico (CuO), de cor preta. Dado que os íons zinco e alumínio na presença de solução básica levam à formação de precipitados brancos, eles são diferenciados por meio de um teste adicional, usando-se uma solução de cloreto de amônio (NH_4Cl) 3 mol/L; neste caso, a fim de se obter a diferenciação pretendida, o volume de solução de NH_4Cl deve ser maior que o volume resultante das adições anteriores das soluções aquosas de ácido e base.

EXPERIÊNCIA 3: DETERMINAÇÃO DO TEOR DE CARBONATO DE CÁLCIO EM UM MATERIAL

Amostra: a massa de mármore triturado mencionada no texto (cerca de 190 mg) refere-se a uma amostra de mármore triturada manualmente. No caso de se dispor de uma máquina de trituração, a massa de mármore empregada na experiência deve ser de cerca de 170 mg, a fim de não ultrapassar a capacidade da proveta utilizada na coleta do gás carbônico (CO_2) gerado pela reação entre o mármore e a solução aquosa de ácido clorídrico (HCl).

Resultados obtidos: os volumes de CO_2 , observados ao final da reação mencionada, estão entre 30 e 35 mL para cerca de 170 mg de mármore, finamente dividido (triturado em máquina de trituração).

Observações: o teste de identificação do CO_2 é feito, geralmente, num béquer de 250 mL, contendo água de cal [$\text{Ca}(\text{OH})_2$] necessariamente límpida. A água de cal límpida é obtida fazendo-se sucessivas filtrações por gravidade de uma suspensão de cal em água.

EXPERIÊNCIA 4: PREPARAÇÃO DE SOLUÇÕES DILUÍDAS DE ÁCIDOS E BASES FORTES

Solutos e concentrações: utilizar hidróxido de sódio (NaOH) em lentilhas e solução concentrada de ácido clorídrico (HCl) de título 37% e densidade 1,19 g/cm³ (20 °C) em concentrações que podem variar entre 0,1 e 0,2 mol/L.

Volumes finais das soluções: o volume das soluções a serem preparadas depende da disponibilidade do laboratório com respeito a balões volumétricos. De qualquer modo, não se deve preparar soluções com volumes inferiores a 250 mL, pois elas poderão ser utilizadas em experiências posteriores.

EXPERIÊNCIA 5: PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES DILUÍDAS DE ÁCIDOS E BASES FORTES

Volume da pipeta volumétrica a ser aferida: o volume desta pipeta pode ser escolhido em função da disponibilidade do laboratório, lembrando-se, entretanto, que a escolha de sua capacidade depende das concentrações das soluções aquosas de ácido clorídrico (HCl) e de hidróxido de sódio (NaOH) preparadas em experiências anteriores, bem como da capacidade da bureta a ser empregada nas padronizações daquelas soluções. É recomendável escolher a capacidade da pipeta volumétrica a ser aferida, estimando-se o volume da solução aquosa de NaOH, de concentração já conhecida, necessário para neutralizar um volume de solução aquosa de HCl (de concentração também conhecida) correspondente a cerca de 60% da capacidade da bureta disponível no laboratório. Por exemplo, dispendo-se de soluções aquosas de HCl 0,1 mol/L e NaOH 0,1 mol/L e de uma bureta com capacidade para 25 mL, recomenda-se aferir uma pipeta volumétrica com capacidade para 15 mL.

Padrão primário: utilizar um dos padrões primários mencionados no texto do livro.

Massa do padrão primário bórax (Na₂B₄O₇·10H₂O; M = 381,36 g/mol): a massa deste padrão primário a ser recomendada também depende da concentração da solução aquosa de HCl preparada anteriormente e da

capacidade da bureta a ser utilizada na titulação destas soluções. Seguindo a orientação anterior, é recomendável empregar uma massa de bórax necessária para neutralizar, aproximadamente, 60% do volume de solução aquosa de HCl contida na bureta disponível no laboratório. Por exemplo, para uma solução aquosa de HCl 0,1 mol/L, contida numa bureta com capacidade para 25 mL, deve-se recomendar uma massa de bórax próxima de 0,286 g.

Massa do padrão primário ftalato ácido de potássio ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$; $M = 204,22$ g/mol): a massa deste padrão primário a ser recomendada também depende da concentração da solução aquosa de NaOH, preparada anteriormente, e da capacidade da bureta a ser utilizada na titulação destas soluções. Seguindo a orientação anterior, é recomendável empregar uma massa de ftalato necessária para neutralizar aproximadamente 60% do volume de solução aquosa de NaOH contida na bureta disponível no laboratório. Por exemplo, para uma solução aquosa de NaOH 0,1 mol/L, contida numa bureta com capacidade para 25 mL, deve-se recomendar uma massa de ftalato próxima de 0,306 g.

EXPERIÊNCIA 6: PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES DILUÍDAS DE ÁCIDOS E BASES FORTES

Solutos e concentrações: da mesma forma que na Experiência 4, utilizar hidróxido de sódio (NaOH) em lentilhas e solução concentrada de ácido clorídrico (HCl) de título 37% e densidade $1,19 \text{ g/cm}^3$ ($20 \text{ }^\circ\text{C}$) em concentrações que podem variar entre 0,1 e 0,2 mol/L.

Pipeta volumétrica a ser aferida: a capacidade da pipeta volumétrica a ser aferida está relacionada com a concentração das soluções aquosas de NaOH e HCl e com a capacidade da bureta a ser utilizada na titulação. Recomenda-se aferir uma pipeta volumétrica cujo volume seja necessário para neutralizar a quantidade de matéria de NaOH contida num volume correspondente a cerca de 60% da capacidade da bureta a ser empregada na titulação.

Massa do padrão primário ácido oxálico di-hidratado ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; $M = 126,06$ g/mol): a massa deste padrão primário a ser recomendada também

depende da concentração da solução aquosa de NaOH, preparada anteriormente, e da capacidade da bureta a ser utilizada na titulação destas soluções. Seguindo a mesma orientação anterior, é recomendável empregar uma massa de ácido oxálico necessária para neutralizar aproximadamente 60% do volume de solução aquosa de NaOH contida na bureta disponível no laboratório. Por exemplo, para uma solução aquosa de NaOH 0,1 mol/L, contida numa bureta com capacidade para 25 mL, deve-se recomendar uma massa de ácido oxálico próxima de 0,095 g.

EXPERIÊNCIA 7: DETERMINAÇÃO DO TEOR DE ÁCIDO OU BASE EM PRODUTOS COMERCIAIS

Leite de magnésia: utilizar leite de magnésia de Phillips vendido em farmácias ou drogarias.

Vinagre: utilizar vinagre comercial encontrado em supermercados.

Resultados obtidos: os teores (porcentagens em massa) de $Mg(OH)_2$ observados em amostras de leite de magnésia encontram-se entre 7 e 8%. As concentrações de ácido acético (CH_3COOH) em amostras de vinagre encontram-se entre 4,2 e 4,6 g/L.

EXPERIÊNCIA 8: PURIFICAÇÃO DE UM COMPOSTO ORGÂNICO SÓLIDO

Composto orgânico sólido: utilizar qualquer composto orgânico sólido possível de ser purificado em um solvente facilmente encontrado em laboratório. O ácido benzoico ($C_7H_6O_2$) é um exemplo, pois é facilmente purificado empregando-se água como solvente. Outros sólidos orgânicos que também já foram utilizados são: *para*-diclorobenzeno, naftaleno, ácido oxálico, acetanilida e beta-naftol. Atualmente, tem sido utilizado o ácido acetilsalicílico, preparado conforme descrito na Experiência 23.

Solventes: colocar à disposição dos alunos pelo menos três solventes, sendo que apenas um deles deve ser adequado para a purificação do composto orgânico sólido. No caso do composto orgânico ser ácido benzoico, pode-se colocar à disposição dos alunos os seguintes solventes: etanol (C_2H_5OH) e

acetona (C_3H_6O), além de água. No caso de se utilizar o ácido acetilsalicílico, esses mesmos solventes podem ser colocados à disposição dos alunos.

Massa do composto orgânico: utilizar no processo de purificação aproximadamente 100 mg do composto orgânico.

Resultados obtidos: empregando-se ácido benzoico ou ácido acetilsalicílico, os rendimentos percentuais observados para o processo de purificação estão na faixa de 40 a 60%.

EXPERIÊNCIA 9: IDENTIFICAÇÃO DE UM COMPOSTO ORGÂNICO SÓLIDO

Amostras: utilizar porções do composto orgânico sólido, purificado e não purificado, utilizadas na Experiência 8.

Resultados obtidos: utilizando-se ácido benzoico ($C_7H_6O_2$), o intervalo de temperatura entre o início e o término da fusão é de 119 – 120 °C, para a amostra purificada, e 117 – 122 °C, para a amostra não purificada. Utilizando-se o ácido acetilsalicílico, o intervalo de temperatura entre o início e o término da fusão é de 134 – 135°C, para a amostra purificada, e 128 – 133°C, para a amostra não purificada.

Observação: fornecer aos alunos uma tabela contendo o intervalo de fusão de alguns compostos orgânicos sólidos (pelo menos quatro) e que tenha sido construída no próprio laboratório, tendo em conta as condições experimentais do laboratório (teor de impurezas das amostras, aparelhagens etc.).

EXPERIÊNCIA 10: PURIFICAÇÃO E IDENTIFICAÇÃO DE UM COMPOSTO INORGÂNICO SÓLIDO

Amostras: utilizar qualquer composto inorgânico sólido cuja solubilidade em água varie consideravelmente com a temperatura (vide Tabela 10.1, no livro).

Massa da amostra e volume de água: estas quantidades devem ser decididas em função do composto inorgânico sólido a ser empregado. Quando o nitrato de potássio (KNO_3) é empregado, recomenda-se usar a proporção de 7,5 g do sal para 10 mL de água.

Resultados obtidos: no caso de se utilizar KNO_3 como amostra, os rendimentos percentuais observados para o processo de purificação estão no intervalo de 85 a 95%.

Observações: embora os dois procedimentos experimentais (1 e 2) possam ser utilizados no processo de purificação, o procedimento 2 tem se mostrado mais indicado para os alunos. A quantidade de etanol a ser adicionada à solução aquosa do composto inorgânico sólido dissolvido, depende da natureza do composto sólido. Se este é o KNO_3 , o etanol é adicionado em pequenas porções até que a quantidade de KNO_3 no fundo do béquer não se altere significativamente. Para os testes qualitativos de identificação de cátions e ânions, utilizar a água-mãe restante do processo de purificação somente para os testes dos ânions; para os testes dos cátions preparar uma solução contendo cerca de 150 mg do composto inorgânico purificado, em 10 mL de água.

EXPERIÊNCIA 11: DETERMINAÇÃO DA CONCENTRAÇÃO DE SOLUTOS NÃO VOLÁTEIS EM UMA SOLUÇÃO

Solução: utilizar uma solução aquosa de um ou mais solutos não voláteis quaisquer, de concentração conhecida. A água do mar é um exemplo deste tipo de solução e pode ser usada, quando possível.

Volume de solução: este volume tem que ser decidido em função da capacidade do balão de fundo redondo a ser empregado no sistema de destilação. Para um balão de fundo redondo com capacidade de 250 mL,

tem-se utilizado de 35 a 40 mL de solução; a medida deste volume pode ser feita com uma proveta com capacidade para 50 mL.

Teste para pureza da água destilada: este teste é feito por meio de um reagente específico para um dos íons que compõe, em maior proporção, o soluto não volátil da solução aquosa. Empregando-se água do mar na destilação, o teste para pureza da água destilada é feito usando-se gotas de uma solução de nitrato de prata (AgNO_3), que é um reagente específico para os íons cloreto (Cl^-).

Resultados obtidos: no caso de se utilizar uma solução de água do mar, as concentrações dos solutos não voláteis observadas na solução estão na faixa de 30 a 40 g/L.

EXPERIÊNCIA 12: SEPARAÇÃO E IDENTIFICAÇÃO DOS COMPONENTES DE UMA MISTURA BINÁRIA DE LÍQUIDOS VOLÁTEIS

Mistura binária de líquidos voláteis: utilizar uma mistura de dois líquidos voláteis quaisquer que apresentam temperaturas de ebulição bastante diferentes e não muito altas. A fração em volume dos componentes deve ser estabelecida em função da coluna de destilação a ser empregada. Para uma coluna como a de Vigreux (com cerca de 30 cm de altura) tem-se utilizado uma mistura de água e acetona, na qual as frações em volume dos componentes são de 630 mL/L, para o metanol, e 370 mL/L, para o diclorometano.

Volume da mistura binária: este volume é decidido tendo em vista a capacidade volumétrica do balão de fundo redondo a ser empregado no sistema de destilação fracionada. Para um balão com capacidade de 250 mL tem-se utilizado 100 mL da mistura binária, medidos com uma proveta com capacidade para 100 mL.

Identificação dos componentes da mistura binária: esta é feita por meio dos valores da temperatura do vapor de cada líquido na cabeça de destilação e depende da natureza dos líquidos que compõem a mistura. No caso da

mistura água-acetona, as temperaturas observadas na cabeça de destilação sob a pressão atmosférica do laboratório (cerca de 695 mmHg) são: cerca de 52 °C, para a acetona, e cerca de 96 °C, para o metanol. Como estas temperaturas dependem da pressão atmosférica local, recomenda-se que cada laboratório construa, sob pressão local, uma tabela contendo a temperatura de ebulição e a densidade de alguns líquidos voláteis (pelo menos quatro) para facilitar a identificação dos componentes da mistura. A determinação da densidade é necessária, pois auxilia a identificação dos componentes da mistura quando esta é duvidosa pela medida, unicamente, da temperatura de vapor de cada líquido na cabeça de destilação. Para o cálculo da densidade, pode-se medir a massa da amostra contida em uma pipeta volumétrica de capacidade conhecida.

Resultados obtidos: empregando-se uma mistura de água 630 mL/L e acetona 370 mL/L, os rendimentos percentuais observados para a destilação fracionada estão no intervalo de 80 a 90%.

EXPERIÊNCIA 13: SÍNTESE DE UM SAL SIMPLES

Resultados obtidos: os rendimentos percentuais observados para a síntese de sulfato de cobre pentaidratado ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) estão entre 70 e 80%.

Observação: vide observação para o teste de íons cobre (Cu^{2+}) feita neste manual, na Experiência 2.

EXPERIÊNCIA 14: SÍNTESE DE UM SAL DUPLO

Resultados obtidos: os rendimentos percentuais observados para a síntese do sulfato de alumínio e potássio [$\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$] encontram-se entre 70 e 80%.

Observação: a concentração da solução de ácido sulfúrico (H_2SO_4), usada numa das etapas da síntese do sal duplo, deve ser necessariamente menor ou igual a 6 mol/L; caso contrário, haverá a formação de uma quantidade

excessiva de hidróxido de alumínio $[Al(OH)_3]$, que não reagirá totalmente na etapa seguinte.

EXPERIÊNCIA 15: SÍNTESE DE UM COMPOSTO DE COORDENAÇÃO

Resultados obtidos: os rendimentos percentuais observados na síntese do glicinato de cobre(II) monohidratado $[Cu(NH_2CH_2COO)_2 \cdot H_2O]$ estão entre 70 e 80%.

EXPERIÊNCIA 16: ISOLAMENTO DE PRODUTOS NATURAIS POR ARRASTE DE VAPOR

Materiais usados: os materiais dos quais são extraídos os óleos essenciais podem ser: cascas de laranja ou de limão, ou, ainda, folhas de erva cidreira ou de eucalipto. Utilizando-se cascas de laranja, de limão ou folhas de erva cidreira, de eucalipto, a massa empregada no método de extração deve ser cerca de 50 g. Para quaisquer desses materiais, recomenda-se cortá-los em pequenos pedaços (com cerca de 1 cm^2 ou menor).

Procedimento para realizar a destilação por arraste de vapor: utilizando-se quaisquer dos materiais citados acima, pode-se empregar o procedimento tipo B, pois tais materiais não se degradam com o calor (mais intenso com este tipo de procedimento) a que o balão fica submetido.

Resultados obtidos: os rendimentos percentuais observados para o processo de extração por arraste de vapor são: 0,5%, para cascas de laranja, de limão e folhas de erva cidreira, e cerca de 2%, para folhas de eucalipto. Os valores de rendimento podem ser melhorados se os materiais empregados forem triturados, na presença de um pouco de água, em um liquidificador; para cascas de laranja, o valor do rendimento percentual aumenta para cerca de 2%.

EXPERIÊNCIA 17: IDENTIFICAÇÃO DE COMPOSTOS ORGÂNICOS POR CROMATOGRAFIA

Amostras: utilizar qualquer composto orgânico possível de ser identificado por cromatografia em camada delgada (CCD), isto é, que apresente valores de fator de retardamento (R_f) diferentes de 1,0 e de zero, quando se utiliza os solventes comumente encontrados em laboratório como solventes eluentes. Um outro aspecto a ser levado em conta é que a substância deve apresentar uma mancha marrom quando exposta a vapores de iodo.

Solvente eluente: a escolha deste solvente também depende da natureza do composto orgânico a ser identificado. No caso de se utilizar ácido acetilsalicílico, o solvente eluente é, na realidade, constituído por uma mistura de solventes, na qual os componentes e suas respectivas frações em volume são: benzeno 603 mL/L, etanol 302 mL/L, ácido acético 90 mL/L e metanol 5 mL/L. Outros solventes ou misturas destes podem ser testados e usados.

Resultados obtidos: os valores de R_f , observados para o ácido acetilsalicílico (da amostra e do padrão) estão entre 0,45 e 0,55.

Observação: o padrão de ácido acetilsalicílico pode ser preparado conforme procedimento experimental descrito na Experiência 23 ou extraído de comprimidos de aspirina, e purificado, se necessário, conforme procedimento experimental descrito na Experiência 8.

Nota: considerando que o solvente eluente contém benzeno, vem sendo investigada a possibilidade de ser usada um outro solvente ou mistura mais seguro e menos impactante ambientalmente.

EXPERIÊNCIA 18: ISOLAMENTO DE UM PRODUTO NATURAL POR MEIO DA EXTRAÇÃO POR SOLVENTES

Folhas de chá: utilizar folhas de chá preto.

Solvente: utilizar acetato de etila.

Solvente eluente: utilizar como solvente eluente a mesma mistura utilizada para eluição do ácido acetilsalicílico na Experiência 17.

Resultados obtidos: os valores de R_f observados para a cafeína (extraída e padrão) estão entre 0,35 e 0,45. As porcentagens em massa de cafeína obtidas na extração estão no intervalo de 0,5 a 1 %.

Observações: como padrão para a cafeína, utilizar uma porção de cafeína previamente extraída de folhas de chá e purificada segundo procedimento experimental semelhante ao descrito na Experiência 8. A extração da cafeína da fase aquosa para a fase orgânica (acetato de etila) deve ser feita com agitação muito suave, para evitar a formação de emulsão na fronteira das distintas fases.

EXPERIÊNCIA 19: SÍNTESE DE UM ÉSTER

Resultados obtidos: a temperatura em que o acetato de etila destila é próxima de 72 °C. Os rendimentos percentuais observados para a síntese do referido éster encontram-se no intervalo de 35 a 45%.

Observação: o adequado controle do sistema de aquecimento da mistura reacional em refluxo é muito importante para se conseguir bons rendimentos percentuais para a síntese do acetato de etila. O sistema de aquecimento deve ser controlado de maneira a não permitir que a taxa de destilação do éster ultrapasse a de duas gotas por segundo.

EXPERIÊNCIA 20: SAPONIFICAÇÃO DE ÓLEOS E GORDURAS

Material orgânico: utilizar gordura animal (sebo de gado) ou óleos vegetais.

Material líquido oleoso: utilizar óleo de cozinha.

Resultados obtidos: quando se usa gordura animal, a massa de sabão produzida pela reação de saponificação está próxima de 5 g.

Observação: a reação de saponificação também pode ser feita utilizando-se hidróxido de sódio (NaOH), em vez de hidróxido de potássio (KOH). Neste caso, o produto final (sabão) será de consistência pastosa; o sabão obtido usando-se KOH apresenta-se mais consistente.

EXPERIÊNCIA 21: SÍNTESE FOTOQUÍMICA DE UM COMPOSTO ORGÂNICO

Resultados obtidos: os rendimentos percentuais observados para a síntese fotoquímica do benzopinacol estão na faixa de 30 a 45%. Os pontos de fusão observados para o produto obtido estão próximos de 186 °C, com decomposição da substância.

EXPERIÊNCIA 22: ELETRODEPOSIÇÃO DE UM METAL SOBRE UM SUBSTRATO

Resultados obtidos: as películas de zinco eletrodepositadas sobre uma área de aproximadamente 7 cm², conforme as condições experimentais descritas no texto, apresentam massas de aproximadamente 100 mg. Utilizando-se a eq. 22.8 do livro texto, juntamente com a Tabela 1.1, obtêm-se películas de zinco de aproximadamente 20 µm de espessura.

EXPERIÊNCIA 23: SÍNTESE DE UM ANALGÉSICO

Solvente: o solvente utilizado para solubilizar a aspirina é o etanol.

Solvente eluente: o solvente eluente utilizado na caracterização da aspirina por cromatografia em camada delgada (CCD) é aquele utilizado na Experiência 17, ou seja, benzeno 603 mL/L, etanol 302 mL/L, ácido acético 90 mL/L e metanol 5 mL/L.

Resultados obtidos: os valores de fator de retardamento (R_f) observados para a aspirina estão entre 0,45 e 0,55. Os rendimentos percentuais observados para a síntese da aspirina apresentam-se entre 40 e 50%.

Observação: o padrão de aspirina para a cromatografia em camada delgada (CCD) pode ser uma porção de aspirina previamente preparada ou extraída de comprimidos e purificada conforme procedimento experimental análogo ao descrito na Experiência 8. A identificação por CCD da presença de aspirina em produtos comerciais tem sido feita com comprimidos de AAS ou ENGOV. Amostras provenientes de AAS revelam duas manchas (ácido acetilsalicílico e cafeína); aquelas provenientes de ENGOV, além das manchas correspondentes ao ácido acetilsalicílico e cafeína, revelam uma terceira mancha devido ao hidróxido de alumínio [Al(OH)₃].

EXPERIÊNCIA 24: SÍNTESE DE UM POLÍMERO

Resultados obtidos: os rendimentos percentuais observados para o processo de síntese da resina fenol-formol encontram-se entre 70 e 80%.

EXPERIÊNCIA 25: TRATAMENTO DE RESÍDUOS

A grande maioria dos resíduos gerados nas experiências deste livro-texto tem sido disposta ou tratada seguindo os procedimentos recomendados na Tabela 25.2, obtendo-se êxito.