

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO
PARANA

CAMPUS PATO BRANCO
CURSO DE QUÍMICA BACHARELADO

HENRIQUE SILVA MUNIZ

**IDENTIFICAÇÃO E REAPROVEITAMENTO DE REAGENTES (AMOSTRAS
DESCONHECIDAS) DAS AULAS DE ANÁLISE ORGÂNICA**

Pato Branco – PR
2018

HENRIQUE SILVA MUNIZ

**IDENTIFICAÇÃO E REAPROVEITAMENTO DE REAGENTES (AMOSTRAS
DESCONHECIDAS) DAS AULAS DE ANÁLISE ORGÂNICA**

Trabalho de conclusão de curso,
apresentado à Comissão de Diplomação do Curso
de Bacharelado em Química da Universidade
Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR), Campus
Pato Branco, como requisito parcial para obtenção
do título de Bacharel em Química.

Orientador: Dr. Davi Costa Silva

Pato Branco – PR
2018

TERMO DE APROVAÇÃO

O trabalho de diplomação intitulado Identificação e Reaproveitamento de Reagentes (Amostras Desconhecidas) das Aulas de Análise Orgânica foi considerado APROVADO de acordo com a ata da banca examinadora N° 5.1.2018-B de 2018.

Fizeram parte da banca os professores.

Davi Costa Silva

Márcio Barreto Rodrigues

Juan Sanéz

AGRADECIMENTOS

Dedico este trabalho primeiramente a todos meus amigos. Obrigado pelo carinho, paciência e principalmente a capacidade de me trazer paz na correria de cada semestre. Agradeço ao apoio da minha família que mesmo com toda a distância, sempre me apoiou.

Ao professor Dr. Davi Costa Silva pela paciência na orientação e incentivo, que tornaram possível a conclusão deste trabalho, ao laboratório de ensino da UTFPR e os seus estagiários pelas amostras cedidas, também a Bruna Vicentin e Wallace Prado pelo auxílio de parte dos experimentos e pelo apoio.

Agradeço aos integrantes da ex-república Cachorro Magro e Resistencia, Vinicius Alexandre, Marina Cruz, Wallace Prado (Gardenal), Eduardo Stockman, Pratick Viera, Andrella, Brian, Matheus Borges e Matheus Catani, eles conviveram e presenciaram as noites sem dormir, o esforço nesse trabalho e principalmente a paciência.

Agradeço também aos integrantes do grupo do RPG (*Role-Playing Game*) narrativo de *Bleach*, pelo apoio, e que mesmo distante e mesmo que nunca tenha vistos pessoalmente, mesmo assim, me apoiaram nesse momento da minha vida, em análogo, essa é uma missão que termina nesse RPG que é a minha vida, e antes de terminar o RPG, obrigado Gustavo Hoffmann, Celso Albuquerque, Cintia Lacerda, David Silva, David Marinho, João Paulo, Guilherme Fernandes, Daniel Almeida, Lucas Viera e Deivisso Ferreira, pelo apoio nesta missão.

Agradeço também ao Laboratório de Ensino, ou melhor dizendo, a família do N002, não apenas pelas amostras cedidas, mas pelo carinho e confiança por todo esse período, pelo apoio, durante essa minha caminhada, um agradecimento especial para Dra. Edenes Scrool Loss.

Infelizmente não conseguirei nesta página agradecer todas as pessoas que me ajudaram nesta importante fase da minha vida. Desta forma, peço desculpas a todos que de alguma forma me ajudaram, porém não foram citados, mas estes podem ter certeza que meu agradecimento virá de alguma outra forma.

RESUMO

Laboratórios de ensino e pesquisa em química geram uma gama de resíduos no desenvolvimento de aulas experimentais e devido as características específicas referente à cada composto ou substância química, estes são guardados ou acondicionados em lugares específicos no almoxarifado de química. Com o passar do tempo, estes compostos, perdem o prazo de validade ou a rotulagem, tornando-se impossível a utilização ou reutilização dos mesmos. O trabalho buscou identificar e reutilizar 34 amostras que se encontravam a esmo no laboratório de química orgânica de ensino da UTFPR – campus Pato Branco, oriundo das aulas de Análises Orgânica com o objetivo de reutilizar para a mesma, foram utilizados métodos analíticos qualitativos orgânicos, tais como: ponto de fusão e ebulição, solubilidade, *Lassaigne* e testes específicos para grupos funcionais (carbonila, álcoois, hidrocarbonetos, etc), assim caracterizou-se com certa precisão as amostras.. Foi possível identificar um total de 32 amostras, que ficaram a disposição para o uso em aulas de Análises Orgânica (AO37QB) da UTFPR campus Pato Branco.

Palavras-chave: Amostras desconhecidas, identificação, Análises Orgânica, teste qualitativos.

ABSTRACT

Teaching and research laboratories in chemistry generates a range of waste in the development of experimental classes and due to the specific characteristics pertaining to each compound or chemical substance, these are stored or packed in places in the specific warehouse. Over time, these compounds, they lose their validity or labelling, making it impossible to use or reuse of the same. The study sought to identify and reuse 34 samples were at random in the organic chemistry teaching lab of the UTFPR campus, from Pato Branco – School of Organic Analyses for the purpose of reuse for the same methods were used qualitative organic analysis, such as melting and boiling point, solubility, Lassaigne and specific tests for functional groups (alcohols, hydrocarbons, Carbonyl, etc), so was characterized with certain accuracy the samples. It was possible to identify a total of 32 samples, that were available for use in classes of Organic Analysis (AO37QB) of the UTFPR campus Pato Branco.

Keywords: Unknown Samples, Identification, Organic Analysis, Qualitative Test.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Teste de Solubilidade	6
Figura 2 – Reações da fusão do sódio	Erro! Indicador não definido.
Figura 1 – Reações da fusão do sódio	10
Figura 4 – Reações do teste de <i>Bayer</i>	Erro! Indicador não definido.
Figura 5 – Le Rosen em hidrocarbonetos	Erro! Indicador não definido.
Figura 6 – Reação geral de <i>Le Rosen</i>	12
Figura 7 – Reação geral de <i>Le Rosen</i>	12
Figura 8 – Acetilação	Erro! Indicador não definido.
Figura 9 – <i>Friedel-Craft</i> ensaio positivo.	13
Figura 10 – Teste com 2,4-Dinitrofenilhidrazina.	14
Figura 11 – Teste de Jones	15
Figura 12 – Ensaio positivo para o teste com Iodofórmio	16
Figura 13 – Ensaio positivo para o teste de <i>Tollens</i>	16
Figura 14 – Formula Geral da reação de formação de ésteres	17
Figura 15 – Ensaio de Lucas	Erro! Indicador não definido.
Figura 16 – Fluxograma dos procedimentos.....	19
Figura 17 – Ponto de fusão em microescala (Tubo de <i>Thiele</i>)	20

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Grupos de solubilidade	6
Tabela 2 – Coloração do teste de <i>Le Rosen</i>	11
Tabela 3 – Grupos de solubilidade das amostras desconhecidas	26
Tabela 4 – Ponto de fusão e de ebulição das amostras desconhecidas	27
Tabela 5 – Resultados dos testes analíticos.....	30
Tabela 6 – Resultados dos testes analíticos.....	31

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	1
2 OBJETIVOS	2
2.1. OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	2
3 REFERENCIAL TEÓRICO	3
3.1 RESÍDUOS DE LABORATÓRIO DE QUÍMICA EM UNIVERSIDADE	3
3.2 RESÍDUOS DE LABORATÓRIO DE QUÍMICA ORGÂNICA	4
3.3 CARACTERIZAÇÃO DOS COMPOSTOS ORGÂNICOS	4
3.3.1 Teste preliminares	4
3.3.2 Testes de solubilidade	5
3.3.3 Ponto de fusão e ebulição	7
3.3.4. Análise orgânica qualitativa	8
3.3.5 Testes específicos	8
3.3.6 Testes para múltiplas ligações.....	9
3.3.7 Testes da adição de bromo	9
3.3.8 Teste de <i>Bayer</i>	9
3.3.9 Aromaticidade	11
3.3.10 Teste de <i>Le Rosen</i>	11
3.3.11 Teste de <i>Fried Craft</i>	13
3.3.12 Determinação de aldeídos e cetonas.....	14
3.3.13 Teste de <i>Brady</i>	14
3.3.14 Teste de <i>Jones</i>	15
3.3.15 Iodofórmio.....	15
3.3.16 Reagente de <i>Tollens</i>	16
3.3.17 Ensaios de <i>Schiff</i>	16
3.3.18 Teste do ácido nitroso.....	17
3.3.19 Determinação de ésteres e éteres	17
3.3.20 Teste do hidroxamato férrico	17
3.3.21 Hidrólise básica.....	18
3.3.22 Teste de Lucas	18

3.3.23 Teste de <i>Jones</i>	18
3.3.24 Teste do iodofórmio	18
4 MATERIAIS E MÉTODOS.....	19
4.1 AMOSTRAS DESCONHECIDAS.....	19
4.2 PROCEDIMENTOS	19
4.3 TESTE PRELIMINARES.....	20
4.4 PONTO DE FUSÃO E EBULIÇÃO	20
4.5 SOLUBILIDADE.....	21
4.6 ANÁLISE ELEMENTAR.....	21
4.6.1 Determinação de Halogênios.....	21
4.6.2 Distinção entre bromo e iodo	21
4.6.3 Determinação de nitrogênio.....	22
4.6.4 Determinação de Enxofre	22
4.6.5 Reação em sulfeto de chumbo	22
4.7 TESTE ESPECIFICOS	22
4.7.1 Teste com água de Bromo.....	22
4.7.2 Teste de <i>Bayer</i>	23
4.7.3 Teste de <i>Le Rosen</i>	23
4.7.4 Teste de <i>Friedel-Craft</i>	23
4.7.5 Teste da <i>Brady</i>	23
4.7.6 Teste de <i>Jones</i>	24
4.7.7 Iodofórmio.....	24
4.7.8 Reagente de <i>Tollens</i>	24
4.7.9 Ensaio de <i>Schiff</i>	24
4.7.10 Teste do ácido nitroso.....	25
4.7.11 Teste do hidroxamato férrico	25
4.7.13 Teste de Lucas	26
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES	26
5.1 SOLUBILIDADE.....	26
5.2 PONTO DE FUSÃO E DE EBULIÇÃO	27
5.3 TESTE ANALITICOS QUALITATIVOS.....	30
REFERÊNCIAS	34

1 INTRODUÇÃO

Uma das maiores dificuldades encontrada nos laboratórios de química da UTFPR (Universidade Tecnológica Federal do Paraná) campus Pato Branco é o gerenciamento dos resíduos provenientes das aulas práticas e projetos de pesquisas, devido ao rápido acúmulo existe uma dificuldade de tratamento adequado por isso apenas são acumulados, entretanto, diversos compostos manuseados em aulas experimentais de química, como metais pesados e orgânicos sintéticos não-biodegradáveis apresentam alta periculosidade e não devem ser descartados em lixo comum ou em redes de esgoto.

A manipulação errada desses resíduos pode acarretar em sérios danos ao meio ambiente e a saúde humana, entre os resíduos encontra-se metais pesados, ácidos, oleosos, reagentes orgânicos puros e solventes orgânicos. Tendo como guia a resolução CONAMA 357/2005 (Conselho Nacional do Meio Ambiente) para ter o conhecimento da quantidade e concentração que pode ser descartado na rede de esgoto, o segundo conceito é ter o conhecimento do resíduo, por isso a extrema importância da sua identificação (JARDIM, 1998).

No primeiro semestre de 2016 o laboratório de ensino da UTFPR possuía 34 litros de resíduos entre passivos e ativos (MUNIZ, 2016). O programa de gerenciamento de resíduos deve contemplar dois tipos de resíduos: o ativo (gerado continuamente, fruto das atividades rotineiras dentro da unidade geradora), e o passivo, que compreende todo aquele resíduo estocado, aguardando destinação final (JARDIM, 2002). Os ativos são recuperados, reduzidos ou neutralizados para que seja levado ao seu destino final. Os que não são possíveis de tratamento são rotulados e armazenados (MUNIZ, 2016).

Os resíduos orgânicos são provenientes de solventes que de grande maioria são obtidos pelo processo de refinamento de petróleo (LEVADA, 2008) utilizado em abundância em aulas práticas e pesquisa são os que apresentam maiores dificuldades em seu manuseio, devido à falta de equipamentos necessários e gastos no processo, por isso são armazenados e coletados por uma empresa especializada (MUNIZ, 2016).

As aulas de análises orgânica qualitativa na UTFPR campus Pato Branco tem como objetivo a identificação de amostras orgânicas desconhecidas, que após a utilização no término da disciplina não podem ser devolvidas aos recipientes

originais, restando em alguns casos uma certa quantidade que posteriormente são armazenadas, após anos de acúmulo e por não terem identificações, o descarte nas redes de esgoto é inadequado e muitas dessas substâncias possuem um alto valor comercial, alta concentração ou mesmo ainda puras, podendo através somente de caracterização de substâncias puras, serem identificadas e reutilizadas em trabalhos experimentais.

2 OBJETIVOS.

Esse trabalho tem como objetivo identificar e reutilizar as amostras desconhecidas originadas em aulas experimentais de Análises Orgânica (AO37QB), disciplina do sétimo período do curso de Química da UTFPR campus Pato Branco Paraná.

2.1. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Caracterizar amostras desconhecidas através das técnicas de análises orgânica qualitativa.
- Caracterizar as propriedades físico-químicas das amostras desconhecidas.
- Rotular e propor a reutilização de amostras identificadas em aulas práticas.

3 REFERENCIAL TEÓRICO

3.1 RESÍDUOS DE LABORATÓRIO DE QUÍMICA EM UNIVERSIDADE

A grande preocupação e dificuldade nos laboratórios de química em universidades brasileiras é o destino dos resíduos produzidos, cada universidade possui o seu plano de gerenciamento de resíduos, o que não seria diferente na UTFPR campus Pato Branco.

Segundo a resolução CONAMA nº 358, resíduo químico é todo o material ou substância que possui risco a saúde, ou a flora ou fauna e que pode apresentar características de periculosidade como inflamabilidade, reatividade, toxicidade, material patogênico ou corrosividade.

O programa de gerenciamentos de resíduos (PGR) da UTFPR campus Pato Branco tem como objetivo minimizar o impacto desses resíduos ao meio ambiente ou na saúde humana, para isso é utilizado vários procedimentos para orientar corretamente a gestão dos resíduos, porém essa tarefa é - árdua, é necessário que haja consciência ambiental e que procure a conscientização da comunidade acadêmica, deve sempre estabelecer a regra da responsabilidade objetiva, onde o gerador torna se o principal responsável pelo resíduo gerado, cabendo a ele, portanto, fornecer o tratamento ou disposição final adequada ao resíduo. Dessa maneira, é importante que o gerador adote práticas que visam à prevenção e minimização dos resíduos gerados (UTFPR, 2014).

O PGR busca reduzir ou extinguir os resíduos classificados como perigosos, segundo a CONAMA nº 358, os resíduos são classificados em:

- Resíduos perigosos (Classe I):

São aqueles que, de acordo com a NBR 10.004 de 2004, apresentam algumas das características como: Corrosividade, toxicidade, reatividade, inflamabilidade ou patogenicidade. Alguns tipos de resíduos que se enquadram nesse grupo são os solventes halogenados e os não halogenados, produtos químicos orgânicos e inorgânicos, metais pesados, entre outros.

- Resíduos não perigosos (Classe II):

Resíduos classe II A - Não inertes: aqueles não enquadrados nas classificações dos resíduos de Classe I ou resíduos de classe II B – inertes, como estabelecido pela Norma NBR 10.004. Propriedades como biodegradabilidade, combustibilidade ou solubilidade em água são observadas.

Resíduos classe II B - Inertes: são aqueles que, ao serem submetidos aos testes de solubilização de acordo com a Norma NBR-10.007 da ABNT, não têm nenhum de seus constituintes solubilizados em concentrações superiores aos padrões de potabilidade da água (TEIXEIRA; GAETANI; MANDARINO, 2012).

3.2 RESÍDUOS DE LABORATÓRIO DE QUÍMICA ORGÂNICA

Dentre esses resíduos encontram-se os oriundos de aulas que necessitam a utilização de solventes e reagentes derivados de petróleo, esses resíduos possuem uma maior dificuldade de tratamento devido à necessidade de vidrarias especializadas, por esse motivo o seu tratamento não é realizado e esses são armazenados, para posteriormente uma empresa terceirizada realizar o seu destino final adequado.

3.3 CARACTERIZAÇÃO DOS COMPOSTOS ORGÂNICOS

3.3.1 Teste preliminares

Os primeiros passos para a caracterização das amostras desconhecidas é a determinação de parâmetros físicos como solubilidade, ponto de fusão e de ebulição, porém muitas substâncias apresentam características específicas, a observação dessas características são os testes preliminares.

Os testes preliminares são importantes, pois fornecem informações que pode indicar o composto, facilitando-se a sua identificação. São testes simples como: a cor, o odor e a inflamabilidade.

Cor: Características do grupo funcional ou até mesmo a composição do composto.

Odor: Muitos dos compostos orgânicos possuem odor característico, principalmente os mais voláteis, devido ao seu baixo peso molecular. Porém essa prática é inadequada, pois muitos dos compostos orgânicos podem apresentar riscos a saúde.

Inflamabilidade: Diz-se que um produto é inflamável quando o ponto de fulgor é abaixo dos 70°C. Esse ponto de fulgor é definido como a temperatura na qual o líquido emite vapores que sustentam a combustão. Através do teste de inflamabilidade, pode-se determinar aspectos de diferentes substâncias como saturações através da cor da fumaça, exemplo a coloração preta indica que a substância é um hidrocarboneto saturado, a presença de alguns heteroátomos altera a coloração da chama (SHRINER, 1977).

3.3.2 Testes de solubilidade

O teste de solubilidade possui uma grande importância para a determinação do grupo funcional de um composto desconhecido, devido a sua facilidade e utilizar pequenas quantidades a sua utilização é um dos principais meios para a identificação de parâmetros que possam buscar a identificação de compostos desconhecidos.

A solubilidade está ligada diretamente a estrutura da substância e as forças intermoleculares, compostos polares são solúveis em solventes polares e substâncias apolares são solúveis em solventes apolares que segue a regra empírica de “semelhante dissolve semelhante”. Contudo, a solubilidade é uma propriedade do sistema soluto/solvente é muito dependente da temperatura por isso é necessário ter um parâmetro prévio de comparação a condições normais de temperatura e pressão.

Para a determinação de solubilidade de amostras desconhecidas, então, aplica-se na amostra alguns solventes para verificar o comportamento, os solventes que são utilizados: água, éter etílico, ácido clorídrico diluído, hidróxido de sódio diluído, solução de bicarbonato de sódio e ácido sulfúrico concentrado à frio. Se a amostra desconhecida se dissolve em água, é testado em éter etílico. Se a amostra desconhecida for solúvel, então, determina-se se o composto é ácido ou básico. Se a amostra desconhecida é insolúvel em água, testa-se nas soluções básicas e ácidas como descrito na figura 1.

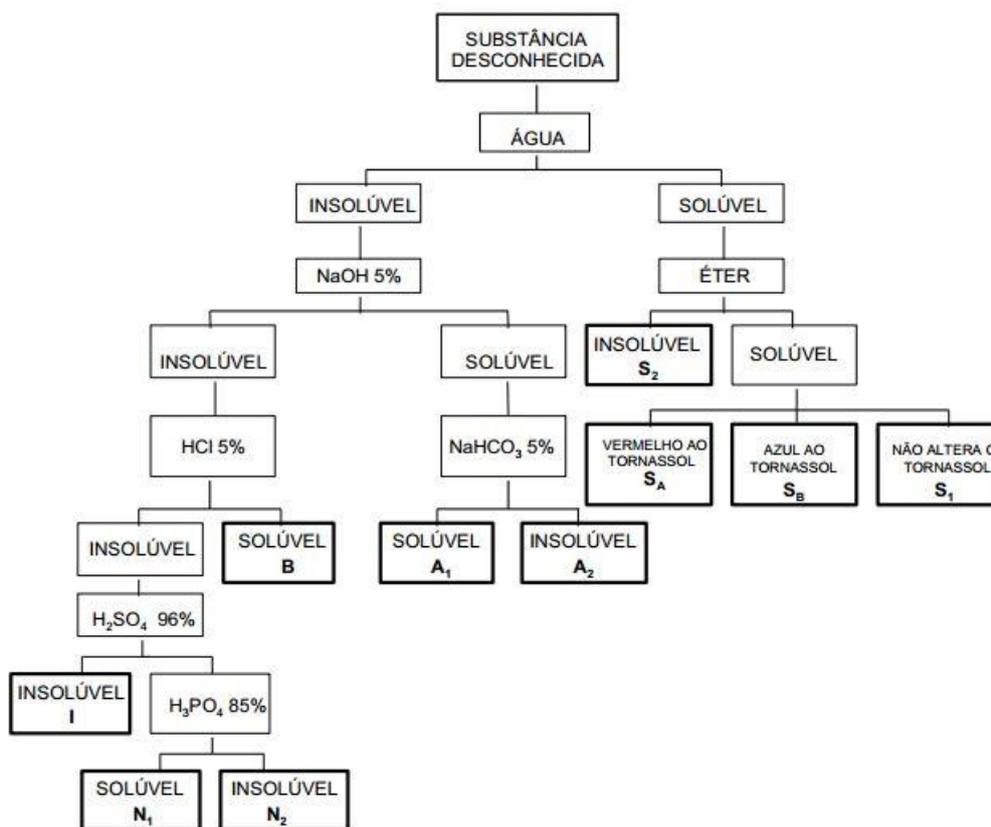


Figura 1 – Teste de Solubilidade

Fonte: <http://s3.amazonaws.com/magoo/ABAAAEIQAAG-0.jpg>

Após o teste, cada substância é agrupada em classe de solubilidade, referente às suas características na tabela 1 é verificado as suas classes com exemplos de alguns compostos.

Tabela 1 – Grupos ou classes de solubilidade

Classes de solubilidade	Exemplos de compostos
S₂	Sais de ácidos orgânicos (RCO_2Na , RSO_3Na), cloridrato de aminas (RNH_3Cl); aminoácidos; compostos polifuncionais como açúcares, compostos poliidroxilados, ácidos polibásicos etc.
AS	Ácidos mocarboxílicos, com cinco átomos de carbono ou menos; ácidos arenossulfônicos.
S_B	Aminas monofuncionais com seis átomos de carbono ou menos.

S₁	Álcoois, aldeídos, cetonas, ésteres, nitrilas e amidas com cinco átomos de carbono ou menos.
A₁	Ácidos orgânicos fortes: ácidos carboxílicos com mais de seis átomos de carbono; fenóis com grupos eletrofílicos em posição orto e para, β -dicetonas.
A₂	Ácidos orgânicos fracos: fenóis, enóis, oximas, imidas, sulfonamidas, tiofenóis, todos com mais de cinco átomos de carbono. As β -dicetonas, os nitrocompostos com hidrogênio em α e as sulfonamidas.
B	Aminas alifáticas com oito ou mais carbonos, anilinas e alguns oxitéres.
MN	Diversos compostos neutros com nitrogênio ou enxofre e mais de cinco átomos de carbono (amidas, sulfetos etc).
N₁	Álcoois, aldeídos, metilcetonas, cetonas cíclicas e ésteres com um só grupo funcional e mais de cinco átomos de carbono, mas menos do que nove; éteres com menos de oito átomos de carbono, epóxidos.
N₂	Alcenos, alcinos, éteres, alguns compostos aromáticos (especialmente os que têm grupos ativantes), cetonas (exceto as citadas na classe N ₁).
I	Hidrocarbonetos saturados, alcanos halogenados, halogenetos de arila, éteres diarílicos, compostos aromáticos sem grupos ativantes.

Fonte: COSTA NETO, 2014

3.3.3 Ponto de fusão e ebulição

Ponto de fusão é a temperatura na qual uma substância passa do estado sólido para o estado líquido em condições normais de temperatura e pressão e ponto de ebulição é temperatura na qual uma substância passa do estado líquido para o estado gasoso em condições normais de temperatura e pressão. Esse teste possui grande valia pois se esses pontos permanecerem constante considera-se o composto possui pureza já que uma substância impura o comportamento difere já que a impureza modifica o ponto de fusão ou de ebulição

Há vários métodos de determinar o ponto de fusão, entre eles alguns são via experimentos de aquecimentos da solução em banho de aquecimento com substância de ponto de ebulição maior, ou aparelhos de resistência elétrica equipados com termômetros. Um dos métodos mais empregado é a técnica de *Siwoloboff* que consiste em - aquecer uma pequena quantidade de substância -em um tubo capilar, próximo a um termômetro, dentro de um tubo de *Thielle*, contendo um líquido que tenha um ponto de ebulição maior que o ponto de fusão ou de ebulição da amostra, deve ter certo cuidado na escolha do banho, já que o mesmo pode - ebulir e por consequência ocorrer acidentes, para maior segurança utiliza óleo vegetal, no qual a temperatura pode chegar a 500°C (SHRINER, 1977).

3.3.4. Análise orgânica qualitativa

Uma das ferramentas importante é a determinação de heteroátomo presente nas amostras além do oxigênio, hidrogênio e carbono. A análise dos heteroátomos são alguns dos passos mais importantes para a identificação das amostras que pode ser facilmente identificada através da fusão com o sódio ou o ensaio de *Lassaigner*.

Este método consiste na fusão de uma amostra desconhecida com sódio metálico, os elementos nitrogênio, enxofre e halogênios são transformados em cianeto de sódio, sulfeto de sódio e halogenetos de sódio, respectivamente, podendo ser detectados prontamente por meio de ensaios específicos da figura 2 (OLIVEIRA; ALMEIDA, 2005).

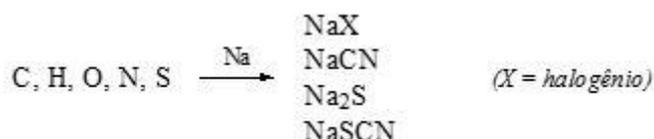


Figura 2 - Reações da fusão do sódio

Fonte: Autoria Própria

3.3.5 Testes específicos

A caracterização às vezes não é possível apenas por esses meios, muitas substâncias possuem características físicas similares ou pode apresentar falta de informações que possa caracterizar com certeza a amostra, para isso existem teste

específico para cada grupo orgânico, sabendo da classe de solubilidade, ponto de fusão e ebulição é possível obter dados concretos de quais substâncias que são testes analíticos qualitativos simples

3.3.6 Testes para múltiplas ligações

Para a caracterização de insaturações (alqueno e alquino) pode serem feitas através de dois ensaios principais, teste de adição de bromo e pela a redução do permanganato de potássio chamado de teste de *Bayer* (SHRINER,1977).

3.3.7 Testes da adição de bromo

Para o ensaio ser considerado positivo é necessário que a solução bromo inicialmente de coloração vermelha torne incolor pois ocorre a formação de dibrometo, isso devido a reação do alceno ou alcino com o bromo. Esse teste baseia nas reações de adição e substituição com o bromo, o que ocorre a liberação de HBr que é insolúvel em solvente não aquosos, reagente bromo-tetracloro, as reações de adição conduzem a um simples descoloramento, enquanto que nas reações de substituição, observa-se também a formação de bolhas (HBr) (SHRINER,1977).

Apenas com esse teste não se pode determinar com certeza que o analito possui insaturações, pois nem todas as insaturações reagem com o bromo, já que pode apresentar falso positivo para alguns alcenos, alguns compostos aromáticos reagem com a solução por meio de substituição com grupos ativantes (-OH, -OR, -NR₂) (SHRINER, 1977).

Acetona e aldeídos podem apresentar falso positivo, a coloração do reagente de bromo desaparece pois ocorre a formação de gás brometo de hidrogênio (SHRINER, 1977).

3.3.8 Teste de *Bayer*

É um teste que baseia na reação de alcenos e alcinos alifáticos com uma solução de permanganato de potássio básica, a formação de um precipitado castanho indica que o ensaio é positivo (SHRINER,1977), como apresentado na figura 3.

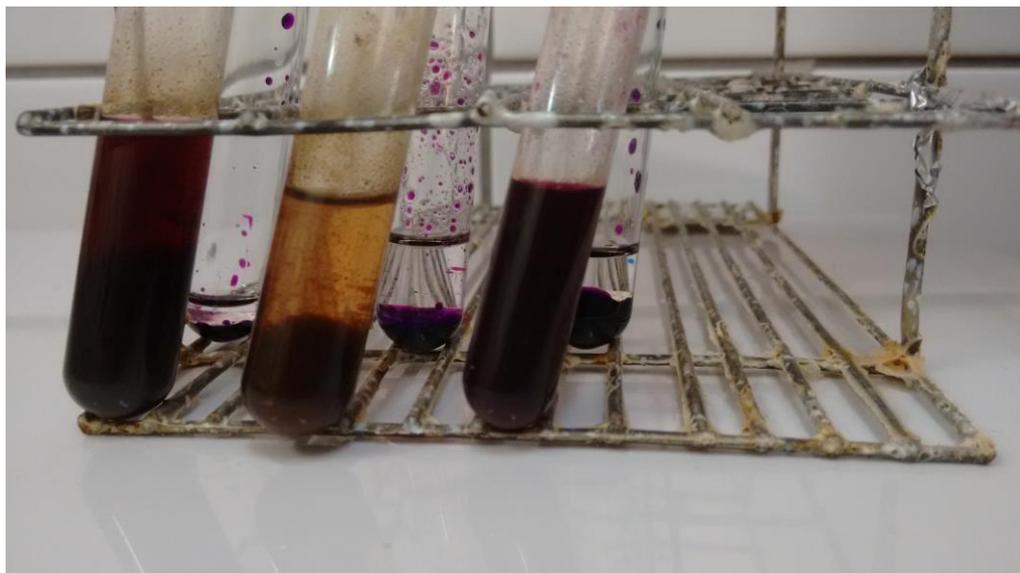


Figura 3 – Teste de Bayer

Fonte: Autoria própria

A mudança na coloração e precipitação é devido a formação de MnO_2 e glicóis, a reação é descrita na figura 4.

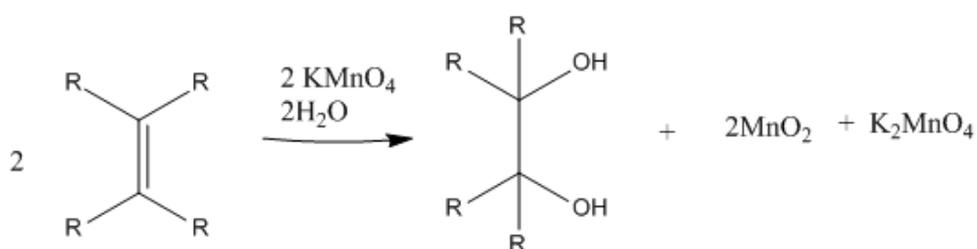


Figura 4- Reações do teste de Bayer.

Fonte: Autoria própria

Assim como o ensaio anterior, o teste de Bayer não é 100%, diversos compostos oxidam na presença de permanganato, por exemplo os ésteres. Pode ser feito misturando-se à solução de permanganato com um pouco de sulfato de magnésio; na medida em que a reação se passa e se formam íons hidroxila, estes são retirados do meio por precipitação de hidróxido de magnésio. O erro em garantir a seletividade do ensaio é certificar que o meio esteja neutro.

3.3.9 Aromaticidade

Para a caracterização de aromaticidade pode serem feitas através de dois ensaios principais, teste de *Le Rosen* e de *Friedel-Crafts*.

3.3.10 Teste de *Le Rosen*

Compostos com núcleo benzênico em sua grande maioria reagem com ácido sulfúrico concentrado e aldeído fórmico ocorrendo a modificação da cor, esse ensaio é conhecido com o teste de *Le Rosen*, as cores variam dependendo da natureza química do composto como segue a tabela 2 (FEIGL, 1958).

Tabela 2 – Coloração do teste de *Le Rosen*

Compostos	Coloração
Ácido gálico	Amarelo-esverdeado
Ácido Salicílico	Vermelho
Benzaldeído	Vermelho
Benzeno	Vermelho
Fenol	Vermelho-violeta
Naftaleno	Verde
α-Naftol	Castanho
Resorcinol	Vermelho
Catecol	Violeta-Avermelhado
Tolueno	Vermelho
Xileno	Vermelho
Hidroquinona	Preto

Fonte: (FEIGL, 1958)

Neste teste, deve ser tomada as seguintes precauções ao realizar o ensaio: sempre realizar o teste apenas com ácido sulfúrico, pois em muitas substâncias ocorre modificação de cor, então deve-se comparar entre o ensaio com aldeído fórmico e ácido sulfúrico e o ensaio com apenas ácido sulfúrico. Outro cuidado que deve ser tomado é que nem todos os compostos aromáticos apresentam resultados positivos, os compostos aromáticos com substituinte elétron afins, como nitro,

carbonila, carboxila etc, além de outros como: anilina, difenil-amina e 8-hidroxiquinolina. Na figura 5 é possível observar o teste feito em algumas substâncias (FEIGL, 1958).

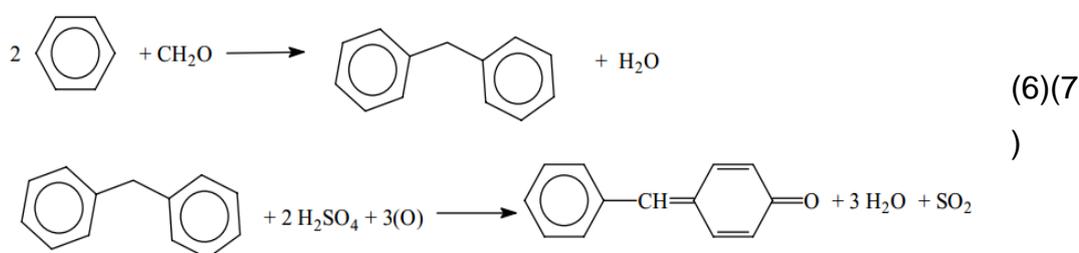


Figura 5 – Le Rosen em hidrocarbonetos

Fonte: Autorial própria

O teste de *Le Rosen* tem uma grande importância, mesmo com alguns limitantes pelo fato que os composto alifáticos não resultam no teste positivo, ou seja, se o ensaio de *Le Rosen* for positivo, o composto, com certeza, é aromático; se, entretanto, for negativo, ele poderá ser alifático ou aromático (YUROW,67).

No mecanismo da reação de *Le Rosen*, o ácido sulfúrico promove a condensação do anel aromático com o formaldeído. O formaldeído então reage com o hidrocarboneto aromático, formando o diarilmetileno. Este é oxidado pelo ácido sulfúrico e resulta em um composto p-quinoidal, colorido. As reações ocorridas com o padrão utilizado são apresentadas na Figura 6 e 7(MCMURRY, 2012):



Figuras 6 e 7. Reação geral de Le Rosen.
Fonte: Autorial própria

3.3.11 Teste de *Friedel-Crafts*

Esse método foi descoberto por Charles Friedel, e seu colaborador norte-americano, James Mason Crafts em 1877, em homenagem a eles o nome desse método se chama *Friedel-Crafts*. As reações de alquilação são aquelas que ocorrem a formação de alquibenzeno, um grupo aromático com um grupo substituinte, podendo ocorrer em anéis aromáticos e haletos orgânicos. A reação geral da alquilação é demonstrada na figura 8 (MCMURRY, 2012).

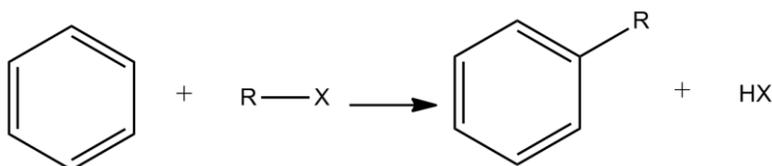


Figura 8. Acetilação.

Fonte: Autoria própria

Um grupo aromático reage com haleto orgânico, nota-se que X representa um haleto, o cloreto de alumínio (AlCl_3), que está na reação na forma de catalisador. Pode-se utilizar outros catalisadores como o cloreto de ferro (FeCl_3).

Segue, na figura 10, o mecanismo da reação de um bezeno com o cloreto de isopropila:

A mudança de coloração da substância após 10 minutos do teste aplicado, indica resultado positivo para compostos aromático, exemplo a figura 9.



Figura 9 - Friedel-Craft ensaio positivo

Fonte: Autoria própria

3.3.12 Determinação de aldeídos e cetonas

Aldeídos e cetonas são compostos que possuem um grupo carbonila, a característica desse grupo é que possuem um átomo de carbono ligada a um oxigênio por dupla ligação.

Para a determinação dos grupos funcionais aldeídos e cetonas foram feitos os seguintes testes com 2,4 dinitrofenilhidrazina, ácido crômico, iodofórmio, reagente de *Tollens* e com cloreto férrico.

3.3.13 Teste de *Brady*

O teste tem como objetivo a identificar a presença de aldeídos ou cetona no analito, através da precipitação da 2,4 dinitrofenilhidrazina em um sólido de coloração entre amarelo a vermelho, o que faz com que esse teste seja importante para identificação de amostra desconhecida é que ele descarta a presença de ésteres.

A coloração diferenciada do precipitado é devido ao grau de insaturações no composto, as que possuem pouco grau de insaturações como por exemplo: cetonas não conjugadas, o precipitado possui uma coloração laranja a vermelho, já em composto que possuem alto grau de insaturações, ocorre a formação de precipitado vermelho, como descrito na figura 10.



Figura 10- Teste com 2,4 Dinitrofenilhidrazina

Fonte: <https://img.fcencias.com/uploads/2014/10/Dinitrofenilhidrazina.jpg>

Os cuidados que devem ser tomados a realizar esse teste é ter certa atenção com a coloração do precipitado já que o reagente 2,4 dinitrofenilhidrazina possui

uma coloração laranja, alguns álcoois alílicos e benzílicos também pode gerar falso positivos

3.3.14 Teste de Jones

O teste se baseia-quando - os aldeídos são oxidados a ácidos carboxílicos, pelo ácido crômico, formando sulfato de cromo III, que precipita com uma coloração verde.

Esse teste deve ser feito em conjunto com o teste de identificação de carbonila, pois álcoois primário e secundário também se oxidam em presença de ácido crômico. Na figura 11 é observável o ensaio positivo.



Figura 12- Teste de Jones

Fonte: <https://img.fciencias.com/uploads/2014/testedejones10/.jpg>

3.3.15 Iodofórmio

O teste se baseia- quando alguns compostos tratados com iodofórmio em solução básica, formam precipitados.

O grupo mais comum de compostos que - apresentam resultados positivos, são as metil-cetonas, porem acetaldeídos e álcoois com a hidroxila na posição 2 da cadeia, também resulta em teste positivo, - figura 12.



Figura 12 – Ensaio positivo para o teste com Iodofórmio

Fonte: Vasconcellos, 2015

3.3.16 Reagente de *Tollens*

O teste baseia-se na redução de nitrato de prata amoniacal no metal prata, A ocorrência de ions metálicos de prata que são reduzidos a prata metálica e consequentemente gerando uma superfície espelhada, que indica o teste positivo, na figura 13

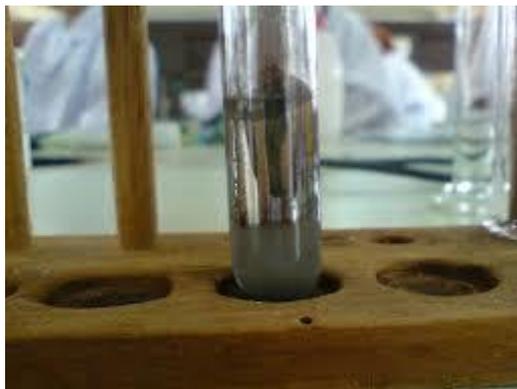


Figura 13– Ensaio positivo para o teste de *Tollens*

Fonte: <https://img.fcencias.com/uploads/2014/10/tollens.jpg>

3.3.17 Ensaios de *Schiff*

O teste baseia-se no descoramento do reagente fucsina, quando tratada com aldeído apresenta uma coloração rósea com certa tonalidade azul violeta.

O teste de *Schiff* sofre decomposição pelo calor e pela ação de bases, por isso deve ser feito o branco paralelamente ao ensaio.

3.3.18 Teste do ácido nitroso

Esse teste é empregado para distinguir aminas aromáticas primárias e aminas alifáticas primária, de aminas secundárias e terciárias. Também diferencia aminas primárias alifáticas, e aromáticas, porém não é possível distinguir as aminas secundárias das terciárias.

As aminas alifáticas primárias, perdem gás nitrogênio em baixa temperatura, enquanto as aminas aromáticas resultam em um sal de diazônio mais estável, que só se dissolve em temperaturas mais elevadas, o sal de diazônio produz um corante vermelho, quando reage com o naftol, diferente das aminas secundárias e terciárias, que produzem um sólido amarelo.

Porém, deve-se ter certo cuidado, já que esse teste apresenta resultado positivo para os outros compostos, como: fenóis, cetonas, tiois e amidas.

3.3.19 Determinação de ésteres e éteres

Os éteres são derivados de ácidos carboxílicos, tendo a fórmula geral descrita na figura14:

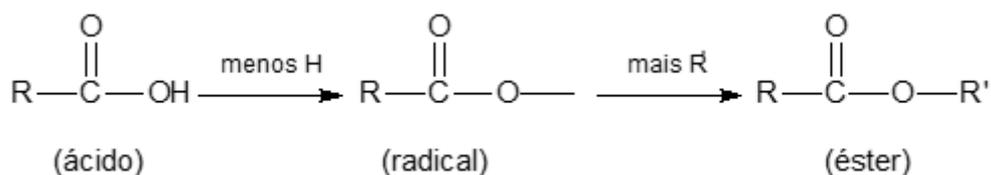


Figura 14 – Formula Geral da reação de formação de ésteres

Fonte: autoria própria

Os dois testes mais empregados, são: o teste com hidroxamato férrico e hidrólise básica, mesmo que os ésteres apresentarem neutros.

3.3.20 Teste do hidroxamato férrico

Os ésteres oriundos de ácidos carboxílicos reagem com a hidroxilamina e assim ocorre a formação de ácidos hidroxâmicos, os quais, quando tratados com solução de cloreto férrico, ocorre a formação de um precipitado vermelho.

3.3.21 Hidrólise básica

Esse procedimento faz com que ocorra uma reação formando um ácido carboxílico, o éster se torna solúvel devido à parte alcoólica, também ocorre à formação de sal de sódio.

3.3.22 Teste de Lucas

Ocorre um aparecimento de um precipitado de um cloreto de alquila que é insolúvel quando um álcool é tratado com o reagente de Lucas (uma mistura de ácido clorídrico e cloreto de zinco) como demonstrado na figura 15 (SHRINER,1977).



Figura 15 – Ensaio de Lucas

Fonte: <https://img.fciencias.com/uploads/2014/10/Lucas.jpg>

3.3.23 Teste de Jones

O teste de *Jones* baseia-se na oxidação de álcoois primários e secundários, pelo ácido crômico a ácidos carboxílicos e cetonas, respectivamente. Álcoois terciários não reagem. A oxidação é acompanhada pela formação de precipitado verde do sulfato crômico. O teste de *Jones* também dá resultado positivo para aldeídos e/ou fenóis (SHRINER, 1977).

3.3.24 Teste do iodofórmio

Substâncias contendo o grupo CH_3CO^- (grupo acetilo) ou CH_3CHOH^- , reagem com solução de iodo em meio fortemente básico, produzindo um precipitado característico de iodofórmio e um íon carboxilato (SHRINER,1977).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 AMOSTRAS DESCONHECIDAS

Ao total foram selecionadas 34 amostras desconhecidas, oriundas das aulas de análises orgânica da UTFPR do campus Pato Branco-PR, nas quais após o uso foram armazenadas, as amostras eram oriundas dos anos de 2014 - 2018 e foram armazenadas em frascos de 50 mL, com volume entre 20 a 40mL, entre elas, tinham 11 amostras sólidas 21 líquidas. Grande parte dos frascos possuíam numeração, - as quais foram mantidas. As amostras foram agrupadas em 4 grupos e ordenadas por letras (A, B, C e D).

4.2 PROCEDIMENTOS

Foram seguidas as seguintes etapas na figura 16.

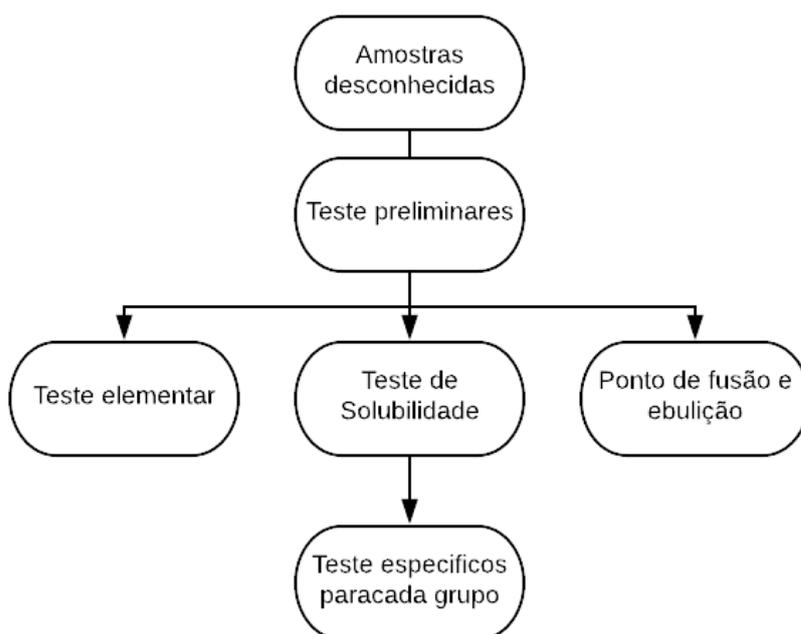


Figura 17 - Fluxograma dos procedimentos

Fonte: Autoria própria

Foram realizados os testes físico-químicos preliminares para todas as amostras, tais como: teste de ignição, cor e odor, e em seguida todas as amostras foram verificadas os pontos de fusão para amostras sólidas e ponto de fusão para amostras líquidas, teste de solubilidade e teste elementar. As amostras foram

divididas em classes, após os testes pré-liminares, foram realizados os testes específicos, para cada grupo de amostras.

4.3 TESTE PRÉ-LIMINARES

Em uma colher de metal contendo a amostra, foram levadas a chama direta uma quantidade de 4 gotas para amostras líquidas e aproximadamente 0,5 gramas de amostras sólidas, por 1 minuto, verificando-se houve ocorrência de mudança de alguma características físico-químicas.

4.4 PONTO DE FUSÃO E EBULIÇÃO

A determinação do ponto de fusão e ebulição será feito pela técnica de *Siwoloboff*, para essa técnica será utilizado tubos capilares, termômetro, tubo *Thiele*, bico de *Bunsen*, óleo vegetal, haste metálica, um tubo de ensaio. Segue o esquema de montagem na figura 17 (Dias, 2014).



Figura 17. Ponto de fusão em microescala (Tubo de *Thiele*)

Fonte: Autoria própria Para o aquecimento do banho no tubo de *Thiele*, será utilizado óleo vegetal, como as amostras são desconhecidas e não se tem o conhecimento do ponto de fusão e ebulição, deve-se tomar precaução ao escolher o líquido do banho, necessita então que o líquido apresente um ponto de ebulição alto, como o ponto de ebulição do óleo vegetal é de 350°C, é considerado o mais adequado (PAVIA 2012).

4.5 SOLUBILIDADE

Determina-se a solubilidade de uma amostra desconhecida através dos testes de solubilidade utilizando 2 gotas ou 0,5 gramas das amostras nos seguintes solventes: éter etílico, água, ácido clorídrico diluído em 10%, hidróxido de sódio diluído em 10% solução de bicarbonato de sódio diluído em 10%, ácido fosfórico diluído em 10% de ácido sulfúrico concentrado à frio.

4.6 ANÁLISE ELEMENTAR

Para o ensaio foi adicionado um pedaço de sódio metálico de aproximadamente 0,2 gramas em um tubo de ensaio, ele deve estar totalmente livre de humidade, leve ao aquecimento até ocorrer a fusão entre o sódio e a amostra desconhecida, e observa-se a coloração intensa do tubo de ensaio (cor rubla), assim imediatamente quebrou-se o tubo de ensaio em um béquer de 100mL contendo 20mL de água destilada e filtra-se essa solução (Licor de Lassaigne), através de diversos testes analíticos simples poderá determinar se a solução contém os seguintes heteroátomos (N, S e Halogênios)(COSTA NETO, 2004).

4.6.1 Determinação de Halogênios

Foi adicionado 2 gotas ou 0,5 gramas de amostras em 3 gotas de ácido nítrico e 2 gotas de nitrato de prata 10%. O resultado é positivo se ocorrer precipitado branco ou amarelo, que representa a presença de halogênio. (PAVIA, 2012)

4.6.2 Distinção entre bromo e iodo

Em um tubo de ensaio foi adicionado 2 gotas ou 0,5 gramas de amostras em 2mL de licor de Lassaigner e acidificado com 3 gotas de uma solução de ácido nítrico 10% em seguida acrescentando 1 mL de tetracloreto de carbono concentrado e em seguida 1 gota de hipoclorito de sódio 10%. O teste apresenta-se positivo quando há o aparecimento da coloração púrpura para o Bromo e amarelo para o Iodo. (PAVIA, 2012)

4.6.3 Determinação de nitrogênio

Em tubo de ensaio foi adicionado 2 gotas ou 0,5 gramas de amostras em 2 mL do licor de *Lassaigner*, adicionando 2 gotas de sulfato ferroso 10% e aquecido ligeiramente, em seguida adicionando 2 gotas de uma solução de cloreto férrico 10% (PAVIA, 2012).

4.6.4 Determinação de Enxofre

Em um tubo de ensaio foi adicionado 2 gotas ou 0,5 gramas de amostras em 2 mL do licor de *Lassaigner*, em seguida adicionando duas gotas de nitroprussiato de sódio. O aparecimento de coloração violácea indica positivo para a presença de enxofre (PAVIA, 2012).

4.6.5 Reação em sulfeto de chumbo

Em um tubo de ensaio foi adicionado 2 gotas ou 0,5 gramas da amostra em 2 mL do licor de *Lassaigner*, em seguida foi adicionado 3 gotas de ácido clorídrico PA. Coloca-se uma tira de papel filtro umedecido com uma solução de acetato de chumbo 10%. A presença de enxofre na amostra será revelada pelo aparecimento de uma coloração escura no papel umedecido com acetato de chumbo. Caso tal coloração não apareça, aquecer, com cuidado, o líquido contido no tubo de ensaio (PAVIA 2012).

4.7 TESTE ESPECIFICOS

Foram realizados testes específicos para as seguintes funções: aromáticos, insaturações (alqueno e alquino), aldeídos e cetonas, aminas e amidas, ésteres e éteres e álcoois

4.7.1 Teste com água de Bromo

Em um tubo de ensaio foi adicionado 2 gotas ou 0,5 gramas de amostra, em seguida adicionou-se algumas gotas da solução de água de bromo, na qual consiste em uma solução de um brometo de sódio acidificada com HCl.

O descoloramento da solução indica que a amostra testada possui insaturações (PAVIA, 2012).

4.7.2 Teste de *Bayer*

Em um tubo de ensaio foi adicionado 2 gotas ou 0,5 gramas e dissolvida em água ou em etanol 96 ° GL, caso a amostra não seja solúvel em água, adiciona-se 3 gotas de permanganato 0,02 Mol/L. Agitou-se o tubo de ensaio durante 1 minuto e verificou-se ocorreu alguma mudança. Ocorrendo a formação de precipitado castanho indica que o teste foi positivo para insaturações (PAVIA, 2012).

4.7.3 Teste de *Le Rosen*

Em um tubo de ensaio foi adicionado 2 gotas ou 0,5 gramas da amostra e em seguida foi adicionado 5 gotas de ácido sulfúrico concentrado, posteriormente foi adicionado o reagente de *Le Rosen*, que consiste em 1 gota de formol e 5 gotas de ácido sulfúrico concentrado. Paralelamente foi realizado um teste em branco, em um outro tubo de ensaio com ácido sulfúrico e o reagente de *Le Rosen*, caso ocorra uma mudança de coloração em relação ao branco, esse teste apresenta positivo para aromaticidade (FEIGL, 1958).

4.7.4 Teste de *Friedel-Crafts*

Em um tubo de ensaio foi adicionado 0,1 gramas de cloreto de alumínio, tampado e levado a chama direta, até que ocorresse total sublimação, em seguida adicionou 2 gotas da amostra, se a amostra for sólida, adiciona-se uma solução com o mínimo de água possível, assim escorreu a amostra pela parede do tubo de ensaio e verificou se ocorreu mudança de coloração (SHRINER, 1977).

4.7.5 Teste da *Brady*

Em tubo de ensaio foi adicionado 2 gotas ou 0,5 gramas da amostra e dissolvida em água ou em etanol 96 ° GL, caso a amostra não seja solúvel em água em seguida foi adicionado 3 gotas de 2,4 dinitrofenilhidrazina. Havendo formação de precipitado vermelho o teste é positivo para compostos carbonilados (SHRINER,1977).

4.7.6 Teste de *Jones*

Em tubo de ensaio foi adicionado 2 gotas ou 0,5 gramas da amostra e dissolvida em água ou em etanol 96 ° GL, caso a amostra não seja solúvel em água em seguida foi adicionado 1mL de acetona concentrada e 1 gota de reagente de *Jones*, no qual consiste em uma solução de 25 gramas de anidrido crômico (CrO_3) em 25 mL de ácido sulfúrico concentrado e 75mL de água. Agitou-se o tubo de ensaio durante 1 minuto e verificou se ocorreu alguma mudança. Havendo de coloração para verde o ensaio é positivo para álcoois primário e secundário e aldeídos (SHRINER,1977).

4.7.7 Iodofórmio

Em tubo de ensaio foi adicionado 2 gotas ou 0,5 gramas da amostra e dissolvida em água ou em etanol 96 ° GL, caso a amostra não seja solúvel em água em seguida foi adicionado 1 mL do hidróxido de sódio 10% e rapidamente adicionado uma solução já preparada de iodo em iodeto de potássio (20 gramas de iodeto de potássio com 10 gramas de iodo em 80mL de água destilada). O aparecimento de um precipitado vermelho indica a presença de grupos carbonila ou álcoois (PAVIA, 2012).

4.7.8 Reagente de *Tollens*

Em tubo de ensaio foi adicionado 2 gotas ou 0,5 gramas da amostra e dissolvida em água ou em etanol 96 ° GL, caso a amostra não seja solúvel em água em seguida foi adicionado 2 mL de reagente de *Tollens* no qual consiste em de uma solução de 2,5 gramas de nitrato de prata, 1 mL de hidróxido de sódio 5% e 1 mL de hidróxido de amônio concentrado. Em seguida o tubo de ensaio foi levado a banho maria durante 3 minutos e deixado em repouso logo após. O surgimento de um precipitado negro ou formação de espelho indica a presença de grupos carbonila (SHRINER,1977).

4.7.9 Ensaio de *Schiff*

Em tubo de ensaio foi adicionado 2 gotas ou 0,5 gramas da amostra e dissolvida em água ou em etanol 96 ° GL, caso a amostra não seja solúvel em água

em seguida foi adicionado 1 mL de fucsina básica. Se após 3 minutos ocorrer mudança de cor para vermelho da solução o teste é positivo para grupos carbonila (PAVIA, 2012).

4.7.10 Teste do ácido nitroso

Em tubo de ensaio foi adicionado 2 gotas ou 0,5 gramas da amostra e dissolvida em água ou em etanol 96 ° GL, caso a amostra não seja solúvel em água em seguida foi adicionado 3 mL de ácido clorídrico concentrado diluído em 5 mL de água, a solução em seguida foi esfriada em banho de gelo em seguida foi adicionado 0,5 gramas de nitrito de sódio e por último adicionado 1 mL de uma solução de 0,1 gramas de alfa-naftol com 5 mL de hidróxido de sódio 5%. o aparecimento de coloração azul indica a presença de nitrogênio (PAVIA, 2012).

4.7.11 Teste do hidroxamato férrico

Em tubo de ensaio foi adicionado 2 gotas ou 0,5 gramas da amostra e dissolvida em água ou em etanol 96 ° GL, caso a amostra não seja solúvel em água em seguida foi adicionado 1 mL de cloridrato de hidroxilamina 0,5 Mol/L (em etanol 5%) e 2 gotas de hidróxido de sódio 6 Mol/L, em seguida a solução formada foi fervida por 2 minutos, após esfriar foi adicionado 2 gotas de HCl 1 Mol/L, adicionando em seguida gotas de uma solução de cloreto férrico 5% M/V até que ocorresse mudança de coloração. (PAVIA, 2012).

4.7.12 Hidrolise básica

Em tubo de ensaio foi adicionado 2 gotas ou 0,5 gramas da amostra e dissolvida em água ou em etanol 96 ° GL, caso a amostra não seja solúvel em água em seguida foi adicionado 7mL de hidróxido de sódio 25% M/V, assim levando a solução em um sistema de refluxo por 2 horas, compostos que resistem a esse tempo podem ser ésteres não reativos ou mesmo não são ésteres, a presença de um odor característico de amônia índia a presença de compostos nitrogenados (PAVIA, 2012).

4.7.13 Teste de Lucas

Em tubo de ensaio foi adicionado 2 gotas ou 0,5 gramas da amostra e dissolvida em água ou em etanol 96 ° GL, caso a amostra não seja solúvel em água em seguida foi adicionado 2mL do reagente de Lucas que consiste em uma solução de cloreto de zinco 10% em ácido clorídrico concentrado em um tubo de ensaio e adicionado 3 gotas das amostras e anotando o tempo e anotando as mudanças se assim ocorresse. Os álcoois terciários reagem imediatamente com o reagente de Lucas e, dada a baixa solubilidade do sal resultante na mistura aquosa, a solução torna-se turva. Os álcoois secundários demoram mais a reagir – a mistura torna-se turva em 5 minutos. Álcoois primários não reagem praticamente nada com o reagente de Lucas à temperatura ambiente (PAVIA, 2012).

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 SOLUBILIDADE

No teste foi verificado a solubilidade do soluto em determinados solventes e realizou-se a observação visual do sistema, para que o soluto fosse considerado solúvel, teria que formar apenas uma fase, já a formação de duas ou mais fases ou formação de precipitado caracteriza que o composto é insolúvel, foram realizado - testes com todas as amostras, como mostrado na tabela 3, à temperatura ambiente de 22°C (Morita, 2007).

Tabela 3 – Grupos de solubilidade das amostras desconhecidas

Amostras	Água	NaOH 5%	HCl 5%	H ₂ SO ₄ 96%	H ₃ PO ₄ 85%	NaHCO ₃ 10%	Éter	Tornassol	Grupo
1 A	I	I	I	S	I	-	-	-	N2
2 A	S	-	-	-	-	-	S	N	S1
5 A	I	I	I	S	I	-	-	-	N2
6 A	S	-	-	-	-	-	I	-	S2
8 A	I	I	I	S	I	-	-	-	N2
10 A	S	-	-	-	-	-	S	N	S1
13 A	I	I	I	I	-	-	-	-	I
14 A	I	S	-	-	-	S	-	-	A1
15 A	I	S	-	-	-	S	-	-	A1

1 B	I	I	I	I	-	-	-	-	I
2 B	S	-	-	-	-	-	S	N	S1
3 B	I	I	I	S	S	-	-	-	N1
4 B	I	I	I	S	S	-	-	-	N1
5 B	I	I	I	S	I	-	-	-	N2
6 B	I	I	I	S	I	-	-	-	N2
7 B	S	-	-	-	-	-	I	-	S2
1 C	I	I	I	S	I	-	-	-	N2
2 C	I	I	I	S	I	-	-	-	N2
3 C	S	-	-	-	-	-	S	N	S1
5 C	I	I	I	S	I	-	-	-	N2
7 C	S	-	-	-	-	-	I	-	S2
10 C	I	S	-	-	-	I	-	-	A2
12 C	I	I	I	I	-	-	-	-	I
13 C	S	-	-	-	-	-	I	-	S2
16 C	I	S	-	-	-	S	-	-	A1
1 D	I	I	I	S	I	-	-	-	N2
2 D	I	I	I	S	I	-	-	-	N2
3 D	S	-	-	-	-	-	S	N	S1
5 D	I	I	I	S	I	-	-	-	N2
7 D	S	-	-	-	-	-	I	-	S2
10 D	I	S	-	-	-	I	-	-	A2
12 D	I	I	I	I	-	-	-	-	I
13 D	S	-	-	-	-	-	I	-	S2
16 D	I	S	-	-	-	S	-	-	A1

I = Insolúvel ao solvente. S = Solúvel ao solvente

Com os dados estabelecidos, foi possível obter a primeira “pista” dos compostos desconhecidos, como exemplo: as amostras que obteve grupo N1, pode ser: álcoois, aldeídos, metilcetonas, cetonas cíclicas e ésteres, contendo um grupo funcional e mais de cinco átomos de carbono, mas menos do que nove; éteres com menos de oito átomos de carbono ou epóxidos.

5.2 PONTO DE FUSÃO E DE EBULIÇÃO

Porém apenas com o teste de solubilidade, ainda não é possível determinar qual grupo funcional a amostra pertence, assim mais testes foram realizados, através do método de *Siwoloboff*, foi possível determinar os pontos de fusão e ebulição das amostras, em segundo momento foi possível comparar algumas substâncias com os valores teóricos de PE e PF (Morita, 2007), tendo o

conhecimento prévio dos reagentes. Os pontos tiveram uma variação de 5 graus para mais e para menos, isso deve aos erros analíticos, tabela 4.

Tabela 4 – Ponto de fusão e de ebulição das amostras desconhecidas.

Amostras	PF	PE	Substancias com PE ou PF semelhantes (°C)
1 A	-	66 °C	Hexano (68,72), Clorofórmio (61,15) e Álcool metílico (64,51)
2 A	-	112 °C	Tolueno (107,89), Piridina (115,58) e Ácido acético (117)
5 A	-	138 °C	Etil-Benzeno (136,16), p-Xileno (138,35) e anidro acético (140)
6 A	-	78 °C	Tetracloroeto de carbono (76,75), Etanol (78,32), Metil-Etil-Cetona (79,5), Benzeno (80,1), Ciclo-Hexano (80,78), aceto nitrila (81,6), álcool isopropílico (82,4) e Álcool terc-Butilico (82,41) e Ciclo-Hexeno (82,6)
8 A	-	79 °C	Tetracloroeto de carbono (76,75), Etanol (78,32), Metil-Etil-Cetona (79,5), Benzeno (80,1), Ciclo-Hexano (80,78), aceto nitrila (81,6), álcool isopropílico (82,4) e Álcool terc-Butilico (82,41) e Ciclo-Hexeno (82,6)
10 A	131 °C	-	Ácido acetil salicílico (136), Ureia (133)
13 A	56 °C	-	Parafina (59)
14 A	133 °C	-	Ácido acetil salicílico (136) Ureia (133)
15 A	161 °C	-	Ácido salicílico (157)
1 B	58 °C	-	Naftaleno (66)
2 B	-	81 °C	Tetracloroeto de carbono (76,75), Etanol (78,32), Metil-Etil-Cetona (79,5), Benzeno (80,1), Ciclo-Hexano (80,78), aceto nitrila (81,6), álcool isopropílico (82,4) e Álcool terc-Butilico (82,41) e Ciclo-Hexeno (82,6)
3 B	-	59 °C	Acetona (56,24), acetato de metila (56,32), clorofórmio (61,15), álcool amílico (64,5)
4 B	-	147 °C	Anidrido acético (147) o-Xileno (144,4)
5 B	-	78 °C	Tetracloroeto de carbono (76,75), Etanol (78,32), Metil-Etil-Cetona (79,5), Benzeno (80,1), Ciclo-Hexano (80,78), aceto nitrila (81,6), álcool isopropílico (82,4) e Álcool terc-Butilico (82,41) e Ciclo-Hexeno (82,6)
6 B	-	83 °C	Tetracloroeto de carbono (76,75), Etanol (78,32), Metil-Etil-Cetona (79,5), Benzeno (80,1), Ciclo-Hexano (80,78), aceto

			nitrila (81,6), álcool isopropílico (82,4) e Álcool terc-Butilico (82,41) e Ciclo-Hexeno (82,6)
7 B	-	116 °C	Tolueno (107,89) Piridina (115,58) ácido acético (117)
1 C	-	78 °C	Tetracloroeto de carbono (76,75), Etanol (78,32), Metil-Etil-Cetona (79,5), Benzeno (80,1), Ciclo-Hexano (80,78), aceto nitrila (81,6), álcool isopropílico (82,4) e Álcool terc-Butilico (82,41) e Ciclo-Hexeno (82,6)
2 C	-	138 °C	*
3 C	-	77 °C	Tetracloroeto de carbono (76,75), Etanol (78,32), Metil-Etil-Cetona (79,5), Benzeno (80,1), Ciclo-Hexano (80,78), aceto nitrila (81,6), álcool isopropílico (82,4) e Álcool terc-Butilico (82,41) e Ciclo-Hexeno (82,6)
5 C	-	115 °C	Tolueno (107,89) Piridina (115,58) ácido acético (117)
7 C	-	110 °C	Tolueno (107,89) Piridina (115,58) ácido acético (117)
10 C	-	134 °C	Etil-Benzeno (136,16), p-Xileno (138,35), anidro acético (140) ³
12 C	158 °C	-	Ácido salicílico (156)
13 C	160 °C	-	Ácido salicílico (156)
16 C	128 °C	-	Ácido acético (120) Ureia (133)
1 D	-	81 °C	Tetracloroeto de carbono (76,75), Etanol (78,32), Metil-Etil-Cetona (79,5), Benzeno (80,1), Ciclo-Hexano (80,78), aceto nitrila (81,6), álcool isopropílico (82,4) e Álcool terc-Butilico (82,41) e Ciclo-Hexeno (82,6)
2 D	-	122 °C	Tolueno (107,89) Piridina (115,58) ácido acético (117)
3 D	-	75 °C	Tetracloroeto de carbono (76,75), Etanol (78,32), Metil-Etil-Cetona (79,5), Benzeno (80,1), Ciclo-Hexano (80,78), aceto nitrila (81,6), álcool isopropílico (82,4) e Álcool terc-Butilico (82,41) e Ciclo-Hexeno (82,6)
5 D	-	110,5 °C	Tolueno (107,89) Piridina (115,58) ácido acético (117)
7 D	-	112 °C	Tolueno (107,89) Piridina (115,58) ácido acético (117)
10 D	-	127 °C	Etil-Benzeno (136,16), p-xileno (138,35), anidro acético (140) ³
12 D	149 °C	-	Dextrose (146)
13 D	156 °C	-	Ácido salicílico (156)
16 D	129 °C	-	Dextrose (146), ácido acetil salicílico (136), Ureia (133)

*Nenhuma amostra com valor próximo

Esse teste possui grande valia, com ele foi possível esclarecer qual a amostra mais provável, já que em relação ao ponto de fusão e ebulição, muitas substâncias são distintas, assim a sua identificação é facilitada, porém ainda não é possível ser determinada com exatidão, já que pode apresentar erros como pressão, altitude do local, visualização ou calibração de equipamentos, é possível também as amostras apresentarem pontos de fusão e ebulição próximos, assim podendo ter um resultado falso.

5.3 TESTE ANALITICOS QUALITATIVOS

Foram aplicados testes específicos para cada grupo funcional, encontrado no teste de solubilidade. Testes analíticos qualitativos simples com os quais é possível verificar características de certas substâncias e grupos funcionais. As amostras que apresentavam similaridades dos grupos funcionais foram testadas, assim verificando resultados positivos para os seguintes, tabela 5.

Tabela 5 – Resultados dos testes analíticos

Teste	Ensaio positivos
Aromaticidade	
Le Rosen	2A, 5A, 5B, 8B, 5C
Múltiplas ligações	
Teste de Bayer	1A, 2A, 5A, 12A, 5B, 5C e 8C
Cetona aldeídos	
2,4-Dinitro-Fenil-Hidrazina	7A, 7D
Jones	7D
Iodofórmio	7D
Ácidos carboxílicos	
Nitrato de prata	16A, 13B, 14B, 15B, 13D e 15D
Bicarbonato de sódio	16A, 13B, 15B, 13D e 14D
Amida e aminas	
Hidrolise básica	7A, 6B, 7B, 10C e 2D
Teste do ácido nitroso	7A, 6B, 10C e 10D

Ésteres e éteres

Hidroxamato férrico 3D

Álcoois

Teste de Lucas 3A, 2B, 2C, 6D

Teste de Jones 3A, 2B, 2C, 6D

Teste do iodofórmio 3A, 2B, 2C, 6D

Os testes aplicados apresentaram grandes informações, nas quais foram possíveis identificar substâncias, comparando com os dados teóricos, com precisão aceitável, sendo que as amostras 1A e 2C, tiveram resultados com maiores variáveis *de resultados, tornando-se assim a sua identificação questionável.*

Tabela 6– Amostras e possíveis compostos.

Número da amostra	Função	Solubilidade	PF	PE	Possíveis compostos
1A	Hidrocarboneto	N2	-	66 °C	Hexeno/hexano
2A	Hidrocarboneto	N2	-	112 °C	Tolueno
3A	Álcool	S1	-	138°C	Álcool amílico
5A	Hidrocarboneto	N2	-	78 °C	Ciclo hexano
7A	Cetona	S2	-	79 °C	Butanona
10A	Ácido orgânico	A2	131°C	-	Ácido acetil salicílico
12A	Hidrocarboneto	I	56°C	-	Parafina
13A	Amida	S2	133°C	-	Ureia
16A	Ácido orgânico	A1	161°C	-	Ácido salicílico

Número da amostra	Função	Solubilidade	PF	PE	Possíveis compostos
1B	Acetato de etila	N2	-	78°C	Acetato de etila
2B	Álcool	S1	-	138°C	Álcool amílico
5B	Hidrocarboneto	N2	-	77°C	Ciclo hexano
6B	Amina	S2	-	115°C	Etileno de amina

8B	Hidrocarboneto	I	-	110°C	Tolueno
10B	Amida	S1	-	134°C	Ureia
13B	Ácido orgânico	I	158°C	-	Ácido cítrico
14B	Ácido orgânico	A1	160°C	-	Ácido salicílico
15B	Ácido orgânico	A1	128°C	-	Ácido acetilsalicílico
Número da amostra	Função	Solubilidade	PF	PE	Possíveis compostos
1C	Hidrocarboneto	I	58°C	-	Parafina
2C	Cetona	S1	-	81°C	Metiletilacetona
3C	Ester	N1	-	59°C	Acetato de metila
4C	Polifuncionais	S2	-	147°C	Dextrose
5C	Hidrocarboneto	N2	-	78°C	Ciclo hexano
6C	Hidrocarboneto	N2	-	83°C	Benzeno
7C	Amina	S2	-	116°C	Etileno diamina
Número da amostra	Função	Solubilidade	PF	PE	Possíveis compostos
1D	Hidrocarboneto	N2	-	66 °C	Hexeno/hexano
2D	Hidrocarboneto	N2	-	112 °C	Tolueno
3D	Álcool	S1	-	138°C	Álcool amílico
5D	Hidrocarboneto	N2	-	78 °C	Ciclo Hexano
7D	Cetona	S2	-	79 °C	Butanona
10D	Ácido orgânico	A2	131°C	-	Ácido acetil salicílico
12D	Hidrocarboneto	I	56°C	-	Parafina
13D	Amida	S2	133°C	-	Ureia
16D	Ácido orgânico	A1	161°C	-	Ácido salicílico

Após a identificação das amostras desconhecidas, estas ficaram disponíveis para utilização em aulas de análises orgânica (AO37QB).

6 CONCLUSÕES

A realização deste trabalho permitiu caracterizar e reutilizar 32 amostras, de um total de 34 amostras, sendo 94,1 % de eficácia de trabalho. Ainda mostrou a forma de identificar, caracterizar e reutilizar os resíduos que são oriundos principalmente do final das aulas de análises químicas, relacionadas basicamente ao processamento das substâncias testes em práticas de ensino com os produtos utilizados para a efetivação dos resultados.

Porem, para uma melhor exatidão, recomenda-se o auxílio de termômetros calibrados e análises instrumentais, tais como: espectroscopia no infravermelho e espectroscopia de massas.

Portanto este trabalho é parte de um sistema de gerenciamento de resíduos implantado na instituição, muitos aspectos positivos são destacados com a prática das suas atividades, mas entre estes podemos destacar – a diminuição dos gastos com a compra de reagentes e insumos de uso excedente nos estudos detectados pela técnica de recuperação dos compostos orgânicos de alto valor agregado; desenvolvimento de técnicas de tratamento para redução, reciclagem e reutilização dos resíduos de química orgânica; minimização da exposição aos riscos dos funcionários envolvidos nos estudos quanto aos atributos de saúde ocupacional. Como aspectos positivos, o sistema mostra a importância das preocupações para se estabelecer o gerenciamento dos seus resíduos, podem perpetuar e disseminar novas atitudes e condutas benéficas ao meio ambiente quando incentivadas pelos responsáveis deste seguimento e aplicadas pelos funcionários e alunos diretamente envolvidos na continuidade e melhoria dos sistemas. O trabalho apresentado é um exemplo em que o uso de experimentos de aulas, aliado ao embasamento teórico.

REFERÊNCIAS

ALBERGUINI, L. B. A. et al. **Laboratório de Resíduos Químicos do Campus USP-São Carlos – Resultados da experiência pioneira em gestão e gerenciamento de resíduos em um campo universitário.** Química Nova, São Paulo, v. 26, n. 2, p. 291-295, fev. 2003.

ARRUDA, H. J. DE. **IMPLANTAÇÃO DO PROGRAMA DE GERENCIAMENTO DE RESÍDUOS NOS.** v. d, n. 20 I, p. 1–5, 2012.

BRIAN, F. **Vogel - Practical Organic Chemistry - 5th edition**, 1989.

CANDEIA, R. A. **Segurança no laboratório.** 2014.

COSTA NETO, Claudio. **Análise orgânica: métodos e procedimentos para a caracterização de organoquímicos.** Rio de Janeiro: Editora UFRJ, 2004.

da CUNHA, Carlos Jorge. **"O programa de gerenciamento dos resíduos laboratoriais do Depto de Química da UFPR."** *Quim. Nova* 24.3 (2001): 424-427.

DIAS, Flaviana Rodrigues Fintelman et al. **Resgatando um método eficiente para determinação do ponto de ebulição de substâncias orgânicas: percolador versus siwoloboff.** *Quim. Nova*, v. 37, n. 5, p. 915-918, 2014.

FEIGL F. & JUNGREIS, E. **Microdetection of hydrogen in organic compounds.** *Mikrochim. Acta* p. 812 1958

FERREIRA, Antônio. **Ácido – o que vem a sua mente quando escuta essa palavra?** Disponível em: <<http://www.ensinandoeaprendendo.com.br/quimica/acido-base-hidrolise-proteina/>>. Acesso em: 10 jun. 2018.

JARDIM, W. DE F. **GERENCIAMENTO DE RESÍDUOS QUÍMICOS.** 1998.

MARTINS, C. R.; ARAÚJO, W.; BITTENCOURT, J. *Quim. Nova*, v. 36, n. 8, p. 1248–1255, 2013.

MAYO, D. W.; PIKE, R. M.; FORBES, D. C. **Microscale Organic Laboratory: With Multistep and Multiscale Syntheses.** 5th. ed.

MOREIRA, P. **Gerenciamento De Resíduos Químicos Nas Universidades Federais Brasileiras.** 2014.

MORITA, T. (2007). **Manual de soluções, reagentes e solventes.** São Paulo: E. Blucher.

MUNIZ, H. S. **Relatorio de estágio**, 2016.

OLIVEIRA, A.; ALMEIDA, D. **RECUPERAÇÃO DE COMPOSTOS**

ORGÂNICOS VOLÁTEIS (COVs) EMITIDOS NO PROCESSO DE PRODUÇÃO DE TUBOS FOTORRECEPTORES ORGÂNICOS. 2001

PAVIA, D., Lampman, G., Kriz, G. and Engel, R. (n.d.). *Química orgânica experimental*. 2012

PROGRAMA DE GERENCIAMENTO DE RESÍDUOS. **Programa de Gerenciamento de Resíduos**, p. 1–13, 2013.

SOLOMONS, T. W. Graham; Fryhle, Craig B. **Química Orgânica, vol. 1 e 2**. 9 ed. LTC, 2009.

SHRINER, R. L.; FUSON, R. C.; CURTIN, D. Y. **Identificación Sistemática de compuestos orgánicos**, 1977.

TEIXEIRA, I. M. V.; GAETANI, F.; MANDARINO, A. S. B. **Resoluções vigentes publicadas entre setembro de 1984 e janeiro de 2012. Ministério do Meio Ambiente**, n. Especial Brasília, p. 376–422, 2012.

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ. **Programa de gerenciamento de resíduos laboratoriais**. Pato Branco, 2014. Disponível em: <<http://www.utfpr.edu.br/patobranco/estrutura-universitaria/diretorias/dirplad/sistema-de-gerenciamento-de-residuos/plano-de-gestao-de-residuos-quimicos-utfpr/view>>. Acesso em 16 nov. 2017

YUROW, Harvey W.; SASS, Samuel. **Lead (IV) and thallium (III) acetates in trifluoroacetic acid as spot test reagents for aromatic compounds**. *Microchemical Journal*, v. 12, n. 2, p. 207-217, 1967

WARE, S. A., **Teaching chemistry from a societal perspective**, *Pure Applied Chemistry*, 2001, 73, 1247–1250.