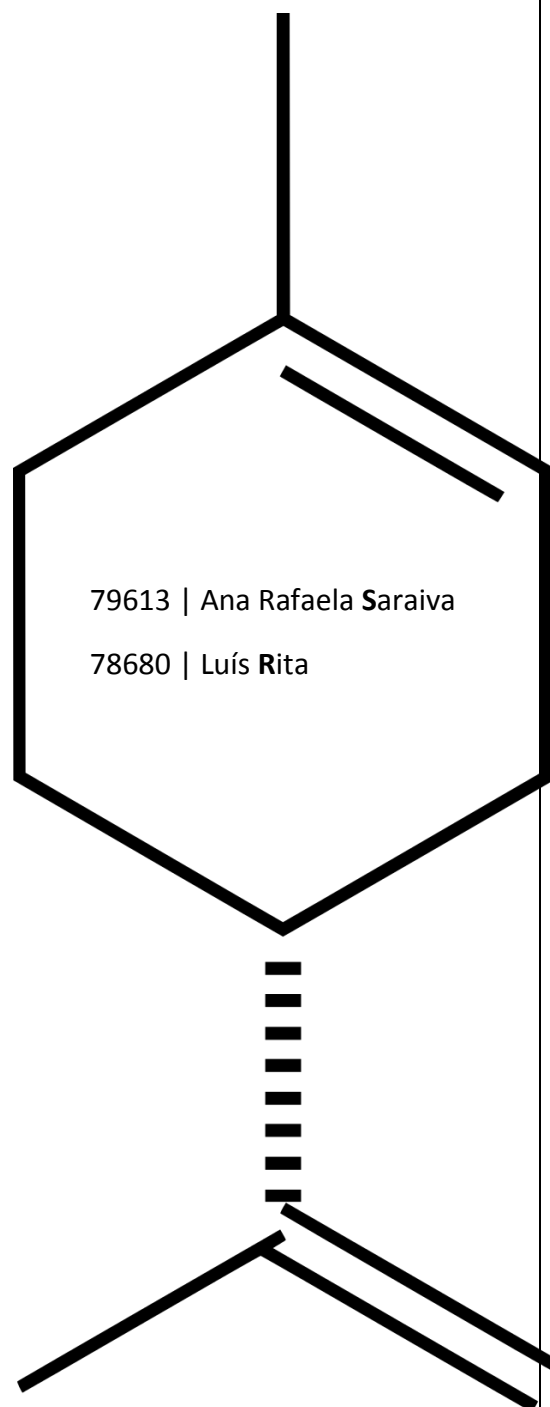


Química Orgânica

Isolamento do (+) - limoneno a partir do óleo de laranja



Lisboa, 12 de Março de 2015



Objetivos

Isolar o limoneno contido nos 25 ml de óleo de laranja fornecido.
 Determinar o rendimento do processo. Estudar propriedades do limoneno, tais como: índice de refração e poder rotatório ótico.
 Compará-los com os valores teórico disponíveis.

Materiais Utilizados¹

1. Placa Aquecimento;
2. Erlenmeyer;
3. Balão de Fundo Redondo;
4. Garra;
5. Condensador;
6. H₂O;
7. Detetor de variações de pressão;
8. Suporte (elevador);
9. Cabeça de destilação;
10. Mangueira;
11. Caldeira.



Conteúdo do Balão

H₂O + Óleo de Laranja

Procedimento Experimental

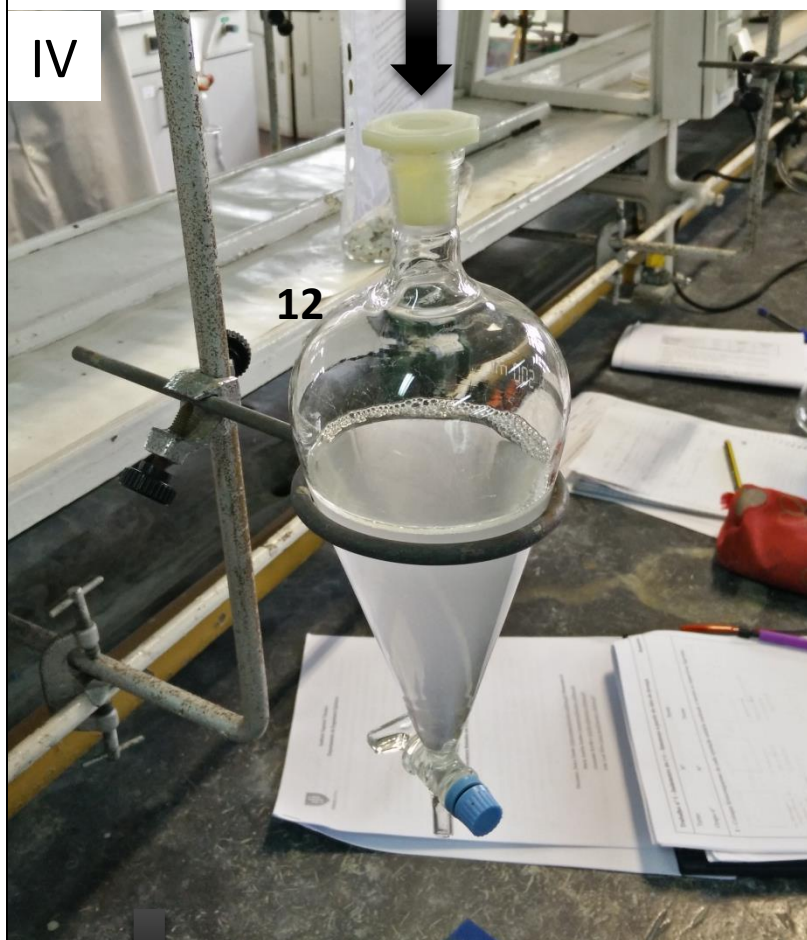
O objetivo inicial foi separar o limoneno do óleo de laranja. Para tal efetuou-se a montagem presente na figura III. O método de separação utilizado fora a destilação por arrastamento de vapor, que permitiu a obtenção de uma mistura de H_2O e limoneno no Erlenmeyer.

Intermediariamente foi necessário prestar alguma atenção a determinados passos, para que o resultado final não saísse corrompido. Expecificando, pormenores como inserir a mangueira de entrada de H_2O na parte inferior do condensador, verificar periodicamente os níveis de pressão no interior da caldeira (através de subida ou descida de H_2O de um tubo que penetrava na mesma) e colocar *Vaselina* em junções de determinados componentes, permitiram concluir a parte inicial da experiência com sucesso. Após 30 minutos de espera, obtivemos aproximadamente 200 ml de um composto de água e limoneno. Antes de cessar o processo definitivamente, foi sugerido que se efetuasse um teste de modo a poder perceber com maior rigor se o processo de destilação já se encontrava concluído. Para tal, foi sugerido que se colocasse um tubo de ensaio no lugar do Erlenmeyer, de modo a tentar perceber se ainda haveria limoneno a ser transportado. Infelizmente este teste não foi bem-sucedido, uma vez que não se pode observar qualquer substância a entrar para o interior do tubo de ensaio. Isto deveu-se, provavelmente, ao elevado período de tempo que já tinha passado desde o início da destilação e conjugadamente à inclinação insuficiente do condensador.

Próximo passo: Decantação do composto obtido.



IV



Materiais Utilizados²

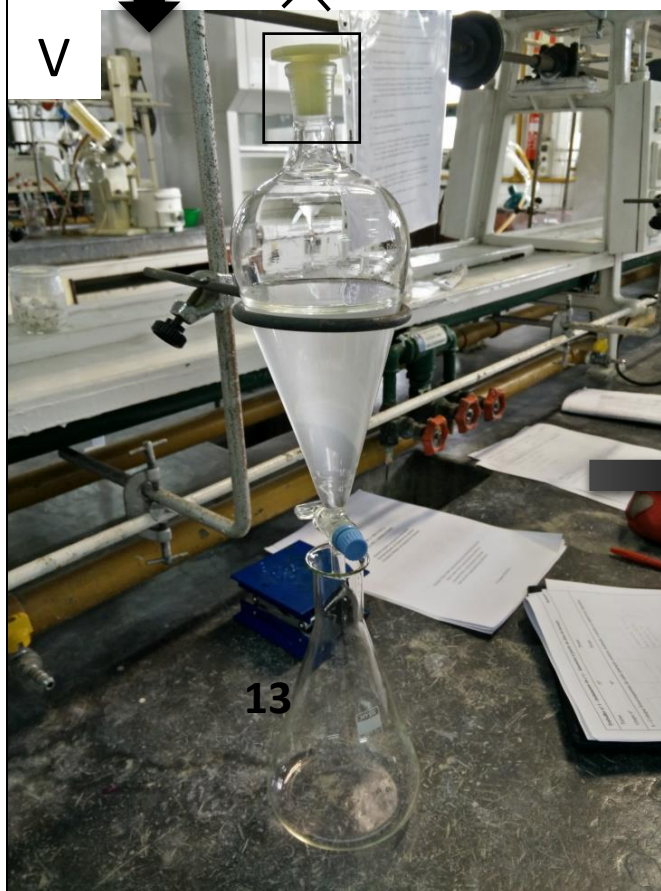
12. Âmpola de decantação

13. Erlenmeyer

Após a destilação, realizou-se uma decantação. Como seria de esperar, o limoneno concentrou-se na parte superior (Fig. IV), ao contrário da água ($\rho_{\text{H}_2\text{O}} > \rho_{\text{limoneno}}$) que foi removida em primeiro lugar, para o mesmo Erlenmeyer (Fig. V) que se utilizou anteriormente. Inicialmente, verificou-se se a torneira se encontrava na posição horizontal (fechada) e só

depois se transferiu o líquido. Esperou-se cerca de 3 minutos até remover a H_2O (Fig. VI). De modo a evitarem-se bolhas de ar (e que ambos os compostos se misturassem) destapou-se o funil de decantação. *Próximo passo: Adição MgSO_4 ao limoneno; filtração; pesagem.* ✓

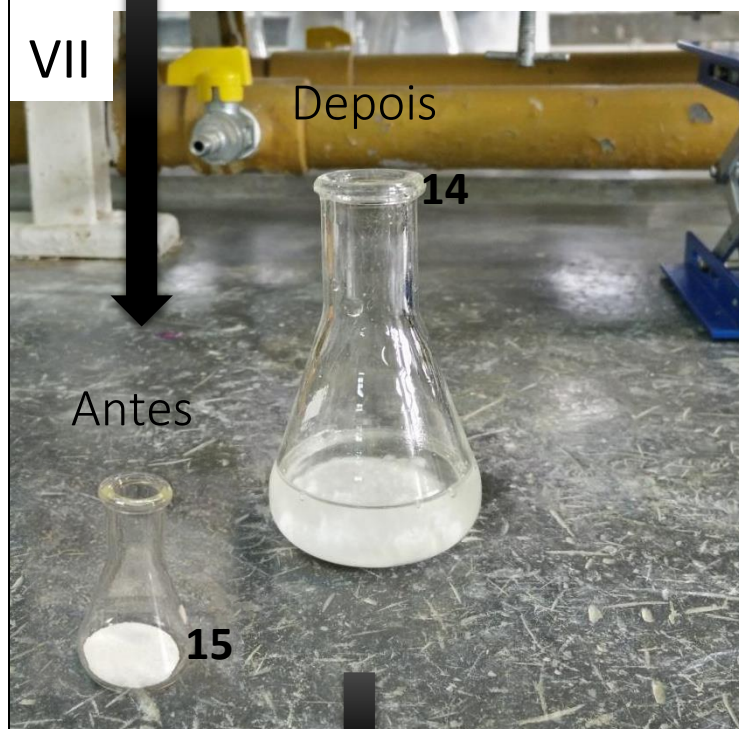
V



VI



VII



Materiais Utilizados³

- 14. Erlenmeyer
- 15. Erlenmeyer com MgSO_4
- 16. Frasco (comum)
- 17. Balança digital
- 18. Fúnil
- 19. Papel de filtro

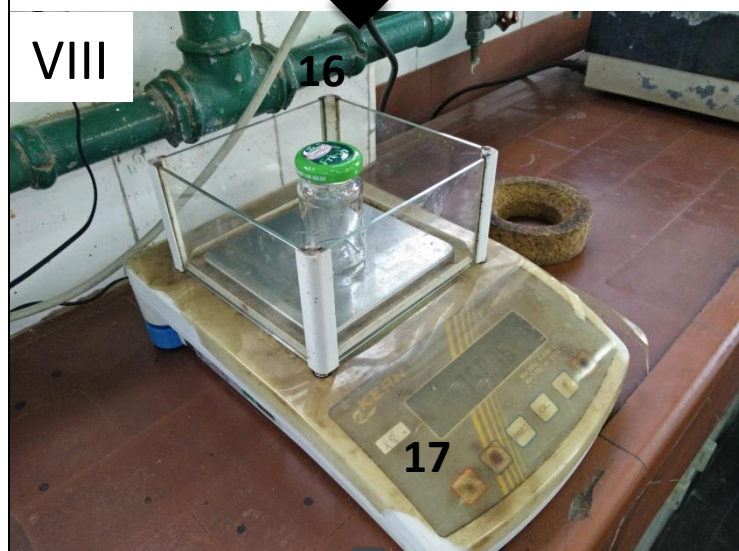
Após remover-se a água para o Erlenmeyer, colocou-se o limoneno no Erlenmeyer mais pequeno, que já tinha o fundo preenchido por MgSO_4 anidro (Fig. VII). O objetivo da adição deste composto, prendeu-se à eliminação da água restante da técnica anterior (MgSO_4 – grande afinidade para com a água).

Paralelamente, determinou-se a massa de um frasco (comum), de modo a que mais tarde fosse possível calcular o rendimento de obtenção de limoneno.

Por último, realizou-se uma filtração comum, recorrendo a papel de filtro e a um funil tradicional. Este passo teve de ser executado na *hotte*, uma vez que o limoneno na sua forma pura liberta um odor extremamente intenso.

Próximo passo: Pesagem do frasco com limoneno; medição índice de refração e poder rotatório ótico.

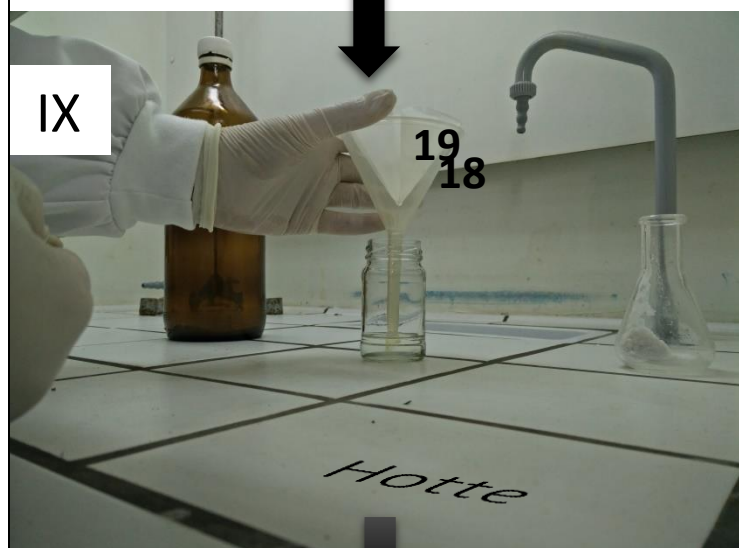
VIII



executado na *hotte*, uma vez que o limoneno na sua forma pura liberta um odor

extremamente intenso.

IX



X



Materiais Utilizados⁴

- 20. Refratômetro
- 21. Polarímetro
- 22. Pipeta
- 23. Acetona

Por último, pesou-se o frasco com o limoneno no interior.

Finalmente, determinou-se o índice de refração e o poder rotatório ótico associados ao limoneno. Utilizando, respetivamente, um

refratômetro e um polarímetro.

Para garantir uma boa utilização do primeiro teve-se de assegurar o cumprimento de alguns pontos importantes: entrada de luz destapada e situada numa zona luminosa; local de colocação da amostra limpo (para tal, recorremos à acetona, contudo este ponto não foi muito importante no neste caso, uma vez que todos os grupos estavam a trabalhar com amostras

XI



idênticas); regular o aparelho (recorrendo aos parafusos micrométricos laterais), de modo a obter um valor mais próximo do real.

Por último, determinou-se o poder rotatório ótico. Como medida de economização de tempo e uma vez que todas as amostras eram semelhantes, procedeu-se à medição do poder rotatório apenas 1 vez de uma única amostra.

Tabela de Resultados

Produto	Massa obtida (g)	η extração (%)	n_{tab}	n_{exp}	$[\alpha]_{\text{D}}^{\text{tab}}$ (°)	$[\alpha]_{\text{D}}^{\text{exp}}$ (°)
(+) - Limoneno	14.784	78.1%	1.4730[1]	1.4777	+123 ou +125.6	104.3

Rendimento Extração

$$\rho_{\text{limoneno}} = 0.8411 \text{ g/cm}^3 [2]$$

Tendo em conta que a percentagem de limoneno no óleo de laranja varia entre 90% e 95% [3], calculou-se o rendimento da extração da seguinte forma:

$$\eta = \frac{m_{\text{obtida}}}{m_{\text{teórica}}}, \text{ em que } m_{\text{teórica}} = \rho_{\text{limoneno}} \cdot V_{\text{limoneno}}$$

Considerando que o volume do limoneno no óleo de laranja é de 90%

$$V_{\text{limoneno}} = 0.9 \times V_{\text{óleos laranja}} = 0.9 \times 25 = 22.5 \text{ ml}$$

$$\text{Assim sendo, } \eta = 0.781 = 78.1\%$$

Considerando o volume de 95%

$$V_{\text{limoneno}} = 0.95 \times V_{\text{óleos laranja}} = 0.95 \times 25 = 23.75 \text{ ml}$$

$$\eta = 0.740 = 74.0\%$$

O rendimento do limoneno varia entre 74% e 78.1% dependendo da percentagem do limoneno no óleo de laranja.

Analisando o rendimento obtido verifica-se que o resultado é satisfatório, pois há vários fatores a considerar na realização da experiência que possam ter levado há diminuição do rendimento, nomeadamente:

- Na filtração realizada pode ter-se perdido alguma quantidade de limoneno, uma vez parte dela fica retida no filtro e no sulfato de magnésio anidro;

- Volatilidade do limoneno;
- Rendimento da destilação por arrastamento a vapor ser inferior a 100%.

6

Índice de Refração

O índice de refração encontra-se associado à determinação do grau de pureza na medida em que quanto mais nos afastamos do valor tabelado, o grau de pureza diminui.

Assim sendo, comparando-se o índice de refração obtido (1.4777) com o tabelado (1.4739) pode concluir-se que o índice de refração obtido encontra-se ligeiramente afastado do valor tabelado pelo que se pode considerar que a solução continha algumas impurezas.

7

Poder Rotatório Ótico

Antes de se retirarem quaisquer conclusões acerca do poder rotatório ótico obtido, é necessário efetuar o seu cálculo, usando a seguinte fórmula:

$$[\alpha]^T = \frac{\alpha}{c \times l},$$

em que $c = 0.05 \text{ g/cm}^3$ (concentração da solução) e $l = 2 \text{ dm}$ (comprimento da célula)

O ângulo obtido experimentalmente, $\alpha = 10.43^\circ$, foi medido à temperatura ambiente e com $\lambda = 589 \text{ nm}$.

$$[\alpha]^T = \frac{10.43}{0.05 \times 2} = 104.3^\circ$$

O poder rotatório ótico é um pouco distinto do tabelado, pelo que, através da diferença dos valores obtidos, conclui-se que a amostra possuía algumas impurezas.

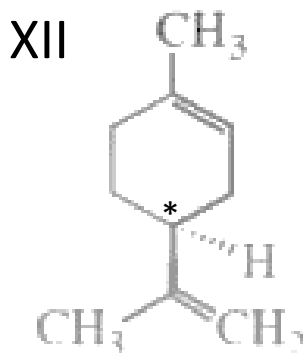
(É possível calcular a % de limoneno na amostra, dividindo-se o poder rotatório ótico experimental com o tabelado e multiplicando por 100. Neste caso a % de limoneno na amostra iria variar entre 83.04% e 84.80%, dependendo do valor tabelado utilizado).

Relativamente à influência da presença da água no poder rotatório ótico, esta não afetaria o valor obtido uma vez que não possui carbono quiral e o seu poder rotatório é nulo.

A diminuição desta propriedade física, isto é, a diminuição da amplitude do ângulo de rotação óptico poderá dever-se à presença de outros compostos com carbonos quirais em que o sentido de rotação é o inverso do (+)-limoneno.

8 | 9

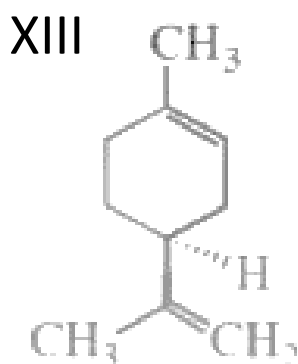
Limoneno



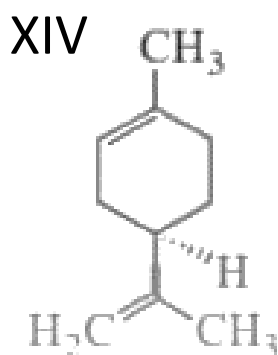
Estrutura do limoneno com o carbono quiral representado por (*)

O limoneno possui ainda dois estereoisômeros, isto é, isômeros configuracionais, o que se deve à existência do carbono quiral e leva a que estes estereoisômeros possuam propriedades diferentes, que se reflete, por exemplo no seu odor, que no caso do limoneno com configuração R tem odor a laranja e no limoneno com configuração S tem odor a limão.

O (+)-limoneno possui configuração absoluta R em que o (+) significa que a luz polarizada roda no sentido dos ponteiros do relógio e encontra-se representado na figura XIII. O outro estereoisômero possui configuração absoluta S e designa-se (-)-limoneno, em que o (-) significa que a luz polarizada roda no sentido contrário ao ponteiro dos relógios e está representado na figura XIV.



(R)-(+)-limoneno



(S)-(-)-limoneno

Bibliografia

[1] <http://www.alfa.com/pt/catalog/L04733>

[2] <http://pt.wikipedia.org/wiki/Limoneno>

[3] <http://www.oleos essenciais.org/limoneno/>

[4] Simão D et al., 2º semestre 2014/2015, Química Orgânica-Guia de Laboratórios, IST
Departamento de Engenharia Química