



**MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAPÁ
PRÓ-REITORIA DE ENSINO E GRADUAÇÃO
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIAS EXATAS E TECNOLÓGICAS
COORDENAÇÃO DO CURSO DE LICENCIATURA EM QUÍMICA**



EDUARDO RICARDO SILVA CARDOSO

**ELABORAÇÃO DE UM MATERIAL DIDÁTICO PARA A DISCIPLINA DE QUÍMICA
ORGÂNICA EXPERIMENTAL II NO CURSO DE LICENCIATURA EM QUÍMICA DA
UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAPÁ**

**MACAPÁ
2019**

EDUARDO RICARDO SILVA CARDOSO

**ELABORAÇÃO DE UM MATERIAL DIDÁTICO PARA A DISCIPLINA DE QUÍMICA
ORGÂNICA EXPERIMENTAL II NO CURSO DE LICENCIATURA EM QUÍMICA DA
UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAPÁ**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Colegiado de Licenciatura em Química, da Universidade Federal do Amapá – UNIFAP, como requisito parcial à obtenção do grau de Licenciado em Química.

Orientador: Prof. Dr. Irlon Maciel Ferreira.

Coorientadora: Prof^a. Me. Joaquina Barboza Malheiros.

**MACAPÁ
2019**

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Biblioteca Central da Universidade Federal do Amapá
Elaborado por Orinete Costa Souza – CRB2/1709

Cardoso, Eduardo Ricardo Silva.

Elaboração de um material didático para a disciplina química orgânica experimental II no curso de licenciatura em química da Universidade Federal do Amapá / Eduardo Ricardo Silva Cardoso ; Orientador, Irlon Maciel Ferreira; Coorientadora, Joaquina Barbosa Malheiros. Macapá – 2019.

110 f.

Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) – Fundação Universidade Federal do Amapá, Coordenação do Curso de Licenciatura em Química.

1. Química – Estudo e ensino (Superior). 2. Didática (Ensino superior). 3. Ensino - Prática. 4. Práticas experimentais. I. Ferreira, Irlon Maciel, orientador. II. Malheiros, Joaquina Barbosa, coorientadora. III. Fundação Universidade Federal do Amapá. IV. Título.

371.3 C268e
CDD. 22 ed.

EDUARDO RICARDO SILVA CARDOSO

**ELABORAÇÃO DE UM MATERIAL DIDÁTICO PARA A DISCIPLINA DE QUÍMICA
ORGÂNICA EXPERIMENTAL II NO CURSO DE LICENCIATURA EM QUÍMICA DA
UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAPÁ**

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado ao Colegiado de
Licenciatura em Química, da
Universidade Federal do Amapá –
UNIFAP, como requisito parcial à
obtenção do grau de Licenciado em
Química.

Orientador: Prof. Dr. Irlon Maciel
Ferreira.

Coorientadora: Prof^a. Me. Joaquina
Barboza Malheiros.

DATA DE APROVAÇÃO: 12 / 07 / 2019

Irlon Maciel Ferreira

Assinado de forma digital por Irlon Maciel Ferreira
DN: cn=Irlon Maciel Ferreira, o, ou,
email=irlon.ferreira@gmail.com, c=BR
Dados: 2021.08.18 04:27:18 -03'00'

Prof. Dr. Irlon Maciel Ferreira – UNIFAP
Orientador

Cláudio Pinheiro da Silva Júnior; Assinado de forma digital por Cláudio Pinheiro da Silva Júnior
email:claudiopinheiro23@yahoo.com.br; 20.08.2021 11:55

Prof. Me. Claudio Pinheiro da Silva Junior – UNIFAP
Examinador



Prof. Me. Kelton Luis Belém dos Santos – UNIFAP
Examinador

**MACAPÁ
2019**

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, pelo dom maravilhoso que é a vida. Obrigado por me abençoar, me proteger, me iluminar e me acompanhar nessa jornada.

A minha família, presente divino, que é o meu porto seguro. Obrigado pelo amparo para eu superar as adversidades. E pelo amor incondicional. Amo vocês.

A minha mãe, Márcia Betânia. A você eu só tenho palavras de carinho, agradecimento e admiração. Te amo com todo meu coração.

A minha eterna amada avó, Sebastiana Ermínia (*in memoriam*). Por todos os ensinamentos e valores repassados. Por tamanha nobreza e desafio de educar os netos. Que falta a senhora faz.

As minhas tias: Erika, pessoa que me inspira como profissional; e Renata, pessoa que me inspira como ser humano.

Aos meus colegas de graduação, turma 2015: Evaldo Barros, Flávia Braga, Jucielle Tavares, Kelry Gomes, Shirlene do Amaral, Ticiane Fernandes e demais. Em especial a Aline de Santana e Luciane Barros, foi uma honra dividir as experiências e os conhecimentos com vocês. Companheiras fiéis de amor e dor nesses últimos anos.

Ao professor Lucas Coutinho pela ajuda no Abstracts.

Aos meus professores e orientadores Dr. Irlon Ferreira e Ma. Joaquina Malheiros, que além de me mostrarem o caminho, tiveram paciência e seriedade. Agradeço pela orientação, apoio e por acreditarem em mim.

Aos meus professores que se empenham e se dedicam à arte de ensinar. Certamente vocês deixaram seus exemplos e devem ser reconhecidos.

A Universidade Federal do Amapá.

Aos meus amigos pelo apoio e encorajamento.

A todos aqueles que acreditaram, me apoiaram e contribuíram direta e indiretamente para a conclusão do curso. Quero deixar os meus sinceros agradecimentos.

RESUMO

Ao participar da disciplina de Química Orgânica Experimental II, na condição de monitor voluntário, percebeu-se a necessidade de elaborar roteiros para as práticas laboratoriais em comunicação com materiais didáticos bem elaborados. Portanto, esse trabalho foi estruturado partindo da problemática definida: é possível elaborar um material didático no ensino de química orgânica, de caráter investigativo e contextualizado, capaz de auxiliar professores e alunos na disciplina? A investigação classifica-se quanto a finalidade e objetivos, de exploração aplicada e descritiva, respectivamente. A abordagem adotada é de cunho qualitativa. Utiliza-se do tipo de pesquisa o estudo de caso e bibliográfica para sustentação do objeto investigado. O método de coleta de dados conta com a observação participante e a análise dos dados se dá de forma descritiva. Almeja-se como objetivo geral a elaboração de um material didático, de caráter investigativo e contextualizado, capaz de auxiliar o professor e os acadêmicos na disciplina de Química Orgânica Experimental II no Curso de Licenciatura em Química da Universidade Federal do Amapá. Na busca de contribuir com o ensino nos cursos de Licenciatura em Química quanto a orientação e elaboração de materiais didáticos, atingiu-se como resultados o Guia de Experimentos de Química Orgânica II, que oferece orientações aos professores e estudantes e propõe o desenvolvimento do ensino e aprendizagem de Química através de materiais didáticos. Registrou-se informações relevantes no ato de elaborar recursos didáticos com o anseio de que com os materiais de apoio desenvolvidos nesse trabalho, a experimentação possa ser uma ferramenta importante para a aprendizagem significativa no curso de licenciatura em Química, e que alcance o desejo de alunos e professores dessa instituição em ter mais um recurso importante no seu desenvolvimento crítico-investigativo ao usar o laboratório.

Palavras-chave: Ensino de Química. Materiais Didáticos. Práticas Experimentais. Química Orgânica.

ABSTRACT

By taking part in the discipline of II Experimental organic chemistry, as a volunteer monitor, it was figured out the need to elaborate scripts for laboratory practices along with well elaborated didactic materials. Therefore, this work was structured based on the defined problem: is it possible to elaborate a didactic material in the teaching of organic chemistry, of an investigative and contextualized character, that is able of assisting teachers and students in the subject? The investigation is classified as the purpose and objectives, of applied and descriptive exploration, respectively. The approach adopted is the qualitative nature. The type of research used was the case study and bibliography to support the investigated object. The data collection method relies on participant observation and data analysis is descriptive. The general goal is to elaborate a didactic material, of an investigative and contextualized character, capable of assisting the teacher and the college student in the discipline of II Experimental organic chemistry in the undergraduate course in chemistry of the Federal University of Amapá. In the search to contribute to teaching in the undergraduate courses in chemistry regarding the orientation and elaboration of didactic materials, it was achieved as results the II organic Chemistry experiments Guide, which provides guidance to teachers and Students and proposes the development of teaching and learning chemistry through didactic materials. It is hoped to bring relevant information in the Act of elaborating didactic resources, as well that with the supporting materials developed in this work, experimentation can be an important tool for meaningful learning in this following undergraduate course in chemistry, and to achieve the desire of students and professors of this institution to have an important resource in their critical-investigative development when using the laboratory.

Keywords: Chemistry teaching. Didactic materials. Experimental practices. Organic chemistry.

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 – Capa Experimentos de Química Orgânica II	22
FIGURA 2 – Apresentação do Guia de Experimentos de Química Orgânica II	23
FIGURA 3 – Página dos Organizadores	23
FIGURA 4 – Normas de Segurança.....	24
FIGURA 5 – Elaboração do Relatório	25
FIGURA 6 – Sumário	25
FIGURA 7 – Uma breve História da Síntese Orgânica	26
FIGURA 8 – Introdução do Experimento A).....	27
FIGURA 9 – Parte Experimental do Experimento B).....	28
FIGURA 10 – Resultados Esperados do Experimento C).....	28
FIGURA 11 – Considerações Finais do Experimento D)	29
FIGURA 12 – Questionário do Experimento E).....	29
FIGURA 13 – Referências do Experimento F)	30

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO	9
2 OBJETIVOS	11
2.1 OBJETIVO GERAL	11
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	11
3 REFERENCIAL TEÓRICO	12
3.1 PRÁTICAS EXPERIMENTAIS.....	12
3.2 MATERIAIS DIDÁTICOS	13
3.3 CONTEXTUALIZAÇÃO DOS MATERIAIS DIDÁTICOS	15
3.4 ELABORAÇÃO DOS MATERIAIS DIDÁTICOS.....	17
4 METODOLOGIA	19
4.1. PROCEDIMENTOS METODOLÓGICOS	20
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES	21
5.1 ANÁLISE DOS DADOS DA OBSERVAÇÃO DA DISCIPLINA.....	21
5.2 GUIA DE EXPERIMENTOS DE QUÍMICA ORGÂNICA II	21
5.3 COMPARAÇÃO DOS MATERIAIS DIDÁTICOS	31
CONSIDERAÇÕES FINAIS	36
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	37
ANEXO I – Ementa da Disciplina de Química Orgânica Experimental II	40
APÊNDICE A – Experimentos de Química Orgânica II	41

INTRODUÇÃO

Sou acadêmico da rede federal pública desde 2015, quando iniciei meus estudos no curso de Licenciatura em Química e desde o primeiro semestre já tive contato com o laboratório. O interesse pela proposta de trabalhar com materiais didáticos se deu por meio da atuação como monitor na disciplina de Química Orgânica Experimental II, servindo de base e objeto de estudo.¹

O presente trabalho versa sobre a elaboração de materiais didáticos na disciplina de Química Orgânica Experimental II no curso de Licenciatura em Química, cujo problema se concentra na seguinte arguição: é possível desenvolver um material didático no ensino de química orgânica, de forma contextualizada e de caráter investigativo, capaz de auxiliar os acadêmicos e professores na disciplina de Química Orgânica Experimental II?

Para isso tomou-se como objetivo geral o ato de elaborar um material didático contextualizado e investigativo, capaz de auxiliar o professor e os acadêmicos na disciplina de Química Orgânica Experimental II no Curso de Licenciatura em Química, e como objetivos específicos: i) Abordar a importância das práticas experimentais e a contextualização das mesmas; ii) Incentivar os docentes na produção de seus próprios materiais didáticos; iii) Comparar o Guia de Experimentos de Química Orgânica Experimental II elaborado com outros materiais didáticos; e finalmente o iv) Propor para acadêmicos e professores a elaboração de materiais de didáticos alternativos para contribuir com o ensino e aprendizagem de Química Orgânica Experimental.

As suposições de respostas ao problema resumem-se em: i) A forma que os docentes elaboram seus materiais didáticos, especialmente os roteiros para as práticas experimentais, de forma descontextualizados e tradicional não motivam os acadêmicos e não colabora no ensino e aprendizado dos mesmos; ii) Há necessidade de elaborar materiais didáticos para as disciplinas experimentais, pois essas disciplinas não contemplam roteiros que condizem com a realidade do aluno e estrutura da instituição de ensino, bem como materiais e equipamentos disponíveis e carga horária necessária na realização

¹ Utilizou-se a personalidade no texto para aproximar o problema com a justificativa da delimitação do tema. A percepção do problema se deu a monitoria da disciplina, surgindo assim, o interesse em trabalhar a proposta.

das práticas; e iii) Os materiais didáticos facilitam o ensino e aprendizagem dos alunos, que apresentam dificuldades na disciplina de química orgânica experimental II, devido a possibilidade de relacionar as práticas com o cotidiano amapaense;

No tocante a parte metodológica, registra-se como tipo de pesquisa o bibliográfico por ser um estudo que o pesquisador manipula as informações publicadas em livros, artigos, capítulos de livros, sites especializados, etc., com vistas a buscar possíveis respostas ao objeto investigado. E estudo de caso por observar os participantes para elaborar um material didático, posterior as atividades experimentais, propondo a melhoria do ensino e aprendizado de Química Orgânica Experimental I e II auxiliando os professores e alunos nas práticas laboratoriais.

Ainda sobre a parte metodológica cabe destacar que a abordagem qualitativa foi utilizada, visando explorar os valores e atitudes, os motivos e aspirações que correspondem a materialidade do que é qualitativo no tocante ao objeto. Utilizou-se ainda para a coleta de dados a observação participante e realizou-se a análise dos dados de forma descritiva.

Finalmente, espera-se que esse trabalho contribua na temática elaboração de materiais didáticos, de caráter investigativo e contextualizado, sugerindo aos docentes uma reflexão a respeito dos materiais didáticos produzidos no ensino, pela busca de respostas aos problemas que perpassam no ensino e aprendizado do aluno, bem como a importância de práticas experimentais bem elaboradas.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Elaborar um material didático de forma contextualizada, de caráter investigativo, capaz de auxiliar professores e acadêmicos na disciplina de Química Orgânica Experimental II no Curso de Licenciatura em Química.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Abordar a importância das práticas experimentais e sua contextualização;
- Incentivar os docentes na produção de seus próprios materiais didáticos;
- Comparar o Guia de Experimentos de Química Orgânica Experimental II elaborado com outros materiais didáticos;
- Propor aos professores e acadêmicos a elaboração de materiais didáticos alternativos para contribuir com o ensino e aprendizagem de Química Orgânica Experimental.

3 REFERENCIAL TEÓRICO

3.1 PRÁTICAS EXPERIMENTAIS

Educadores na área de Química têm demonstrado ao longo dos anos que o aprendizado pode tornar-se mais eficiente se estiver condicionado ao uso da informática em jogos, em laboratórios virtuais, em animações computacionais, no uso de filmes, jornais, revistas em quadrinhos, em improvisações teatrais e na experimentação.

Segundo Giordan (1999) a experimentação “desperta um forte interesse entre os alunos de diversos níveis de escolarização pelo seu caráter motivador, lúdico, essencialmente vinculada aos sentidos”.

Com relação à experimentação, as pesquisas atestam que ela prioriza o contato dos alunos com os fenômenos químicos, capacita os alunos a criar modelos, permite ao professor ocupar um lugar estratégico no que é cientificamente aceito e dialogável com a comunidade científica, problematiza temas socialmente relevantes e promove uma alfabetização científica (GIORDAN, 1999; CHASSOT, 2001).

A experimentação deve ser apresentada com o objetivo de levar o aluno à reflexão entre prática e teoria. Silva e Zanon (2000, apud CASTRO, 2014) apontam que a experimentação não garante por si só a aprendizagem, não é uma via de mão única na qual o experimento comprova a teoria ou vice-versa.

Este fato é observado, segundo Guimarães (2009) quando a metodologia é pautada em experimentos do tipo “receita de bolo, onde os alunos recebem o roteiro para seguir e obtém os resultados esperados pelo professor, não resultando o raciocínio e o questionamento”.

Hofstein e Lunetta (2003, p. 31, tradução nossa) enfatizam que a abordagem investigativa implica em, entre outros aspectos, planejar investigações, usar montagens experimentais para coletar dados seguidos da respectiva interpretação e análise, além de comunicar os resultados. Tal enfoque propicia aos alunos libertarem-se da passividade de serem meros executores de instruções, pois busca relacionar, decidir, planejar, propor, discutir, relatar etc., ao contrário do que ocorre na abordagem tradicional. Segundo os autores, é importante mencionar que:

[...] nenhuma investigação parte do zero, ou seja, necessitam de conhecimentos que orientem a observação. Em uma proposta de atividade investigativa, faz-se necessário a explicitação dos

conhecimentos prévios disponíveis sobre a atividade, sem os quais se torna impossível a sua realização (HOFSTEIN; LUNETTA, 2003).

Além disso, se as atividades experimentais forem trabalhadas com esse tipo de abordagem, é possível criar situações que proporcionam maior motivação nos alunos.

Segundo Lewin e Lomascólo (tradução nossa):

A situação de formular hipóteses, preparar experiências, realizá-las, recolher dados, analisar resultados, quer dizer, encarar trabalhos de laboratório como projetos de investigação, favorece fortemente a motivação dos estudantes, fazendo-os adquirir atitudes tais como a curiosidade, desejo de experimentar, acostumar-se a duvidar de certas informações, a confrontar resultados, a obterem profundas mudanças conceituais, metodológicas e atitudinais. (LEWIN; LOMASCÓLO, 1998).

A maioria dos alunos tem dificuldades para utilizar o conteúdo trabalhado nas aulas experimentais em situações extraídas do cotidiano porque as realizam em um contexto não significativo. Em geral, as discussões se limitam apenas a exemplificação dos conceitos, sem relacioná-los com o cotidiano dos alunos.

Assim como Farias e outros (2009), reconhecemos a experimentação como um dos recursos didáticos que possibilita a ampliação e a compreensão do conhecimento e que aproxima o aluno de uma situação mais real e investigativa, além de favorecer a contextualização. Nesse sentido, utilizar a experimentação e contextualização nos materiais didáticos é uma das formas de tornar o ensino significativo para os estudantes.

3.2 MATERIAIS DIDÁTICOS

Nos últimos anos a discussão em torno de novas metodologias que promovam a melhoria do processo de ensino e aprendizagem de Química vem sendo muito debatidas. Novas ferramentas instrucionais, além do quadro e livro didático, vêm sendo propostas.

Segundo Freitas (2009), os materiais e equipamentos didáticos [os quais são também conhecidos como recursos ou tecnologias educacionais] são “todo e qualquer recurso utilizado em um procedimento de ensino, visando à estimulação do aluno e à sua aproximação do conteúdo”.

Outro gênero didático-pedagógico utilizado no processo de ensino e aprendizagem é o livro didático e/ou apostila. Para Câmara (2012) tanto o livro didático como a apostila “são legitimados pela sociedade, investidos de autoridade, e por isso

desempenham a outros gêneros, o papel de senhor do pensamento na constituição do sujeito”.

Andrade e Massabni (2011) considera que facilitação do processo educativo é feita a partir dos materiais. Entende-se que um material pode ser considerado didático quando é utilizado em uma situação de ensino, visando ao estímulo e aproximação do aluno com o conteúdo. Uma das funções do material é ser atrativo o suficiente para deixar o aluno curioso no sentido de reconhecer que a ciência não é algo inatingível, cristalizada e inalcançável.

O material didático é um meio importante de interação entre o professor e o aluno, pois é uma forma de orientar o aluno em um oceano de possibilidades. Por isso, o material didático precisa ser de ótima qualidade, ter uma apresentação impecável, revelar a metodologia implícita no processo de elaboração, dar conta dos temas abordados de modo claro, trazer um roteiro rico em possibilidades de leituras, pesquisas e atividades, além de estimular o aluno a ter o prazer de voltar para ali; ou seja, seduzi-lo. (RONDELLI, 2007)

Uma alternativa a utilização dos materiais didáticos pode ser o uso de apostilas desenvolvidas pelos próprios professores (SANTOS, 2015). Elas são capazes de conter guias de estudo, exercícios e explicações adicionais direcionadas para situações específicas de ensino e aprendizagem. Normalmente são mais sintéticas que os livros, porém permitem abordagens contextualizadas de temas químicos e sociais de caráter regionalizado.

Contempla-se com esse tipo de material a aprendizagem significativa pela vinculação do cotidiano de forma diferenciada possibilitando problematizações em uma relação construtivista dos conhecimentos químicos.

A teoria cognitiva de David Ausubel aponta que a aprendizagem é dita significativa quando:

Uma nova informação (conceito, ideia, proposição) adquire significados para o aprendiz através de uma espécie de ancoragem em aspectos relevantes da estrutura cognitiva pré-existente do indivíduo, isto é, em conceitos, ideias, proposições já existentes em sua estrutura de conhecimentos (ou de significados) com determinado grau de clareza, estabilidade e diferenciação. (MOREIRA, 1999).

Uma grande diferença entre materiais já elaborados, como por exemplo, os livros didáticos, e os materiais elaborados pelos próprios professores é o fato de que quem escreve livros didáticos nem sempre conhece a realidade da sala de aula.

Outro fator a ser considerado é o critério de avaliação. As apostilas não passam por nenhum tipo de avaliação oficial, como ocorre com os livros didáticos. Em consequência, diferentes estudos identificaram sérios problemas conceituais e gráficos em apostilas de sistemas de ensino, além da utilização de abordagens pedagógicas descontextualizadas e excessivamente esquemáticas.

A crítica ao apostilamento, segundo Câmara (2012), “não deve ser dirigida ao uso eventual de apostilas artesanalmente elaboradas pelo professor ou por sua escola, mas sim, à pressão da ideologia do mercado que faz da apostila um método único de saber e de poder”. Sendo assim, uma apostila/material de apoio elaborada pelo professor com atividades lúdicas e/ou experimentais que proporcionem a autonomia intelectual e o pensamento crítico do aluno pode contribuir não só para a melhoria do ensino-aprendizagem como na formação do cidadão.

Ao planejar materiais didáticos é necessário em primeira instância ter em mente que o material elaborado deve atender ao contexto e as necessidades dos alunos. Estar atento ao contexto cultural, social e linguístico remete o professor a um trabalho mais humanitário. O aluno e seus conhecimentos são as referências para se planejar materiais que com eles serão utilizados. (MORETTO, 2007)

O material didático não precisa conter todos os conteúdos e todas as possibilidades de aprofundamento da informação oferecida, uma vez que as tecnologias de comunicação e de informação possibilitam acesso rápido e difuso a conteúdo de alta qualidade. Deste modo, mais importante que ofertar todos os conteúdos de um curso no material didático, é oferecer aportes teóricos e estratégias metodológicas, em uma perspectiva interativa, que motive o aluno ir em busca de conhecimentos. (LEITÃO et al., 2005)

A facilitação do processo de ensino e aprendizagem é traduzida pela clareza e progressão das ideias com início, meio e fim muito bem delineados, interativos com outros conteúdos da disciplina. Desse modo, é fundamental que esses materiais sejam contextualizados.

3.3 CONTEXTUALIZAÇÃO DOS MATERIAIS DIDÁTICOS

Na química, temos três estudos que se complementam na tentativa de identificar como o termo contextualização foi apropriado pelos professores de química (SANTOS; MORTIMER, 1999), pelos autores de livros didáticos (WARTHA; ALÁRIO,

2005) e na construção de unidades didáticas na perspectiva de Ciência, Tecnologia, Sociedade e Ambiente - CTSA (SILVA; MARCONDES, 2010).

Santos e Mortimer (1999), ao analisarem as concepções de um grupo de professores a respeito de sua apropriação do termo contextualização no ensino de química, identificaram três diferentes entendimentos: i) contextualização como estratégia para facilitar a aprendizagem; ii) como descrição científica de fatos e processos do cotidiano do aluno; e iii) como desenvolvimento de atitudes e valores para a formação de um cidadão crítico.

Os autores Wartha e Alário (2005) identificaram que, nos livros didáticos, a ideia de contextualização se restringe à exemplificação de fatos do dia-a-dia e à descrição científica de fatos e processos do cotidiano do aluno.

Para Silva e Marcondes (2010) a maioria dos professores entende a contextualização como uma estratégia capaz de permitir a descrição científica de fatos e processos. Outros demonstraram ideias de contextualização relacionadas a aplicações do conhecimento químico, ou seja, apresentam concepções sobre contextualização como exemplificação e ilustrações de contextos para ensinar o conteúdo de química.

Nesse sentido, Pellegrin e Damazio (2015) fizeram um estudo sobre as manifestações da contextualização nos documentos oficiais da educação (Lei de Diretrizes e Bases da Educação Nacional nº 9.394/96, Parâmetros Curriculares Nacionais e Diretrizes Curriculares Nacionais).

Segundo os autores, a Lei de Diretrizes e Bases da Educação Nacional (LDB) nº 9.394/96 concebe a contextualização para o ensino de ciências na forma de contribuir para a formação do aluno como sujeito partícipe da sociedade. Já os Parâmetros Curriculares Nacionais e as Diretrizes Curriculares Nacionais entendem que a contextualização deve ser uma forma de proporcionar uma aprendizagem significativa. (PELLEGRIN; DAMAZIO, 2015)

Contextualizar é, sobretudo, relacionar os conhecimentos químicos à vida do estudante, assim como suas potencialidades e conhecimentos prévios, na busca por solução de problemas e discussões dentro e fora de sala de aula. Santos e Mortimer (1999) apontam que para a efetiva contextualização dos conhecimentos, é necessário utilizar situações problematizadoras que devem provocar controvérsias a fim de gerar debates, estabelecer relações da ciência com a tecnologia e estarem vinculados a problemas da vida real dos estudantes.

A importância da contextualização também é salientada por Zuliani (2006), que aponta a investigação a partir de fatos cotidianos como fator essencial no processo de evolução conceitual dos alunos.

3.4 ELABORAÇÃO DOS MATERIAIS DIDÁTICOS

Um dos principais problemas do ensino de Química é a ausência de atividades experimentais bem planejadas, na qual o aluno participe de situações de investigação, de modo a contribuir com a construção do conhecimento químico. (BELTRAN; CISCATO, 1991)

Segundo Araújo e Abib (2003), a experimentação não pode ser realizada de forma roteirista, ou seja, o aluno seguir passo a passo um roteiro pré-elaborado, mas de uma maneira investigativa proporcionando ao discente um desenvolvimento aplicado dos seus conhecimentos.

Conforme Gil-Pérez (1993, apud BITENCOURT et al., 2015) as atividades investigativas favorecem a ativação dos conhecimentos prévios dos alunos sobre as questões a serem investigadas, assim como dos conteúdos escolares envolvidos. Esta ativação é favorecida com as intervenções do professor e com a interação entre os estudantes que expõem suas ideias e elaboram hipóteses que serão utilizadas para resolver as situações problematizadoras.

Assim Suart, Marcondes e Lamas (2010), define a abordagem investigativa experimental como:

Aquelas atividades nas quais os alunos não são meros espectadores e receptores de conceitos, teorias e soluções prontas. Pelo contrário, os alunos participam da resolução de um problema proposto pelo professor ou por eles mesmos; elaboram hipóteses; coletam dados e os analisam; elaboram conclusões e comunicam os seus resultados com os colegas. O professor se torna um questionador, conduzindo perguntas e propondo desafios aos alunos para que estes possam levantar suas próprias hipóteses e propor possíveis soluções para o problema (SUART, 2010).

Hofstein e Lunetta (2003) mostram que, atividades experimentais conduzidas com abordagem investigativa tem um diferencial, no tocante a planejamento de investigações, uso de experimentos na coleta de dados, seguido de interpretação e análise; além da comunicação de resultados pelos próprios estudantes, argumentação e uso de justificativas científicas das afirmações, mudança atitudinal e aumento de interesse pela Ciência.

Gil Pérez e Valdés Castro (1996) citam algumas características gerais que deveria ter as práticas laboratoriais para que possam ser consideradas como uma atividade investigativa, destaca-se:

1. A apresentação de situações-problemas abertas, em nível de dificuldade adequado, ou seja, que corresponde à zona de desenvolvimento proximal dos estudantes, com o objetivo de que possam tomar decisões para determinar e praticar a transformação dos problemas.

2. Outro é a reflexão sobre a relevância e o possível interesse das situações propostas, dando sentido ao seu estudo e evitando um estudo descontextualizado.

3. Considerar detidamente a análise dos resultados à luz do corpo de conhecimentos disponíveis, das hipóteses usadas e dos resultados de outros investigadores.

4. Apresentar a consideração de possíveis perspectivas e contemplar as implicações CTSA do estudo realizado, como possíveis aplicações e repercussões negativas.

5. Fortalecer a dimensão coletiva do trabalho científico, organizando equipes de trabalho e facilitando a interação entre cada equipe e a comunidade científica (outras equipes), pelo corpo de conhecimento já construído (reconhecido nos textos) e pelo professor como cientista.

Desta forma, a experimentação investigativa permite uma participação mais ativa dos discente nos debates em torno dos conteúdos abordados, além de possibilitar uma contextualização com o cotidiano dos estudantes. Portanto, a importância do material didático elaborado se ressalta ao aluno apresentar uma compreensão da química e suas transformações no cotidiano, além de servir como um apoio ao professor e acadêmicos na realização dessas práticas experimentais.

4 METODOLOGIA

A presente pesquisa possui uma abordagem qualitativa, que de acordo com o autor Bogdan e Biklen (1994), consiste em uma investigação descritiva. A investigação qualitativa é de natureza descritiva, pois os dados são recolhidos em forma de palavras ou imagens e não de números, e os investigadores tentam analisar os dados em toda a sua riqueza, respeitando, tanto quanto o possível, a forma em que esses foram registrados ou transcritos.

A pesquisa se caracteriza como um estudo de caso e bibliográfica. O primeiro pela observação dos participantes e elaboração do material didático, posterior as atividades experimentais, propondo a melhoria do ensino e aprendizado de Química Orgânica Experimental e subsídio para as aulas experimentais. O segundo por colocar o pesquisador em contato direto com tudo o que foi escrito, dito ou filmado sobre determinado assunto. (MARCONI; LAKATOS, 2007)

Conforme Yin (2005), o estudo de caso como método de pesquisa, é desencadeado quando não se dispõe de informação suficiente para responder ao problema, ou então quando a informação disponível se encontra em tal estado de desordem que não possa ser adequadamente relacionado ao problema.

Corroborando com Marconi e Lakatos, Oliveira (2007) afirma que “a pesquisa bibliográfica é uma modalidade de estudo e análise de documentos de domínio científico tais como livros, periódicos, enciclopédias, ensaios críticos, dicionários e artigos científicos” [...] é um “estudo direto em fontes científicas, sem precisar recorrer diretamente aos fatos e fenômenos da realidade empírica”.

Segundo Moreira (2002), a observação participante é conceituada como sendo “uma estratégia de campo que combina ao mesmo tempo a participação ativa com os sujeitos, a observação intensiva em ambientes naturais, entrevistas abertas informais e análise documental”. Pensamento muito similar ao de Denzin (1978, apud LÜDKE; ANDRÉ, 1986) que acredita na observação participante como “uma estratégia de campo que combina simultaneamente a análise documental, a entrevista de respondentes e informantes, a participação e a observação direta e a introspecção”.

Após a percepção do problema, com a delimitação do tema e a definição dos objetivos, iniciou-se a fase das pesquisas teóricas. Buscaram-se neste momento, trabalhos já produzidos, bem como a consulta a autores que tratam do tema e os documentos relativos à pesquisa. Por fim, com base na observação participante e de

posse dos dados coletados foi realizada a verificação entre os objetivos e o resultado obtido no processo da pesquisa, para então elaborar a apostila.

4.1 PROCEDIMENTOS METODOLÓGICOS

A pesquisa foi realizada na cidade de Macapá, capital do estado do Amapá. A universidade denomina-se Universidade Federal do Amapá, e o curso é o de Licenciatura em Química. As aulas foram ministradas na disciplina de Química Orgânica Experimental II, no Laboratório de Biocatálise e Biotransformação em Química Orgânica (BIORG) no período letivo de 2018.2. E contou com aproximadamente de 18 alunos matriculados na disciplina.

Primeiramente foi estabelecido com o professor a necessidade de acompanhar a disciplina de Química Orgânica Experimental II, na condição de monitor voluntário visando compreender como as atividades experimentais e propostas nos roteiros dessas práticas estavam sendo introduzidas nas aulas de Química. Bem como, de observar a necessidade, o interesse e a importância do uso de roteiros para as práticas laboratoriais de Química Orgânica nas disciplinas experimentais no colegiado de Química, na Universidade Federal do Amapá. Ainda, objetivou-se identificar os pontos positivos e negativos de cada prática experimental realizada, com foco no tempo de prática, objetividade do roteiro e a disponibilidade dos materiais.

Por fim, de posse das observações feitas durante as aulas práticas de Química Orgânica Experimental II, foi construído um Guia de Experimentos de Química Orgânica II, baseado na carga horária da disciplina, na ementa e na disponibilidade dos materiais e equipamentos no Laboratório de Química Orgânica. A escolha das práticas foi pautada em dois momentos.

O primeiro ocorreu na análise dos dados da observação da disciplina de Química Orgânica Experimental II, do curso de licenciatura, durante o semestre letivo 2018.2. Assim, foi possível obter dados sobre as práticas que foram desenvolvidas na disciplina e seus procedimentos, favorecendo a delimitação do tempo e os materiais necessários. E o último momento, foi realizada as complementações didáticas.

Avaliou-se pressupostos para a elaboração de manuais: estudo teórico e epistemológico para a elaboração de materiais de apoio ao professor para a utilização do laboratório. Além do levantamento e adaptação de experimentos simples, seguros, com baixa toxicidade, com pouco impacto ambiental e que atendam às necessidades da Ementa da disciplina.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 ANÁLISE DOS DADOS DA OBSERVAÇÃO DA DISCIPLINA

Em relação a observação da disciplina de Química Orgânica Experimental II, cabe destacar que foi ofertada no colegiado de Licenciatura em Química, no semestre letivo de 2018.2, e contou com aproximadamente 18 alunos matriculados.

O primeiro contato do professor e alunos ocorreu na primeira aula, nesse dia o professor apresentou a Ementa da disciplina (Anexo I). A modalidade da disciplina é presencial e contempla uma carga horária de 60 horas. Seu objetivo se resume em práticas de Química Orgânica. Além da apresentação dos conteúdos e práticas a ser desenvolvidas, o professor da disciplina explicou de que forma se daria as práticas experimentais e avaliações.

As aulas de Química Orgânica Experimental II ocorriam uma vez por semana. Devido a estrutura do laboratório, necessitou-se dividir a turma em 4 grupos de até 5 acadêmicos, e organizar as aulas de forma que dois grupos, impreterivelmente, fossem assíduos nas aulas semanais de forma alternadas. Exemplo: Os grupos A e B realizarão na próxima aula o experimento 1. Na aula seguinte, será a vez dos grupos C e D realizarem tal experimento.

Os roteiros das práticas experimentais sempre eram disponibilizados dias anteriores a aula, visando a leitura e impressão do material pelo aluno. Entretanto, observa-se que poucos acadêmicos liam as apostilas e outros nem mesmo imprimiam e a levavam nas aulas como fonte de consulta. Diante do exposto, o que se observava era alguns acadêmicos dispersos das práticas laboratoriais.

Portanto, concluiu-se que é fundamental a elaboração de materiais didáticos para dar suporte a essas práticas, pois a disciplina exige dos alunos a consulta de diversos materiais e fontes para o embasamento teórico e aprendizagem. Além de proporcionar um momento de construção, que exige do professor o diálogo, a discussão e a investigação para propiciar isso no aluno.

5.2 GUIA DE EXPERIMENTOS DE QUÍMICA ORGÂNICA II

Na busca de contribuir com o ensino nos cursos de Licenciatura de Química quanto a orientação e elaboração de materiais didáticos, optou-se por elaborar um guia que pudesse oferecer orientações aos professores e estudantes no sentido de

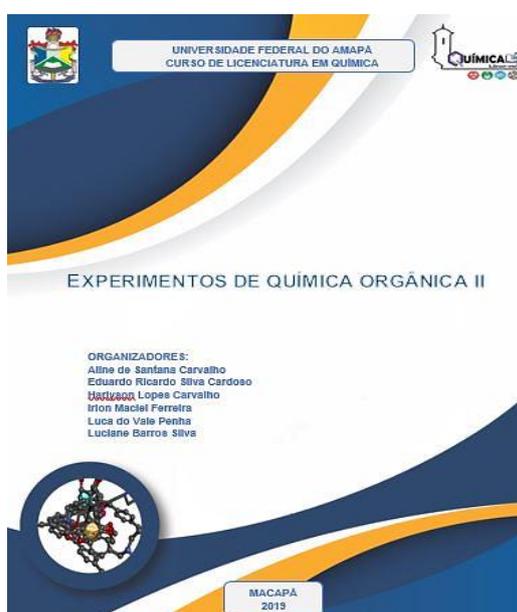
facilitar esse trabalho. O Guia de Experimentos de Química Orgânica II é encontrado na íntegra no apêndice A dessa monografia.

Visando elaborar cadernos de apoio ao professor e ao aluno para utilização no laboratório, buscou-se referenciais teóricos e epistemológicos que pudessem desenvolver o ensino e a aprendizagem ao mesmo tempo em que fossem baseadas na LDB e nas Diretrizes Curriculares Nacionais para os Cursos de Química.

Utilizando-se da LDB, dos aportes teóricos e epistemológicos e de trabalhos descritos na literatura sobre o Ensino de Química que tratam da experimentação, organizou-se um caderno de apoio ao professor e aluno com orientações que poderão ser utilizadas na disciplina de Química Orgânica Experimental II e no Colegiado de Química. Visando elaborar o caderno de experimento foram escolhidas sete atividades experimentais que foram distribuídas de acordo com a Ementa da disciplina. Esse caderno possui 70 páginas, e foi dividido em 8 seções, as quais serão comentadas a seguir.

Ao iniciar a leitura do Guia de Experimentos de Química Orgânica II, o leitor irá se deparar com a capa (Figura 1), é a primeira folha do guia. Nela contêm as seguintes informações: a instituição de ensino e o curso de graduação, bem como os seus respectivos brasões, o título da apostila, os nomes dos organizadores e a cidade e ano de elaboração. Recursos gráficos e de diagramação foram utilizados para tornar o texto mais leve e para organizar da melhor forma as informações.

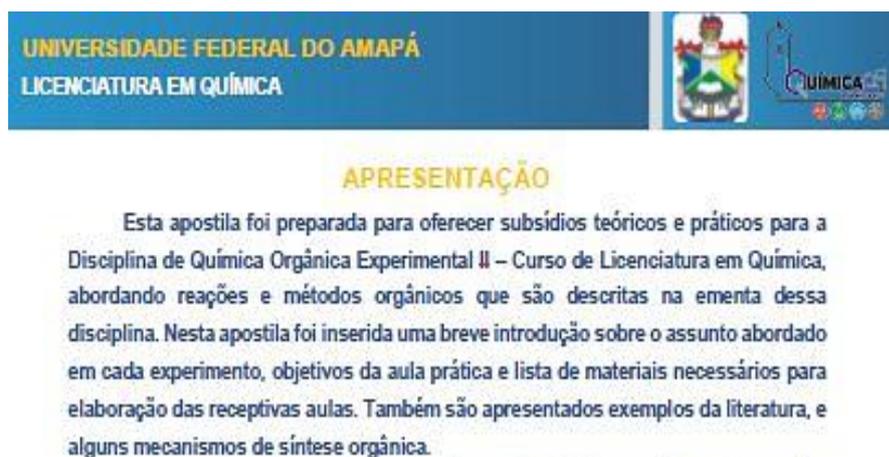
FIGURA 1. Capa Experimentos de Química Orgânica II.



FONTE: Autoria própria.

Na segunda seção é a apresentação do guia (Figura 2). Nessa seção é feita uma breve apresentação do material didático, portanto, nela está descrito o objetivo da apostila, subdivisões de tópicos, descrição de ferramentas e software que subsidiaram algumas práticas na disciplina de Química Orgânica Experimental II, além dos anseios dos organizadores para com a apostila aos acadêmicos de graduação.

FIGURA 2. Apresentação do Guia de Experimentos de Química Orgânica II.



FONTE: Autoria própria.

Na terceira seção, destina-se a parte dos organizadores, pessoas do ambiente acadêmico que contribuíram para a elaboração, revisão e edição do Guia de Experimentos de Química Orgânica II. Foram 6 organizadores que idealizaram esse guia, e nessa página, consta um breve resumo de cada e suas respectivas fotos (Figura 3).

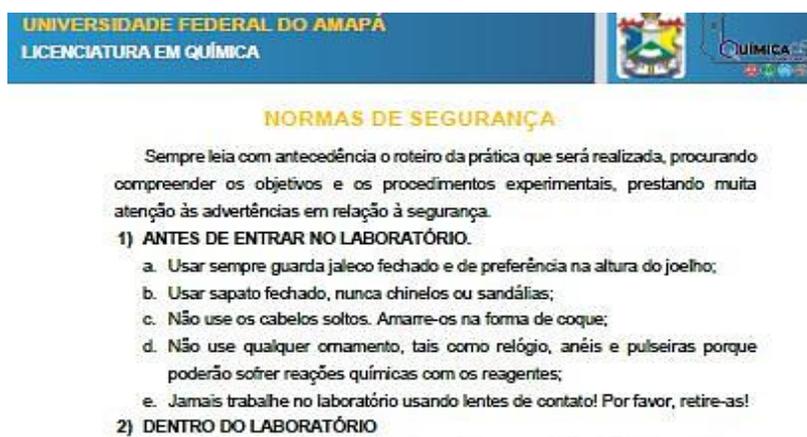
FIGURA 3. Página dos Organizadores.



FONTE: Autoria própria.

Na quarta seção, dispõe sobre as Normas de Segurança (Figura 4). Em Normas de Segurança em Laboratório são traçadas as diretrizes para a realização das atividades experimentais onde são apresentados os equipamentos e procedimentos básicos para a segurança individual e coletiva.

FIGURA 4. Normas de Segurança.



FONTE: Autoria própria.

Silva e Neves (2006) alertam que para a disciplina de química, as atividades experimentais utilizam procedimentos, habilidades e técnicas próprias, por isso, necessitam de cuidados com a segurança e manuseio dos reagentes, gerenciamento dos resíduos produzidos nas atividades desenvolvidas nos laboratórios didáticos ou em outro espaço específico.

Na quinta seção é abordada a Elaboração do Relatório (Figura 5). Nessa seção, destina-se as orientações que os acadêmicos devem atentar-se na elaboração dos seus relatórios das práticas experimentais. É aqui que os acadêmicos praticarão sua alfabetização científica, que segundo Chassot (2001), vai além do conhecimento mecânico das normas de escrita e leitura.

É fato bem conhecido dos professores, quando não há instrução precisa sobre como produzir um texto, os alunos apresentam sérias dificuldades em expressar o que pensam ou em relatar um fato ocorrido. (FERREIRA; HARTWING; OLIVEIRA 2010)

FIGURA 5. Elaboração do Relatório.

ELABORAÇÃO DO RELATÓRIO

De acordo com as Diretrizes Curriculares Nacionais para os cursos de Química (disponível em <http://portal.mec.gov.br/sesu/arquivos/pdf/130301Quimica.pdf>), os estudantes de química precisam, ao longo do seu curso de graduação, aprender a "interpretar e utilizar as diferentes formas de representação (tabelas, gráficos, símbolos, expressões, etc.)" e "comunicar corretamente os projetos e resultados de pesquisa na linguagem científica, oral e escrita (textos, relatórios, pareceres, "posters", internet, etc.) em idioma pátrio." O desenvolvimento dessas competências e habilidades fazem parte dos objetivos das disciplinas práticas de Química como a Química Orgânica Experimental.

FONTE: Autoria própria.

Na sexta seção é composta pelo Sumário (Figura 6). Nessa seção é um resumo contendo os principais aspectos da apostila, uma lista hierarquizada dos experimentos abordados na obra. Aqui é descrito o título dos 7 experimentos, bem como seus sub tópicos, como: introdução, parte experimental, resultados esperados, considerações finais, questionários e referências.

FIGURA 6. Sumário.

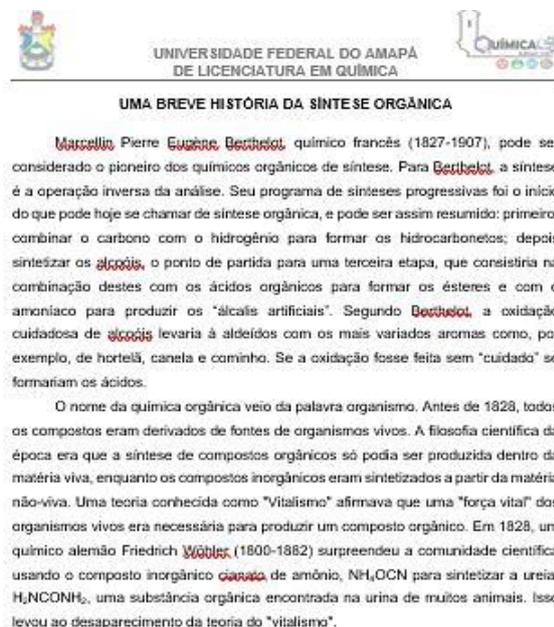
UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAPÁ	
LICENCIATURA EM QUÍMICA	
SUMÁRIO	
PARTE 1.....	9
EXPERIMENTOS DE QUÍMICA ORGÂNICA.....	9
A HISTÓRIA DA SÍNTESE ORGÂNICA.....	11
A) SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE CHALCONAS DERIVADAS DA α,β - α,β,δ - e α,β -INSATURADAS COM POTENCIAL ATIVIDADE ANTIFLAMATÓRIA.....	12
PARTE EXPERIMENTAL.....	155
RESULTADOS ESPERADOS.....	188
CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	23
B) REAÇÃO DE ESTERIFICAÇÃO DE FISHER.....	266
PARTE EXPERIMENTAL.....	289
RESULTADOS ESPERADOS.....	31
CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	32
C) SÍNTESE E PURIFICAÇÃO DO ÁCIDO ACETILSALICÍLICO (AAS).....	34
PARTE EXPERIMENTAL.....	38
RESULTADOS ESPERADOS.....	39
CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	42
D) PREPARAÇÃO DO CORANTE LARANJA II.....	44
PARTE EXPERIMENTAL.....	46
RESULTADOS ESPERADOS.....	47
CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	49
QUESTIONÁRIO.....	51
E) PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA ACETANILIDA.....	52
PARTE EXPERIMENTAL.....	54
RESULTADOS ESPERADOS.....	596
CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	609
QUESTIONÁRIO.....	61
F) DETERMINAÇÃO DE PROTEÍNA.....	62
PARTE EXPERIMENTAL.....	65
RESULTADOS ESPERADOS.....	67
CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	69

FONTE: Autoria própria.

Na sétima seção, apresentada como Uma breve História da Síntese Orgânica (Figura 7), destina-se a um breve texto retratando a historicidade da síntese orgânica. O texto aborda o químico francês Berthelot, como pioneiro dessa operação química até os dias de hoje, onde conhecemos a matéria de estudo da ciência de química

orgânica. É uma breve introdução onde o aluno pode compreender melhor essa disciplina.

FIGURA 7. Uma breve História da Síntese Orgânica.



FONTE: Autoria própria.

Essa oitava seção é subdividida em 6 tópicos. Nessa seção inicia os experimentos selecionados junto ao professor da disciplina. Cada experimento compõe: introdução, parte experimental, resultados esperados, considerações finais, questionário e as referências. Os experimentos seguem a mesma lógica de elaboração, conforme os referenciais teóricos e epistemológicos.

Muitas vezes as práticas envolvendo a Química Orgânica exigem maior tempo, além de materiais e reagentes mais aprimorados, devido principalmente à cinética lenta e à complexidade das reações. Por isso, é importante ressaltar que os experimentos selecionados foram com base na Ementa da disciplina (Anexo I).

Buscou-se em todas as atividades experimentais contidas no guia de apoio, explorar a aprendizagem investigativa e dar início à aprendizagem crítica, no qual o professor desempenha um papel fundamental no direcionamento e na orientação dessa proposta de ensino e aprendizagem.

Os experimentos nesse material de apoio devem ser descritos de forma que o aluno, durante a experimentação, tenha um espírito investigativo e uma fase inicial crítica com o material educativo, propiciando que o professor abandone a narrativa e gere nele e no aluno uma postura dialógica, sendo aprendizes entre pares, tornando o ensino socialmente ativo. (ALMEIDA; MALHEIRO, 2019)

Contribuindo com esse pensamento, Moreira (2014) afirma que, todas as atividades laboratoriais deverão anteceder e proceder de um caráter investigativo, permitindo que o estudante explore suas habilidades cognitivas através dos seus conhecimentos prévios em contato com os fenômenos químicos, estimulando o desenvolvimento conceitual, promovendo uma alfabetização científica e formando um cidadão crítico.

Nesse sentido, a experimentação com caráter investigativo faz com que o conjunto de vivências que o aluno traz para o laboratório seja refletido em aquisição de conhecimento e que a contínua reorganização do conhecimento pela reflexão traga a melhoria na qualidade da aprendizagem.

No primeiro tópico da prática experimental, o leitor terá contato com o título do experimento, bem como uma introdução do assunto. Cada experimento possui uma introdução que interliga o cotidiano do discente com as atividades experimentais que serão realizadas (Figura 8).

FIGURA 8. Introdução do Experimento A).

A) SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE CHALCONAS DERIVADAS DA α,β - $\alpha,\beta,\gamma,\delta$ -e di- α,β -INSATURADAS COM POTENCIAL ATIVIDADE ANTIFLAMATÓRIA

INTRODUÇÃO

As chalconas são substâncias orgânicas precursoras biossintéticos de flavonoides, principalmente nas pétalas das flores, e podem ser definidas como cetonas α,β -insaturadas, onde tanto a carbonila quanto a porção olefínica estão ligadas a grupamentos aromático, ou seja, apresentam um núcleo 1,3-difenil-2-propen-1-ona (WALTER, 2000; CAREY, 2011), ver Figura 1. Muitas atividades biológicas desse grupo de compostos, conforme a literatura, variam de acordo com os dois anéis aromáticos e seus substituintes (ÁVILA, 2008). Há relatos de atividade antibacteriana, antiviral, antifúngica, antimalárica, tripanossomicida (BORCHHARDT, 2010), anti-leishmania (YUNES, 2006), hipoglicemiante (DAMAZIO, 2010) antioxidante, citotóxica, antitumoral, antileucêmica e anti-inflamatória (NOWAKOWSKA, 2007).

As chalconas são compostos químicos encontrados abundantemente em fontes naturais, especialmente, em plantas superiores. Pode-se ainda, serem obtidos através da síntese orgânica, pela reação entre cetonas e aldeídos aromáticos em meio alcalino, em um processo conhecido como Condensação de Claisen-Schmidt (Figura 1). Neste método, a condensação é realizada de um benzaldeído com um derivado cetônico apropriado, em um solvente polar como etanol, com o uso de uma base como catalisador (Figura 5).



FIGURA 1- Esquema geral da condensação de Claisen-Schmidt.

FONTE: Autoria própria.

O segundo tópico é a Parte Experimental (Figura 9). A parte experimental é a descrição da experimentação. Para descrever os procedimentos experimentais buscou-se utilizar o princípio da organização sequencial. Segundo Marconi e Lakatos (2007) esse princípio consiste em sequenciar os tópicos, ou unidades de estudo, de maneira tão coerente quanto possível (observados nos princípios de diferenciação

progressiva e reconciliação integrativa) com relações de dependência naturalmente existentes entre eles na matéria de ensino.

FIGURA 9. Parte Experimental do Experimento B).

OBJETIVO

O objetivo desta prática é a síntese de ésteres graxos ou de cadeia curta. Considerando umas das reações mais empregadas na indústria de alimentos.

MATERIAIS E MÉTODOS

Materiais

<ul style="list-style-type: none"> > 2 (dois) balão de 25 ml; > 1 (um) balão de separação de 125 ml; > 4 (quatro) Erlenmeyer de 125 ml e outro de 50 ml; > 1 (um) pipeta de pasteur; > 1 (um) pipeta graduada de 2 ml; > 1 (um) tubo de ensaio de 10 ml; > 1 (uma) proveta de 10, 25 e 50 ml; > 1 (um) béquer de 100 mL; > 1 (um) Kitassato de 250 ml; > 1 (um) Funil de Buchner; 	<ul style="list-style-type: none"> > 1 (um) Funil pequeno; > 2 (dois) Vidro de relógio; > 2 (dois) Papel filtro; > 1 (uma) Chapa agitadora magnética com barras magnéticas; > 1 (uma) Estufa de secagem; > 1 (um) Banho-maria quente (50-60 °C); > 1 (uma) bomba de vácuo; > Balança analítica. > 1 (um) Rotaevaporador com condensador e banho-maria.
---	--

FONTE: Autoria própria.

O terceiro tópico intitula-se Resultados Esperados (Figura 10). Nessa seção busca-se apresentar ao leitor as contribuições da pesquisa, ou seja, os pontos positivos e negativos da prática experimental. É apresentada as expectativas da pesquisa em um sentido amplo, são situações que o autor espera que ocorra.

FIGURA 10. Resultados Esperados do Experimento C).

RESULTADOS ESPERADOS

Como o anidrido acético se encontra em excesso, o cálculo do rendimento deve ser feito em relação ao ácido salicílico, que de acordo com a figura 1 temos uma relação estequiométrica de 1:1 entre o ácido Salicílico e o ASS. Sendo assim, o número de mols de ácido Salicílico teoricamente deve ser o mesmo do produto formado ASS.

TABELA 1. Dados estequiométricos.

#	Massa ou Volume	Nº de mols	Rendimento	Pureza
Acido Salicílico	0,5 g	0,0036 mol	-	-
Anidrido Acético	1,5 mL	0,0158 mol	-	-
Acido Acetilsalicílico (AAS)	0,216 g	0,0011 mol	30,55%	95,4%

FONTE: Autoria própria.

O próximo tópico, ainda dentro das práticas experimentais é destinado as Considerações Finais (Figura 11). Um caderno de experimentos deve ter um espaço de conclusão prévia de cada experimento onde o aluno desenvolva, após a atividade prática, a investigação de suas conclusões, ou seja, a aprendizagem crítica de suas conclusões prévias, questionando-a e conciliando-a a novas informações avançando, desta forma, o pensamento científico onde cada nova experiência diz não à experiência antiga. (CASTRO, 2014.)

FIGURA 11. Considerações Finais do Experimento D).**CONSIDERAÇÕES FINAIS**

Realizando o presente experimento, os alunos serão capazes de entender melhor a reação de sais diazônicos, bem como o passo-a-passo para a síntese completa.

Estarão em contato com o universo dos corantes, que em alguns casos vem sendo considerados micropoluentes, devido as inúmeras etapas de preparação, consequentemente alto índice de resíduos.

Os corantes são compostos químicos orgânicos que possuem a propriedade de absorver luz visível de forma seletiva, razão pela qual aparecem coloridos, devido à presença de grupos cromóforos tais como: nitro, nitroso, azo e carbonila. A cor é intensificada e/ou modificada por grupos auxocromos, como etila, nitro, amino, sulfônico, hidroxila, metóxi, etóxi, cloro e bromo. Como visto a reação para a produção

FONTE: Autoria própria.

O quinto tópico é um breve Questionário (Figura 12). O questionário consiste de perguntas que servirão de ancoradouros nas observações e conclusões dos experimentos. Neste contexto, ele é o organizador decorrente e possui fundamental importância para a realização das práticas, pois sua função é de organizar o que ele precisa saber ao final do experimento, a fim de que o novo conhecimento seja revisado e aprendido de forma significativa. (SANTOS; MARCONDES, 2010).

FIGURA 12. Questionário do Experimento E).**QUESTIONÁRIO**

1. Defina reação de **ascilação**.
2. Apresente o **Mecanismo completo da reação de obtenção realizada no experimento**.
3. Faça uma **discussão geral acerca da técnica de recristalização**.
4. O **fenol também pode ser acetilado por anidrido acético?**

FONTE: Autoria própria.

Dessa maneira, torna-se evidente a necessidade de dar aos alunos a oportunidade de se envolverem em um problema e procurar suas possíveis soluções, com o auxílio do professor, ao desenvolver e executar atividades experimentais que contribuam para uma maior participação do aluno e melhor entendimento dos conceitos científicos.

O sexto e último tópico das práticas experimentais são as Referências (Figura 13). Nessa página são destinadas as fontes de consultas, como livros, revistas,

dissertações, sites, entre outros, que o trabalho tomou como base em outros autores. Nesse tópico procurou-se respeitar as normas da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT).

FIGURA 13. Referências do Experimento F).

REFERÊNCIAS

ALMEIDA, V. V.; CANESIN, E. A.; SUZUKI, R. M.; PALIOTO, G. F. *Análise Qualitativa de proteínas em alimentos por meio de reação de complexação do íon cúprico*. Química Nova na Escola. Vol. 35. Nº 1º. Fevereiro, 2013.

BRADFORD, M. M. *A rapid and sensitive method for the quantification of microgram quantities of protein utilizing the principle of protein-dye binding*. Analytical Biochemistry, 1976.

FONTE: Autoria própria.

Por fim, com base nos referenciais teóricos, pretende-se sugerir alguns procedimentos ao professor da disciplina de Química Orgânica Experimental e aos acadêmicos para que estes tenham um melhor aproveitamento desse guia.

1. Em toda aula/experimento deverá alertar-se para as normas de segurança.
2. O professor deverá ler a introdução com os alunos, problematizando tal questão.
3. Levantar discussões dos conhecimentos químicos e implicações conforme questão abordada no roteiro.

Oliveira et al. (2010), apresenta ainda que nesse tipo de atividade o aluno faz uso de seus conhecimentos anteriores, compartilha-os com os demais alunos e, durante a discussão, suas ideias podem ser rejeitadas, melhoradas ou aprovadas desde que atenda a solução do problema inicial.

4. Apresentar os Materiais e Reagentes que serão utilizados.
5. Os alunos deverão ter autonomia para participar e executar os experimentos, intercalando a leitura da parte experimental e/ou explicando diretamente tais procedimentos.
6. Finalizando a demonstração do experimento e das observações feitas pelos alunos, o professor deve lançar as questões do questionário ou adaptá-las e, quando necessário, complementar e discutir as respostas dos alunos.

As questões devem ser debatidas no mesmo dia (quando há tempo), ou de preferência, são direcionadas para pesquisa em casa, a fim de que os alunos busquem argumentos. E retomadas na aula seguinte em forma de debate ou por escrito. A discussão pode ocorrer na aula prevista para a entrega do relatório escrito.

Vale ressaltar, que a proposta do roteiro não é a direcionar todo o trabalho realizado na disciplina e sim, ser mais um recurso didático a ser utilizado pelo professor e alunos. Desta forma o professor tem liberdade de utilizar as atividades propostas no roteiro durante todo o período letivo, definindo o melhor momento para tal.

5.3 COMPARAÇÃO DOS MATERIAIS DIDÁTICOS

Nessa seção procurou-se materiais didáticos produzidos nas diversas instituições de ensino superior do Brasil, dentro da área de Química, a fim de comparar com a apostila produzida. Dentre os materiais encontrados e selecionados para comparação, destacam-se:

1) Apostila de Química Orgânica Experimental (LIC – 2009), do Departamento de Química Orgânica, do Instituto de Química – Campus Araraquara, da Universidade Estadual Paulista, ano de 2009. Disponível em: <http://www.cempeqc.iq.unesp.br/Jose_Eduardo/Blog2013>. Acesso em: 3 de julho de 2019.

2) Apostila dos Experimentos de Química Orgânica Experimental A, do Departamento de Química, da Universidade Federal de Santa Catarina, ano de 2006. Disponível em: <<http://www.qmc.ufsc.br/organica/>>. Acesso em 3 de julho de 2019.

3) Guia de Laboratório QUI0312/QUI0602 – Química Experimental, do Instituto de Química, da universidade Federal do Rio Grande do Norte – Campus Universitário, Lagoa Nova, ano de 2018. Disponível em: <<http://www.quimica.ufrn.br/quimica>>. Acesso em: 4 de julho de 2019.

4) Apostila de Fundamentos de Química Experimental, do Departamento de Química, da Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras de Ribeirão Preto – USP, ano de 2017. Disponível em: <<https://edisciplinas.usp.br/pluginfile.php/>>. Acesso em 3 de julho de 2019.

5) Guia de Experimentos de Química Orgânica II, elaborados pelo professor da disciplina e acadêmicos de Licenciatura em Química da Universidade Federal do Amapá, ano de 2019.

Diante dos materiais didáticos apresentados, constatou-se que estes seguem uma padronização de elaboração e contém elementos pré e pós-textuais. Apresentados a seguir na Tabela 1.

TABELA 1. Comparação entre materiais didáticos produzidos pelas IES.

1) Apostila de Química Orgânica Experimental	2) Apostila dos Experimentos de Química Orgânica Experimental A	3) Guia de Laboratório – Química Experimental	4) Apostila de Fundamentos de Química Experimental	5) Experimentos de Química Orgânica II
Capa	Capa	Capa	Capa	Capa
Sumário	Sumário	Sumário	Sumário	Apresentação
Apresentação	Normas de Segurança	Ementa	Instruções Gerais	Autores
Normas de Segurança	Introdução	Cronograma de Aulas	Introdução	Normas de Segurança
Parte Experimental	Parte Experimental	Normas de Segurança	Pré-Exercícios de Laboratório	Instruções Gerais
	Questionário	Materiais de Laboratório	Objetivos	Sumário
		Objetivos	Parte Experimental	Introdução
		Introdução	Sugestões para elaboração do Relatório	Objetivos
		Pré-Exercícios de Laboratório	Referências	Parte Experimental
		Parte Experimental		Resultados Esperados
		Referências		Considerações Finais
				Questionário
				Referências

FONTE: Autoria própria.

Capa: Primeira folha da apostila. É composta por dados que identifiquem o trabalho, como por exemplo, a instituição de ensino, os autores, o ano e o título.

Sumário: É um resumo contendo os principais aspectos da apostila, uma lista hierarquizada dos experimentos abordados na obra

Apresentação: Breve apresentação do material didático, portanto, nela está descrito o objetivo da apostila, os conteúdos a serem trabalhados, como manuseá-la, entre outros.

Normas de Segurança: São traçadas as diretrizes para a realização das atividades experimentais onde são apresentados os equipamentos e procedimentos básicos para a segurança individual e coletiva.

Ementa: Apresentação de um texto que evidencia as principais características da disciplina/curso.

Cronograma de aulas: Plano de estudos com definição de horário e práticas experimentais.

Autores: Local destinado para apresentação de pessoas que contribuíram para a elaboração, revisão e edição do material didático.

Instruções Gerais: Destina-se as orientações que os acadêmicos devem atentar-se na elaboração dos seus relatórios das práticas experimentais.

Parte Experimental: É a descrição da experimentação. É primordial descrever os procedimentos experimentais de forma mais suscita possível.

Pré-Exercícios de Laboratório: São exercícios para envolver o aluno e levantar seus conhecimentos prévios sobre determinado conteúdo. Instiga a reflexão e interesse pela busca do conhecimento.

Questionário: Consiste de perguntas que servirão de ancoradouros nas observações e conclusões dos experimentos.

Materiais de Laboratório: Local destinado para apresentar as vidrarias e reagentes que compõem um laboratório. Visa a familiarização do ambiente/laboratório com o aluno.

Objetivos: É a descrição do que se almeja com a prática experimental, de forma clara e concisa.

Introdução: É a introdução do assunto e conteúdo a serem trabalhados. Cada experimento possui uma introdução que interliga o cotidiano do discente com as atividades experimentais.

Sugestões para elaboração do Relatório: Sugestões e orientações de aspectos principais que o acadêmico deve-se ater na elaboração do relatório.

Resultados Esperados: Apresenta ao leitor as contribuições da pesquisa, as expectativas em um sentido amplo. São situações que o autor espera que ocorra.

Considerações Finais: São as últimas contribuições do trabalho. Deve-se voltar e levantar os conceitos e objetivos importantes, aqueles que o aluno deve apresentar domínio.

Referências: Destina-se nas fontes de consultas, onde o trabalho buscou a outros autores como base.

Portanto, entre os materiais didáticos 1) Apostila de Química Orgânica Experimental e 2) Apostilas dos Experimentos de Química Orgânica Experimental, e o material produzido por esta pesquisa 5) Experimentos de Química Orgânica II, pode-se observar que ambos estão relacionados com a disciplina de Química Orgânica. No entanto, apenas o Guia 5) apresenta os autores, as instruções gerais, os objetivos das práticas, os resultados esperados, as considerações finais e as referências.

Ao fazer a comparação dos materiais 3) Guia de Laboratório – Química Experimental e o 5) Experimentos de Química Orgânica observa-se a ausência da Ementa e Cronograma de aulas no Guia 5). Quanto a isso, optou-se por não incluir no material didático a Ementa da disciplina de Química Orgânica II, mas a elaboração desse material foi com base na Ementa que consta no Anexo I, e talvez futuramente, pode ser inserida. E quanto ao cronograma de aulas, optou-se por não incluir para que o docente analise sua metodologia na disciplina e fique a seu critério a forma utilizar o material de apoio, já que a proposta não é direcionar todo o trabalho do professor.

Ainda, o material 3) aborda os Materiais de Laboratório, tópico que não consta no Guia 5). Isso porque o Guia de Experimentos de Química Orgânica II é destinado a disciplina de Química Orgânica II, sugerindo que o aluno já tenha cursado as disciplinas iniciais no laboratório, como a Química Geral Experimental e Química Orgânica Experimental I. Sendo assim, pressupõe-se que os acadêmicos já estão familiarizados com os equipamentos, reagentes e materiais de laboratório, por isso, optou-se por não incluir este tópico de Materiais de Laboratório.

E por último, ao comparar os materiais 4) Apostila de Fundamentos de Química Experimental e 5) Experimentos de Química Orgânica II, o material 4), bem como o 3) Guia de Laboratório – Química Experimental, apresentam o Pré-Exercícios de Laboratório, mas ausentam o questionário pós experimentação. No 5) Guia de Experimentos de Química Orgânica II, optou-se por aplicar o questionário após a

aplicação da prática, mas nada impede o aluno de consulta-lo antes. Dessa forma, com base no questionário, o aluno irá observar a prática visando responder todas as questões levantadas.

Ainda, a apostila 4) apresenta o tópico Sugestões para Elaboração do Relatório. No guia 5) há ausência desse tópico, pois assim como o Cronograma de aulas, sugere-se ao docente levantar as orientações de aspectos principais que o acadêmico deve-se ater na elaboração do relatório, de acordo com o contexto, metodologia do professor e peculiaridades de cada prática.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

Este trabalho teve como objetivo a elaboração um material didático de forma contextualizada e de caráter investigativo, capaz de auxiliar o professor e os acadêmicos da disciplina de Química Orgânica Experimental II no Curso de Licenciatura em Química. Portanto, foi possível perceber que a elaboração do material é de suma importância, pois além de motivar os alunos nas práticas, incentiva os docentes na produção de seus próprios materiais.

A partir da observação da disciplina de Química Orgânica Experimental foi possível organizar e elaborar o guia intitulado Experimentos de Química Orgânica II, que servirá de apoio para as práticas laboratoriais. A hipóteses foram comprovadas e o trabalho demonstrou relevância no aspecto de somar com o ensino de Química no Curso de Licenciatura em Química, da Universidade Federal do Amapá. Além de possibilitar a relação das práticas com o cotidiano amapaense, sendo a primeira apostila elaborada para auxiliar a disciplina que leva em consideração a realidade dos acadêmicos.

Espera-se que esse trabalho contribua na temática elaboração de materiais didáticos, de caráter investigativo e contextualizado, sugerindo aos docentes uma reflexão a respeito dos materiais didáticos produzidos no ensino, pela busca de respostas aos problemas que perpassam no ensino e aprendizado do aluno, bem como a importância de práticas experimentais bem elaboradas.

Ainda, anseia que com os materiais de apoio desenvolvidos nesse trabalho, a experimentação possa ser uma ferramenta importante para a aprendizagem significativa de Química no colegiado de Licenciatura em Química, e que atinja o desejo de alunos e professores dessa instituição em ter mais um recurso importante no seu desenvolvimento crítico-investigativo ao usar o laboratório.

E por fim, aguarda-se a aplicação do material produzido no colegiado de Química da Universidade Federal do Amapá, bem como uma análise positiva pós aplicação. Que o Guia de Experimentos de Química Orgânica II possa constituir um material de apoio aos estudantes, durante o tempo de academia e tenha uma aprazível aceitação entre professores e alunos.

REFERÊNCIAS

ALMEIDA, W. N. C.; MALHEIRO, J. M. S. **A experimentação investigativa como possibilidade didática no ensino de matemática:** o problema das formas em um clube de ciências. *Experiências em Ensino de Ciências* V.14, N.1, 2019.

ANDRADE, M. L. F.; MASSABNI, V. G. **O desenvolvimento de atividades práticas na escola:** um desafio para os professores de ciências. *Ciência e Educação*, Bauru, v. 17, n. 4, p. 835-854, 2011. Disponível em: <<http://dx.doi.org/>>. Acesso em: 2 de julho de 2019.

ARAÚJO, M. S. T.; ABIB, M. L. V. S. **Atividades Experimentais no Ensino de Física:** Diferentes Enfoques, Diferentes Finalidades. *Revista Brasileira de Ensino de Física*, vol. 25, no. 2, Junho, 2003.

BRASIL. Lei nº 9.394, de 20 de dezembro de 1996. Estabelece as diretrizes e bases da educação nacional. 8. ed. Brasília: Câmara dos Deputados, Edições Câmara, 2013.

BELTRAN, N.O.; CISCATO, C. A. **Química.** Coleção Magistério de 2º Grau. São Paulo: Cortez, 1991.

BITENCOURT, Thais Cardoso; SCHWEIG, Gustavo Ramos; AZEVEDO, Simone dos Santos de; PASSOS, Camila Greff; SALGADO, Tania Denise Miskinis. **Contextualização no ensino de química orgânica:** uma abordagem do PIBID/Química da UFRGS sobre medicamentos e drogas. *Anais do 35º Encontro de Debates sobre Ensino de Química da Universidade à sala de aula*, 2015.

BOGDAN, Roberto C.; BIKLEN, Sari Knopp. **Investigação Qualitativa em Educação.** Portugal: Porto Editora, 1994.

CÂMARA, Naiá Sadi. **Análise comparativa entre o livro didático e a apostila.** *Anais do SIELP*. Vol. 2, Nº 1. Uberlândia: EDUFU, 2012.

CASTRO, Luciano Peres de. **Elaboração, aplicação e avaliação de material de apoio para aprendizagem de Química do Colégio Estadual Walter Orlandini.** Niterói: 2014.

CHASSOT, A. **Alfabetização científica:** questões e desafios para a educação. 2. ed. Ijuí: Unijuí, 2001.

FARIAS, Cristiane Sampaio; BASAGLIA, Andréia Montani; ZIMMERMANN, Alberto. **A importância das atividades experimentais no Ensino de Química.** 1º Congresso Paranaense de Educação em Química, 2009.

FERREIRA, Luiz Henrique; HARTWING, Dácio Rodney; OLIVEIRA, Ricardo Castro de. **Ensino experimental de química: uma abordagem investigativa contextualizada. Química Nova na Escola**, Vol. 32, n. 2, Maio, 2010.

FREITAS, Olga. **Equipamentos e materiais didáticos.** Brasília: Universidade de Brasília, 2009.

GIL PÉREZ, D.; VALDÉS CASTRO, P. La orientación de las prácticas de laboratorio como investigación: un ejemplo ilustrativo. **Enseñanza de las Ciencias**. V. 14, n. 2, p. 155-163, 1996.

GIORDAN, Marcelo. O Papel da Experimentação no Ensino de Ciências. São Paulo: **Química Nova na Escola**, n. 10, p. 43-49, nov. 1999.

GUIMARÃES, Cleidson Carneiro. **Experimentação no Ensino de Química: Caminhos e Descaminhos Rumo à Aprendizagem Significativa**. Química Nova na Escola, vol. 31, n. 3, 198-202, ago. 2009.

HOFSTEIN, A.P.; LUNETTA, V. **The laboratory science education: Foundation for the twenty-first century**. Science Education, v. 88, p. 28-54, 2003.

LEITÃO, Cleide; FIGUEIREDO, Gustavo; SANTOS, Henriette dos; LEAL, Maria Leonor; TEIXEIRA, Marisa; NUNES, Sheila; ROCHA, Suely; FONSECA, Valéria. **Elaboração de material didático impresso para programas de formação a distância: orientações aos autores**. Programa de Educação a Distância, da Escola Nacional de Saúde Pública Sergio Arouca. Rio de Janeiro, 2005.

LEWIN, A.M.F.; LOMASCÓLO, T.M.M. **La metodología científica em la construcción de conocimientos**. Enseñanza de las Ciencias, v. 20, n. 2, p. 147-510, 1998.

LÜKDE, Menga; ANDRÉ, Marli E. D. A. **Pesquisa em educação: abordagens qualitativas**. São Paulo: EPU, 1986.

MARCONI, Marina de Andrade; LAKATOS, Eva Maria. **Metodologia científica: ciência e conhecimento científico, métodos científicos, teoria, hipóteses e variáveis**. 5. ed. São Paulo: Atlas, 2007.

MOREIRA, Daniel Augusto. **O método fenomenológico na pesquisa**. São Paulo: Pioneira Thomson, 2002.

MOREIRA, Marco Antonio. **Aprendizagem significativa**. Brasília: Ed. UnB, 1999.

MOREIRA, A. R. C. C. V. **Atividade Laboratorial no ensino de Ciências: um estudo de exploratório**. Universidade Lusófona de Humanidades e Tecnologias. Lisboa, 2014.

MORETTO, Vasco Pedro. **Planejamento: planejando a educação para o desenvolvimento de competências**. Petrópolis, RJ: Vozes, 2007.

OLIVEIRA, Falconiere Leone Bezerra de; SILVA, Josiel Moreira da; VALENÇA, Lauricéia Lays Santos; FREIRE, Janielle Gomes; COSTA, Leandro Silva. **A prática pedagógica do ensino de ciências nas escolas públicas de Santa Cruz – RN**. Holos, Ano 26, Vol.5, 2010.

PELLEGRIN, T. P. de; DAMAZIO, A. Manifestações da contextualização no ensino de Ciências Naturais nos documentos oficiais da Educação: reflexões com a Teoria da Vida Cotidiana. **Revista Brasileira de Pesquisa em Educação em Ciências**, v. 15, p. 477-496, 2015.

RONDELLI, E. Material didático: interatividade é fundamental. Entrevista. **Universo EAD**. Jan. 2007. Disponível em: <<http://www.ead.sp.senac.br/newsletter/novembro06/mercado/mercado.htm>> Acesso em: 2 de julho de 2019.

SANTOS, João Batista do; MARCONDES, Maria Eunice Ribeiro. **Experimentação no ensino**: uma investigação sobre as concepções de um grupo de professores de Química de escolas públicas de São Paulo. Brasília: XV ENEQ, jul. 2010.

SANTOS, Tiarles Rosa dos. **A metodologia Webquest na problematização dos conceitos químicos como estratégia para promover a aprendizagem significativa**. 2015. Dissertação (Mestrado em Tecnologias Educacionais em Redes). Programa de pós-graduação, Universidade Federal de Santa Maria, 2015.

SANTOS, W.L.P.; MORTIMER, E.F. **Concepções de professores sobre contextualização social do ensino de química e ciências**. In: REUNIÃO ANUAL DA SOCIEDADE BRASILEIRA DE QUÍMICA, 22, 1999. *Anais...* Poços de Caldas: Sociedade Brasileira de Química, 1999.

SILVA, M.G.L.; NEVES, L. S. **Instrumentação para o ensino de química I**. Natal: EDUFRN, 2006.

SILVA, E.L.D.; MARCONDES, M.E.R. **Visões de contextualização de professores de química na elaboração de seus próprios materiais didáticos**. Ensaio: Pesquisa em Educação em Ciência, Belo Horizonte, 12, n. 1, 2010. p. 101-118.

SUART, Rita; MARCONDES, Maria; LAMAS, Maria. A estratégia “Laboratório Aberto” para a construção do conceito de temperatura de ebulição e a manifestação de habilidades cognitivas. **Química Nova na Escola**, v. 32, n. 3, p. 200-207, 2010.

WARTHA, E.J.; ALÁRIO, A.F. A contextualização no ensino de química através do livro didático. **Química Nova na Escola**, São Paulo, n. 22, 2005. p. 42-47.

YIN, R. K. **Estudo de Caso**: planejamento e métodos. Porto Alegre: Bookman, 2005.

ZULIANI, S.R.Q. A. **Prática de ensino de química e metodologia investigativa**: uma leitura fenomenológica a partir da semiótica social. 2006. Tese (doutorado) - Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2006.



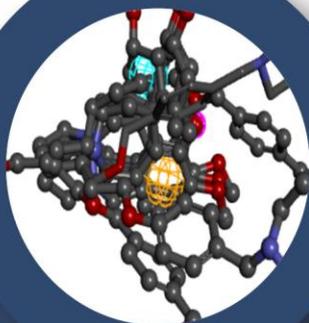
UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAPÁ
CURSO DE LICENCIATURA EM QUÍMICA



EXPERIMENTOS DE QUÍMICA ORGÂNICA II

ORGANIZADORES:

Aline de Santana Carvalho
Eduardo Ricardo Silva Cardoso
Harlyson Lopes Carvalho
Irlon Maciel Ferreira
Luca do Vale Penha
Luciane Barros Silva



MACAPÁ
2019



APRESENTAÇÃO

Esta apostila foi preparada para oferecer subsídios teóricos e práticos para a Disciplina de Química Orgânica Experimental II – Curso de Licenciatura em Química, abordando reações e métodos orgânicos que são descritas na ementa dessa disciplina. Nesta apostila foi inserida uma breve introdução sobre o assunto abordado em cada experimento, objetivos da aula prática e lista de materiais necessários para elaboração das receptivas aulas. Também são apresentados exemplos da literatura, e alguns mecanismos de síntese orgânica.

Esta apostila também faz uso de ferramentas fundamentais para o ensino e aprendizagem na disciplina de Química Orgânica Experimental II, tais como, software ChemBioDraw Ultra versão 12; Simulação de Espectros de Ressonância Magnética Nuclear ^1H e ^{13}C ; Espectros de Infravermelho e leituras complementares.

Espera-se que através dessa apostila que os estudantes de graduação sintam-se motivados a dedicarem-se a esta fascinante área, envolvendo substâncias orgânicas para promover reações em condições.



ORGANIZADORES



Aline de Santana Carvalho

Acadêmica de Licenciatura em Química, da Universidade Federal do Amapá.

Eduardo Ricardo Silva Cardoso

Bolsista no Programa de Residência Pedagógica. Monitor voluntário da disciplina de Química Orgânica Experimental II. Acadêmico de Licenciatura em Química, da Universidade Federal do Amapá.



Harlyson Lopes Carvalho

Bolsista no Programa de Residência Pedagógica. Participou do Programa Voluntário de Iniciação Científica (PROVIC) no Laboratório de Biocatálise e Biotransformação em Química Orgânica (BIORG). Acadêmico de Licenciatura em Química, da Universidade Federal do Amapá.

Luca do Vale Penha

Acadêmico de Licenciatura em Química, da Universidade Federal do Amapá.



Luciane Barros Silva

Bolsista no Programa Institucional de Bolsas de Iniciação em Desenvolvimento Tecnológico e Inovação (PIBITI) no Laboratório de Modelagem e Química Computacional (LMQC). Acadêmica de Licenciatura em Química, da Universidade Federal do Amapá.

Prof. Dr. Irlon Ferreira Maciel

Doutorado em Química Orgânica e Biológica pela Universidade de São Paulo - Instituto de Química de São Carlos. Professor da disciplina de Química Orgânica Experimental, do colegiado de Licenciatura em Química, da Universidade Federal do Amapá.





NORMAS DE SEGURANÇA

Sempre leia com antecedência o roteiro da prática que será realizada, procurando compreender os objetivos e os procedimentos experimentais, prestando muita atenção às advertências em relação à segurança.

1) ANTES DE ENTRAR NO LABORATÓRIO.

- a. Usar sempre guarda jaleco fechado e de preferência na altura do joelho;
- b. Usar sapato fechado, nunca chinelos ou sandálias;
- c. Não use os cabelos soltos. Amarre-os na forma de coque;
- d. Não use qualquer ornamento, tais como relógio, anéis e pulseiras porque poderão sofrer reações químicas com os reagentes;
- e. Jamais trabalhe no laboratório usando lentes de contato! Por favor, retire-as!

2) DENTRO DO LABORATÓRIO

- a. Guarde sua mochila embaixo da bancada ou no armário destinado a pertences pessoais. Jamais a deixe no chão ou em cima da bancada;
- b. Não fume, não coma e não beba no laboratório;
- c. Caminhe com atenção no laboratório e nunca corra;
- d. Não pipetar produto algum com a boca! Use pipetadores.

3) AO MANUSEAR REAGENTES

- a. Não leve as mãos aos seus olhos e à sua boca quando estiver manuseando produtos químicos;
- b. Nunca manuseie ou deixe frasco de produtos inflamáveis próximo a uma chama;
- c. Não deixe os frascos dos reagentes abertos;
- d. Não aqueça um recipiente fechado;
- e. Ao diluir um ácido concentrado, adicione sempre lentamente o **ácido sobre a água**, nunca o contrário;
- f. Nunca aqueça um tubo de ensaio com a extremidade aberta voltada para você ou para uma pessoa próxima a você;
- g. Quando for testar o odor de um produto químico não coloque o frasco sob o nariz. Desloque os vapores que se desprendem do frasco com as mãos;



- h. Qualquer acidente, por mais irrelevante que seja para você, deve ser comunicado ao professor.

ELABORAÇÃO DO RELATÓRIO

De acordo com as Diretrizes Curriculares Nacionais para os cursos de Química (disponível em <http://portal.mec.gov.br/sesu/arquivos/pdf/130301Quimica.pdf>), os estudantes de química precisam, ao longo do seu curso de graduação, aprender a “interpretar e utilizar as diferentes formas de representação (tabelas, gráficos, símbolos, expressões, etc.)” e “comunicar corretamente os projetos e resultados de pesquisa na linguagem científica, oral e escrita (textos, relatórios, pareceres, “posters”, internet, etc.) em idioma pátrio.” O desenvolvimento dessas competências e habilidades fazem parte dos objetivos das disciplinas práticas de Química como a Química Orgânica Experimental.

Tão importante quanto realizar o experimento proposto é a apresentação do Relatório Técnico-Científico. O relatório de atividades deve em primeiro lugar, retratar o que foi realmente realizado no experimento, sendo de fundamental importância a apresentação de um documento bem ordenado e de fácil manuseio. Além disso, deve ser o mais sucinto possível e descrever as atividades experimentais realizadas, a base teórica dessas atividades, os resultados obtidos e sua discussão, além da citação da bibliografia consultada. O referido relatório deverá conter as seguintes partes:

PARTES DE UM RELATÓRIO

a) CAPA: folha de apresentação com o nome da universidade, unidade, departamento, curso, disciplina, semestre e ano, título do experimento em destaque, nome dos integrantes da equipe que estão fazendo o relatório, nome dos professores responsáveis pela disciplina, data de entrega.

b) RESUMO: Texto de, no máximo, dez linhas que apresente de maneira clara, direta e concisa, o que você fez no experimento, principalmente os resultados alcançados.

c) INTRODUÇÃO: Texto que demanda a realização de um levantamento bibliográfico em livros e artigos científicos para que seja apresentada uma síntese da



teoria necessária ao entendimento da prática e à discussão dos resultados. Tente identificar palavras chaves de assuntos abordados no experimento e não esqueça de citar as referências consultadas.

d) OBJETIVOS: Descrição dos objetivos que deveriam ser alcançados ao realizar o experimento, em relação à aprendizagem.

e) MATERIAIS E MÉTODOS: Descrição completa da metodologia utilizada, que permite a compreensão e interpretação dos resultados, bem como a reprodução do experimento. Sugere-se sua divisão em duas partes: i. Materiais e reagentes e ii. Procedimento experimental. O primeiro item, Materiais e reagentes, deve conter uma lista de todo o material utilizado, tanto vidraria como reagentes e equipamentos. Coloque a procedência do reagente, o grau de pureza, a validade, a fórmula e o nome correto. A marca e especificação de cada equipamento devem ser citadas também. O segundo item deve descrever objetivamente o procedimento adotado no laboratório (incluindo modificações que tenham sido feitas no decorrer do experimento em relação ao procedimento originalmente proposto). Além disso, devem ser fornecidos detalhes como as quantidades utilizadas, temperaturas medidas, vidrarias, esquemas de montagens, tempo gasto e outras informações importantes para a compreensão do que foi realizado como as técnicas empregadas, os equipamentos utilizados e os procedimentos seguidos. Na redação das frases, utilize o tempo verbal de maneira apropriada e impessoal (determinou-se, transferiu-se, coletou-se). Não inclua nesse item as observações experimentais e os dados, pois, as mesmas fazem parte dos Resultados e Discussão.

f) RESULTADOS E DISCUSSÃO: Esta parte descreve os principais resultados obtidos em aula, na sequência em que o procedimento foi realizado. Neste item estão incluídos os dados coletados (que podem ser apresentados na forma de tabela quando forem numerosos), o tratamento destes dados e sua análise, até se chegar aos resultados. É necessário apresentar detalhadamente todos os cálculos efetuados e os resultados obtidos podem ser apresentados na forma de tabelas ou gráficos. Mostre as equações das reações realizadas no laboratório, quando houver. Sempre que possível, compare os resultados obtidos com o que era esperado tendo por base a teoria (descrita na Introdução) ou resultados já publicados. Se os resultados forem



muito diferentes do que era esperado, procure explicar porque à luz da literatura consultada na introdução, ou em possíveis erros experimentais. Indique sempre as unidades usadas nas medidas. Além disso, discuta (explique) cada observação experimental (mudança de cor, aquecimento, turvação, etc.) e os resultados obtidos (massa final, rendimento, ponto de fusão, entre outros).

g) CONCLUSÃO: Parte do relatório em que se deve retomar cada um dos objetivos propostos e, com base nas observações que foram realizadas, comentar se os mesmos foram atingidos de forma satisfatória ou não. Coloque sua opinião sobre cada etapa realizada, como o preparo do experimento, os procedimentos realizados e a coleta e a análise dos dados. E, por fim, faça uma síntese sobre as conclusões alcançadas com o trabalho. Não apresente nenhuma conclusão que não seja fruto de discussão do seu grupo.

h) REFERÊNCIAS: Espaço reservado à citação dos livros e artigos usados para escrever o relatório, bem como dos endereços eletrônicos. As referências devem ser numeradas na ordem de aparecimento no texto e devem ser escritas de acordo com as normas da ABNT, conforme os exemplos a seguir.

CONSTANTINO, M. G.; SILVA, G. V. J.; DONATE, P. M. **Fundamentos de Química Experimental**. São Paulo: EDUSP, 2004. 250 p.

GIBIN, G.B; FERREIRA, L.H. Avaliação dos Estudantes sobre o Uso de Imagens como Recurso Auxiliar no Ensino de Conceitos Químicos. **Química Nova na Escola**. São Paulo, v.35, n.1, p.19-26, 2013.

GIBIN, G.B; FERREIRA, L.H. Avaliação dos Estudantes sobre o Uso de Imagens como Recurso Auxiliar no Ensino de Conceitos Químicos. **Química Nova na Escola**. São Paulo, v.35, n.1, p.19-26, 2013. Disponível em: <http://qnesc.sbq.org.br/online/qnesc35_1/04-RSA-87-10.pdf>. Acesso em: 12 jan. 2019.

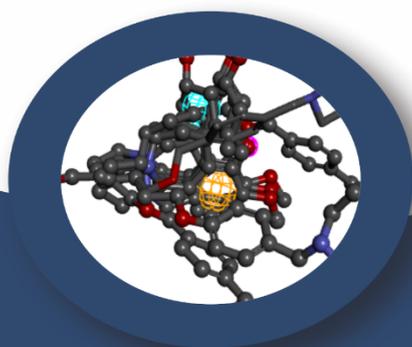


SUMÁRIO

PARTE 1.....	9
EXPERIMENTOS DE QUÍMICA ORGÂNICA II.....	9
UMA BREVE HISTÓRIA DA SÍNTESE ORGÂNICA	11
A) SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE CHALCONAS DERIVADAS DA α,β - $\alpha,\beta,\gamma,\delta$ - e di- α,β -INSATURADAS COM POTENCIAL ATIVIDADE ANTIFLAMATÓRIA	12
PARTE EXPERIMENTAL	15
RESULTADOS ESPERADOS	18
CONSIDERAÇÕES FINAIS	23
B) REAÇÃO DE ESTERIFICAÇÃO DE FISHER	26
PARTE EXPERIMENTAL	29
RESULTADOS ESPERADOS	31
CONSIDERAÇÕES FINAIS	32
C) SÍNTESE E PURIFICAÇÃO DO ÁCIDO ACETILSALICÍLICO (AAS).....	34
PARTE EXPERIMENTAL	38
RESULTADOS ESPERADOS	39
CONSIDERAÇÕES FINAIS	42
D) PREPARAÇÃO DO CORANTE LARANJA II.....	44
PARTE EXPERIMENTAL	46
RESULTADOS ESPERADOS	47
CONSIDERAÇÕES FINAIS	49
QUESTIONÁRIO	51
E) PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA ACETANILIDA	52
PARTE EXPERIMENTAL	55
RESULTADOS ESPERADOS	59
CONSIDERAÇÕES FINAIS	60
QUESTIONÁRIO	61
F) DETERMINAÇÃO DE PROTEÍNA.....	62
PARTE EXPERIMENTAL	65
RESULTADOS ESPERADOS	67
CONSIDERAÇÕES FINAIS	69



PARTE 1
EXPERIMENTOS DE QUÍMICA ORGÂNICA II





QUÍMICA ORGÂNICA EXPERIMENTAL II

ESTUDO DE CASO:

MOLÉCULA ↔ ALVO



Estratégias:

- ✓ Mecanismo de Reação;
- ✓ Síntese de moléculas;
- ✓ Obtenção de qualquer composto natural ou não - natural;
- ✓ Aplicabilidade em potencial nas instigantes áreas de novos fármacos;
- ✓ Compreender os aspectos práticos e mecanísticos envolvidos na mesma.
- ✓ Reação de esterificação e a reação de condensação aldólica

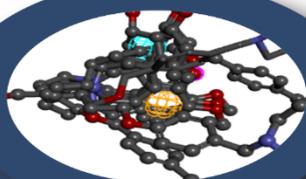


UMA BREVE HISTÓRIA DA SÍNTESE ORGÂNICA

Marcellin Pierre Eugène Berthelot, químico francês (1827-1907), pode ser considerado o pioneiro dos químicos orgânicos de síntese. Para Berthelot, a síntese é a operação inversa da análise. Seu programa de sínteses progressivas foi o início do que pode hoje se chamar de síntese orgânica, e pode ser assim resumido: primeiro, combinar o carbono com o hidrogênio para formar os hidrocarbonetos; depois sintetizar os alcoóis, o ponto de partida para uma terceira etapa, que consistiria na combinação destes com os ácidos orgânicos para formar os ésteres e com o amoníaco para produzir os "álcalis artificiais". Segundo Berthelot, a oxidação cuidadosa de alcoóis levaria à aldeídos com os mais variados aromas como, por exemplo, de hortelã, canela e cominho. Se a oxidação fosse feita sem "cuidado" se formariam os ácidos.

O nome da química orgânica veio da palavra organismo. Antes de 1828, todos os compostos eram derivados de fontes de organismos vivos. A filosofia científica da época era que a síntese de compostos orgânicos só podia ser produzida dentro da matéria viva, enquanto os compostos inorgânicos eram sintetizados a partir da matéria não-viva. Uma teoria conhecida como "Vitalismo" afirmava que uma "força vital" dos organismos vivos era necessária para produzir um composto orgânico. Em 1828, um químico alemão Friedrich Wöhler (1800-1882) surpreendeu a comunidade científica usando o composto inorgânico cianato de amônio, NH_4OCN para sintetizar a ureia, H_2NCONH_2 , uma substância orgânica encontrada na urina de muitos animais. Isso levou ao desaparecimento da teoria do "vitalismo".

Hoje, os químicos consideram os compostos orgânicos como sendo aqueles contendo carbono e um ou mais elementos, na maioria das vezes hidrogênio, oxigênio, nitrogênio, enxofre ou halogênios, mas às vezes outros também. A química orgânica é definida como a química do carbono e seus compostos.



A) SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE CHALCONAS DERIVADAS DA α,β -, $\alpha,\beta,\gamma,\delta$ - e di- α,β -INSATURADAS COM POTENCIAL ATIVIDADE ANTIFLAMATÓRIA

INTRODUÇÃO

As chalconas são substâncias orgânicas precursores biossintéticos de flavonoides, principalmente nas pétalas das flores, e podem ser definidas como cetonas α - β -insaturadas, onde tanto a carbonila quanto a porção olefínica estão ligadas a grupamentos aromático, ou seja, apresentam um núcleo 1,3-difenil-2-propen-1-ona (WALTER, 2000; CAREY, 2011), ver Figura 1. Muitas atividades biológicas desse grupo de compostos, conforme a literatura, variam de acordo com os dois anéis aromáticos e seus substituintes (ÁVILA, 2008). Há relatos de atividade antibacteriana, antiviral, antifúngica, antimalárica, tripanossomicida (BORCHHARDT, 2010), anti-leishmania (YUNES, 2006), hipoglicemiante (DAMAZIO, 2010) antioxidante, citotóxica, antitumoral, antileucêmica e anti-inflamatória (NOWAKOWSKA, 2007).

As chalconas são compostos químicos encontrados abundantemente em fontes naturais, especialmente, em plantas superiores. Pode-se ainda, serem obtidos através da síntese orgânica, pela reação entre cetonas e aldeídos aromáticos em meio alcalino, em um processo conhecido como Condensação de Claisen-Schmidt (Figura 1). Neste método, a condensação é realizada de um benzaldeído com um derivado cetônico apropriado, em um solvente polar como etanol, com o uso de uma base como catalisador (Figura 5).

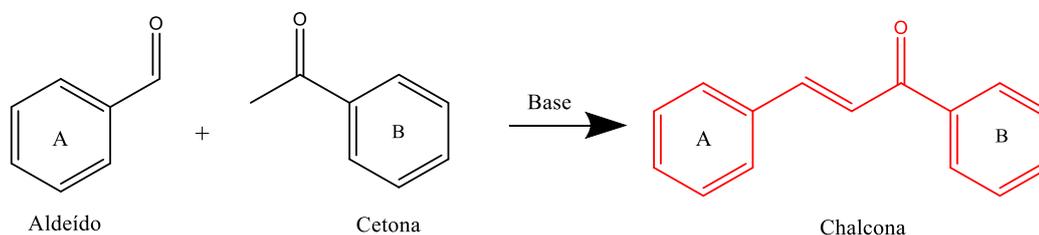


FIGURA 1- Esquema geral da condensação de Claisen-Schmidt.

O mecanismo proposto para esta condensação pode ser visto na Figura 6 e a desidratação em meio básico pode ser vista na Figura 7.

Inicialmente o catalisador básico remove um hidrogênio alfa ácido da cetona, formando assim um carbânion, que pode ser estabilizado por ressonância. A reação continua através de um ataque nucleofílico do carbânion ao carbono da carbonila do

aldeído, formando assim um intermediário tetraédrico (íon alcóxido). Ao ser protonado por um hidrogênio da água o íon alcóxido é convertido no produto de condensação e o meio básico é regenerado. O produto de condensação sofre desidratação básica e para que isso ocorra, um hidrogênio ácido é abstraído da posição alfa, resultando assim no íon enolato, que por equilíbrio elimina o grupo OH^- , formando assim a chalcona.

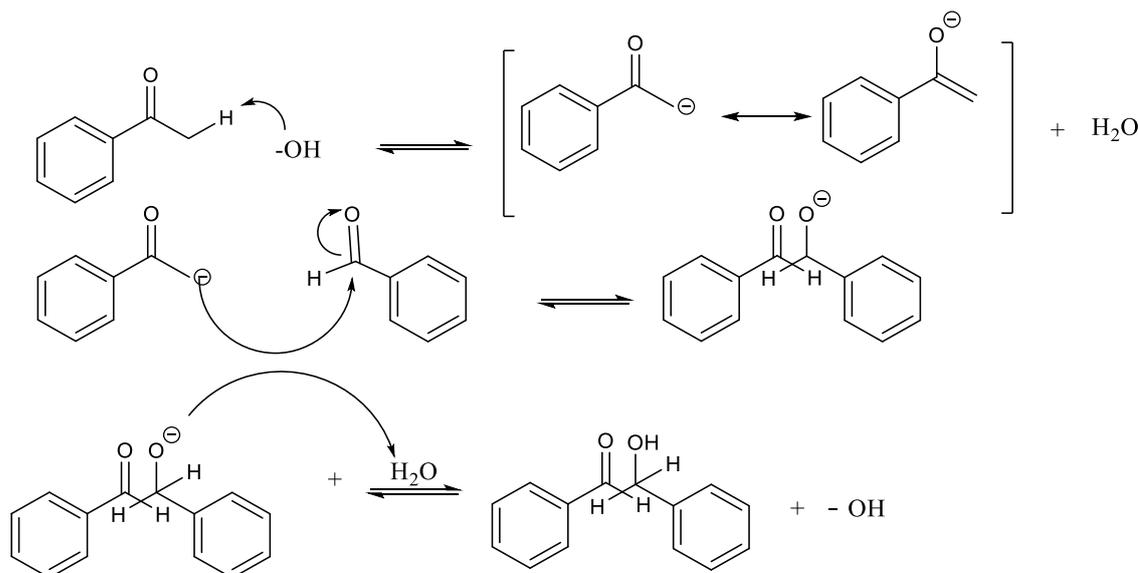


FIGURA 2- Mecanismo da reação de condensação.

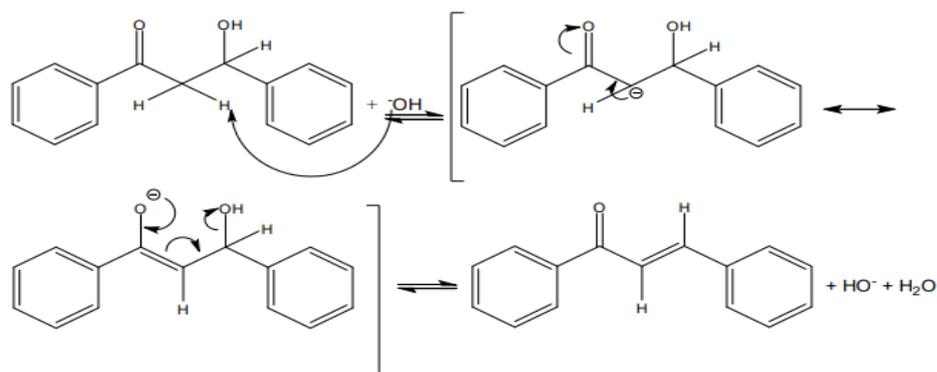


FIGURA 3- Mecanismo da desidratação do produto de condensação e formação da chalcona.

A importância de substituintes elétron-retiradores na estrutura química das chalconas está altamente correlacionada com a atividade anti-inflamatória dos compostos mais ativos e com a presença de orbital LUMO (SIVAKUMAR, 2009).

Um estudo com metoxichalcona (SHETTIGAR, 2006) investigou as propriedades ópticas da 3,4-dimetoxi-4'-metoxichalcona e mostrou ser promissor para

aplicações ópticas não-lineares. Com base nessas características, a investigação na perspectiva estrutural e sintética assume importância importante para a extensão e compreensão da aplicabilidade da molécula.

A presença de grupos hidroxila, alila e prenila nas suas estruturas da chalcona, comumente potencializam suas atividades (GORDON, 1993). Por exemplo, a inclusão de dois grupos hidroxila (di-hidroxicolinonas) aumentou tanto a atividade antitumoral quanto a antiperoxidação lipídica (WANG, 2004). Outras atividades já foram relatadas (QUINTIN, 2009) e a Figura 4 mostra alguns exemplos de chalconas biologicamente ativas.

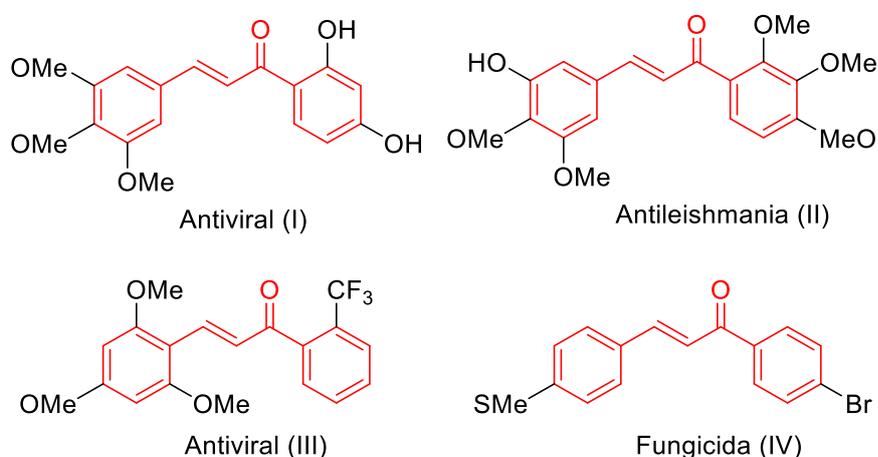


FIGURA 4- Alguns derivados de Chalcona biologicamente ativos.

O planejamento computacional de fármacos é uma área de rápido crescimento que atualmente é considerada como sendo uma componente fundamental na Química Medicinal. A possibilidade de projetar compostos com propriedades terapêuticas bem definidas evitando enormes custos na área de síntese orgânica é algo que motiva bastante os Químicos Teóricos Computacionais que atuam no estudo das relações quantitativas entre a estrutura química e a atividade biológica (QSAR). As doenças inflamatórias constituem um grupo complexo e heterogêneo de doenças, sendo causa importante de morbidade e mortalidade. A inflamação é um mecanismo homeostático complexo gerado para proteger a integridade do organismo contra agentes nocivos endógenos ou exógenos (MEDZHITOV, 2008).



OBJETIVO

O objetivo desta prática é a síntese de chalconas derivadas de cetonas α,β -, $\alpha,\beta,\gamma,\delta$ - e di- α,β -insaturadas, através de condensação de Claisen-Schmidt, e, por meio de análises laboratoriais pelo método FTIR, identificar as bandas de vibrações das moléculas que compõem a mistura e “determinar” a quais grupamentos químicos eles pertencem. Utilizando como ferramenta a química medicinal e a modelagem molecular.

MATERIAIS E MÉTODOS

➤ Materiais

Balão de fundo chato de 50mL;
Agitador magnético;
Béquer;
Condensador;
Papel de filtro;
Capela;
Banho de Gelo;
Funil de Separação;
Pipeta de 5 mL;
Vidro de relógio;
Placa de alumínio com sílicagel;
Cuba Cromatográfica;
Lâmpada UV.

➤ Reagentes

Etanol;
Aldeído;
Cetona;
Hidróxido de Sódio (NaOH);
Ácido clorídrico (HCl);
Acetato de Etila
Hexano 7:1 Acetato de Etila
Água
Revelador: Ácido fosfomolibdico,
Permanganato de Potássio, Iodo
revelador.

PARTE EXPERIMENTAL

➤ SÍNTESE DAS CHALCONAS DERIVADAS DE CETONAS α,β -, $\alpha,\beta,\gamma,\delta$ - e di- α,β - INSATURADAS

Para as sínteses, deve utilizar-se a metodologia de condensação de Claisen-Schmidt, onde se mistura derivados da acetofenona com aldeídos também aromático. Em um balão de reação de 50 mL, coloca-se 10 mL de etanol, o correspondente aldeído (número 4) e a correspondente cetona (número 2). A mistura deve ser mantida em 5 minutos sob agitação magnética, e em seguida, adiciona-se



lentamente 5 mL de NaOH, e a reação permanecerá sob agitação magnética por 24h à temperatura ambiente. O tempo reacional e a quantidade total de NaOH adicionados em cada reação estão apresentados na Tabela 1.

Após este período, será transferido a mistura para um frasco Béquer (500 mL) contendo 100 g de gelo picado e 5 mL de HCl 10%. Por se tratar de uma cetona com grupo que pode ser fotossensível (cloro), o balão de reação deve ser envolvido com papel alumínio em todas as reações e durante todo o processo. O precipitado formado deverá ser filtrado a vácuo e lavado (5 x 100 mL) com água gelada e quando necessário os produtos serão recristalizados em a EtOH quente.

➤ **PERFIL ESPECTROSCÓPICO NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR) DA CHALCONA**

Para a obtenção do perfil espectroscópico na região do IV do EEEO as leituras serão realizadas em espectrômetro IRAffinity-1 (Shimadzu, Japão) no comprimento de onda na faixa de 400 a 4000 cm^{-1} . Onde quantidades apropriadas da amostra precisarão ser comprimidas com Brometo de Potássio (KBr), com uma resolução de 1 cm^{-1} e acumulação de 100 scans (taxa de varredura de 0,5 cm^{-1}/s) (SILVA JUNIOR, 2006). Será gerado duas hipóteses para a identificação do composto.

➤ **ESPECTROMETRIA DE RESSONÂNCIA MAGNÉTICA NUCLEAR (RMN)**

As análises de de RMN serão simuladas pelo software ChemBioDraw Ultra, versão 11.0, que segue a regra da International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC).

➤ **PONTO DE FUSÃO**

O ponto de fusão não corrigido dos compostos também será utilizado para a caracterização dos mesmos, sendo determinados em aparelho digital de ponto de fusão, PFM-II, pertence ao Grupo de Biocatálise e Síntese Orgânica Aplicada, do Prof. Dr. Irlon M. Ferreira (UNIFAP).

➤ **ANÁLISE CROMATOGRÁFICA DE CAMADA DELGADA (CCD)**

O andamento das reações durante os procedimentos reacionais, bem como a pureza final do derivado serão obtidos utilizando-se como comparação os padrões dos



reagentes, quando monitorados por cromatografia de camada delgada (CCD). Em todos os procedimentos cromatográficos utilizarão sistemas de gradiente de polaridade de solventes. Serão utilizados os sistemas de solventes 7:1 Acetato de Etila. Os compostos obtidos serão visualizados por CCD com o auxílio de luz ultravioleta ($\lambda = 254$ e 366 nm), e posteriormente as placas deverão ser reveladas com os seguintes reveladores: Ácido fosfomolibdico, Permanganato de Potássio e Iodo revelador.

➤ PROCEDIMENTOS COMPUTACIONAIS

Esta geometria é totalmente otimizada usando a teoria do funcional da densidade (DFT) implementada no pacote Gaussian 09, com a versão corrigida de B3LYP de longo alcance usando o método atenuante de Coulomb, CAM-B3LYP como funcional e, como base definida, deve-se usar o 6-311 + g (d). A função de onda gerada pelo CAM-B3LYP / 6-311 + g (d) será usada para os orbitais moleculares de fronteira.

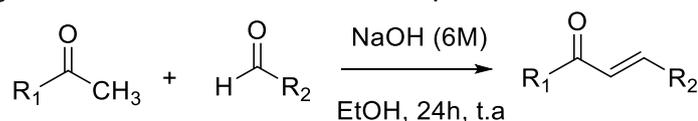
Os orbitais de fronteira HOMO e LUMO estão diretamente correlacionados com as propriedades PI (1° potencial de ionização) e EA (eletroafinidade). A energia do HOMO mede a capacidade elétron-doadora molecular, enquanto a energia do LUMO mede a capacidade elétron-aceptora molecular (ARROIO *et al*, 2010). Para que ocorra a transferência eletrônica em um dado processo químico, um elétron do orbital de fronteira HOMO de uma molécula (elétron-doadora) deverá ser removido para o orbital de fronteira LUMO de outra molécula (elétronaceptora). Neste caso, a molécula elétron-doadora (orbital HOMO) funciona como uma base de Lewis (centro nucleofílico), enquanto a molécula elétronaceptora (orbital LUMO) funciona como um ácido de Lewis (centro eletrofílico). (ATKINS, 2008).

RESULTADOS ESPERADOS

➤ SÍNTESE DAS CHALCONAS

O esquema geral para as sínteses a ser realizadas está apresentado na Tabela 1. Esta reação ocorre através de uma condensação de Claisen-Schmidt, seguida por desidratação em meio básico (conforme mecanismo apresentado na Figura 2).

TABELA 1- Condições reacionais e dados dos compostos.



REAÇÃO	CETONA (MMOL)	ALDEÍDO (MMOL)	PRODUTO (%)	RENDIMENTO (%)
1				68% (a1)
2				68% (b1)

A reação de Claisen-Schmidt foi descoberta de maneira independente por Claisen e Schmidt (CLAISEN e LAPAREDE, 1881) e (SCHMIDT, 1881), o procedimento, detalhado na parte experimental, consiste em misturar o aldeído, a cetona e o etanol, e adicionar o hidróxido de sódio, à temperatura ambiente.

Uma vez que o produto apresenta um sistema altamente conjugado, a sua formação é perceptível, pois na maioria dos casos, observamos a mudança de coloração do meio reacional, de incolor para levemente amarelado, e esta tonalidade, vai se intensificando, à medida que a concentração do produto vai aumentando.

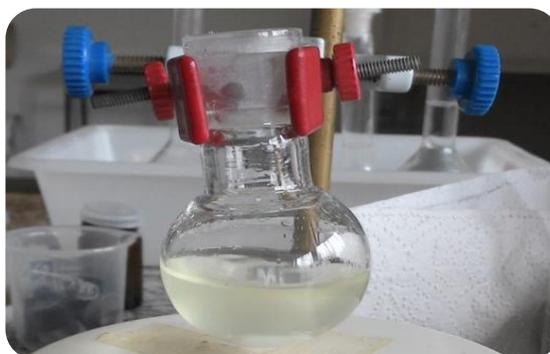


FIGURA 5- Obtenção da Síntese da Chalcona



➤ CARACTERIZAÇÃO ESPECTROSCÓPICA

Todos os produtos necessitam ser caracterizados pela comparação de seus pontos de fusão com aqueles disponíveis na literatura e por análise espectral. O espectro de IV de todos os derivados sintetizados mostrará picos característicos nas gamas seguintes: 1590 - 1620 cm^{-1} (C=N do anel aromático), 1495 - 1520 cm^{-1} (C=C do anel aromático). Todos esses valores correspondem bem aos relatados para esses grupos funcionais (LÓPEZ et al, 2001). O substituinte do anel B é um grupo retirador de elétrons (NO_2) com intensidade forte e estiramento não simétrico em torno de 1570-1520 cm^{-1} , o que deixa o carbono carbonílico do aldeído mais suscetível ao ataque nucleofílico, e que deveria, portanto, facilitar a reação em termos eletrônicos, e sabendo-se que o impedimento para a reação não é de caráter eletrônico (pois o grupo nitro ativa o aldeído).

Por meio da análise dos espectros pode-se observar, através da Figura 6, a presença de vibrações das bandas de absorção características do grupamento do anel aromático em torno de 3080 cm^{-1} e do modo simétrico em torno de 1485-1445 cm^{-1} . O grupo m- disubstituído na ligação do anel aromático com a deformação H3 fora do plano; bem como o estiramento deste mesmo grupo com uma intensidade média em 1598,94. Observara-se ainda uma banda intensa situada em torno de 1600 cm^{-1} correspondente às vibrações de estiramento das ligações de grupos carbonílicos (C=O). As bandas de absorção características dos estiramentos simétricos C-C-O aparecem em 1050 e 1020,31 cm^{-1} . Na figura está presente uma tabela com a atribuição dos sinais de cada grupo da molécula, bem como uma tabela com o deslocamento químico de cada sinal.

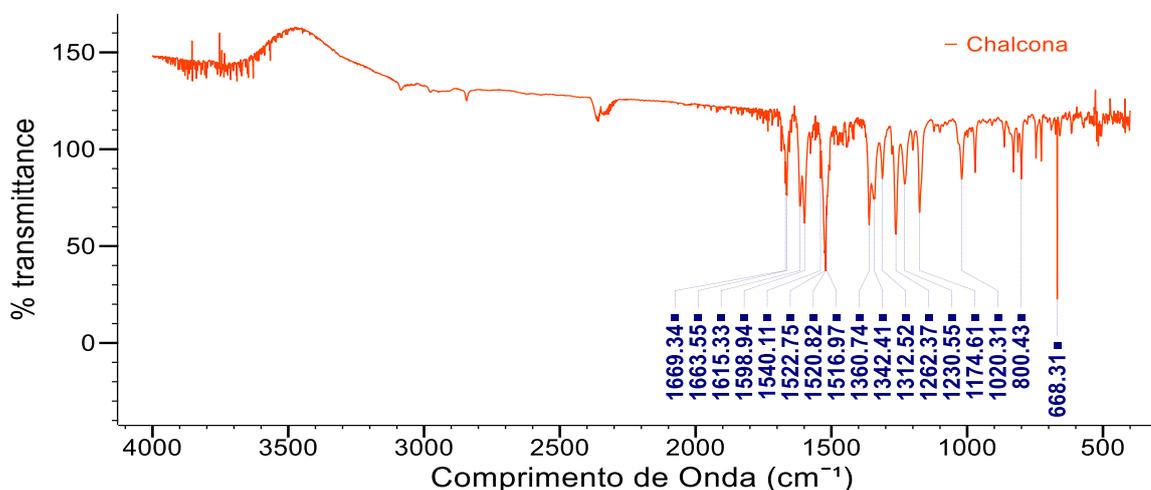


FIGURA 6- Espectro no Infravermelho da Chalcona

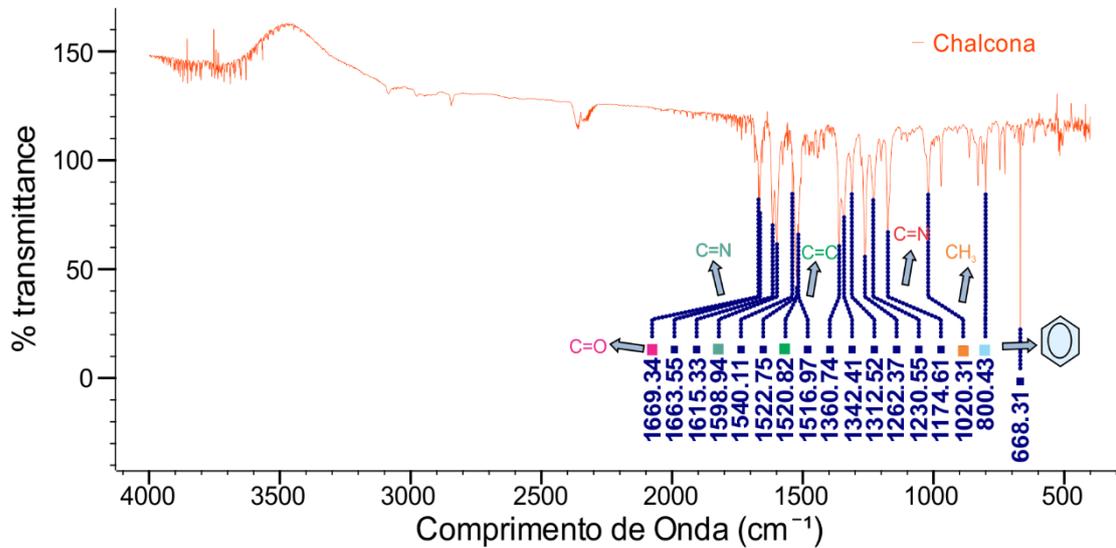


FIGURA 7- Espectro no Infravermelho com os grupos

A Figura 8 mostra o espectro de RMN de ¹³C do derivado da Chalcona por simulação virtual. São observados 14 sinais, referentes aos 14 tipos de carbono presentes, sendo alguns iguais e seu sinal aparece juntamente com o seu correspondente simétrico.

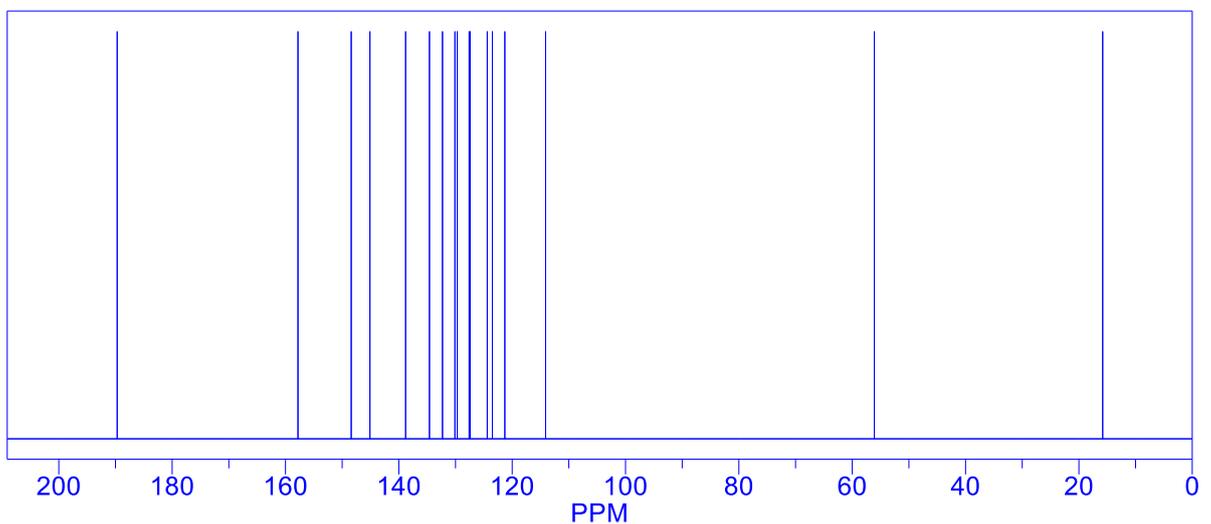


FIGURA 8- Espectro de RMN¹³C da Chalcona

➤ ORBITAIS MOLECULARES

Neste trabalho, foram calculados os seguintes descritores moleculares: HOMO (maior energia orbital molecular ocupada), LUMO (menor energia orbital molecular desocupada) e Energia GAP ($E_{LUMO} - E_{HOMO}$) das hipóteses para identificação da molécula conforme tabela abaixo:

TABELA 2- Energia de orbital HOMO, LUMO e GAP de a1

#	HOMO	LUMO	GAP
a1	-10,632 eV	-6,4884 eV	4,1436

Buscando racionalizar os resultados observados, foram calculadas as energias de HOMO (A) e LUMO (B) deste composto de a1:

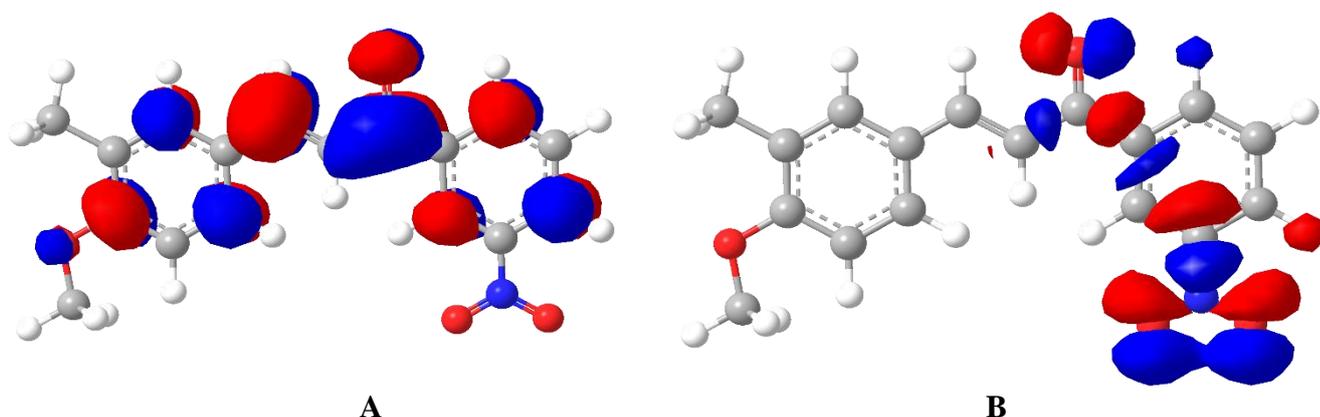
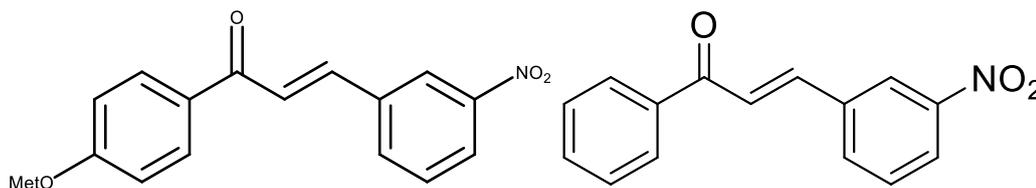


FIGURA 9- Orbitais de Fronteira Homo e Lumo doo composto derivado da Chalcona

As regiões azuis mostram áreas de concentração de carga positiva, que estão concentrados sobre os átomos de hidrogênio e grupos metílicos que explicam os locais nucleófilos de ambas moléculas. A região vermelha representa o potencial zero regiões. Portanto, ao examinar a Figura 8, ela pode ser confirmada a existência de intra e interações intermoleculares dessas moléculas no estado sólido. O momento dipolo é outro parâmetro que prevê a polaridade da natureza da molécula.

➤ PREPARAÇÃO DE A1 E B1 DERIVADOS DA CHALCONA



Dados espectroscópicos: 36 IR (KBr) ν_{max}/cm^{-1} 1669, 1663, 1598, 1522, 1520, 1360, 1312, 1230, 1174, 1020, 800.4, 668.31;

-SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE CHALCONAS DERIVADAS DA α,β -, $\alpha,\beta,\gamma,\delta$ - e di- α,β -INSATURADAS COM POTENCIAL ATIVIDADE ANTIINFLAMATÓRIA-

Obtida como um sólido amarelo,

Ponto de fusão: 156-158 °C. Lit. (LÓPEZ *et al*, 2001): 157 °C

Rendimento: 68%.

➤ **SEPARAÇÃO CROMATOGRAFIA EM CAMADA DELGADA**

Os resultados esperados da cromatografia do derivado da chalcona, após revelação com os reveladores especificados, encontram-se na Tabela 4, ver figura 10.

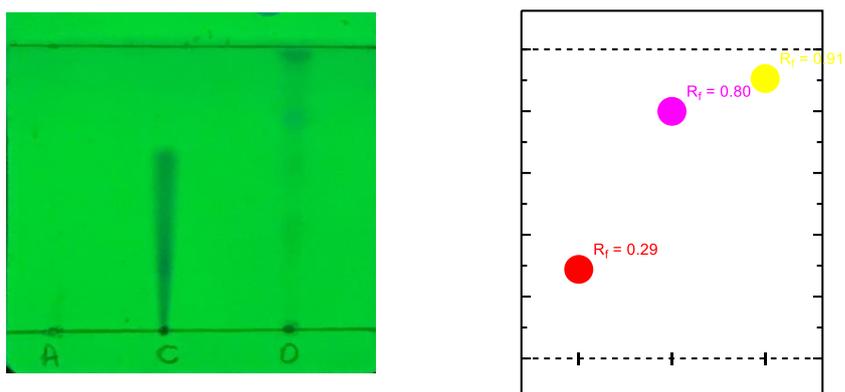


FIGURA 10- CCD da Síntese da Chalcona

Observou-se que os componentes mais polares (menores R_f s), interagem mais com o reagente do que os apolares (maiores R_f s), sendo que a separação entre apolares e polares é maior com o eluente apolar. Entretanto, os componentes polares apresentam uma grande separação, sendo um fator facilitador para identificar a presença de diversos constituintes e a identificação da pureza de acordo com a capacidade de revelação em um ou outro revelador.

TABELA 3- Cromatografia de Camada Delgada Chalcona

REVELADOR	ELUENTE	FATOR DE RETENÇÃO (R_f)
Iodo	Hexano+ Acetato	0,80
Permanganato	Hexano+ Acetato	0,29



CONSIDERAÇÕES FINAIS

A síntese da série de chalconas será realizada a partir da reação Claisen-Schmidt um método muito utilizado e descrito na literatura para obtenção destes produtos. Este estudo possibilitou obter um a identificação, ponto de fusão e caracterização para um derivado da chalcona com grupos substituídos com atividade anti-inflamatória. Obteve-se um satisfatório conhecimento sobre técnicas de síntese, vários processos, e um bom rendimento nos resultados esperados. Portanto, é interessante a proposta de síntese orgânica de análogos de chalcona contendo estes substituintes para verificar a autenticidade dos fatos. A separação dos componentes de uma mistura para avaliação de sua pureza em camada delgada, é um método eficiente, pois os objetivos da prática foram alcançados.

Ao final desta prática o aluno será capaz de relacionar o conceito mecanístico da reação de Claisen-Schmidt, bem com o processo de recristalização e caracterização espectroscópica.



REFERÊNCIAS

- WALTER, M. E.; CORRÊA R.; MONTANARI, C. A.; NUNES, R. J. Estudo de QSAR/QSPR de chalconas antinociceptivas. In: REUNIÃO ANUAL DE QUÍMICA, 23., 2000. Poços de Caldas. **Anais da 23ª reunião anual de química**. Poços de Caldas: SBQ, 2000. Disponível em: < <http://www.s bq.org.br/ranteriores/23/resumos/1491-1/index.html>>. Acesso em 02 de dezembro de 2018.
- ÁVILA, H.P.; SMÂNIA, E. F.; MONACHE, F.D.; JÚNIOR, A.S. Structureactivity relationship of antibacterial chalcones. **Bioorganic & Medicinal Chemistry**, 16, 9790-9794, 2008.
- BORCHHARDT, D. M.; CHIARADIA, L. D.; NUNES, R. J.; OLIVA, G.; YUNES, R. A.; ANDRICOPULO, A. D. Biochemical Evaluation of a Series of Synthetic Chalcone and Hydrazide Derivatives as Novel Inhibitors of Cruzain from Trypanosoma cruzi. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, 21, 142-150, 2010.
- YUNES, R. A.; CHIARADIA, L. D.; LEAL, P. C.; CECHINEL FILHO, V.; SANTOS, E. C. T.; FALCÃO, C. A. B.; BERGMANN, B. R. Chalcones as new drugs against Leishmaniasis. **Current Trends in Medicinal Chemistry**, 4, 47-56, 2006.
- DAMAZIO, R. G.; ZANATTA, A. P.; CAZAROLLI, L. H.; CHIARADIA, L. D.; MASCARELLO, A.; NUNES, R. J.; YUNES, R. A.; BARRETO SILVA, F. R. M. Antihyperglycemic activity of naphthylchalcones. **European Journal of Medicinal Chemistry**, 45, 1332-1337, 2010.
- NOWAKOWSKA, Z. A reiew of anti-inflammatory chalcones. *European Journal of Chemistry*, 42, 125-137, 2007.
- WANG, Q.; DING, Z.-H.; LIU, J.-K.; ZHENG, Y.-T.; **Antiviral Res.** 2004, 64, 189.
- QUINTIN, J.; DESRIVOT, J.; THORET, S.; LE MENEZ, P.; CRESTEIL, T.; Lewin, G.; **Bioorg. Med. Chem. Lett.** 2009.
- SIVAKUMAR, P. M.; KUMAR, T. M.; DOBLE, M. Antifungal activity, mechanism and QSAR studies on chalcones. **Chemical Biology & Drug Design**, 2009.
- SHETTIGAR, V.; PATIL, P. S.; NAVEEN, S.; DHARMAPRAKASH, S. M.; SRIDHAR, M. A.; SHASHIDHARA PRASAD, J.; *J. Cryst. Growth* 2006, 295, 44.
- ARROIO, A.; HONÓRIO, K. M.; SILVA, A. B. F. Propriedades Químico-Quânticas Empregadas em Estudos das Relações Estrutura-Atividade. **Química Nova**, 2010, 33 (3), 694-699.
- ATKINS, P.; DE PAULA, J. **Físico-Química Biológica**. 1ª Ed; LTC, Rio de Janeiro, 2008.
- SILVA JÚNIOR, J.O.C.; VIEIRA, J.L.F.; BARBOSA, W.L.R.; PEREIRA, N.L. Caracterização físico-química do extrato fluido e seco por nebulização de *Symphytum fofficinale* L. **Rev Bras Farmacogn.**, v.16, p.161-167, 2006.



López, S. N.; Castelli, M. V.; Zacchino, S. A.; Domínguez, J. N.; Ribas, J. C.; Lobo, G.; Charris-Charris, J.; Cortés, J. C.G.; Devia, C.; Rodríguez, A. M.; Enrizd, R. D. ***In Vitro Antifungal Evaluation and Structure–Activity Relationships of a New Series of Chalcone Derivatives and Synthetic Analogues, with Inhibitory Properties Against Polymers of the Fungal Cell Wall.*** *Bioorganic Medicinal Chemistry*, 2001, 9, 1999–2013.

B) REAÇÃO DE ESTERIFICAÇÃO DE FISHER**INTRODUÇÃO**

Os ésteres são substâncias orgânicas frequentemente encontradas na natureza, e utilizadas como importantes intermediários em síntese orgânica. Tais substâncias desempenham um papel importante na indústria farmacêutica, de perfumes, de polímeros, de cosméticos e estão presentes na composição de produtos alimentícios para realçar e imitar sabores e aromas, de acordo com a tabela 1 e figura 1 (COSTA et al., 2004).

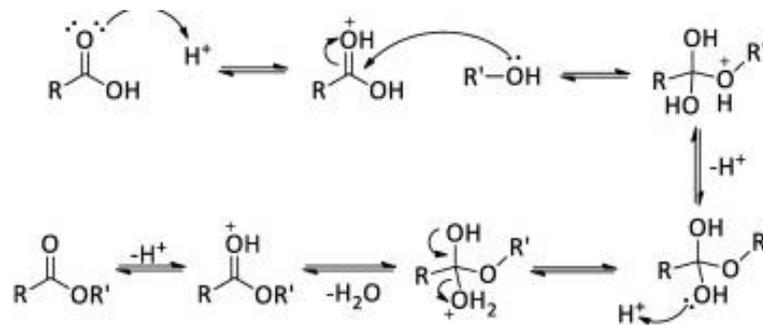
TABELA 1. Exemplos de ésteres com aromas de frutas

NOME	FÓRMULA	FRUTA
ETANOATO DE ETILA		MAÇÃ
ETANOATO DE OCTILA		LARANJA
BUTANOATO DE ETILA		ABACAXI
ETANOATO DE 3-METIL-BUTILO		BANANA

FONTE: Adaptado de COSTA et al, 2004**FIGURA 1.** Exemplo de ésteres encontrado em doces**FONTE:** Adaptado de COSTA et al, 2004

Desta forma, os ésteres são derivados dos ácidos carboxílicos e podem ser preparados através da reação de álcoois com ácidos, cloretos de ácido ou anidridos na presença de catalisador. A reação de ácidos com álcoois é uma reação de equilíbrio. No sentido direto conduz à formação de ésteres e no sentido inverso leva à hidrólise dos mesmos. Para deslocar a reação no sentido da formação do éster pode utilizar-se um excesso de um dos reagentes ou remover um dos produtos à medida que a reação decorre, de acordo com o esquema 1 (CALVALCANTE *et al.*, 2015).

ESQUEMA 1. Reação de esterificação de Fisher



FONTE: Adaptado de OLIVEIRA *et al.*, 2013

Ademais, os ésteres são compostos de baixa polaridade e com ponto de ebulição menor do que os ácidos carboxílicos de peso molecular semelhante. Portanto, podem ser sintetizados através de reação entre um ânion carboxilato e um haleto de alquila ou ainda pela reação de à qual se tem dado maior ênfase devido à viabilidade de aplicação industrial para síntese de flavorizantes (COSTA *et al.*, 2004).

O método mais comum e mais utilizado em processos industriais e em escala de laboratório para obtenção de ésteres é a reação reversível entre um ácido carboxílico e um álcool (Esquema 1). Essa reação é conhecida como reação de esterificação de Fisher em homenagem ao químico Emil Fisher que a descobriu em 1895 (OLIVEIRA *et al.*, 2013).



OBJETIVO

O objetivo desta prática é a síntese de ésteres graxos ou de cadeia curta. Considerando uma das reações mais empregadas na indústria de alimentos.

MATERIAIS E MÉTODOS

Materiais

- 2 (dois) balão de 25 ml;
- 1 (um) balão de separação de 125 ml;
- 4 (quatro) Erlenmeyer de 125 ml e outro de 50 ml;
- 1 (um) pipeta de pasteur;
- 1 (um) pipeta graduada de 2 ml;
- 1 (um) tubo de ensaio de 10 ml;
- 1 (uma) proveta de 10, 25 e 50 ml;
- 1 (um) béquer de 100 mL;
- 1 (um) Kitassato de 250 ml;
- 1 (um) Funil de Buchner;
- 1 (um) Funil pequeno;
- 2 (dois) Vidro de relógio;
- 2 (dois) Papel filtro;
- 1 (uma) Chapa agitadora magnética com barrinhas magnéticas;
- 1 (uma) Estufa de secagem;
- 1 (um) Banho-maria quente (50-60 °C);
- 1 (uma) bomba de vácuo;
- Balança analítica.
- 1 (um) Rotaevaporador com condensador e banho-maria.

Reagentes

- $2 \cdot 10^{-3}$ mol (0,11 ml) do ácido acético ($C_2H_4O_2$; P.M. 60 g.mol⁻¹; Densidade: 1,05 g.ml⁻¹);
- $3 \cdot 10^{-3}$ mol (0,230 ml) do álcool isopropílico (C_3H_8O ; P.M. 60,10 g.mol⁻¹; Densidade: 0,786 g.ml⁻¹);
- 0,028 g (10% m/v) do biocatalisador de Enzima Amano Lipase de *Pseudomonas Fluorescens* em relação ao ácido;
- 3 ml de Dimetilsulfóxido (C_2H_6OS ; P.M. 78,13 g.mol⁻¹; Densidade: 1,1 g.ml⁻¹);
- 30 ml de Hexano (C_6H_{14} ; P.M. 86,18 g.mol⁻¹; Densidade: 0,65 g.ml⁻¹);
- 10 ml de água destilada;
- 2 g de Sulfato de sódio anidro (Na_2SO_4 ; P.M. 142,04 g.mol⁻¹).

PARTE EXPERIMENTAL

Em um balão será adicionado 0,11 mL do ácido acético e 0,23 mL do álcool isopropílico, além de 10% do biocatalisador *Pseudomonas Fluorescens*, conforme a figura 2.

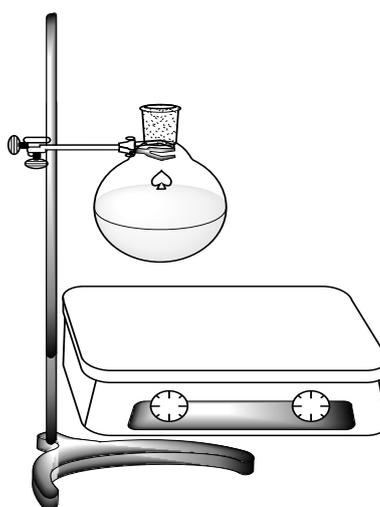
FIGURA 2. Adição de álcool e ácido carboxílico



FONTE: Acervo próprio

Para diluir a mistura adiciona-se 3 mL de dimetilsulfoxido (DMSO). Deixa-se a reação em agitação por 24h a temperatura ambiente, conforme ilustra a figura 3.

FIGURA 3. Reação em agitação por 24 h a temperatura ambiente

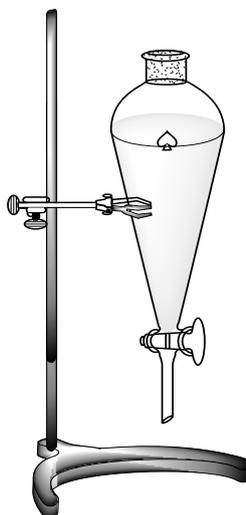


FONTE: Acervo próprio



Posteriormente, é transferida a reação para um balão de separação adicionando 10 mL de água destilada e 10 mL de Hexano. Coleta-se a fase aquosa e lava-a 3 x 10 mL de Hexano, como ilustra a figura 4.

FIGURA 4. Transferência da reação para um balão de separação



FONTE: Acervo próprio

Ao final, será feita a adição de 2 g de Na_2SO_4 e a filtração com funil e algodão em um balão de 125 mL pesado e anotando sua massa. Em seguida, o balão é submetido ao rotavaporador com temperatura do banho maria de 70 °C, deixa-se os resquícios de solvente evaporarem na capela de exaustão por 24h.

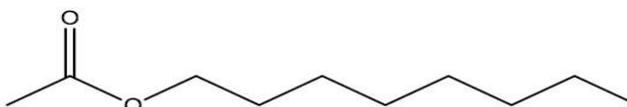
RESULTADOS ESPERADOS

O experimento proposto parte do excesso de um dos reagentes, a fim de deslocar o equilíbrio da reação no sentido de formação do éster. O tempo de reação demonstrou ser apropriado para que sejam verificados, após a separação das fases, os aromas dos ésteres etanoato de 3-metil-butila e butanoato de etila.

Deve-se ressaltar que, em uma etapa inicial, foram pesquisados outros ésteres de aromas característicos, tais como o metanoato de etila e o etanoato de octila, que possuem aromas de framboesa e laranja, respectivamente. Entretanto, os experimentos realizados não apresentaram resultados satisfatórios, visto que o tempo de reação foi insuficiente para a obtenção dos produtos na concentração mínima desejada para comprovação dos aromas.

Não foi possível identificar os tipos de ésteres neste experimento, entretanto buscaram-se dados na literatura onde comprovou os resultados esperados. De acordo com Guimarães (2000), deve-se ressaltar que, em uma etapa inicial, foram pesquisados ésteres de aromas característicos, tais como o metanoato de etila e o etanoato de octila, que possuem aromas de framboesa e laranja, respectivamente.

FIGURA 5. Etanoato de octila



FONTE: Acervo próprio

Na etapa de separação dos produtos, o emprego da solução salina provocou o aumento da força iônica do meio, ocasionando a formação de interações intermoleculares entre o sal, os reagentes em excesso, o catalisador e a água formada na reação, uma vez que se tratam de substâncias polares. Como os ésteres são compostos de baixa polaridade, eles apresentaram uma menor solubilidade no meio, facilitando sua separação.

A atividade desenvolvida possibilita a abordagem de conteúdos programáticos de Química Geral (solubilidade e polaridade de ligação), Química Orgânica (estudo de funções e reações orgânicas) e Físico-Química (soluções, cinética química, termoquímica e equilíbrio químico), bem como aspectos relativos aos procedimentos experimentais e normas de segurança em laboratório. O experimento também permite a contextualização da Química na abordagem de questões como aromas, aditivos alimentares e produtos naturais e artificiais.



CONSIDERAÇÕES FINAIS

O estudo da esterificação de Fischer possibilita o desenvolvimento de uma aula experimental para a síntese dos ésteres butanoato de etila e etanoato de 3-metil-butila. Esta atividade proporciona a associação na obtenção de diversas substâncias, produzidas pela indústria de alimentos e fragrâncias buscando, desta forma, um ensino mais crítico e participativo.



REFERÊNCIAS

CALVALCANTE, P. M. M.; SILVA, R. L.; FREITAS, J. J. R.; FREITAS, J. C. R.; FILHO, J. R. F. **Proposta de preparação e caracterização de ésteres**: um experimento de análise orgânica na graduação. *Educación Química*, 2015.

COSTA, T. S.; ORNELAS, D. L.; GUIMARÃES, P. I. C.; MERÇON, F. **Confirmando a Esterificação de Fischer por Meio dos Aromas**. *Química Nova na Escola*, 2004.

OLIVEIRA, C. A.; SOUZA, A. C. J.; SANTOS, A. P. B.; SILVA, B. V.; LACHTER, E. R.; PINTO, A. C. **Síntese de Ésteres de Aromas de Frutas: Um Experimento para Cursos de Graduação dentro de um dos Princípios da Química Verde**. *Rev. Virtual Quim*, 2013.

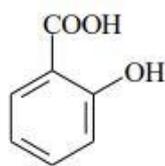
GUIMARÃES, P.I. C.; ABREU, R.G. e OLIVEIRA, R. E. C. **Extraindo óleos essenciais de plantas**. *Química Nova na Escola*, 2000.

C) SÍNTESE E PURIFICAÇÃO DO ÁCIDO ACETILSALICÍLICO (AAS)

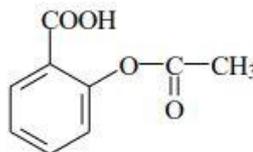
INTRODUÇÃO

O ácido acetilsalicílico (AAS), também conhecido como Aspirina, é um fármaco de estrutura relativamente simples e atua no corpo humano como um poderoso analgésico, antipirético e anti-inflamatório. Tem sido empregado também na prevenção de problemas cardiovasculares, devido à sua ação vasodilatadora. O AAS foi desenvolvido na Alemanha em 1897 por Felix Hoffmann, um pesquisador das indústrias Bayer.

A síntese da aspirina é possível através de uma reação de acetilação do ácido salicílico, um composto aromático bifuncional (ou seja, possui dois grupos funcionais: fenol e ácido carboxílico). A acetilação consiste na esterificação da função fenol do ácido salicílico com anidrido acético, sendo que o ácido acético é eliminado.



Ácido Salicílico



Ácido Acetilsalicílico

Apesar de possuir propriedades medicinais similares ao do AAS, o emprego do ácido salicílico como um fármaco é severamente limitado por seus efeitos colaterais, ocasionando profunda irritação na mucosa da boca, garganta e estômago. Os tratamentos químicos são normalmente classificados em função do tipo da ligação carbono - oxigênio – carbono formada, destacando-se as ligações éter, éster e acetal. Entre as diferentes possibilidades existentes para as reações de esterificação, as de acetilação apresentam grandes vantagens em termos de custo e eficiência e têm sido extensivamente usadas na síntese de diversos compostos orgânicos (VOGEL, 1987).

Síntese do Ácido Acetilsalicílico

A reação de acetilação do ácido salicílico ocorre através do ataque nucleofílico do grupo (-OH) fenólico sobre o carbono carbonílico do anidrido acético, seguido de eliminação de ácido acético, formado como um sub-produto da reação.

É importante notar a utilização de ácido sulfúrico como um catalisador desta reação de esterificação, tornando-a mais rápida e prática do ponto de vista comercial.

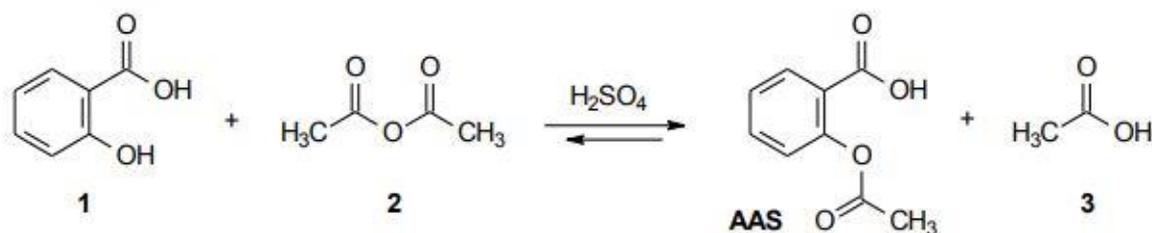


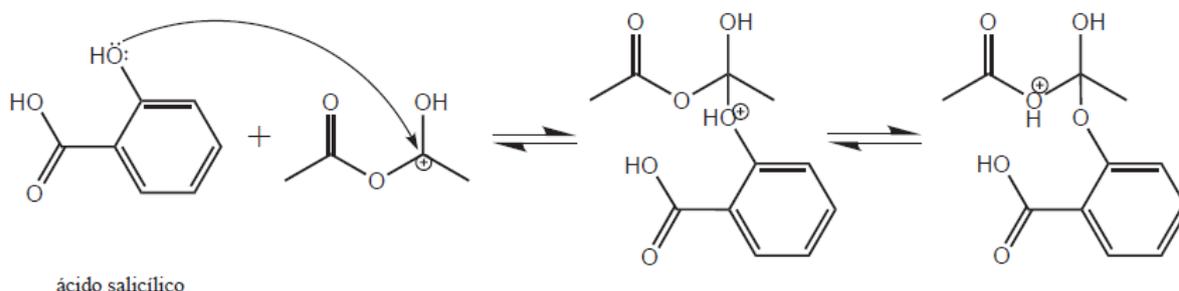
FIGURA 11. Reação com formação do produto AAS

A maior impureza no produto final é o próprio ácido salicílico, que pode estar presente devido a acetilação incompleta ou a partir da hidrólise do produto durante o processo de isolamento. Esse material pode ser removido durante as várias etapas de purificação e na recristalização do produto.

Reação de acetilação

A introdução de um grupo acetila em uma molécula é chamada acetilação. O radical acetila contém um grupo metila (CH_3-) ligado por ligação simples a um carbonila. O carbono da carbonila tem um único elétron disponível, com o qual forma uma ligação química com o radical (R) da molécula. O radical acetila é um componente de muitos compostos orgânicos, incluindo o neurotransmissor acetilcolina e os analgésicos ácido acetilsalicílico e acetanilida.

A acilação de uma amina é uma reação ácido base de Lewis, em que o grupo amino básico efetua um ataque nucleofílico sobre o átomo do carbono carboxílico. As aminas podem ser acetiladas de várias maneiras. Dentre elas o uso de anidrido acético, cloreto de acetila ou ácido acético glacial (com redução da água formada na reação). Anidrido acético é preferido nas reações de laboratório. Sua velocidade de hidrólise é suficientemente lenta para permitir que a acetilação da amina seja realizada em soluções aquosas. Este procedimento fornece um produto de alta pureza e com bom rendimento, mas não é apropriado para reação com aminas desativadas (SOLOMONS, 2005).



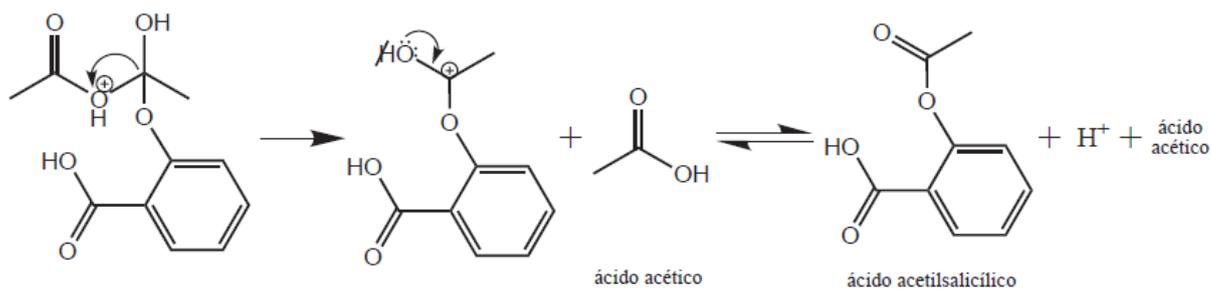


FIGURA 2. Mecanismo do AAS.

O procedimento envolvendo ácido acético glacial é de interesse comercial em razão de seu menor custo. Por outro lado, ele requer longo tempo de aquecimento. O cloreto de acetila não é recomendado por várias razões: a principal, é que ele reage vigorosamente, liberando HCL, que converte metade da amina no seu cloridrato (sal), tornando-a incapaz de participar da reação.

Purificação dos compostos

Compostos orgânicos sólidos quando isolados de reações orgânicas, raramente são puros; estão geralmente contaminados com pequenas quantidades de outros compostos impuros, que são produzidos ao lado do produto desejado. A purificação de compostos cristalinos impuros é geralmente levada a efeito por cristalização a partir de um solvente apropriado ou de misturas de solventes.

A purificação de sólidos por cristalização baseia-se em diferenças de suas solubilidades em um dado solvente ou misturas de solventes. Em sua forma mais simples, o processo de cristalização consiste em: (i) dissolução da substância impura em algum solvente apropriado no ponto ou próximo ao ponto de ebulição, (ii) filtração da solução quente para separar partículas de material insolúvel, (iii) deixar a solução quente esfriar, produzindo assim a cristalização da substância dissolvida, e (iv) separação dos cristais da solução. Após a secagem, testa-se a pureza do sólido resultante (geralmente por uma determinação do ponto de fusão) e, se não estiver puro, recristaliza-se novamente com um novo solvente.

O ponto de fusão é utilizado para identificação do composto e como critério de pureza. A determinação do ponto de fusão é um dos métodos de identificação mais antigos para substâncias orgânicas. O ponto de fusão é um dado que pode ser facilmente determinado e também facilmente tabulado e classificado.



OBJETIVO

A síntese e purificação do ácido acetilsalicílico através da técnica de recristalização utilizando diferentes tipos de solventes será o alvo desta prática. Realizamos a síntese do ácido acetilsalicílico através do processo de acetilação do ácido salicílico reagindo com anidrido acético sob efeito de catálise ácida usando-se ácido sulfúrico. A solução obtida foi subsequentemente resfriada e observou-se a formação dos cristais de ácido acetilsalicílico, os quais foram isolados por filtração à vácuo e recristalizados em mistura contendo acetato de etila. A pureza das amostras obtidas foi avaliada pela medida da temperatura, faixa de fusão, espectro de infravermelho e cromatografia em camada delgada. Concluimos que a metodologia proposta para a síntese do ácido acetilsalicílico mostrou-se simples e eficaz.

MATERIAIS E MÉTODOS

➤ Materiais

2 Bastões de vidro
1 Erlenmeyer de 125 mL
1 Kitasato de 125 mL
1 Funil de Buchner
1 Erlenmeyer de 150 mL
1 Vidro de relógio
Espátula
Balança Analítica
Papel de filtro
Bomba a vácuo
Tubo de Ensaio
Banho-Maria
Placa de alumínio com sílicagel
Cuba Cromatográfica
Lâmpada UV

➤ Reagentes

Ácido Salicílico
Anidrido Acético
Ácido Sulfúrico Concentrado
Acetato de Etila
Hexano 7:1 Acetato de Etila
Água
Revelador: Ácido fosfomolibdico,
Permanganato de Potássio, Iodo
revelador.



PARTE EXPERIMENTAL

O ácido acetilsalicílico é preparado através da reação de acetilação do ácido salicílico utilizando-se anidrido acético como agente acilante e ácido sulfúrico como catalisador.

Pesa-se entre 0,5 gramas de ácido salicílico e transfere-se para um frasco erlemmeyer de 150 mL. Em seguida, adiciona-se 1,5 mL de anidrido acético, agitando intensamente até formar uma solução homogênea. Logo após devem ser adicionadas cuidadosamente 4 gotas de ácido sulfúrico concentrado. Utiliza-se uma chapa de aquecimento com agitação magnética, para aquecer a solução em banho-maria, até aproximadamente 60° C. Deixa-se o frasco imerso no banho por cerca de 30 minutos, agitando-o cuidadosamente.

Remove-se o frasco do banho quente e adiciona-se 10 mL de água destilada gelada. Agita-se para que ocorra a liberação completa de vapores. Se deixa o sistema em repouso até que haja formação dos cristais. A separação dos cristais formados é feita por filtração a vácuo. O papel filtro utilizado deve ser pesado antes da filtração para posterior cálculo de rendimento. Recristalização com Acetato de Etila: transfere-se o sólido obtido para um béquer e adiciona-se cerca de 5 mL de acetato de etila, deixando por um período de 15 minutos em banho-maria. Deixa-se a amostra a temperatura ambiente e agita-se com um bastão de vidro para provocar a cristalização. O sistema permanece em repouso, até resfriar completamente por 20 minutos. Filtra-se, usando um funil de Buchner. Para a secagem, utiliza-se a estufa na temperatura de 50°C por 24 horas. Em seguida, determina-se o ponto de fusão e dados de resfriamento.

O ponto de fusão é realizado logo após a secagem da amostra. Coloca-se a amostra dentro de um tubo capilar preso a um termômetro. A literatura reporta que o ácido acetilsalicílico possui um ponto de fusão de 135,6 °C. O tubo capilar é aquecido lentamente e observa-se a faixa de temperatura de fusão inicial e final. Os valores das temperaturas serão obtidos em pequenos intervalos de tempo.

Submete-se as amostras nos espectros de infravermelho para traçar o seu grau de pureza. Por fim, prepara-se uma cuba cromatográfica para o sistema de eluentes. O solvente na cuba trata-se de uma mistura de hexano e acetato de etila 7:3. Em seguida, leva-se a placa para a câmara de luz UV e analisa-se as amostras em reveladores.



RESULTADOS ESPERADOS

Como o anidrido acético se encontra em excesso, o cálculo do rendimento deve ser feito em relação ao ácido salicílico, que de acordo com a figura 1 temos uma relação estequiométrica de 1:1 entre o ácido Salicílico e o ASS. Sendo assim, o número de mols de ácido Salicílico teoricamente deve ser o mesmo do produto formado ASS.

TABELA 1. Dados estequiométricos.

#	Massa ou Volume	Nº de mols	Rendimento	Pureza
Ácido Salicílico	0,5 g	0,0036 mol	-	-
Anidrido Acético	1,5 mL	0,0158 mol	-	-
Ácido Acetilsalicílico (AAS)	0,216 g	0,0011 mol	30,55%	95,4%

Então pode-se calcular o rendimento (R) da reação:

$$R = \left(\frac{n_{ASS}}{n_{AS}} \right) \cdot 100 \rightarrow R = \left(\frac{0,0011}{0,0036} \right) \cdot 100 = 30,55\%$$

A pureza do produto formado, o ácido acetilsalicílico, será obtidas em um equipamento para medida da temperatura e faixa de fusão.

O sólido começou a fundir em uma temperatura de 126 °C e a fusão terminou em 131 °C, abaixo do encontrado em literaturas. Experimentalmente quando é medido uma menor temperatura, significa que existem impurezas no produto gerado, isso pode ser explicado devido ao rendimento da reação não ter sido total, ou seja, há presença de ácido salicílico, anidrido acético, ácido sulfúrico no meio e podem haver ainda algumas outras impurezas devido ao grande tempo de exposição ao ar durante a secagem.

A presença de pequenas quantidades de purezas em um composto sólido irá produzir uma acentuada depressão no ponto de fusão deste, e também estenderá a faixa de fusão por vários graus. Cada 1% de impureza diminui aproximadamente o ponto de fusão em 1°C. Impurezas, além de diminuir o ponto de fusão, fazem com que a temperatura varie durante a fusão. Portanto, o grau de pureza do AAS purificado com acetato de etila foi de 95,4%.

Uma boa forma de avaliar o grau de pureza de um produto é traçar os seus espectros de IV e de 1-HRMN e compará-los com os espectros característicos no estado puro. No caso desta experiência avalia-se o grau de pureza do ácido acetilsalicílico recorrendo, não a estes métodos, mas ao registro do ponto de fusão.

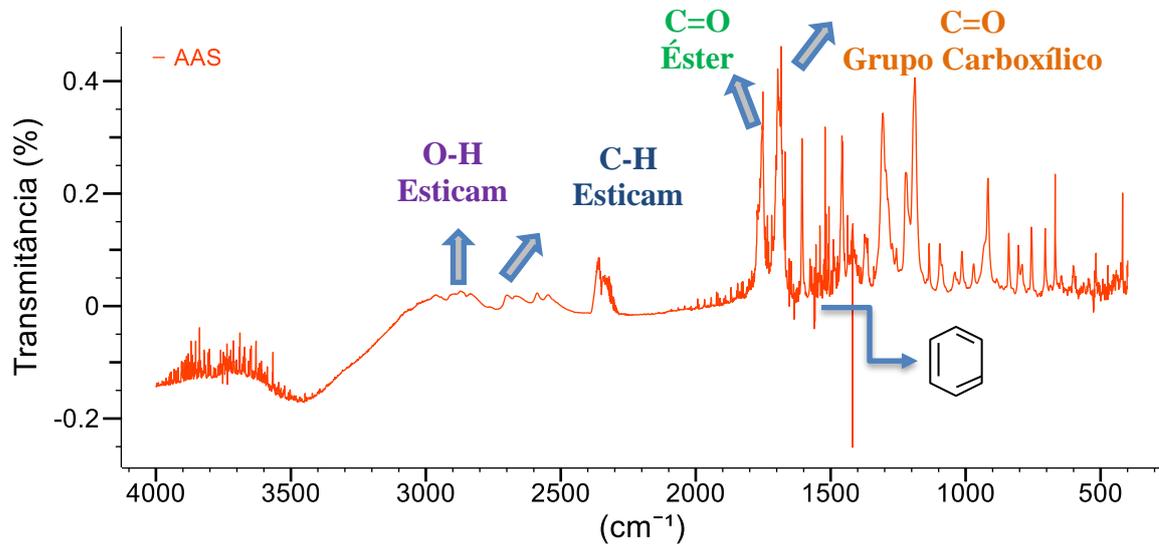


FIGURA 3. Espectro de infravermelho do AAS.

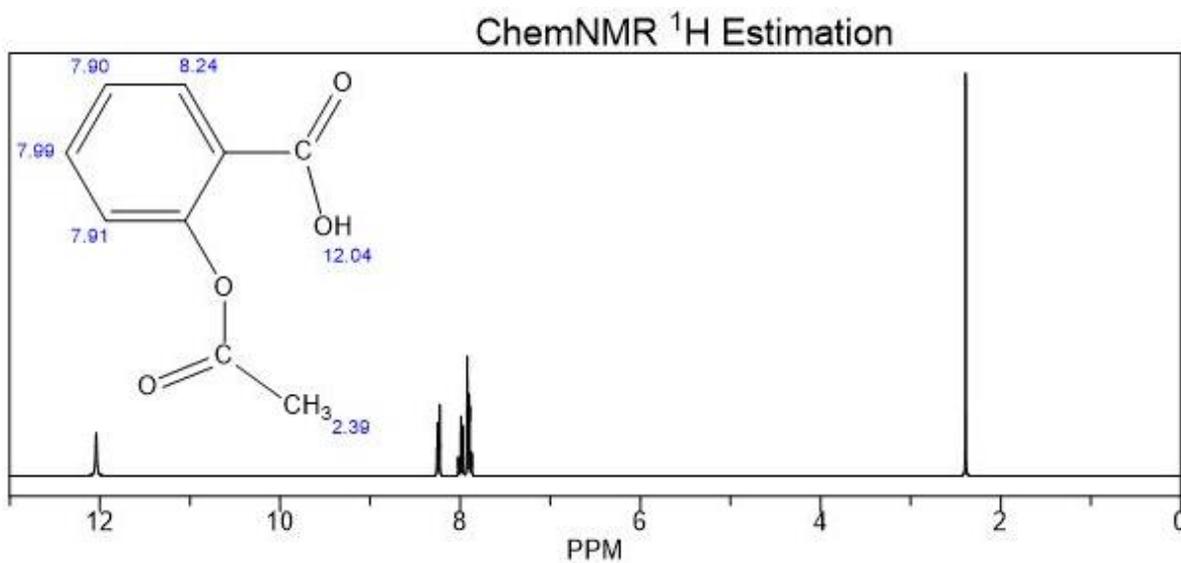


FIGURA 4. 1-HRMN do AAS.

Podemos afirmar que a mancha mais elevada é mais apolar que as demais. O iodo revelará mais o óleo, isso porque este é um ácido graxo.

FONTE: Acervo pessoal.

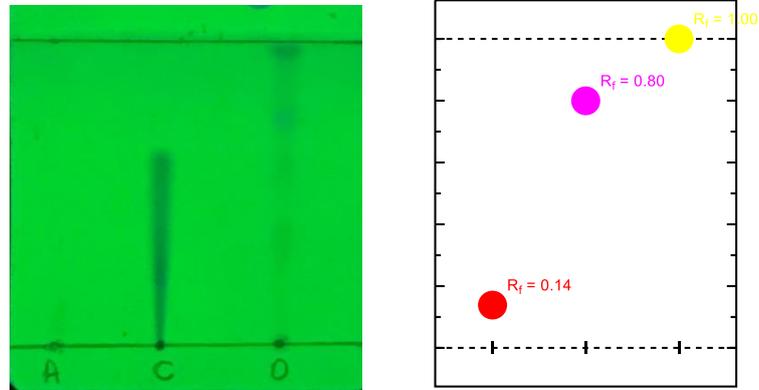


FIGURA 5. CCD das amostras em UV.

Os índices de retenção dos compostos, definidos pela razão entre a distância percorrida pela mancha do componente e a distância percorrida pelo eluente são apresentados a seguir:

Ácido Acetilsalicílico	Rf= 0,14
Chalcona	Rf= 0,80
Óleo	Rf= 1,00



CONSIDERAÇÕES FINAIS

No final de um processo de síntese, raramente se consegue obter um produto sintético totalmente puro, isto porque é muito provável que ao longo deste tipo de processo ocorram reações laterais não desejáveis, assim como também é possível que a própria reação de síntese não seja completa, desta maneira os reagentes podem ficar misturados com o produto sintetizado.

Com a medida do ponto de fusão é verificado se a amostra é ou não pura, o que pode ser esperado devido a um excesso de reagente no produto.

Para melhorar o índice de pureza do composto preparado, poderá ser realizado um processo de recristalização, onde o excesso de reagente e outras possíveis impurezas serão reduzidas.



REFERÊNCIAS

MENDES, Aline Souza; PERUCH, Maria da Glória Buglione; FRITZEN, Marcio Fritzen. **Síntese e purificação do Ácido Acetilsalicílico através da recristalização utilizando diferentes tipos de solventes.** Revista Eletrônica do Departamento de Química – QMCWEB (internet). Universidade Federal de Santa Catarina. Disponível em: <http://www.qmc.ufsc.br/qmcweb/artigos/aspirina.html>. Acesso em: 22 nov 2018.

SOLOMONS, T.W.G. Fryhle C. **Química Orgânica.** 8ª Ed. LTC; 2005. 766 p.

VOGEL, A.I. **Química Orgânica: Análise Orgânica Qualitativa.** 3ª Ed. Rio de Janeiro: Ao Livro Técnico; 1987.



D) PREPARAÇÃO DO CORANTE LARANJA II

INTRODUÇÃO

No presente roteiro serão apresentados os procedimentos e resultados adquiridos na preparação do Alaranjado de metila II que é um corante azoico. Segundo Guaratini e Zanoni (2000), corantes azóicos são compostos insolúveis em água. O método mais utilizado para o preparo de compostos azoaromáticos é realizado em duas etapas: a reação de diazotização seguida do acoplamento entre a amina aromática diazotizada e uma amina aromática ou ao fenol. A reação ocorre em solução aquosa a baixas temperaturas (normalmente abaixo de 10°C) e, é o único método comercial usado para a síntese de compostos azo usados como corantes (LUBS, 1977). O processo de tingimento ocorre diretamente sobre a fibra têxtil.

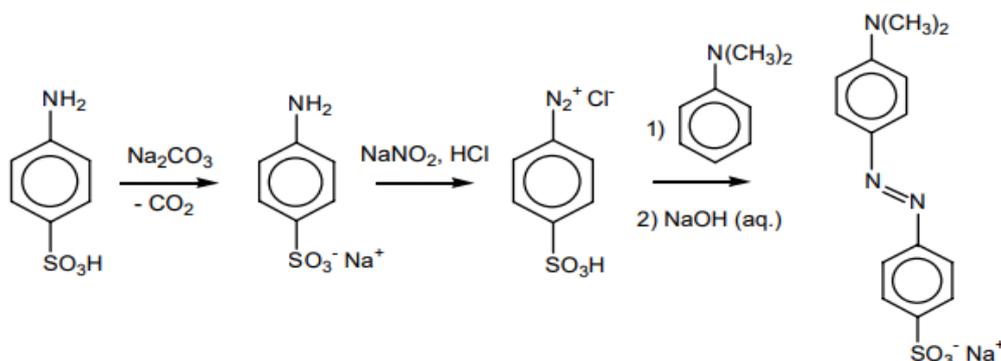
O nome “azo” originou-se de azote, termo francês para nitrogênio, que se derivou do grego a (não) e zoe (viver). A estrutura molecular básica de uma substância azo é $R-N=N-R'$, sendo reconhecida pela União Internacional de Química Pura e Aplicada (IUPAQ) como derivados do diazeno (também chamado de diimida ou diimina), que possui a fórmula molecular NH_2 ou $HN=NH$, em que os hidrogênios são substituídos por cadeias de hidrocarbonetos (CHUNG, 2016).

São substâncias orgânicas caracterizadas pela presença da ligação dupla entre dois átomos de nitrogênio ($-N=N-$), arranjo ao qual se dá o nome de grupamento azo (cromóforo), que se apresenta ligado a anéis aromáticos, na presença de estruturas funcionais (auxocromos), como o grupamento amino (NH_2) ou sulfônico (SO_3H) (GAO et al., 2016).

Para o perfeito tingimento do tecido é essencial a combinação correta de corante e do tipo de fibra têxtil, bem como da condição de banho de tingimento. Para cada fibra têxtil há um corante específico que confere uniformidade ao tecido tinto e solidez a lavagem. Por exemplo, o corante básico apresenta maior solidez, afinidade e intensidade de cor para fibras acrílicas. Já o tingimento de fibras celulósicas, como de algodão, é mais eficiente com o corante reativo, pois este corante contém um grupo eletrofílico capaz de formar uma ligação covalente com grupos hidroxila das fibras celulósicas, tornando o tingimento mais estável (Esquema abaixo). A fibra de poliéster, por não apresentar grupos polares não pode ser tingida por mecanismos iônicos, com corantes hidrossolúveis. O processo de tingimento com corante disperso é puramente físico (SALEM, 2010).

Os corantes Azo possuem a estrutura básica Ar-N=N-Ar^1 , onde Ar e Ar^1 designam grupos aromáticos quaisquer. A unidade contendo a ligação -N=N- é chamada de grupo azo, um forte grupo cromóforo que confere cor brilhante a estes compostos. Na formação da ligação azo, muitas combinações de ArNH_2 e Ar^1NH_2 (ou Ar^1OH) podem ser utilizadas. Estas possíveis combinações fornecem uma variedade de cores, como amarelos, laranjas, vermelhos, marrons e azuis.

Os compostos azo preparados pela interação de um sal de diazônio com outro composto aromático ativado na presença de uma base necessita agora fazer uma leitura prévia sobre os mecanismos envolvidos na preparação dos sais de diazônios. Compostos azo por si só não têm qualquer valor prático, em virtude de sua pequena solubilidade em água (VOGEL, 1989). Daí emprega-se um derivado aromático substituído contendo um grupo ácido sulfônico ou seu sal, o qual não apresenta nenhum efeito sobre a cor, para aumentar a solubilidade do produto em água e, conseqüentemente, sua utilidade como corantes de solventes (óleos, ceras, vernizes, graxas de sapato) etc. O alaranjado de metila e alaranjado II são corantes de grande importância na indústria de tintas, sendo o primeiro utilizado também como indicador de pH (ponto de viragem pH 3,1-4,4).



A produção de um corante azo envolve o tratamento de uma amina aromática com ácido nitroso, fornecendo um íon diazônio (**1**) como intermediário. Este processo chama-se diazotização.



O íon diazônio **1** é um intermediário deficiente de elétrons, sofrendo, portanto, reações com espécies nucleofílicas. Os reagentes nucleofílicos mais comuns para a preparação de corantes são aminas aromáticas e fenóis. A reação entre sais de diazônio e nucleófilos é chamada de reação de acoplamento azo.



OBJETIVO

O objetivo do presente trabalho foi obter corante laranja II, a partir da formação de sais diazônio e da reação de acoplamento. E relacionar os conceitos de síntese orgânica com a preparação de compostos empregados na indústria de corantes.

MATERIAIS E MÉTODOS

➤ Materiais

3 Erlenmeyer;
Termômetro;
2 Bastões de vidro
2 Becker;
Papel filtro;
Buchner.

➤ Reagentes

Água Destilada
Ácido clorídrico (HCl);
Ácido sulfanílico ($C_6H_7NO_3S$);
Carbonato de sódio (Na_2CO_3);
Cloreto de sódio (NaCl);
2-Naftol ($C_{10}H_8O$).

PARTE EXPERIMENTAL

Em um Erlenmeyer de 100 mL é dissolvido 0,27 g de (Na_2CO_3) carbonato de sódio anidro em 10 mL de água. Adiciona-se 1,05 g de ácido sulfanílico a solução e essa é aquecida em banho-maria até a completa dissolução do material. É deixado a solução atingir a temperatura ambiente e adiciona-se 0,37 g de cloreto de sódio, dissolvido em 1 mL de água, agitando a mistura até a completa dissolução. É resfriado a 5°C em banho de gelo e sal por 5-10 minutos, até que a temperatura fique no máximo de 10°C. Em seguida, adiciona-se 1,1 mL de ácido clorídrico com um 1 mL de água. O sal de diazônio do ácido sulfanílico separa-se como um precipitado branco finamente dividido, e mantendo a suspensão em um banho de gelo.

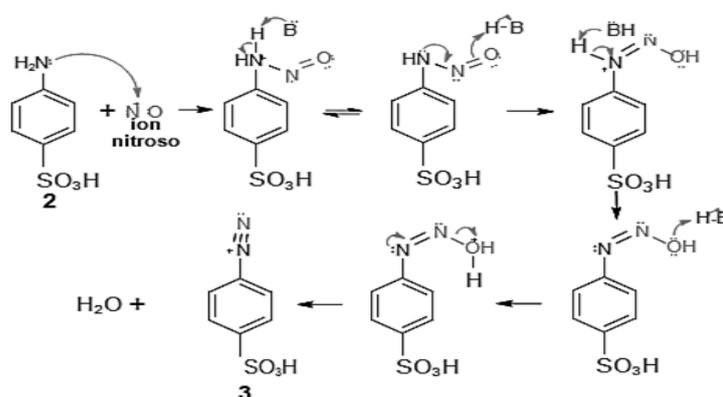
Em outro Erlenmeyer de 50 mL é dissolvido 0,72g de 2-naftol em 4 mL de NaOH a 10% a frio, e resfriado a 5°C em banho de gelo e adicionado à solução preparada do sal de diazônio em com agitação eficiente. Após 10 minutos é aquecido a mistura em banho Maria até a total dissolução do corante, juntando 2 g de NaCl e continua-se o aquecimento até a dissolução do total do sal, e então, é deixado resfriar lentamente por cerca de uma hora. Em seguida, deixa-se a amostra a temperatura ambiente e agita-se com um bastão de vidro para provocar a cristalização. O sistema permanecerá em repouso, até resfriar completamente por 20 minutos. Filtra-se, usando um funil de Buchner. Para a secagem, utiliza-se a estufa na temperatura de 80°C por 24 horas.

RESULTADOS ESPERADOS

A síntese de corantes azo ocorre por processos simples de diazotação e acoplamento por meio de uma variedade de métodos e diferentes catalisadores que vêm sendo reportados na literatura (SHANKARLING; DESHMUCH; JOGLEKAR, 2017). Um exemplo típico do processo de diazotação é a reação que ocorre usando uma amina aromática, ácido clorídrico e nitrito de sódio (KÖNIG, 2015; SHANKARLING; DESHMUCH; JOGLEKAR, 2017). O processo de acoplamento é o segundo passo para a criação de corantes azo e ocorre por reação entre diversos tipos de cadeia aromáticas (TRAVIS, 2007; KÖNIG, 2015; SHANKARLING; DESHMUCH; JOGLEKAR, 2017).

Primeiramente, para que a sulfanilamida se transforme em um sal diazônico, ou seja, ocorra a diazotação, é necessária a presença de um nitrito inorgânico. Ele é formado a partir do nitrito de sódio, que ao reagir com ácido clorídrico sofre reação de dupla-troca, e então passa a ser ácido nitroso. Esse ácido nitroso por se encontrar em meio ácido devido ao cloreto de hidrogênio acaba incorporando um próton a sua hidroxila, esta fica com os elétrons da ligação com o nitrogênio. E o nitrogênio por sua vez fica com o par de elétrons livre do oxigênio, formando ligação tripla e formando nitrito necessário.

A síntese do sal de diazônio **3** ocorre a partir da reação entre uma amina aromática (no exemplo abaixo, sal derivado de ácido sulfanílico) **2** e o íon nitroso conforme mecanismo reacional representado pelo Esquema 1, onde a amina aromática (nucleófilo) ataca o íon nitroso (eletrófilo).

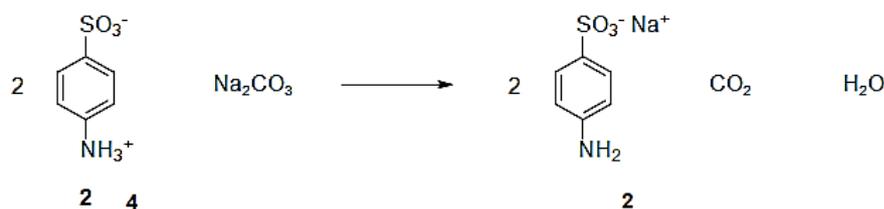


ESQUEMA 1

O sal derivado de ácido sulfanílico pode ser obtido pelo tratamento do ácido sulfanílico (**4**) com uma solução básica de carbonato de sódio. Este procedimento deve ser realizado, porque o ácido sulfanílico é insolúvel em ácido e, como a etapa de

-PREPARAÇÃO DO CORANTE LARANJA II-

diazotização do ácido sulfanílico será realizado neste meio, é preciso transformá-lo em uma espécie solúvel em ácido (Esquema 2).



ESQUEMA 2

O nitrito inorgânico então se liga ao grupo amina da sulfanilamida, nesse momento os nitrogênios dos dois grupos se ligam em uma ligação tripla e o oxigênio do nitrito e os hidrogênios do grupamento amina passa a formar uma molécula de água. Isso acaba deixando o nitrogênio proveniente do nitrito com carga positiva, e por isso, ele forma com o cloreto diluído na solução um sal diazônico com o resultante da sulfanilamida.

Após, para que ocorra a formação do alaranjado-2 é necessário um processo chamado de acoplamento azo onde a porção positiva do sal diazônico vai ser acoplado a um 2-naftol, também é necessário a presença de meio básico. Nesse processo um dos pares de elétrons do anel benzênico passa a se ligar com o íon positivo do sal, de forma que este e a hidroxila do 2-naftol fiquem dispostos na posição orto, que é uma configuração mais estável.

➤ CÁLCULOS

TABELA 1. Dados estequiométricos.

DADOS DO EXPERIMENTO	
Massa molar Ácido sulfanílico	173,2 g/mol
Massa molar do alaranjado II	350,32 g/mol
Massa experimental do Ácido sulfanílico	0,27 g

- **Cálculo da massa experimental do alaranjado II**

M1: Massa do papel de filtro + massa do vidro relógio = 119,10 g

M2: Massa do papel filtro + vidro relógio + alaranjado II = 119,60 g

M3: Massa experimental do alaranjado II = M2 - M1 = 0,6 g

- **Cálculo do rendimento do alaranjado II**

$n = (\text{massa experimental} / \text{massa teórica}) \times 100\%$

$n = (0,6 / 0,686) \times 100\%$

$n = 87,46\%$



CONSIDERAÇÕES FINAIS

Realizando o presente experimento, os alunos serão capazes de entender melhor a reação de sais diazônicos, bem como o passo-a-passo para a síntese completa.

Estrarão em contato com o universo dos corantes, que em alguns casos vem sendo considerados micropoluentes, devido as inúmeras etapas de preparação, consequentemente alto índice de resíduos.

Os corantes são compostos químicos orgânicos que possuem a propriedade de absorver luz visível de forma seletiva, razão pela qual aparecem coloridos, devido à presença de grupos cromóforos tais como: nitro, nitroso, azo e carbonila. A cor é intensificada e/ou modificada por grupos auxocromos, como etila, nitro, amino, sulfônico, hidroxila, metóxi, etóxi, cloro e bromo. Como visto a reação para a produção de um azobenzeno constitui-se de duas partes, sendo a primeira a reação de diazotação, que consiste na produção do sal de diazônico. E a segunda reação é a de acoplamento. A estabilidade da molécula do corante é diretamente associada à força de ligação química dos átomos componentes dos grupos cromóforos e auxocromos.

O resultado final esperado, após separação e secagem, será obtido um material granulado de cor alaranjada forte. Por se tratar de um corante, pode provocar manchas facilmente, pois os grupos auxocromos sulfônicos tornam a molécula do corante solúvel em meio aquoso e aumentam a afinidade pelas fibras no processo do tingimento.



REFERÊNCIAS

- GUARATINI, C, C, I.; ZANONI, M. V. B. Corantes têxteis. **Revista Química Nova**. São Paulo, n. 1, p. 71-78, fev. 2000.
- LUBS, H. A. "The Chemistry of Synthetic Dyes and Pigments." **Litton Educational Publishing inc.** p. 96-109, 1977.
- MACHADO, P. F. L.; MÔL, G. S. Experimentando química com segurança. **Química Nova na Escola**. Nº 27, p. 57-60, 2007.
- SALEM, V. Tingimento têxtil: Fibras, conceitos e tecnologias. São Paulo: Blucher: **Golden Tecnologia**, 2010. 297p.
- VOGEL, A.I. Química Orgânica: Análise Orgânica Qualitativa. 3ª Ed. Rio de Janeiro: **Ao Livro Técnico**; 1987.
- KÖNIG, J. Food colour additives of synthetic origin. In: SCOTTER, Michael J. (Ed.). Colour Additives for Foods and Beverages. **Cambridge: Woodhead Publishing**, 2015. Cap. 2. p. 35- 60.
- SHANKARLING, G. S.; DESHMUKH, P. P.; JOGLEKAR, A. R. Process intensification in azo dyes. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 5, n. 4, p. 3302-3308, 2017.
- TRAVIS, A. S. Anilines: historical background. In: RAPPOPORT, Z. (Ed.) Chemistry of Anilines, **Chichester: John Wiley & Sons, Inc.**, 2007. p. 1-73.



QUESTIONÁRIO

- 1) Que tipo de reação ocorre com o grupo amino de ácido sulfanílico?
- 2) Idem para o ataque no anel aromático do 2-naftol.
- 3) Por que é importante manter o sal de diazônio refrigerado?
- 4) Que nome genérico recebem os corantes com o agrupamento $N=N$?

E) PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA ACETANILIDA

INTRODUÇÃO

A substância química acetanilida, é um produto orgânico da família das amidas, ocorrendo na forma sólida na temperatura ambiente, de cor branca, praticamente inodora; solúvel em água (quente) e na maioria dos solventes orgânicos.

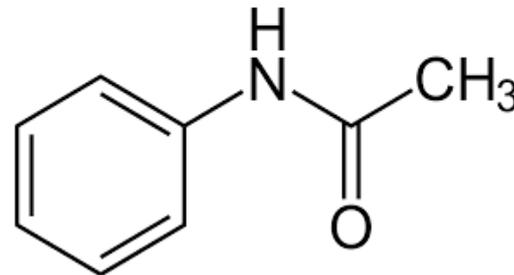


FIGURA 1: Acetanilida

Está no grupo dos primeiros analgésicos a serem introduzidos, em 1884, com o nome de antifebrina, a fim de substituir os derivados da morfina. No entanto, seu uso deve ser controlado, uma vez que essa substância é tóxica e pode causar sérios problemas no sistema fisiológico, e é atualmente um importante intermediário sintético para obtenção de corantes e fármacos como, por exemplo, a sulfonamida. Quanto a sua classificação das cadeias carbônicas ela se caracteriza por uma cadeia fechada, aromática, insaturada e homocíclica (MACHADO, 2010).

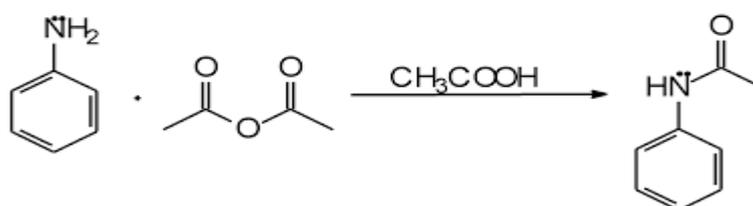
Sua ação fisiológica é de um antipirético, potente analgésico e antiespasmódico, diminui a ação reflexa, contração involuntária da medula espinhal e inibe a sensibilidade dos nervos; aumenta a pressão arterial e diminui proporcionalmente o ritmo cardíaco. Também possui uma ação diurética, estimulante cerebral, muscular e vaso-motor, seu efeito analgésico não difere da aspirina, possui apenas fraca atividade anti-inflamatória; é um poderoso diaforético (provoca transpiração), sedativo cerebral, o pulso se torna lento e frequentemente é seguido de um sono tranquilo (PEREIRA, 2001).

Ela é utilizada nas inflamações de todos os tipos, febre intermitente, enxaqueca e outras formas de neuralgia; coqueluche; influenza, dores lancinantes e contrações musculares da ataxia locomota reumatismo articular e muscular agudo, hipertermia na febre tifóide. A acetanilida causa sérios problemas no sistema de transporte de oxigênio, nas funções medulares, hiperglicemia, irritação (erupção na pele ou mucosa nasal), resfriado, pele úmida, pulso fraco, abatimento (depressão geral). Provoca cianose se for ingerida em doses altas, deprime o coração. Em 1948, Julius Axelrod e Bernard Brodie descobriram que acetanilida provoca meta hemoglobulinemia e danos ao fígado e aos rins (PEREIRA, 2001).

Síntese através da reação de acetilação

A acetanilida, ou N-feniletanamida, é uma amida secundária que pode ser sintetizada através de uma reação de acetilação da anilina (fenilamina) a partir do ataque nucleofílico do grupo amino sobre o carbono carbonílico do anidrido acético (anidrido etanóico), seguido de eliminação de ácido acético. Percebe-se a formação da acetanilida, durante a síntese orgânica, em virtude da formação de cristais brancos que se aglomeram no fundo do recipiente.

FIGURA 2: Obtenção da acetanilida via reação de acilação da anilina por anidrido acético.



Compostos orgânicos sólidos, quando isolados ou obtidos em reações químicas raramente são puros, e apresentam outros compostos “impurezas” que se formam em reações secundárias juntamente com o produto desejado. A utilização de um solvente apropriado e posterior recristalização é uma técnica simples para a eliminação de impurezas, principalmente as insolúveis.

Purificação através de recristalização

A purificação do sólido por recristalização está fundamentada nas diferentes solubilidades das substâncias e consiste primeiramente, na dissolução do material impuro num solvente apropriado, seguido de um aquecimento até o próximo à ebulição. Efetua-se uma filtração a quente para remover os insolúveis nesta temperatura. Em seguida, deixar esfriar para produzir os cristais da substância dissolvida que podem ser separados em uma filtração a frio. O processo é repetido até a obtenção do composto puro.

As características desejáveis do solvente para a recristalização são: alto poder de dissolução da substância a ser purificada em temperaturas elevadas e um relativo baixo poder de dissolução, em temperaturas comuns. Deve ser facilmente isolado dos cristais obtidos; não reagir com a amostra e ter ponto de ebulição não muito alto para que possa ser recuperado (MCMURRY, 2005).



OBJETIVO

No presente experimento pretendemos obter acetanilida, a partir da reação entre anilina e anidrido cético, afim de comprovar que os reagentes ácido acético glacial, anidrido acético e a anilina reagem rápido entre si. Em seguida, verificar o ponto de fusão, que é utilizado para saber a identificação do composto e como um critério de pureza e seu rendimento.

MATERIAIS E MÉTODOS

➤ Materiais

- Balança digital
- Bastão de vidro
- Béquer de 125 ml
- Erlenmeyer de 125 ml
- Estufa
- Funil de Büchner
- Kitassato
- Mangueira para filtração a vácuo
- Agitador Magnético
- Barra Magnética
- Papel de filtro
- Pipeta graduada (5ml)
- Pisseta
- Placa de Petri

➤ Reagentes

- Água destilada
- Anidrido acético glacial
- Anilina
- Acetato de sódio anidro



PARTE EXPERIMENTAL

Inicialmente, é realizado as misturas na capela por conta do forte odor e cuidados exigidos pela toxicidade de alguns reagentes. Em um erlenmeyer de 125 mL, prepara-se uma suspensão de 0,5 g de acetato de sódio anidro em 1,5 mL de ácido acético glacial.

É inserida uma barrinha magnética no frasco contendo a solução, e em seguida mantendo uma rotação manual e suave, adiciona-se 1,5 mL de anilina e 1,75 mL de anidrido acético. Após bem misturados, cobre-se a boca do erlenmeyer e é levado ao agitador magnético por 5 minutos.

Passado esse período, despeja-se a mistura reacional sobre 50 mL de água destilada contidos num béquer. A acetanilida separa-se em palhetas cristalinas incolores, tampa-se a boca do béquer e leva-se a acetanilida ao freezer por 5 minutos. Em seguida, filtra-se os cristais sob vácuo em um funil de Buchner e lava-se com água gelada em seguida, e então, é repassamos para uma placa de petri. Isola-se e lava-se a estufa, em dia subsequente, a amostra deve ser pesada e verificada o seu ponto de fusão para obtenção de cálculos e resultados.

Após sua síntese, a acetanilida pode ser purificada através de uma recristalização.

RESULTADOS ESPERADOS

FIGURA 3: Preparação da Acetanilida

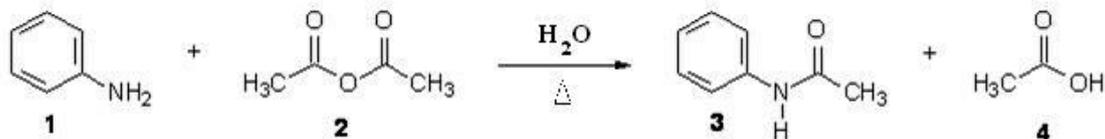
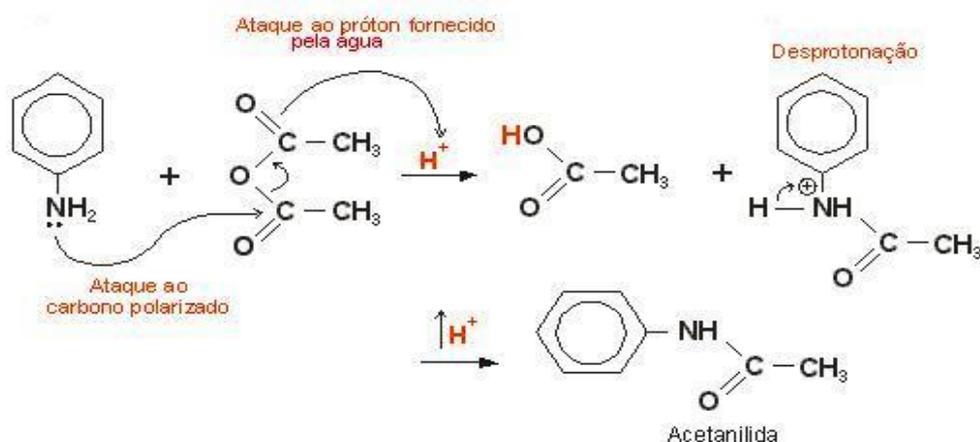


FIGURA 4: Mecanismo da reação



A acetanilida **1**, uma amida secundária, pode ser sintetizada através de uma reação de acetilação da anilina **2**, a partir do ataque nucleofílico do grupo amino sobre o carbono carbonílico do anidrido acético **3**, seguido de eliminação de ácido acético **4**, formado como um subproduto da reação. (MACHADO, 2010).

A anilina é um composto orgânico e é apenas levemente solúvel em água. Por não estar potencialmente dissolvida na água, quando o anidrido acético glacial é acrescentado, deve ser posto cuidadosamente e em pequenas proporções, para que o contato entre os reagentes fosse maior e, conseqüentemente, a cristalização fosse facilitada.

➤ **Pesagem (depois da estufa):**

$$m(\text{acetanilida}) = m(\text{placa de petri} + \text{acetanilida}) - m(\text{placa de petri})$$

$$m(\text{acetanilida}) = (46,85 - 43,32)\text{g}$$

$$m(\text{acetanilida}) = 3,53\text{g}$$

Conclui-se que os cristais podem não estar com excesso de umidade, pois o valor de gramas na pesagem poderia conter uma variável a mais por conta da umidade antes não evaporada na estufa.



Para sólidos que fundem em temperaturas superiores a 100°C e que não se decompõem a estas temperaturas, o método de secagem indicado é na estufa ou mufla. É o caso da acetanilida, por isso esse será o método de secagem utilizado. (MACHADO, 2010).

Nessa prática, a água é escolhida como solvente. Isso acontece devido suas características de um bom solvente, como: alto poder de dissolução do composto (a ser purificado) a quente e baixo poder de dissolução em temperaturas comuns e frias, ser inerte (não reage com a substância) e pode ser facilmente separado do composto.

➤ **Cálculo do 1º rendimento:**

$$M_{\text{acetanilida}} = (\text{C}_8\text{H}_9\text{ON}) = 8 \times 12,01 + 9 \times 1,00 + 1 \times 16,00 + 1 \times 14,01 = 135,09 \text{g/mol.}$$

$$M_{\text{anilina}} = (\text{C}_6\text{H}_7\text{N}) = 6 \times 12,01 + 7 \times 1,00 + 1 \times 14,01 = 93,07 \text{g/mol.}$$

$$M_{\text{anidrido acético glacial}} = (\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_3) = 4 \times 12,01 + 6 \times 1,00 + 3 \times 16,00 = 102,04 \text{g/mol.}$$

$$m_{\text{anilina}} = 2,3 \text{g}$$

$$m_{\text{anidrido}} = 2,75 \text{g}$$

$$n_{\text{anilina}} = m_{\text{anilina}} / M_{\text{anilina}} = 2,3 \text{g} / 93,07 \text{g} \cdot \text{mol}^{-1} = 0,0247 \text{ mol.}$$

$$n_{\text{anidrido}} = m_{\text{anidrido}} / M_{\text{anidrido}} = 2,75 \text{g} / 102,04 \text{g} \cdot \text{mol}^{-1} = 0,0269 \text{ mol.}$$

De posse do número de mols de cada reagente, é necessário saber qual o reagente limitante da reação, uma vez que este determina a quantidade de produtos que podem ser formados.

A relação estequiométrica é de 1 para 1:



$$0,0247 \text{ mol} \text{ --- } n^\circ$$

O número de mol n° esperado para o anidrido é 0,0247 mol; como o número de mols real (0,0269 mol) é maior do que o esperado, conclui-se que esse reagente está em excesso e que a anilina é o reagente limitante e, portanto, o reagente no qual os cálculos de rendimentos se basearão.

➤ **Cálculo para encontrar a massa teórica de acetanilida.**



$$0,0247 \text{ mol} \text{ --- } n_{\text{acetanilida}}$$

$$m_{\text{acetanilida}} = n_{\text{acetanilida}} \times M_{\text{acetanilida}} = 0,0247 \times 135,09 \text{g} \cdot \text{mol}^{-1} = 3,338 \text{g.}$$

A massa da acetanilida utilizada para os cálculos de rendimento será a segunda pesagem, depois que os cristais foram secos na estufa: $m_{\text{(acetanilida)}} = 3,53 \text{g.}$



$$\text{Rendimento percentual} = \frac{\text{Rendimento real}}{\text{Rendimento teórico}} \times 100\% = \frac{3,53 \text{ g}}{3,338 \text{ g}} \times 100\% = 105,75\% .$$

O valor de rendimento obtido, 105,75%, afirma a suspeita em relação à quantidade de impurezas nos cristais, respaldada pelo fato de não termos realizado a purificação da amostra através da recristalização por falta de reagentes necessários para o referente procedimento, concluindo-se que a massa de 3,53 g não é apenas de acetanilida.

Percebe-se com nitidez que o rendimento esperado para a quantidade de acetanilida não foi atingido. Isso acontece em virtude de tanto os reagentes utilizados possuírem impurezas (e conseqüentemente a massa medida destes não é a massa de fato que reagirá) como também os materiais utilizados. Outro motivo nítido é a grande perda dos cristais de acetanilida quando há transferência destes para outra vidraria, tanto quando se encontram na forma de cristais como dissolvidos em solução aquosa.

Ponto de Fusão

A fusão ocorre a uma faixa estreita de temperatura (0,5-1,0°C), por isso é usada como critério de avaliação de pureza. A presença de impurezas provoca, geralmente, um alargamento na faixa de fusão, além de abaixar a temperatura de fusão.

O ponto de fusão da acetanilida é teoricamente entre 113°-116°C, porém foi registrado o valor de 101°C, o que a classifica impura como explicado no parágrafo acima e devido à formação de um sistema binário entre água e acetanilida.

Substância	Característica	Peso Molecular	Ponto de Fusão	Solubilidade
Acetanilida C ₈ H ₉ NO	Cristais ortorrômbicos, volátil a 95°C	135,16 g mol ⁻¹	113 a 116°C	1g solúvel em: 185 mL de água fria, 20 mL de água fervente, 3 mL de metanol, 4mL de acetona, 5mL de glicerol, 3,7 mL de clorofórmio, 5 mL de glicerol, 18 mL de éter.



CONSIDERAÇÕES FINAIS

Ao final dessa prática, o aluno será envolvido na síntese de amidas, uma classe de compostos orgânicos mais empregados pela indústria farmacêutica.

A substância acetanilida através da técnica de acilação nucleofílica deverá apresentar alto grau de pureza, após o processo de recristalização. Os reagentes: anidrido acético e anilina reagem rápido entre si (CUIDADO!!). A reação é exotérmica, devido à subida da temperatura, que facilita a reação. A acetanilida sintetizada é solúvel em água quente, mas pouco solúvel em água fria (fato que favorece a sua recristalização).

A eficiência da recristalização na purificação da acetanilida a través dos cálculos de rendimento para esse produto. Através dos cálculos do rendimento, percebeu-se que a quantidade de impurezas era muito grande pois não foi feita a recristalização (Purificação) de nossa amostra e também, o grau de pureza pode ter sido alterado em virtude de a solução ter sido resfriada rapidamente.



REFERÊNCIAS:

MCMURRY, John. **Química orgânica**. São Paulo, SP: Pioneira Thomson Learning, c2005. 6ªEd. Vol.2.

MELO, C. L.; **Acetanilida**. Disponível em:<http://www.cesaho.com.br/biblioteca_virtual/livro.aspx?l=2Matéria Médica> Acesso em: 06.06.2018.

PEREIRA, A.; CAMÕES, F.. **Química** – 12º Ano. ed.1, Lisboa: Texto Editora, 2001.

MACHADO, Tássia. **Preparação da Acetanilida e recristalização**. Centro de ciências. Universidade Federal do Ceará. 2010.



QUESTIONÁRIO

1. Defina reação de ascilação.
2. Apresente o Mecanismo completo da reação de obtenção realizada no experimento.
3. Faça uma discussão geral acerca da técnica de recristalização.
4. O fenol também pode ser acetilado por anidrido acético?
5. Na preparação da amostra, porque é necessária uma solução tampão?
6. Como você pode caracterizar um determinado composto orgânico pela medida de sua temperatura de fusão?

F) DETERMINAÇÃO DE PROTEÍNA

INTRODUÇÃO

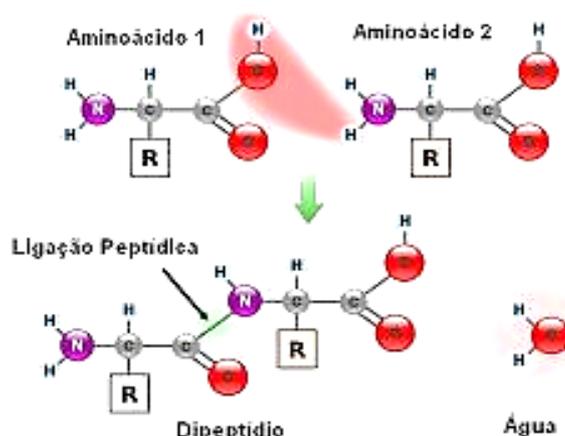
As proteínas se caracterizam por ser o grupo mais abundante de macromoléculas, encontradas dentro e fora das células, e por ser de importância vital aos seres vivos. Suas funções vão desde catálise de reações químicas (enzimas), transporte de outras moléculas, transmissão de impulsos nervosos, proteção imunitária e até mesmo função hormonal, entre outras.

A alimentação humana deve incluir proteínas que são encontradas em carne, peixe, ovo, leite e derivados, entre outros. Diferente dos alimentos animais, a grande maioria dos alimentos vegetais, como cereais, verduras, frutas, tubérculos, é pobre em proteína, com exceção das leguminosas (soja, amendoim, feijão etc.)

As unidades constituintes fundamentais das proteínas são os aminoácidos. Estes, por sua vez, são moléculas orgânicas que possuem ligadas ao mesmo átomo de carbono (denominado de carbono α) um átomo de hidrogênio, um grupo amino, um grupo carboxílico e uma cadeia lateral R (característica para cada aminoácido). Essa cadeia é o que difere os aminoácidos em estrutura, tamanho e propriedade físico-química (FRANCISCO JR. e FRANCISCO, 2006).

Segundo Almeida et al. (2013), os aminoácidos podem formar macromoléculas pela ligação do grupo carboxila de um aminoácido com o grupo amino de outro. Essa ligação carbono-nitrogênio, chamada ligação peptídica, é obtida formalmente por exclusão intermolecular de uma molécula de água, o que leva à formação de uma cadeia polipeptídica, denominada de estrutura primária da proteína.

IMAGEM 1. Formação da ligação peptídica entre dois aminoácidos.



FONTE: Adaptado de ALMEIDA et al., 2013.



Dentre as diversas possibilidades de exemplificações que podemos abordar relacionando o assunto com o cotidiano, optamos por escolher uma temática que diariamente temos contato, sendo indispensável para o nosso dia-a-dia e sobrevivência, a água. As proteínas, devido a sua complexidade, constituem fator limitante para o tratamento biológico de águas residuárias. Um sistema de tratamento mais eficiente pode estar diretamente relacionado com a concentração de proteína. Levando-se em consideração as diversas origens das águas residuárias, torna-se evidente a necessidade de estudos detalhados relativos ao teor de matéria orgânica, seja de forma direta, ou indireta como, por exemplo, através da determinação da concentração de proteínas (MIWA et al., 2006).

As estações de tratamento de águas residuais avançadas, que removem nutrientes, ou mesmo as mais simples, requerem conhecimento mais aprofundado sobre o metabolismo da matéria orgânica, através, por exemplo, da determinação de proteínas, carboidratos e lipídeos, para otimizar o planejamento e operação. Para que estas estações de tratamento possam determinar com facilidade e segurança as concentrações destas macromoléculas, é preciso conhecer o método a ser utilizado.

Existem vários métodos para a determinação de proteínas totais, que foram desenvolvidos para diferentes amostras, tais como células bacterianas (Biureto), proteínas dissolvidas (Bradford), soluções que contenham detergentes (BCA – Ácido Bicinconínico), proteína pura (absorção UV), alimentos (Biureto, Lowry, Bradford), plasma sanguíneo (Biureto, Lowry, Bradford), plantas (Lowry), entre outras.

Para Zaia et al. (1998), vários fatores podem ser analisados antes da escolha da metodologia para determinação de proteína total, como sensibilidade, reprodutibilidade, simplicidade, poucas substâncias interferentes, disponibilidade de volume de amostra, rapidez, baixo custo, similaridade às concentrações ambientais e toxicidade do reagente.

O ensaio de Bradford, que tem por base o azul brilhante de *Coomassie*, é o método mais usado para dosagem de proteínas totais, com faixa de detecção entre 20 e 2000 $\mu\text{g mL}^{-1}$, e utiliza a albumina do soro bovino (BSA) como padrão, que é um reagente de baixo custo. O reagente azul brilhante de *Coomassie* altera a absorvância de 465 nm para 595 nm causando uma visível mudança de coloração, inicialmente castanha, para tons de azul, conforme a concentração de proteínas. A leitura da absorvância possui sensibilidade a partir de 1 μg de proteína e é realizada em

-DETERMINAÇÃO DE PROTEÍNA-



espectrofotômetro ou leitor de microplacas, cuja intensidade da coloração é proporcional ao teor proteico da amostra.

A ligação do corante azul de Coomassie BG-250 ocorre com grupos funcionais básicos ou aromáticos das proteínas. Para isto ocorrer, a proteína deve ter estrutura macromolecular, ou seja, de 8-9 ligações peptídicas no mínimo. A ligação ocorre em dois minutos e esta dura aproximadamente duas horas (Bradford, 1976). Segundo Zaia et al (1998), no pH de reação, a interação entre a proteína de alto peso molecular e o corante provoca o deslocamento do equilíbrio do corante para a forma aniônica, que absorve fortemente em 595 nm.

O método Bradford é capaz de detectar concentrações de $1 \mu\text{g mL}^{-1}$. Tem como vantagens a rapidez, o custo, a estabilidade e a compatibilidade com agentes redutores, mas apresenta resposta anômala para peptídeos de massa molar baixa (<67.000 uma). É indicado principalmente para amostras contendo resíduos de arginina, lisina e histidina.



OBJETIVO

O procedimento consiste em realizar a leitura de diferentes concentrações conhecidas de BSA para elaboração de curva padrão a partir da equação da reta e cálculo da quantidade de proteína presente. A comparação dos resultados com valores de concentrações conhecidos da curva padrão permite a determinação da concentração da proteína nas amostras em estudo.

MATERIAIS E MÉTODOS

➤ Materiais

- Tubos de Ensaio
- Estante para tubos de ensaio
- Micropipetas
- Agitador de tubos
- Espectrofotômetro

➤ Reagentes

- Água destilada
- BSA
- Reagente de Bradford

PARTE EXPERIMENTAL

Inicialmente, pese 0,05 g do corante azul de Coomassie Brilliant Blue G-250 e dissolva em 25 mL de etanol 95%, agitando até completa dissolução. Em seguida adicione 50 mL de ácido ortofosfórico 85%, e complete o volume para 500 mL com água destilada. Filtre a solução duas vezes em filtro de papel.

Para a preparação da solução estoque de BSA (1 mg.mL^{-1} , ou $1 \text{ } \mu\text{g.}\mu\text{L}^{-1}$), pese 1 mg de BSA e dissolva em 1 mL de água destilada.

Distribua seis tubos de ensaio em uma estante, numerando-os de 1 a 6.

Utilizando as micropipetas de acordo com o volume pretendido, adicione água destilada, BSA (dissolvido em água para concentração final de $1 \text{ } \mu\text{g } \mu\text{L}^{-1}$) e o reagente de Bradford nas proporções sugeridas na Tabela 1.

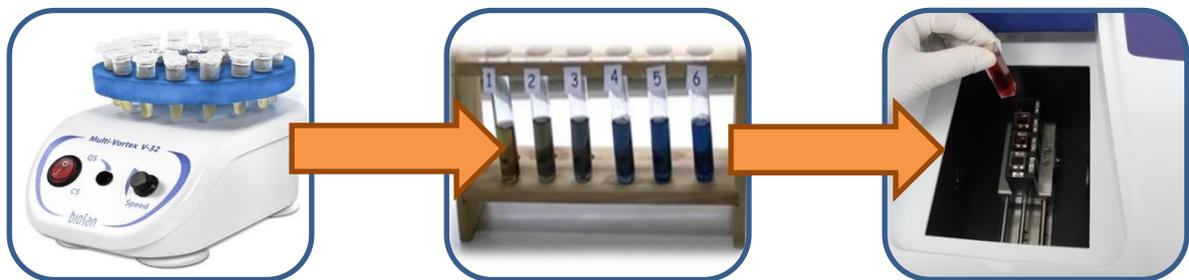
TABELA 1. Proporção de componentes a serem distribuídos em tubos de ensaio para determinação da curva padrão.

TUBOS	1	2	3	4	5	6
Água Destilada	100 μL	90 μL	80 μL	70 μL	60 μL	50 μL
BSA	0 μL	10 μL	20 μL	30 μL	40 μL	50 μL
Reagente de Bradford	2,5 mL					
Volume total	100 μL					

Após mesclar todos os itens constantes na tabela 1, agite os tubos em agitador de tubos, deixando, em seguida, os tubos de repouso por cerca de 5 minutos.

A calibração do espectrofotômetro para o valor da absorbância zero deve ser realizada utilizando-se água destilada na cubeta e 595 nm. Em seguida, coloque o conteúdo do tubo nº 1 na cubeta, e registre a leitura da absorbância. Da mesma forma, deve ser feita a leitura da absorbância dos tubos 2 a 6. Com os valores das absorbâncias dos tubos, preencha a Tabela 2 e determine a curva padrão como base em BSA.

IMAGEM 2. Esquema geral das etapas de preparo e leitura da absorbância das amostras.



A curva padrão da absorbância obtida em relação à concentração de BSA pode ser construída com o auxílio do programa Microsoft® Excel, no qual será obtida a equação da reta que servirá para definir a concentração de proteínas totais.

TABELA 2. Completar a tabela com os valores obtidos após a leitura dos tubos de ensaio em espectrofotômetro.

TUBOS	BSA (μL)	Água Destilada (μL)	Reagente de Bradford (μL)	A595 nm
1	0	100	2500	
2	10	90	2500	
3	20	80	2500	
4	30	70	2500	
5	40	60	2500	
6	50	50	2500	



RESULTADOS ESPERADOS

O método de Bradford é escolhido apesar do baixo custo de reagentes e dos baixos desvios-padrão, porque detecta somente moléculas de proteínas com 8-9 ligações peptídicas (Bradford, 1976). Esse método, baseado na formação de compostos coloridos devido à reação de grupos ou radicais específicos da molécula de proteína com reagentes químicos, foram selecionados por apresentarem rapidez e facilidade de aplicação.

Diversos fatores devem ser analisados antes da escolha da metodologia adequada para determinação de proteínas totais em qualquer tipo de amostra. Segundo Zaia et al (1998), o principal deles é o conhecimento mais preciso possível dos constituintes da amostra e de suas concentrações, o que facilita na identificação de possíveis interferentes e ajuda na escolha do método mais apropriado.

Para auxiliar a escolha, é preciso verificar a presença de substâncias interferentes através da adição de padrão soro albumina bovina à amostra. Segundo Zaia et al (1998), estas substâncias interferentes podem aumentar a absorbância do branco, reduzir a absorvidade específica ou formar precipitado.

A proteína padrão soro albumina bovina (SIGMA) será utilizada como padrão. O preparo da solução estoque ($1,0 \text{ g.L}^{-1}$) se dará pela solubilização do soro albumina bovina em água. A análise de adição de padrão soro albumina é necessária para verificação de substâncias interferentes. Pela leitura de absorbância do padrão e da adição de padrão à amostra, verifica-se a presença ou não de substâncias interferentes.

A reprodutibilidade do método Bradford deve ser testada em triplicata. Deverá ser feita análises de estabilidade do complexo formado por meio de leituras de absorbância em diferentes intervalos de tempo, de acordo com o método analisado.

No pH de reação, a interação entre a proteína de alto peso molecular e o corante provoca o deslocamento do equilíbrio do corante da forma aniônica (vermelha) para a forma catiônica (azul), que absorve fortemente em 595 nm. A taxa de absorção é proporcional à quantidade de proteína presente no ensaio e pode ser determinada usando-se espectrofotômetros ou adaptados a leitoras de microplacas.

Todos os resultados obtidos poderão ser plotados em um gráfico com as médias, traçados em Microsoft Office Excel 2010, que também é utilizado na aplicação das equações da reta e no cálculo do valor do coeficiente de correlação de Pearson



(R2 ou r). Com os valores de R2 da equação da reta obtida, é possível determinar a concentração de proteínas provenientes das amostras.

Ao final desta aula será obtida uma tabela de valores referentes à dosagem de proteínas totais de diferentes amostras.

TABELA 3. Algumas substâncias que interferem na determinação de proteínas totais pelo método de Bradford.

INTERFERENTES	COMENTÁRIOS
Tolbutamida	Provoca falso positivo.
Uréia	Fornece resultado falso positivo, acima de 45 g/L.
Cloreto de sódio e de potássio	Fornecem resultado falso negativo, acima de 1 M.
Cloreto de sódio e de 100, SDS, Tween-20)	A larga banda de absorção em 650 nm, devido a reação entre o corante e os detergentes, interfere na banda em 595 nm, resultando em falso positivo.
Ciclodextrinas	Formam um complexo de inclusão com o corante BG-250, resultando em falso positivo.
Polifenóis e polifenóis oxidases	Reagem com as proteínas impedindo a formação do complexo das mesmas com o corante BG-250.
2-mercaptoetanol + guanadina	Diminuem a absorção da amostra.
Glicerol	Provoca falso positivo.
Lipídios	Causam turbidez na amostra.
Cloropromazina	Provoca falso positivo.
Fluoreto	Diminui a absorção da amostra.

FONTE: Adaptado de ZAIA et al., 1998.



CONSIDERAÇÕES FINAIS

Determinar proteínas tem relevância em várias áreas como, por exemplo, em análises clínicas, favorecendo o diagnóstico de certas doenças correlacionadas com a alteração da quantidade de proteínas nos fluidos biológicos; em nutrição animal, destacando o aproveitamento racional de nutrientes; em problemas relacionados à nutrição humana, devendo certas dietas apresentar teor balanceado de proteínas; em tecnologia e ciências de alimentos, objetivando o aproveitamento da matéria prima e o melhoramento dos produtos; entre outros.



REFERÊNCIAS

ALMEIDA, V. V.; CANESIN, E. A.; SUZUKI, R. M.; PALIOTO, G. F. **Análise Qualitativa de proteínas em alimentos por meio de reação de complexação do íon cúprico.** Química Nova na Escola. Vol. 35. Nº 1º. Fevereiro, 2013.

BRADFORD, M. M. **A rapid and sensitive method for the quantification of microgram quantities of protein utilizing the principle of protein-dye binding.** Analytical Biochemistry, 1976.

FRANCISCO Jr., W.E.F. e FRANCISCO, W. **Proteínas: hidrólise, precipitação e um tema para o ensino de química.** Química Nova na Escola, n. 24, 2006.

LEMOS, I. A.; SILVA JÚNIOR, J. G.; SPISSO, B. F. **Avaliação de métodos espectrofotométricos para determinação de proteínas em polissacarídeo capsular de Haemophilus influenzae tipo b (PRP).** Revista Virtual de Química. Vol. 9. Nº 6. Novembro, 2017.

MIWA, A. C. P.; FALCO, P. B.; CALIJURI, M. C. **Avaliação de métodos espectrofotométricos para determinação de proteína em amostras de lagoas de estabilização.** Universidade de São Paulo. São Paulo, 2006.

ZAIA, D. A. M.; ZAIA, C. T. B. V.; LICHTIG, J. **Determinação de proteínas totais via espectrofotometria: vantagens e desvantagens dos métodos existentes.** Química Nova, 21 (6). 1998.