

- Gosselin, R. E., Smith, R. P., and Hodge, H. C. *Clinical Toxicology of Commercial Products*, 5th ed. Baltimore, MD: Williams & Wilkins, 1984.
- Lenga, R. E., ed. *The Sigma-Aldrich Library of Chemical Safety Data*. Milwaukee, WI: Sigma-Aldrich, 1985.
- Lewis, R. J. *Carcinogenically Active Chemicals: A Reference Guide*. New York: Van Nostrand Reinhold, 1990.
- Lewis, R. J., *Sax's Dangerous Properties of Industrial Materials*, 8th edition, New York: Van Nostrand Reinhold, 1992.
- The Merck Index*, 13th ed. Rahway, NJ: Merck and Co., 2001.
- Prudent Practices in the Laboratory: Handling and Disposal of Chemicals*. Washington, DC: Committee on Prudent Practices for Handling, Storage, and Disposal of Chemicals in Laboratories, Board on Chemical Sciences and Technology, Commission on Physical Sciences, Mathematics, and Applications, National Research Council, National Academy Press, 1995.
- Renfrew, M. M., ed. *Safety in the Chemical Laboratory*. Easton, PA: Division of Chemical Education, American Chemical Society, 1967–1991.
- Safety in Academic Chemistry Laboratories*, 4th ed. Washington, DC: Committee on Chemical Safety, American Chemical Society, 1985.
- Sax, N. I., and Lewis, R. J. *Dangerous Properties of Industrial Materials*, 7th ed. New York: Van Nostrand Reinhold, 1988.
- Sax, N. I., and Lewis, R. J., eds. *Rapid Guide to Hazardous Chemicals in the Work Place*, 2nd ed. New York: Van Nostrand Reinhold, 1990.

### Endereços úteis da internet relacionados à segurança

Interactive Learning Paradigms, Inc.

<http://www.ilpi.com/msds/>

Excelente endereço geral para MSDSs. O endereço lista fabricantes e fornecedores de produtos químicos. A seleção de um endereço levará você diretamente ao ponto necessário para obter um MSDS. Muitos dos endereços listados requerem que você se registre para obter o MSDS de um determinado produto químico. Peça ao supervisor de segurança de seu departamento ou faculdade para obter a informação para você.

Acros chemicals and Fisher Scientific

<https://www1.fishersci.com/>

Alfa Aesar

<http://www.alfa.com/alf/index.htm>

Cornell University, Department of Environmental Health and Safety

<http://msds.pdc.cornell.edu/msdssrch.asp>

Esta é uma base acessível com mais de 325.000 MSDS. Não se exige registro.

Eastman Kodak

<http://msds.kodak.com/ehswww/external/index.jsp>

EMD Chemicals (antigamente EM Science) and Merck

[http://www.emdchemicals.com/corporate/emd\\_corporate.asp](http://www.emdchemicals.com/corporate/emd_corporate.asp)

J. T. Baker and Mallinckrodt Laboratory Chemicals

<http://www.jtbaker.com/asp/Catalog.asp>

O National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH) tem um excelente endereço que inclui bancos de dados e informações, inclusive novos endereços:

<http://www.cdc.gov/niosh/topics/chemical-safety/default.html>

Sigma, Aldrich and Fluka

[http://www.sigmaaldrich.com/Area\\_of\\_Interest/The\\_Americas/United\\_States.html](http://www.sigmaaldrich.com/Area_of_Interest/The_Americas/United_States.html)

VWR Scientific Products

<http://www.vwrsp.com/search/index.cgi?tmpl5msds>

## TÉCNICA 2

### O Caderno de Laboratório, Cálculos e Registros de Laboratório

Mencionamos, na Introdução deste livro, a importância da preparação prévia para tornar mais eficiente o trabalho de laboratório. Apresentamos aqui algumas sugestões de informações específicas que você deveria tentar obter no estudo prévio. Como uma grande parte destas informações devem ser obtidas enquanto você estiver preparando o caderno de laboratório, os dois assuntos, estudo prévio e preparação do caderno, são desenvolvidos simultaneamente.

Uma parte importante do trabalho de laboratório é aprender a manter um registro completo de cada experimento e de cada dado obtido. Com muita frequência, o registro descuidado de dados e observações leva a erros, frustrações e perda de tempo devidos à repetição desnecessária de experimentos. Quando relatórios são exigidos, você descobrirá que a obtenção e o registro correto de dados podem facilitar muito o processo de escrevê-los.

Problemas especiais decorrem do fato de que as reações orgânicas raramente são quantitativas. Com frequência, os reagentes devem ser usados em grande excesso para aumentar a quantidade de produto. Alguns reagentes são dispendiosos e, portanto, deve-se ter muito cuidado na medida das quantidades dessas substâncias. Muitas reações indesejáveis frequentemente ocorrem. Estas reações a mais, ou **reações laterais**, formam produtos indesejáveis. Estes produtos são chamados de **subprodutos**. Estes problemas mostram por que você deve planejar cuidadosamente o procedimento experimental antes de fazer o experimento no laboratório.

## 2.1 O CADERNO DE LABORATÓRIO

Use um *caderno de folhas presas*, numeradas, para registrar dados e observações durante os experimentos. Se as folhas não estiverem numeradas, faça isso antes de qualquer coisa. Um caderno preso por uma espiral ou um caderno do qual pode-se remover facilmente as folhas não é aceitável porque a probabilidade de extraviá-las é alta.

Todos os resultados e observações devem ser registradas no caderno. Toalhas de papel, guardanapos ou papel de rascunho perdem-se ou são destruídos com facilidade. É uma prática de laboratório ruim usar este tipo de papel. Todas os registros devem ser feitos com *tinta permanente*. É frustrante quando informações importantes desaparecem do caderno porque foram registradas com tinta lavável ou lápis e não resistem a um banho acidental provocado pelo colega ao lado. Como você estará usando este caderno no laboratório, ele ficará sujo ou manchado por produtos químicos, cheio de anotações riscadas ou mesmo chamuscado. Espera-se que isto aconteça, pois é parte normal do trabalho de laboratório.

Seu professor pode verificar seu caderno de laboratório a qualquer momento; logo, mantenha-o atualizado. Se o professor pedir relatórios, será mais fácil prepará-los a partir dos dados registrados no caderno.

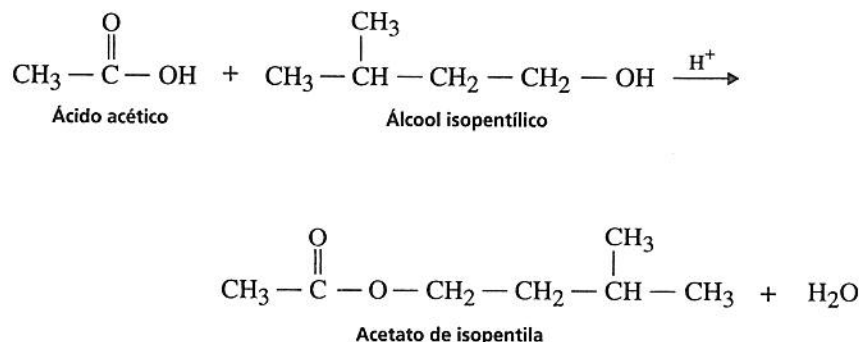
## 2.2 FORMATO DO CADERNO DE LABORATÓRIO

### A. Preparação prévia

Cada professor prefere um formato diferente de caderno de laboratório. Esta variedade vem de experiências e filosofias de trabalho diferentes. Obtenha instruções de seu professor sobre como organizar seu caderno de laboratório. Certos aspectos, entretanto, são comuns aos vários formatos possíveis. A discussão a seguir indica o que deve ser incluído em um caderno de laboratório típico.

Seria muito útil, e você poderia ganhar muito tempo de laboratório, se, antes de chegar ao laboratório, você soubesse, para cada experimento, as reações principais, as possíveis reações laterais, o mecanismo e a estequiometria e se você compreendesse bem o procedimento e a teoria por trás dele. Entender o procedimento pelo qual o produto desejado será separado de materiais indesejáveis também é muito importante. Se você estudar cada um desses tópicos antes de chegar ao laboratório, estará preparado para fazer o experimento com eficiência. Você terá seu equipamento e seus reagentes preparados no momento do uso. O material de referência estará à disposição quando for necessário. Por fim, o controle eficiente do tempo permitirá que você use com vantagens os longos períodos de reação ou refluxo para fazer outras operações, tais como fazer experimentos mais curtos ou finalizar os inacabados.

Nos experimentos em que um composto é sintetizado a partir de outros reagentes, isto é, nos **experimentos preparativos**, é essencial conhecer a reação principal. Para fazer cálculos estequiométricos, você deve equilibrar a equação da reação principal. Portanto, antes de começar o experimento, seu caderno já deveria ter a equação equilibrada da reação pertinente. Usando a preparação do acetato de isopentila, ou óleo de banana, como exemplo, você deveria escrever:



Antes de começar o experimento, escreva no caderno de laboratório as reações laterais possíveis que transformam os reagentes em contaminantes (subprodutos). Você terá de separar estes subprodutos do produto principal durante a purificação.

Liste no caderno constantes físicas como pontos de fusão, pontos de ebulição, densidades e pesos moleculares quando essas informações forem necessárias para fazer o experimento ou para efetuar cálculos. Você encontrará essas informações em fontes como *CRC Handbook of Chemistry and Physics*, *The Merck Index*, *Lange's Handbook of Chemistry*, ou *Aldrich Handbook of Fine Chemicals*. Registre em seu caderno de laboratório, antes da aula, as constantes físicas necessárias para um experimento.

A preparação prévia também inclui o estudo de alguns assuntos, informações não necessariamente registradas no caderno de laboratório, que poderão ser úteis para a compreensão do experimento. Dentre esses assuntos estão a compreensão do mecanismo da reação, o estudo de outros métodos de preparação da mesma substância e o estudo detalhado do procedimento experimental. Muitos estudantes descobrem que um esquema do procedimento, preparado *antes* de chegar ao laboratório, ajuda-os a usar seu tempo mais eficientemente, uma vez começado o experimento. Esse esquema deve ser preparado em uma folha separada, e não, no caderno de laboratório.

Após completar a reação, o produto desejado não aparece magicamente em sua forma pura. Ele deve ser isolado de uma mistura, freqüentemente complexa, de subprodutos, material que não reagiu, solventes e catalisadores. Você deve tentar escrever em seu caderno um **esquema de separação** do produto de seus contaminantes. Você deve tentar entender a razão das instruções dadas em uma etapa do procedimento experimental. Isto não só irá familiarizá-lo com as técnicas básicas de separação e purificação usadas na química orgânica, como também irá ajudá-lo a compreender o uso dessas técnicas. Este esquema pode tomar a forma de um fluxograma. Vide, por exemplo, o esquema de separação do acetato de isopentila (Figura 2.1). A atenção cuidadosa que você der à compreensão da separação, além de familiarizá-lo com os procedimentos usados no isolamento do produto desejado, pode prepará-lo para fazer pesquisas originais, em que não existem procedimentos experimentais preestabelecidos.

Ao propor um esquema de separação, observe que ele resume as etapas a serem feitas após o término da reação. Por isto, ele não inclui etapas como a adição de reagentes (álcool isopentílico e ácido acético) e de catalisador (ácido sulfúrico) ou o aquecimento da mistura de reação.

Algumas das informações descritas nesta seção não se aplicam ao caso de experimentos em que um composto é isolado de uma dada fonte, e não, preparado a partir de outros reagentes. Estes experimentos são chamados de **experimentos de isolamento**. Um experimento de isolamento típico envolve a obtenção de uma substância pura a partir de uma fonte natural. São exemplos o isolamento da cafeína do chá ou do cinamaldeído do cravo-da-Índia. Embora a preparação prévia dos experimentos de isolamento seja um pouco diferente, ela pode incluir as constantes físicas do composto a isolar e a proposta de um processo de isolamento. O estudo detalhado do esquema de separação é, neste caso, muito importante, porque ela é o centro deste tipo de experimento.

## B. Registros de laboratório

Quando você começar o experimento, mantenha seu caderno por perto de modo que você possa registrar as operações que está fazendo. No laboratório, o caderno serve de registro aproximado do seu método experimental. Dados de pesagens, volumes e constantes físicas também devem ser anotados. Esta parte de seu

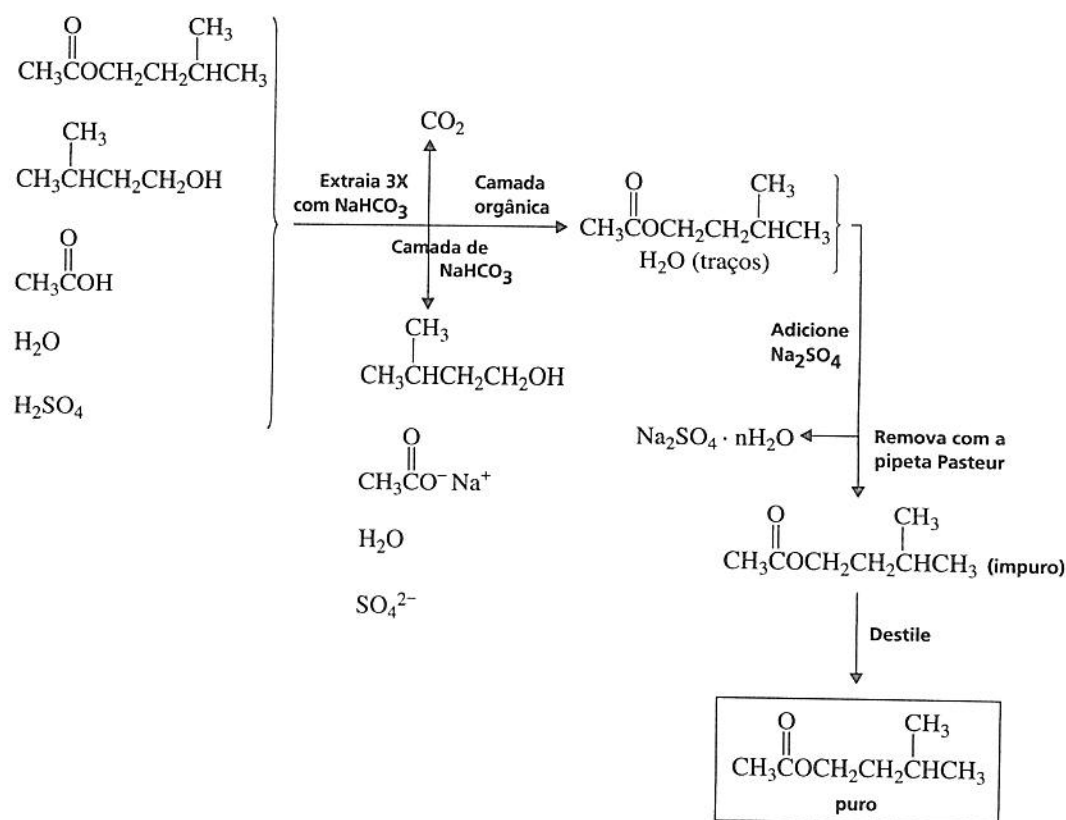


Figura 2.1 Esquema de separação do acetato de isopentila.

caderno de laboratório *não* deve ser preparada antes. O objetivo não é escrever uma receita, mas registrar o que você *fez* e o que você *observou*. Isto permitirá que você escreva o relatório sem recorrer à memória. Esses registros ajudarão outras pessoas a repetir o experimento da maneira mais semelhante possível.

A amostra de caderno de laboratório encontrada nas Figuras 2.2 e 2.3 ilustra o tipo de dados e observações que você deve registrar em seu caderno.

Quando seu produto tiver sido preparado e purificado, ou isolado, no caso de um experimento de isolamento, registre os dados pertinentes, como pontos de fusão ou de ebulição da substância, densidade, índice de refração e condições de determinação dos espectros.

### C. Cálculos

Escreve-se a equação química da conversão total dos materiais de partida em produtos imaginando-se a estequiometria simples ideal. Na verdade, isto raramente acontece. Reações laterais ou reações em competição ocorrem e dão produtos diferentes. Em algumas reações de síntese, um estado de equilíbrio será atingido, e uma quantidade apreciável do material de partida ainda estará presente e poderá ser recuperada. Uma certa quantidade do reagente também pode estar presente, em excesso, se a reação não se completar. Quando ela envolve um reagente muito caro, temos uma boa razão para querer saber até onde um determinado tipo de reação converte reagentes em produtos. Em um caso como este, é preferível usar o método mais eficiente para obter a conversão. Por isso, informações acerca da eficiência de conversão das várias reações possíveis é importante para a pessoa que pretende usá-las.

A expressão quantitativa da eficiência de uma reação é dada pelo seu **rendimento**. O **rendimento teórico** é o número de gramas do produto esperado para a reação na base da estequiometria ideal, ignorando as reações laterais, a reversibilidade e as perdas. Para calcular o rendimento teórico é preciso primeiro determinar o **reagente limitante**. O reagente limitante é o reagente que não está presente em excesso e do qual depende o rendimento total do produto. O método para determinar o reagente limitante no experimento do acetato de isopentila é ilustrado nas páginas de amostra de caderno de laboratório

A PREPARAÇÃO DO ACETATO DE ISOPENTILA (ÓLEO DE BANANA)

Reação Principal

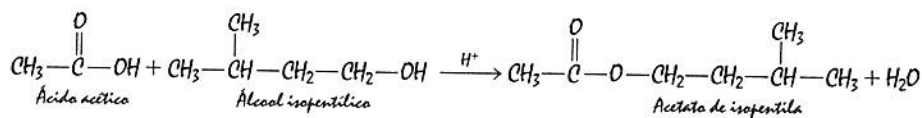


Tabela de Constantes Físicas

	PM	PE	Densidade
Ácido acético	88,2	132°C	0,813 g/ml
Álcool isopentílico	60,1	118	1,06
Acetato de isopentila	130,2	142	0,876

Esquema de Separação

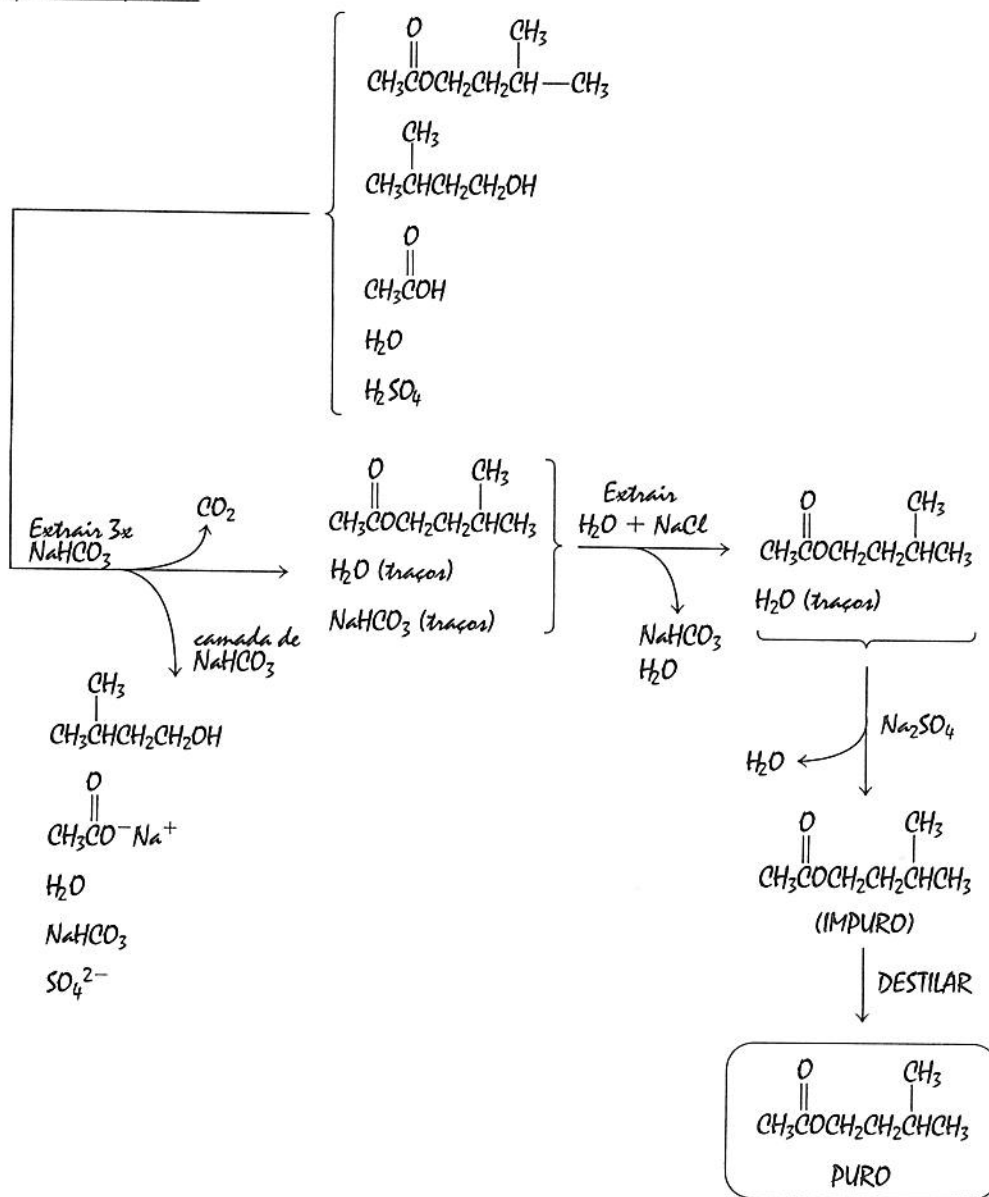


Figura 2.2 Amostra de caderno de laboratório, página 1.

Dados e Observações

7,5 ml de álcool isopentílico foram colocados em um balão de fundo redondo de 50 ml de peso conhecido:

Balão + álcool	139,75 g
Balão	133,63 g
	<u>6,12 g álcool isopentílico</u>

Ácido acético glacial (10 ml) e 2 ml de ácido sulfúrico concentrado foram também adicionados ao balão, com agitação, juntamente com várias pérolas de vidro ou pedras de ebulição. Um condensador esfriado a água foi ligado ao balão. A reação foi mantida em ebulição, com uma manta, por cerca de uma hora. A cor da mistura de reação era amarelo-castanho.

Depois que a mistura de reação esfriou até a temperatura normal, as pedras de ebulição, ou as pérolas de vidro, foram removidas, e a mistura de reação foi derramada em um funil de separação. Cerca de 30 ml de água fria foram colocados no funil de separação. O balão da reação foi lavado com 5 ml de água fria, e esta água foi também colocada no funil de separação. O funil foi agitado, e a camada inferior de água foi removida e descartada. A camada orgânica foi extraída duas vezes com duas porções de 10-15 ml de uma solução de bicarbonato de sódio a 5% em água. Durante a primeira extração, houve formação de muito CO<sub>2</sub>, mas na segunda, a quantidade de gás foi muito menor. A cor da camada orgânica era amarelo-pálida. Depois da segunda extração, a camada de água tornou vermelho o papel de tornassol azul. As camadas de bicarbonato foram descartadas, e a camada orgânica, extraída com uma porção de 10-15 ml de água. Durante esta extração, uma porção de 2-3 ml de solução saturada de cloreto de sódio em água foi adicionada. Após a remoção da camada de água, a camada superior, orgânica, foi transferida para um frasco de Erlenmeyer de 15 ml, e adicionou-se 2 g de sulfato de magnésio anidro. O frasco foi fechado, agitado suavemente e deixado em repouso por 15 minutos.

O produto foi transferido para um balão de fundo redondo de 25 ml e submetido à destilação simples. A destilação continuou até que o destilado parou de pingar no frasco de coleta. Após a destilação, o éster foi transferido para um frasco de amostra de peso conhecido.

Frasco de amostra + produto	9,92 g
Frasco de amostra	6,11 g
	<u>3,81 g acetato de isopentila</u>

O produto era incolor e transparente. O ponto de ebulição observado durante a destilação foi 140°C. Um espectro de IV do produto foi obtido.

Cálculos

Determinação do reagente limitante:

$$\text{álcool isopentílico } 6,12 \text{ g} \left( \frac{1 \text{ mol de álcool isopentílico}}{88,2 \text{ g}} \right) = 6,94 \times 10^{-2} \text{ mol}$$

$$\text{ácido acético: } (10 \text{ ml}) \left( \frac{1,06 \text{ g}}{\text{ml}} \right) \left( \frac{1 \text{ mol de ácido acético}}{60,1 \text{ g}} \right) = 1,76 \times 10^{-1} \text{ mol}$$

Como eles reagem na razão 1:1, o álcool isopentílico é o reagente limitante. Rendimento teórico:

$$\begin{aligned} (6,94 \times 10^{-2} \text{ moles de álcool isopentílico}) & \left( \frac{1 \text{ mol de acetato de isopentila}}{1 \text{ mol de álcool isopentílico}} \right) \left( \frac{130,2 \text{ g acetato de isopentila}}{1 \text{ mol de acetato de isopentila}} \right) \\ & = 9,03 \text{ g acetato de isopentila} \end{aligned}$$

$$\text{Rendimento percentual} = \frac{3,81 \text{ g}}{9,03 \text{ g}} \times 100 = 42,2\%$$

Figura 2.3 Uma amostra de caderno de laboratório, página 2.

mostradas nas Figuras 2.2 e 2.3. Consulte seu livro-texto de química geral para obter exemplos mais complexos. O rendimento teórico é calculado pela expressão

$$\text{Rendimento teórico} = (\text{moles de reagente limitante})(\text{razão})(\text{peso molecular do produto})$$

A razão, aqui, é a razão estequiométrica entre o produto e o reagente limitante. Na preparação do acetato de isopentila, esta razão é 1:1. Um mol de álcool isopentílico, em condições ideais, deveria dar 1 mol de acetato de isopentila.

O **rendimento** é simplesmente o número de gramas obtidos do produto desejado. O **rendimento percentual** descreve a eficiência da reação e é determinado por

$$\text{Rendimento percentual} = \frac{\text{Rendimento}}{\text{Rendimento teórico}} \times 100$$

O cálculo do rendimento teórico e do rendimento percentual pode ser ilustrado com os dados hipotéticos da preparação do acetato de isopentila:

$$\begin{aligned} \text{Rendimento teórico} &= (6,94 \times 10^{-2} \text{ moles de álcool isopentílico}) \left( \frac{1 \text{ mol de acetato de isopentila}}{1 \text{ mol de álcool isopentílico}} \right) \\ &\times \left( \frac{130,2 \text{ g acetato de isopentila}}{1 \text{ mol de acetato de isopentila}} \right) = 9,03 \text{ g acetato de isopentila} \end{aligned}$$

$$\text{Rendimento} = 3,81 \text{ g acetato de isopentila}$$

$$\text{Rendimento percentual} = \frac{3,81 \text{ g}}{9,03 \text{ g}} \times 100 = 42,2\%$$

No caso de experimentos cujo objetivo principal é isolar uma substância como, por exemplo, um produto natural, e não, preparar e purificar o produto de alguma reação, calcula-se a **recuperação percentual por peso**, e não, o rendimento percentual. Este número é determinado por

$$\text{Recuperação percentual por peso} = \frac{\text{Peso da substância isolada}}{\text{Peso do material original}} \times 100$$

Assim, por exemplo, se 0,014 g de cafeína foi obtido de 2,3 g de chá, a recuperação percentual por peso da cafeína seria

$$\text{Recuperação percentual por peso} = \frac{0,014 \text{ g cafeína}}{2,3 \text{ g chá}} \times 100 = 0,61\%$$

## 2.3 RELATÓRIOS

Vários formatos podem ser usados nos relatórios que descrevem resultados de experimentos de laboratório. Você pode escrever o relatório diretamente em seu caderno de laboratório em um formato semelhante ao das amostras de relatório incluídas nesta seção. Seu professor pode solicitar um relatório mais formal, que não esteja escrito no caderno. Quando se faz pesquisa original, esses relatórios devem incluir uma descrição detalhada de todas as etapas experimentais. Com frequência, utiliza-se o estilo usado em periódicos científicos como o *Journal of the American Chemical Society*. Seu professor provavelmente terá um formato preferido e, neste caso, lhe dirá como proceder.

## 2.4 ENTREGA DE AMOSTRAS

Em todos os experimentos preparativos e em alguns experimentos de isolamento, você terá de entregar a seu professor a amostra de substância que preparou ou isolou. Como identificar esta amostra é muito importante. Lembre-se de que aprender a identificar corretamente garrafas e frascos pode poupar tempo no laboratório porque menos enganos serão cometidos. O mais importante é que a identificação correta diminui o perigo futuro, inerente a amostras de material que não podem ser identificadas corretamente.

Materiais sólidos devem ser guardados e entregues em recipientes que permitam sua fácil remoção. Por esta razão, garrafas ou frascos de boca estreita não são usados para substâncias sólidas. Os líquidos devem ser guardados em recipientes que não permitam vazamento. Tenha cuidado para não guardar líquidos voláteis em recipientes com tampas de plástico, a menos que você proteja a tampa com um material inerte como Teflon. Se isto não for feito, os vapores do líquido poderão dissolver parcialmente o plástico e contaminar a substância.

Coloque na etiqueta o nome da substância, seu ponto de fusão ou de ebulição, o rendimento e o rendimento percentual e seu nome. Segue-se um exemplo de etiqueta bem-preparada:

**Acetato de Isopentila**  
**PE 140°C**  
**Rendimento 3,81 g (42,2%)**  
**Joe Schmedlock**

## CNICA 3

### Idraria de Laboratório: Cuidados e Limpeza

Como a vidraria é cara e você é responsável por ela, trate-a com cuidado e respeito. Se você ler cuidadosamente esta seção e seguir os procedimentos recomendados, poderá evitar despesas desnecessárias. Você também ganhará tempo, porque problemas de limpeza e substituição de vidraria quebrada consomem tempo.

Esta seção dá algumas informações úteis aos que não estão familiarizados com o equipamento usado em um laboratório de química orgânica ou aos que estão inseguros quanto ao tratamento a ser dado a estes equipamentos, tal como limpeza da vidraria e cuidados a serem tomados com o uso de reagentes corrosivos ou cáusticos. No fim desta seção estão ilustrações que mostram e nomeiam a maior parte dos equipamentos que você encontrará em sua gaveta ou armário.

### 3.1 LIMPEZA DA VIDRARIA

A limpeza da vidraria é muito fácil se você a fizer imediatamente após o uso. É aconselhável "lavar a louça" assim que puder. Com o tempo, alcatrões orgânicos deixados em um recipiente começam a atacar a superfície do vidro. Quanto mais tempo você esperar para limpar o vidro, maior o desgaste. Se você esperar, a limpeza fica mais difícil porque a água não atingirá a superfície do vidro tão efetivamente. Se você não puder lavar sua vidraria imediatamente após o uso, coloque as peças sujas em água com sabão. Um balde de plástico de 2 litros é conveniente para isto. O uso do balde ajuda também a evitar a perda de pequenas peças de equipamento.

Vários tipos de sabões e detergentes podem ser usados na limpeza da vidraria. Eles devem ser experimentados antes de tentar solventes orgânicos. Estes últimos podem ser usados porque os resíduos que ficam na vidraria usada são, provavelmente, solúveis. Após o uso dos solventes, o equipamento terá