



**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA**

**INSTITUTO DE QUÍMICA- IQ**

**PAULO ROBERTO LARANJEIRA DOS SANTOS CLAUDINO**

**INICIATIVAS PARA ADOÇÃO DE UMA QUÍMICA MAIS SUSTENTÁVEL NO  
LaQMOS-UnB**

**TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO 2**

**Brasília-DF**

**2º/2021**



**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA**

**INSTITUTO DE QUÍMICA- IQ**

**PAULO ROBERTO LARANJEIRA DOS SANTOS CLAUDINO**

**INICIATIVAS PARA ADOÇÃO DE UMA QUÍMICA MAIS SUSTENTÁVEL NO  
LaQMOS-UnB**

Trabalho de Conclusão de Curso em Química apresentado ao Instituto de Química da Universidade de Brasília, como requisito parcial para a obtenção do título de bacharelado em Química sob a orientação do professor Carlos Kleber Zago de Andrade.

**Brasília-DF**

**2º/2021**

## AGRADECIMENTOS

Durante os anos da minha vida, os da parte acadêmica inclusos, várias pessoas passaram pelo caminho e me marcaram com suas ações, palavras e momentos compartilhados. Sem as experiências que vivi com essas pessoas a realização desse trabalho não seria possível, gostaria de agradecer pelas palavras (muitas vezes doces, muitas vezes duras) e atitudes que todos tomaram com o intuito de me ajudar.

Um agradecimento em especial ao idealizador do projeto, Doutor e Orientador Carlos Kleber Zago de Andrade, que me acompanhou e me apoiou (durantes os momentos altos e baixos) na realização de todo este trabalho, e demonstrou o excelente educador e pesquisador que é. Agradeço, também, a banca composta pelos professores Carlos Martin Infante Cordova e Wender Alves Silva que aceitaram avaliar o trabalho e por todas as sugestões e correções feitas para contribuir com a melhoria dele.

Agradeço ao laboratório LaQMOS pelos reagentes, materiais e espaço cedido para realização deste trabalho e a todos os alunos e pesquisadores do grupo, em especial Luan, Thaissa e Yuri, por toda ajuda que me prestaram durante a realização de meus experimentos no laboratório, seja me dizendo onde determinada coisa estava armazenada ou me guiando durante a realização de procedimentos no laboratório.

Além disso, gostaria de agradecer a toda minha família, em especial a minha mãe, avós e tia que sempre fizeram tudo que estava ao alcance deles para que eu tivesse acesso a melhor educação, saúde e qualidade de vida durante todos os meus 26 anos e por me apoiarem em todas as decisões que tomo. E um agradecimento extra especial aos amigos que fiz ao longo dessa graduação e aos que me acompanham desde antes; Pedro, Larissa(s), Marcelo, Thiago, Gabriela e Danielle, e a minha namorada, Bruna Moreira que está ao meu lado e que me apoia com todo amor e carinho do mundo pelos últimos 5 anos. Sem o apoio de vocês, a realização deste trabalho e de outras conquistas seria quase impossível.

## RESUMO

A ciência trabalha para resolver os problemas dos seres humanos diariamente, utilizando recursos naturais presentes no nosso planeta, que muitas vezes não são renováveis. Com isso, criou-se a necessidade de procurar métodos mais amigáveis, não só para o meio ambiente, como também para as pessoas. Essa é a proposta da Química Verde (ou Química Sustentável, termo preferido pela indústria por carregar menos peso político): transformar os processos atuais em processos menos agressivos quando possível, e lidar melhor com o uso e a disposição de materiais e substâncias perigosas quando não houver alternativas. Boa parte desse trabalho pode ser feito com simples propostas de reeducação das pessoas que trabalham em um laboratório. Um prédio com laboratórios pode consumir até 10 vezes mais energia que um prédio comercial, além de gerar um grande volume de plástico e também consumir muita água. Em 2014, cerca de 20.500 instituições envolvidas em pesquisa médica, biológica ou de agricultura foram responsáveis pelo descarte de 5,5 milhões de toneladas de plástico o que é igual a 83% do plástico reciclado mundialmente em 2012. Isso mostra a importância de propor mudanças em relação à produção e gerenciamento de resíduos, ao consumo de água e energia e até substituição de reagentes e solventes perigosos por substâncias mais brandas em sínteses onde isso seja possível, para que a próxima geração de cientistas seja educada com novos comportamentos, e com a habilidade de propor métodos e procedimentos mais seguros para todo o ecossistema. Tendo esses dados em vista, propõem-se algumas mudanças no Laboratório de Química Metodológica e Orgânica Sintética (LaQMOS), localizado no Instituto de Química (IQ) da Universidade de Brasília (UnB) além de algumas alterações na síntese do fármaco bupropiona com o intuito de aplicar alguns dos princípios da Química Verde.

Palavras-chave: Química Verde; energia; água; resíduos químicos; síntese limpa

## ABSTRACT

Science works every day to solve mankind problems, utilizing the natural resources available at our planet, that many times are not renewable. That created the need of developing friendlier methods, not only for the environment but also for the human being. That is the proposal of Green Chemistry (or Sustainable Chemistry, term preferred by the industry as it carries less political weight): making the current processes less harmful and better whenever possible using and disposing of toxic substances or materials when there is no alternative. Most of that work can be done through simple reeducation plans for the people who work at a lab. A laboratory building can consume up to 10 times the energy of an office building, besides generating a large amount of plastic and consuming a lot of water. At the year of 2014, around 20,500 institutions involved in medical, biological or agricultural researches were responsible for the waste of 5.5 million tons of plastic, which represents 83% of the recycled plastic worldwide in the year of 2012. This shows the importance of proposing changes regarding the production and management of waste, water and energy consumption and even the substitution of hazardous reactants and solvents for safer substances in synthetic processes whenever possible, so that the next generation of scientists can be educated with new behaviors, and with the ability to propose safer methods and proceedings for the whole ecosystem. With all that in mind, this work proposes some changes at the Laboratório de Química Metodológica e Orgânica Sintética (LaQMOS) located at the Instituto de Química (IQ) of Universidade de Brasília (UnB) in addition to changes on the synthesis of the pharmaceutical bupropion with the intend to apply some of the Green Chemistry principles.

Keywords: Green Chemistry; energy; water; chemical waste; clean synthesis

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Estruturas da Bupropiona e de seu cloridrato.....	10
Figura 2 – Arejador de torneira.....	14
Figura 3 – Locais novos para descarte.....	20
Figura 4 – Outros locais novos para descarte.....	21
Figura 5 – Evolução da amostra 1 de sílica após cada aplicação de H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> .....	23
Figura 6 – Amostra 1 de sílica após 3 horas de exposição ao sol.....	23
Figura 7 – Amostra 1 de sílica contendo impurezas sólidas.....	24
Figura 8 – Evolução da amostra 2 de sílica após cada aplicação de H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> .....	24
Figura 9 – Evolução da amostra 2 de sílica após 7 horas de exposição ao sol e ativação térmica.....	25
Figura 10 – 2-bromo-3'-cloropropiofenona.....	27
Figura 11 – Bupropiona.....	28

## LISTA DE ESQUEMAS

Esquema 1 – Comparação da primeira rota sintética da Sertralina com a relatada por TABER, <i>et al.</i> , em 2004.....	08
Esquema 2 – Síntese da bupropiona.....	10
Esquema 3 – Primeira etapa da síntese em fluxo da bupropiona.....	11
Esquema 4 – Etapa final da síntese em fluxo da bupropiona.....	11
Esquema 5 – Diagrama de um dispositivo de circulação de água.....	15
Esquema 6 – Síntese da 2-bromo-3'-cloropropiofenona.....	18
Esquema 7 – Síntese da bupropiona seguindo o procedimento de REDDY, <i>et al.</i> .....	19

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Os 12 princípios da Química Verde.....	02
Tabela 2 – Os 12 Princípios da Química Analítica Verde.....	04
Tabela 3 – Tempos obtidos no experimento para o cálculo da vazão de água das torneiras do laboratório.....	21
Tabela 4 – Vazão das torneiras sem e com arejador.....	22
Tabela 5 – Economia de água gerada pelo dispositivo de circulação de água.....	22
Tabela 6 – Deslocamento químico dos hidrogênios da 2-bromo-3'-cloropropiofenona por RMN de $^1\text{H}$ .....	27
Tabela 7 – Deslocamento químico dos hidrogênios da bupropiona por RMN de $^1\text{H}$ .....	29



## LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

BPR	Bupropiona
CG-EM	Cromatógrafo Gasoso acoplado a Espectrômetro de Massas
DCM	Diclorometano
EPA	<i>Environment Protection Agency</i>
$^1\text{H}$	Hidrogênio
IQ	Instituto de Química
iPr	Isopropila
LaQMOS	Laboratório de Química Metodológica e Orgânica Sintética
NBS	<i>N</i> -Bromosuccimida
NMP	<i>N</i> -Metil-2-pirrolidona
<i>p</i> -TSA	Ácido <i>p</i> -toluenossulfônico
RME	<i>Reaction mass efficiency</i>
RMN	Ressonância magnética nuclear
QR	<i>Quick response code</i>
UnB	Universidade de Brasília

# SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO</b>	<b>1</b>
<b>2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA</b>	<b>4</b>
2.1 – PRINCÍPIOS DA QUÍMICA VERDE E DA QUÍMICA VERDE ANALÍTICA	4
2.2 - QUÍMICA VERDE OU QUÍMICA SUSTENTÁVEL?	6
2.3 - MÉTRICAS PARA QUÍMICA VERDE	7
2.4 - APLICAÇÃO DOS PRINCÍPIOS DA QUÍMICA VERDE EM UM PROCESSO QUÍMICO	8
2.5 - SÍNTESE DA BUPROPIONA	9
<b>3. OBJETIVOS</b>	<b>12</b>
3.1 - OBJETIVOS ESPECÍFICOS	12
<b>4. METODOLOGIA</b>	<b>13</b>
4.1 – CONSCIENTIZAÇÃO SOBRE OS PRINCÍPIOS DA QUÍMICA VERDE	13
4.2 - REDUÇÃO NO CONSUMO DE ENERGIA	13
4.3 - REDUÇÃO NO CONSUMO DE ÁGUA	13
4.4 - USO CONSCIENTE DE SOLVENTES E GERENCIAMENTO DE RESÍDUOS	15
4.5 - SÍNTESE DA BUPROPIONA	17
<b>5. RESULTADOS E DISCUSSÕES</b>	<b>20</b>
5.1 - CARTAZES DE CONSCIENTIZAÇÃO E GERENCIAMENTO DE RESÍDUOS	20
5.2 - REDUÇÃO NO CONSUMO DE ÁGUA	21
5.3 - RECUPERAÇÃO DA SÍLICA	23
5.4 - SÍNTESE DA BUPROPIONA	26
<b>6. CONSIDERAÇÕES FINAIS</b>	<b>30</b>
<b>REFERÊNCIAS</b>	<b>31</b>
<b>7. ANEXOS</b>	<b>34</b>

## 1. INTRODUÇÃO

O termo Química Verde foi criado no início dos anos 1990, e desde então vem ganhando força mundialmente, o que resultou na criação de diversos programas e iniciativas governamentais acerca do tema. O movimento teve início no ano de 1990, nos Estados Unidos, quando a EPA (*Environment Protection Agency*) criou a legislação de prevenção à poluição, gerando, assim, uma necessidade de se repensar processos químicos e materiais usados.

Desde então, surgiram vários programas (com liderança nos Estados Unidos, Reino Unido e Itália) como: o *US Presidential Green Chemistry Challenge Awards*, criado em 1995, onde cientistas de instituições privadas ou públicas podem competir em diversas categorias, tais como a *Greener Synthetic Pathways Awards*, que premia rotas sintéticas para substâncias, conhecidas ou não, que sejam “mais verdes” que os processos atuais (Disponível em < <https://www.epa.gov/greenchemistry/green-chemistry-challenge-eligibility-and-scope>> acesso em 15 de out. de 2021 ); a fundação do *Green Chemistry Institute*, em 1997, e sua junção à *American Chemical Society*, em 2001 (Disponível em < <https://www.acs.org/content/acs/en/greenchemistry/about.html>> acesso em 15 de out. de 2021); e o lançamento do periódico *Green Chemistry*, da *Royal Society of Chemistry*, em 1999 (ANASTAS; EGHBALI, 2009; MULVIHILL *et al.*, 2011).

Nos dias atuais, a preocupação com a sustentabilidade do trabalho científico continua, então surgiram diversos programas educacionais em universidades e organizações não-governamentais ao redor do mundo para promover a divulgação e o ensino da Química Verde. Programas como o *The Cambridge Green Challenge*, da Universidade de Cambridge no Reino Unido, que propõe reavaliar o impacto ambiental de todas as atividades da universidade de diversas maneiras e com participação ativa não só dos alunos, mas de todos que trabalham na instituição (Disponível em < <https://www.environment.admin.cam.ac.uk/cambridge-green-challenge>> Acesso em: 14 de out. de 2021); a organização sem fins lucrativos *My Green Lab*, que possui programas como o *My Green Lab Certification* e *My Green Lab Ambassador*, que visam a educar alunos e professores ao redor do mundo sobre o assunto e a criar uma comunidade global de cientistas de todas as áreas para compartilhar experiências e conhecimentos em como tornar seus laboratórios mais “verdes” (Disponível em < <https://www.mygreenlab.org/>> acesso em 13 de out. de 2021.); e o *Beyond Benign Green*

*Chemistry Commitment*, um acordo ao qual departamentos de universidades e outros laboratórios podem aderir, que diz que o signatário está disposto a praticar a Química Verde, por exemplo, melhorando as práticas feitas no laboratório, no caso de universidades, oferecendo disciplinas, teóricas e/ou práticas, e outras diversas medidas (Disponível em < <https://www.beyondbenign.org/he-green-chemistry-commitment/>>).

No âmbito nacional, temos iniciativas como a Socialab, que é uma plataforma colaborativa de pesquisadores que promove a troca de reagentes e células entre pesquisadores e universidades do Brasil. Ao cadastrar um laboratório e os reagentes/células disponíveis para doação, o usuário tem acesso ao catálogo da plataforma e pode requerer doações de outros pesquisadores que estejam na plataforma. É uma forma de economizar, evitando comprar frascos de reagentes muitos maiores do que o necessário para a pesquisa, e uma forma de encontrar uso para materiais que estão ociosos e que poderiam ser perdidos (Disponível em < <https://www.socialab.com.br/>> Acesso em: 14 de out. de 2021).

Cada programa/universidade conta com seu próprio cronograma e conjunto de objetivos, porém com a motivação em comum de fazer ciência de maneira mais sustentável e promover a educação acerca do tema para que o termo Química Verde eventualmente se torne apenas Química. O ano de 2022 foi definido pela Unesco como o Ano Internacional das Ciências Básicas para o Desenvolvimento Sustentável, tendo em vista que a pandemia da COVID-19 ressaltou a importância das ciências básicas para o desenvolvimento e bem-estar da sociedade, o que torna o momento excepcional para começar a trazer a sustentabilidade para a pauta mundial.

Apesar de ser a principal aliada da humanidade na ajuda ao desenvolvimento medicinal, biotecnológico e farmacêutico, dentre muitos outros, a ciência e aqueles que a praticam também deixam um grande impacto ambiental. Um prédio de laboratórios pode chegar a consumir 10 vezes mais energia por pé quadrado do que um prédio comercial, além de produzir muito resíduo (*U.S. Environmental Protection Agency Office of Administration and Resources Management*. 2008. Disponível em < <https://www.nrel.gov/docs/fy08osti/29413.pdf>> acesso em: 21 de set. de 2021.). Em 2014, foram produzidas 5,5 milhões de toneladas de plástico por laboratórios de diversos setores (URBINA, *et al.*, 2015). Em um laboratório, quase que em todas as áreas da ciência, o consumo de água também é muito grande devido a processos como a produção de água deionizada, a utilização de autoclaves, reações em refluxo por longos períodos e muito mais.

Além de ensinar alunos, professores e pesquisadores de química a aplicar os princípios da Química Verde em suas reações e processos, é necessário também conscientizar todos os presentes em um laboratório em relação a pequenas atitudes que podem contribuir para uma ciência mais sustentável, como a economia de energia e água que podem ser feitas com ações simples como apagar as luzes, desligar equipamentos que não estejam em uso, manter equipamentos em boas condições para maximizar sua eficiência, adicionar dispositivos redutores do consumo de água, além de conscientização em relação a reutilização de materiais plásticos, etc.

## 2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

### 2.1 – PRÍNCÍPIOS DA QUÍMICA VERDE E DA QUÍMICA VERDE ANALÍTICA

Em 1998, Paul Anastas e John Warner definiram Química Verde como “o design de produtos e processos químicos para reduzir ou eliminar o uso e a geração de substâncias perigosas” (John Warner, *The missing elements*. Disponível em: <<https://www.youtube.com/watch?v=4dUxq-CJu54>> acesso em 18 de fev. de 2022), além disso definiram os 12 princípios da Química Verde com a publicação do livro *Green Chemistry: Theory and Practice*. Esses 12 princípios, descritos na Tabela 1, são como um guia para cientistas aplicarem em seus projetos, e passam por todo o processo de uma síntese ou processo químico, desde a escolha dos reagentes à disposição de resíduos.

TABELA 1 – Os 12 Princípios da Química Verde.

Nº	Princípio
1	Prevenção: é melhor evitar que o resíduo seja criado, do que tratar ou limpar resíduos uma vez que foram produzidos.
2	Economia atômica: processos sintéticos devem ser planejados a fim de maximizar a incorporação de todos os materiais usados no produto.
3	Sínteses limpas: sempre que possível, processos sintéticos devem ser planejados para usar e gerar substâncias de baixa toxicidade para os humanos e o meio ambiente.
4	Planejamento de substâncias mais seguras: produtos químicos devem ser elaborados de forma que maximizem seu efeito e minimizem sua toxicidade.
5	Uso seguro de solventes e auxiliares: o uso de solventes e substâncias auxiliares (como agentes de separação, por exemplo) deve ser evitado, e inofensivo quando feito.
6	Planejamento de eficiência de energia: os requerimentos energéticos de um processo químico devem ser avaliados em seus impactos econômicos e sociais, e os mesmos devem ser minimizados. Se possível, conduzir sínteses em temperatura e pressão ambiente.
7	Uso de fontes renováveis: a matéria-prima utilizada nos processos deve ser renovável sempre que tecnicamente e economicamente possível.
8	Redução de derivações: o uso de derivações (uso de grupos bloqueadores, proteção/desproteção, modificação temporária de processos químicos ou físicos) deve ser evitado quando possível, pois tais etapas requerem reagentes adicionais e podem gerar mais resíduo.
9	Catálise: o uso de reagentes catalíticos (o mais seletivo possível) deve ser priorizado em relação ao uso de reagentes estequiométricos.
10	Planejamento de degradação: produtos químicos devem ser feitos de maneira que após cumprirem sua função, seus produtos de degradação sejam o mais inofensivos possível e que não persistam no meio-ambiente.

11	Análise em tempo real para prevenção de poluição: desenvolver melhores métodos analíticos que permitam monitoramento e controle em tempo real do processo antes da formação de substâncias nocivas.
12	Química inerentemente mais segura para a prevenção de acidentes: as substâncias e a forma das substâncias presentes em um processo químico devem ser escolhidas a fim de minimizar o risco de acidentes químicos como liberações de gás, explosões e incêndios.

FONTE: Traduzido e adaptado de ANASTAS; BEACH; MULVIHILL; ZIMMERMAN (2011, p. 273).

Como os princípios da Química Verde se aplicam mais aos processos envolvidos na síntese de um composto, muitos deles não se aplicam diretamente à Química Analítica, e os métodos analíticos também podem apresentar problemas ao meio ambiente e à saúde das pessoas. Com o intuito de atacar diretamente os problemas ambientais e toxicológicos relacionados às análises químicas, GALUSKA *et al.*, propuseram os 12 princípios da Química Analítica Verde em 2013 (Tabela 2).

TABELA 2 – Os 12 Princípios da Química Analítica Verde.

Nº	Princípio
1	Técnicas analíticas diretas devem ser aplicadas para evitar o tratamento de amostras.
2	Um pequeno número de amostras também pequenas é o ideal.
3	Medidas em situ devem ser realizadas
4	A integração de processos químicos e métodos analíticos economiza energia e reduz a geração de resíduos.
5	Métodos automatizados e miniaturizados devem ser escolhidos
6	Derivação deve ser evitada sempre que possível.
7	Deve ser evitada a formação de grandes quantidades de resíduos provenientes das análises, e esses resíduos devem ser gerenciados devidamente.
8	Métodos analíticos devem usar várias amostras e parâmetros de uma vez ao invés de um por vez, sempre que possível.
9	Eficiência energética também é um objetivo.
10	O uso de reagentes vindos de fontes renováveis deve ser priorizado.
11	Reagentes tóxicos devem ser eliminados ou reduzidos.
12	A segurança do operador deve ser melhorada.

FONTE: Traduzido e adaptado de GALUSKA; MIGASZEWSKI; NAMIEŚNIK (2013, p. 79).

## 2.2 - QUÍMICA VERDE OU QUÍMICA SUSTENTÁVEL?

Os termos Química Verde e Química Sustentável muitas vezes são usados como se representassem a mesma coisa (especialmente pela impressão que alguns setores da sociedade têm em achar que o termo “Verde” carrega um peso político), porém nem sempre isso é verdade. Química Verde é definida como “o design de produtos e processos químicos para reduzir ou eliminar o uso e a geração de substâncias perigosas” por John Warner e Paul Anastas, no livro *Green Chemistry: Theory and Practice* de 1998. Já a EPA a define da mesma forma, mas com a adição de que “a Química Verde se aplica a todo o ciclo de vida de um produto químico, seu design, sua produção, o seu uso e a disposição final. Química Verde também é conhecida como Química Sustentável” (*U.S. Environmental Protection Agency Office of Administration and Resources Management*. 2008. Disponível em <<https://www.epa.gov/greenchemistry/basics-green-chemistry#:~:text=Green%20chemistry%20is%20the%20design,%2C%20use%2C%20and%20ultimate%20disposal> .> acesso em: 25 de mar. de 2022).

Química Sustentável não tem uma definição na literatura tal como a Química Verde, mas John Warner apresenta a Sustentabilidade, em seu seminário *The Missing Elements* (Disponível em: <<https://www.youtube.com/watch?v=4dUxq-CJu54>> acesso em 18 de fev. de 2022), como um conceito que engloba diversas áreas do conhecimento, tais quais: economia, engenharia, agricultura, química e outros, e a Química Sustentável engloba diversos outros aspectos, incluindo a Química Verde. Como exemplo, ele cita a produção de painéis solares que, apesar de representarem um processo sustentável em relação à produção de energia, por fazerem uso de uma fonte renovável, se forem feitos com produtos tóxicos podem significar um risco no futuro quando tiverem que ser descartados e substituídos por novos.

E é essa a função da Química Verde, transformar processos antigos em processos que sejam mais baratos, mais seguros e mais eficientes ou criar processos e compostos novos levando em consideração as consequências que ele pode gerar em todo seu ciclo de vida. Logo, medidas educativas em relação ao gasto de água e energia no laboratório e a reutilização de materiais, (como solventes orgânicos e a sílica, que eventualmente podem ser reaproveitados) e que foram adotadas neste trabalho, se enquadram mais no âmbito da Química Sustentável, enquanto mudanças propostas para uma determinada síntese química no da Química Verde.



## 2.3 - MÉTRICAS PARA QUÍMICA VERDE

Algumas das formas de se quantificar as melhorias de um processo são a economia atômica, a RME (*reaction mass efficiency* ou eficiência de massa da reação, em português), o fator E e a produtividade de massas do processo. O ideal é que todos os átomos dos reagentes sejam incorporados no produto, quanto mais átomos incorporados, maior a economia atômica, menor é a produção de resíduos e subprodutos e maior é o aproveitamento dos reagentes utilizados. A economia atômica é a razão entre a massa molecular do produto desejado e o somatório das massas moleculares de todos os reagentes, como mostra a equação abaixo (MULVIHIL, *et al.*, 2011; TROST, 1991).

$$\text{Economia atômica (\%)} = \frac{\text{MM do produto desejado}}{\sum \text{MM de todos os reagentes}} \times 100$$

Uma das falhas do conceito de economia atômica é que ela não leva em conta as substâncias auxiliares utilizadas nos processos, e assume que o rendimento da reação é de 100%. Já a RME leva em consideração as massas utilizadas e formadas no processo, de forma que o rendimento da reação é levado em consideração. RME é o percentual de massa dos reagentes que permanece nos produtos e pode ser calculada da seguinte forma (CONSTABLE, *et al.*, 2002):

$$\text{RME (\%)} = \frac{\text{massa dos produtos}}{\sum \text{massa de todos os reagentes}} \times 100$$

O fator E, proposto por Roger Sheldon em 1992, foi a primeira métrica desenvolvida que pode ser aplicada a processos industriais e leva em consideração as substâncias auxiliares, com isso quantificou as grandes quantidades de resíduo gerados pela indústria. Pode ser calculado pela divisão da massa total de resíduos formados pela massa do produto desejado obtida, como mostra a equação (MULVIHIL, *et al.*, 2011).

$$\text{Fator E} = \frac{\text{massa em kg de resíduos formados}}{\text{massa de produto desejado}}$$

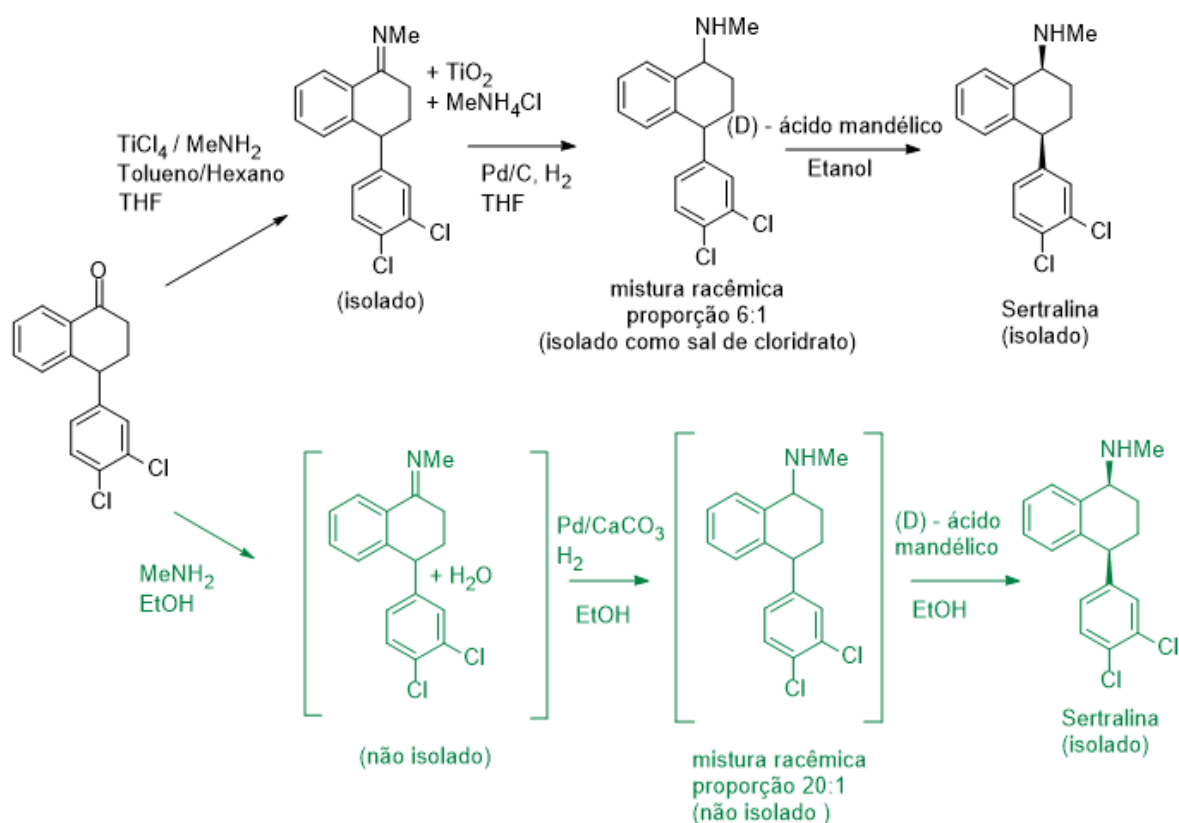
E a produtividade de massa é um conceito similar ao fator E, mas expresso em percentual, de forma que se torna mais fácil compará-la a outras métricas (MULVIHIL, *et al.*, 2011).

$$\text{produtividade de massa} = \frac{\text{massa dos produtos}}{\sum \text{massa de todos os reagentes e auxiliares}} \times 100$$

## 2.4 - APLICAÇÃO DOS PRINCÍPIOS DA QUÍMICA VERDE EM UM PROCESSO QUÍMICO

Na maioria das vezes, não é possível aplicar todos os princípios da Química Verde a um processo, e frequentemente uma melhoria em um aspecto pode gerar uma piora em outro, porém trabalhar em alguns princípios já pode representar uma grande mudança, como no caso do novo método sintético da Sertralina (Zoloft®) relatado por TABER *et al.*, em 2004, apresentado no Esquema 1. A Sertralina é um medicamento inibidor seletivo da recaptação da serotonina, eficiente no tratamento de quadros de depressão e ansiedade (MCRAVY; BRADY, 2001).

ESQUEMA 1 – Comparação da primeira rota sintética da Sertralina com a relatada por TABER *et al.*, em 2004



FONTE: Traduzido e adaptado de TABER; PFISTERER; COLBERG (2004, p. 386).

Como são produzidas 100 toneladas de Sertralina por ano, o método de TABER *et al.*, eliminou a necessidade de se utilizar 140 toneladas de  $\text{TiCl}_4$  (tetracloreto de titânio) por ano e preveniu a formação de 440 toneladas de um resíduo molhado de  $\text{TiO}_2\text{-MeNH}_2\text{.HCl}$ , que são compostos tóxicos e corrosivos. Além disso, a troca dos solventes tolueno, hexano e THF por etanol em todas as etapas representou uma diminuição de 77.400 litros de solvente por cada

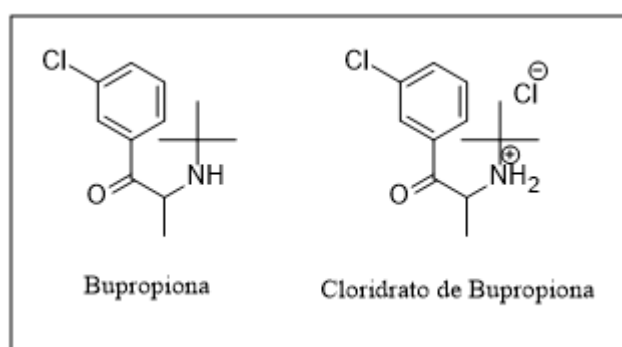
tonelada de Sertralina produzidos (o que representa uma melhoria incrível nas métricas fator E e produtividade de massa) e elimina diversas etapas de purificação, já que não é necessário isolar os intermediários e essas mudanças geram uma eficiência energética também, afinal a disposição ou tratamento de resíduos demandam energia. (TABER, *et al.*, 2004)

É possível dizer que esse processo aborda os seguintes princípios da Química Verde: 1, com a redução no número de resíduos formados; 2, eliminando reagentes cujos átomos não estão presentes no produto final; 3, com a troca de solventes tóxicos por etanol, além da diminuição da quantidade de solvente usado; 6, com a diminuição de resíduos gerados, etapas purificativas e tempos reacionais, há também uma economia energética; 8, com a eliminação da necessidade de purificar os intermediários; e 12, com a eliminação do uso de reagentes perigosos como  $\text{TiCl}_4$  (tetracloroeto de titânio),  $\text{TiO}_2$  (óxido de titânio),  $\text{MeNH}_2$  (metil-amina) e  $\text{HCl}$  (ácido clorídrico).

## 2.5 - SÍNTESE DA BUPROPIONA

Segundo um documento da Organização Mundial de Saúde, foi no ano de 2000 que a bupropiona recebeu esse nome, sendo anteriormente chamada de anfebutamona, seu nome genérico. Segundo REDDY *et al.*, 2010, a bupropiona, mostrada na Figura 2, é um antidepressivo que teve sua primeira síntese publicada em 1974, por MEHTA, com uma rota sintética muito maior do que as existentes atualmente e com um rendimento inferior a 40%. O medicamento, que só foi introduzido no mercado em 1985, inibe a recaptção de noradrenalina e dopamina e tem efeito antagônico em alguns receptores neurais relacionados à nicotina, o que o faz ser usado como medicamento antitabagista (DHILLHON *et al.*, 2008; SLEMMER *et al.*, 2000).

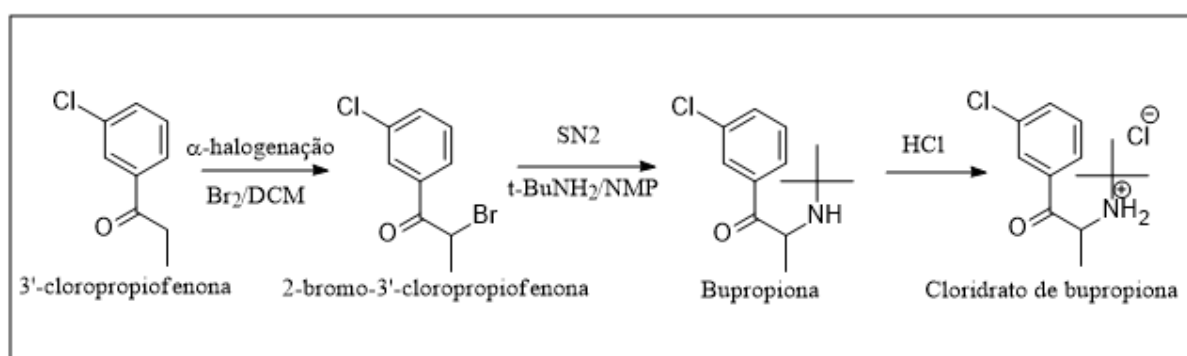
FIGURA 1 – Estruturas da bupropiona e de seu cloridrato.



FONTE: o autor, baseado em PERRINE *et al.*, 2000.

Em 2000, foi publicado um trabalho (PERRINE *et al.*, 2000) que apresentou um método curto e de um pote para a síntese da bupropiona, em 3 etapas. A reação deve ser executada a todo tempo dentro da capela por conter bromo, diclorometano e éter, que são agentes corrosivo, cancerígeno e muito inflamável, respectivamente, além de intermediários e resíduos extremamente lacrimogêneos. Na primeira etapa, o bromo é adicionado à 3'-cloropropiofenona via uma reação de alfa-halogenação, na presença de diclorometano, onde há a formação do enol respectivo, que então ataca o bromo e forma a 2-bromo-3'-cloropropiofenona, descrita no Esquema 2. Depois que todo o bromo reage, o solvente diclorometano é completamente evaporado e a 2-bromo-3'-cloropropiofenona é coletada. A segunda etapa acontece via mecanismo de substituição nucleofílica (S<sub>N</sub>2), em que a *tert*-butilamina é adicionada junto com *N*-metil-2-pirrolidona (NMP), um solvente polar aprótico, ao meio reacional. O produto dessa etapa é a base livre da bupropiona e a última etapa consiste na acidificação, para formação do sal cloridrato de bupropiona, também descrito no Esquema 2, que é mais solúvel em água.

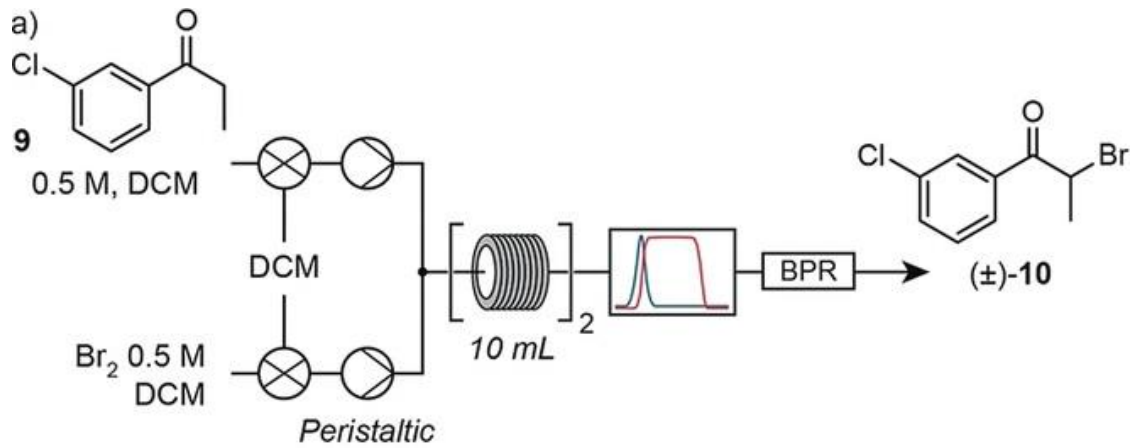
ESQUEMA 2 – Síntese da bupropiona



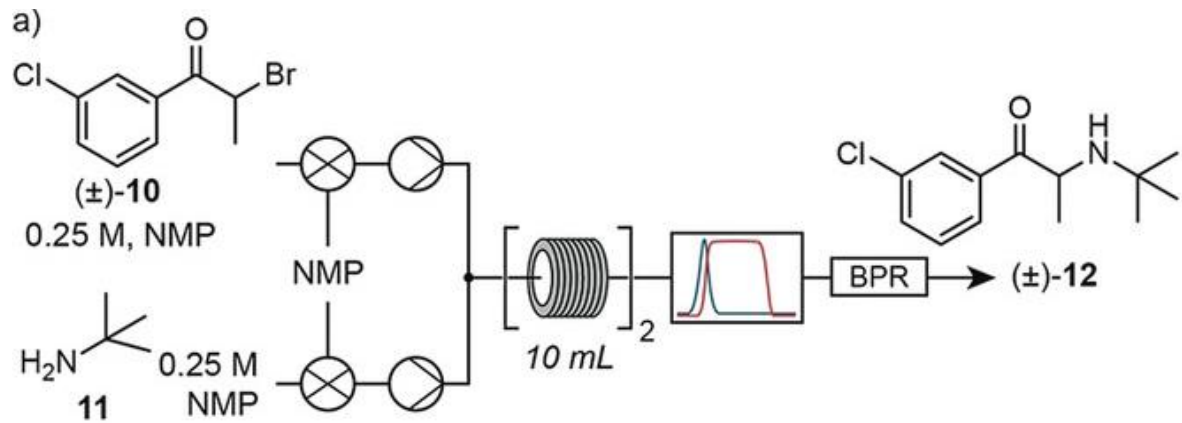
FONTE: o autor, baseado em PERRINE *et al.*, 2000.

Em 2010, REDDY *et al.* relataram um método escalonável para a produção da bupropiona que utilizava *N*-bromosuccimida como agente brominante, o que representa uma melhora na questão ambiental pelo fato de o bromo líquido ser extremamente tóxico. O trabalho de FITZPATRICK *et al.*, 2018, apresentou uma metodologia para a síntese em fluxo da bupropiona, com um sistema automatizado que pode ser controlado de qualquer lugar do mundo por um servidor em nuvem (Esquemas 3 e 4).

ESQUEMA 3 – Primeira etapa da síntese em fluxo da bupropiona.

FONTE: FITZPATRICK, *et al.*, 2018.

ESQUEMA 4 – Etapa final da síntese em fluxo da bupropiona.

FONTE: FITZPATRICK, *et al.*, 2018.

### 3. OBJETIVOS

O objetivo deste trabalho é a reavaliação de hábitos e procedimentos usuais no Laboratório de Química Metodológica e Orgânica Sintética (LaQMOS) do Instituto de Química (IQ) da Universidade de Brasília (UnB), e a introdução de novos procedimentos com o objetivo de diminuir o impacto ambiental das práticas efetuadas no laboratório, e estabelecer uma referência dentro da UnB para que outros laboratórios também adotem práticas mais sustentáveis. Além disso, propõe-se, também, a alteração da rota sintética para um fármaco conhecido que seja mais “verde” que os processos descritos na literatura. O medicamento escolhido foi a bupropiona, um excelente medicamento para o tratamento de quadros depressivos e no auxílio contra o tabagismo, que possui uma molécula relativamente pequena e de síntese que, embora rápida, utiliza algumas substâncias nocivas como bromo em sua forma líquida, éter e diclorometano.

#### 3.1 - OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Propor iniciativas para a redução no consumo de água do laboratório.
- Propor iniciativas para a redução no consumo de energia do laboratório.
- Incentivar o uso consciente de solventes.
- Realizar o gerenciamento de resíduos do laboratório.
- Realizar uma síntese mais “verde” da bupropiona.

## 4. METODOLOGIA

### 4.1 – CONSCIENTIZAÇÃO SOBRE OS PRINCÍPIOS DA QUÍMICA VERDE

Um cartaz, mostrado no anexo 5, contendo uma breve descrição dos 12 princípios da Química Verde, foi feito pelo autor do trabalho para ser exposto na área de balanças do laboratório, local onde a maioria dos usuários passa pelo menos uma vez ao dia, assim, os estudantes que frequentam o laboratório terão acesso facilitado a esse conteúdo.

### 4.2 - REDUÇÃO NO CONSUMO DE ENERGIA

Muitas das reações realizadas no laboratório podem levar várias horas, ou até mesmo dias, e uma placa de aquecimento ligada por todo esse tempo consome muita energia, além disso o exaustor da capela consome mais energia quando a guilhotina está totalmente aberta (MARIAN, *et. al.*, 2009). Tendo isso em vista, a artista digital Nathália Paprocki (outros trabalhos da artista disponíveis em: <<https://www.behance.net/nathalipaprock>>) foi contratada para criar 3 modelos de cartazes em tamanho A3 que foram expostos no laboratório:

- Um cartaz lembrando os usuários do laboratório de desligarem luzes e equipamentos quando não estiverem em uso, apresentado no anexo 1;
- Um cartaz lembrando os usuários do laboratório a manter a guilhotina da capela fechada quando o exaustor estiver ligado, apresentado no anexo 2.

### 4.3 - REDUÇÃO NO CONSUMO DE ÁGUA

Foi realizada a instalação de arejadores de torneira nas torneiras do laboratório. Esse dispositivo, mostrado na Figura 1, consiste em um adaptador que possui uma tela e que é anexado na ponta da torneira para adicionar ar ao jato de água expelido, de forma que o volume de água utilizada seja menor, porém a pressão da água se mantenha ou até aumente. O arejador também molda o jato de água, diminuindo os respingos causados pelo mesmo ao atingir o corpo ou superfícies. Foram utilizados arejadores da marca Blukit reparos hidráulicos, modelo com rosca  $\frac{3}{4}$ ", e o fabricante alega na descrição do produto que ele é

capaz de reduzir o consumo de água da torneira mas sem especificar quantidades (Disponível em : <<https://www.blukit.com.br/produto/detalhe/arejador-completo-com-adaptador>> acesso em 14 de abr. de 2022).

Então, foi feito um experimento, utilizando-se um balde plástico de volume igual a 7,5 litros e um aplicativo de cronômetro de um smartphone, para avaliar a diminuição da vazão da torneira com a adição do arejador, como mostra o anexo 3. O laboratório possui 4 torneiras, porém só foi possível avaliar 3 delas, já que uma está defeituosa e não se pode controlar sua abertura e fechamento. O balde foi posicionado abaixo das torneiras fora da direção do jato de água, as torneiras foram abertas ao máximo, e quando o balde era movido para debaixo do jato, o cronômetro era disparado. Dessa maneira, foi possível determinar a vazão das torneiras antes e depois da adição dos arejadores e estimar o volume de água economizado.

FIGURA 2 - Arejador de torneira



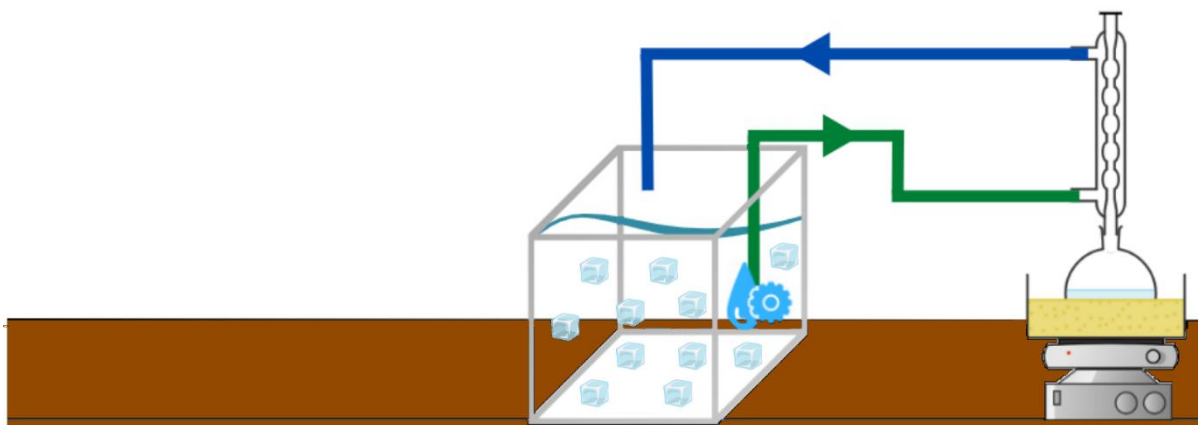
FONTE: Disponível em: <<https://www.blukit.com.br/produto/detalhe/arejador-completo-com-adaptador>> acesso em 14 de abr. de 2022).

Assim como no caso das placas de aquecimento consumindo energia, reações demoradas em refluxo são responsáveis por um grande consumo de água, já que o sistema presente no LaQMOS consiste em deixar uma torneira aberta durante todo o tempo com a água correndo. Um dispositivo de circulação com uma quantidade fixa de água e gelo em um balde pode evitar esse desperdício, então foi criado um dispositivo de circulação de água utilizando uma caixa de isopor, com volume de oito litros, e uma bomba de aquário baseado no esquema 5. A bomba foi acoplada à parede interior da caixa de isopor e foram feitas duas pequenas saídas para as mangueiras, além disso, a caixa de isopor foi revestida com papel alumínio e fita adesiva para prevenir que alguma substância corrosiva danificasse a caixa. Para utilizar o dispositivo é necessário preencher o isopor com água e gelo, ou uma serpentina



de gelo pode ser posicionada dentro dele, e conectar uma mangueira da bomba até o condensador de refluxo, e uma do condensador de refluxo até a caixa de isopor.

ESQUEMA 5 – Diagrama de um dispositivo de circulação de água



### Legenda :



FONTE: o autor.

A economia de água referente a esse dispositivo também pode ser calculada, foi feito um experimento similar aos feitos nas torneiras das bancadas do laboratório com as torneiras das capelas, só que no lugar do balde foi utilizado um Erlenmeyer de 500 mL.

## 4.4 - USO CONSCIENTE DE SOLVENTES E GERENCIAMENTO DE RESÍDUOS

Muitos solventes tóxicos utilizados hoje em dia podem ser substituídos por solventes menos agressivos, mas que também realizam igualmente sua função. Tendo isso em vista, além dos cartazes em relação ao consumo de energia, a artista Nathália Paprocki adaptou a *GSK Solvent Guide*, de 2009 (Disponível em <<http://www.rsc.org/suppdata/gc/c0/c0gc00918k/c0gc00918k.pdf>> acesso em 15 de out. de 2021), como mostra o anexo 4, para que os estudantes tenham esse material com fácil acesso

no laboratório. O cartaz possui um código QR (*quick response code* ou código de resposta rápida em português) que ao ser escaneado pela câmera de um smartphone faz o download da versão completa da *GSK Solvent Guide*, que contém várias informações importantes sobre a maioria dos solventes orgânicos utilizados no laboratório.

Além disso, outro ponto importante é o gerenciamento dos resíduos produzidos no laboratório. Muitas coisas que são descartadas ainda podem ser reutilizadas mediante tratamento, e o que realmente for resíduo precisa ser mais bem separado e identificado. O laboratório possui três rotaevaporadores, e um desses foi reservado para uso exclusivo para evaporação de diclorometano, assim é possível coletar esse solvente utilizado, destilar e reutilizá-lo, seja para reações ou para colunas cromatográficas. A pessoa responsável pela separação desse rotaevaporador e pela destilação do diclorometano coletado é a pesquisadora Thaissa Pasquali, bolsista de pós-doutorado do laboratório. Como o diclorometano é um dos solventes mais utilizados no laboratório, essa reutilização pode representar uma grande economia. Foi feita também a designação dos descartes para resíduos aquosos, orgânicos halogenados e orgânicos não-halogenados que estavam sendo feitos erroneamente, além de novos recipientes para descarte exclusivo de materiais sólidos que não sejam sílica e para plásticos e papéis que estejam contaminados. Essas mudanças também foram de autoria da pesquisadora Thaissa Pasquali.

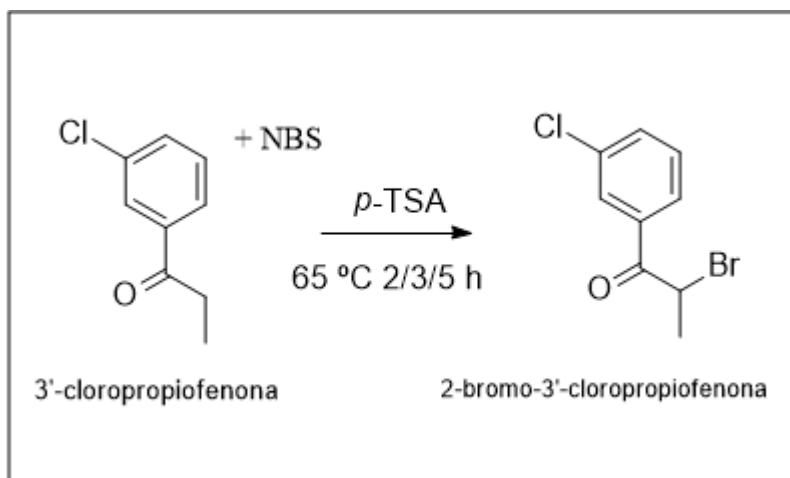
Como os trabalhos de LOUREIRO *et al.*, 1990 e WAHSI *et al.*, 2018 para recuperação da sílica usada em colunas cromatográficas envolvem a utilização de um forno que atingisse no mínimo temperaturas de 600 °C, o que implicaria num processo com baixíssima eficiência energética, e ainda o fato de o laboratório não possuir um equipamento desses à disposição, foi escolhido utilizar o método relatado por TEIXEIRA, *et al.*, 2003, que consiste no tratamento com H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (peróxido de hidrogênio) e luz solar. Duas amostras, cada uma contendo 50 gramas do resíduo de sílica do laboratório, foram colocadas em um prato feito de material transparente e depois foram adicionadas duas alíquotas de 70 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> com um intervalo de 1 hora entre as adições. Após a segunda adição, o prato foi colocado em uma bandeja e levado para o lado de fora do IQ-UnB para exposição ao sol por 6 e 7 horas (amostras 1 e 2, respectivamente) começando às 10 horas da manhã no horário de Brasília. A latitude da cidade de Brasília é de 15° 46' 48" Sul e a temperatura máxima média dos dias em que os experimentos foram feitos foi de 28 °C (23/02/20022 e 07/03/2022) (Disponível em <<https://en.db-city.com/Brazil--Federal-District--Brasilia>> acesso em 15 de abr. de 2022).

A evolução da reação foi acompanhada de perto e água era adicionada de tempos em tempos para evitar a secagem da sílica e era feita agitação com o auxílio de um bastão de vidro. Após retirada do sol, as amostras de sílica foram lavadas com 200 mL de água e ativadas por 12 horas em uma estufa a 120 °C. Depois, a amostra foi colocada em uma coluna cromatográfica e lavada com 100 mL de cada solvente: hexano, diclorometano e metanol, nessa ordem. Dos resíduos das lavagens com hexano e diclorometano, foram separadas alíquotas de 1,5 mL (uma de cada solvente) que foram então analisadas por CG-EM (Cromatografia Gasosa acoplada a Espectrômetro de Massas) para constatar a presença de impurezas no material.

#### 4.5 - SÍNTESE DA BUPROPIONA

Para realizar a síntese da bupropiona, foi seguido o método 2 do procedimento relatado por REDDY, *et al.*, em 2010 e a primeira etapa da reação foi feita para se obter o intermediário 2-bromo-3'-cloropropiofenona. Em um balão de fundo redondo, foram adicionados 0,996 g de 3'-cloropropiofenona, 2 mL de acetonitrila, 0,114 g de *p*-TSA (*p*-toluenesulfonic acid ou ácido *p*-toluenossulfônico em português) e 1,156 g de NBS, a solução foi agitada magneticamente por 15 minutos, à temperatura ambiente. A temperatura foi aumentada gradualmente até 65 °C e a agitação seguiu por 3 horas e ao final a temperatura foi baixada até 20 °C com auxílio de um banho de água e gelo. Foram adicionados 5 mL de água e 5 mL de tolueno e a solução foi agitada por 10 minutos. Após esse tempo, a fase orgânica foi separada, lavada duas vezes com 5 mL de água e uma vez com 5 mL de salmoura e secada com sulfato de sódio. O sulfato foi filtrado, o solvente evaporado e foi preparada uma amostra para análise de RMN (ressonância magnética nuclear) de <sup>1</sup>H (hidrogênio).

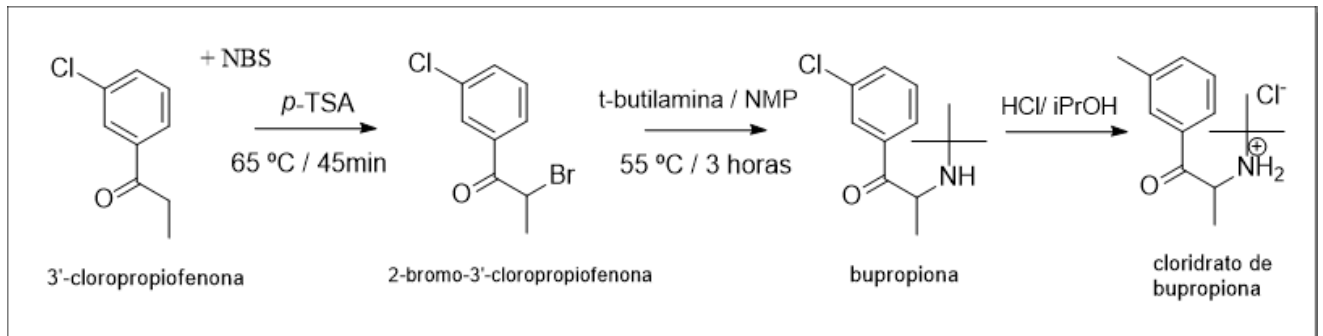
ESQUEMA 6 – Síntese da 2-bromo-3'-cloropropiofenona



FONTE: o autor

No intuito de diminuir a quantidade de substâncias perigosas envolvidas na síntese, a etapa descrita acima foi repetida numa proporção 10 vezes menor, mas substituindo o solvente acetonitrila por glicerol. Essa reação foi testada em duas, três e cinco horas, além disso, foi testada uma vez também no reator de micro-ondas por 17 minutos a 65 °C. Após essas etapas, o método 1 do mesmo trabalho de REDDY, *et al.*, foi feito duas vezes, para obtenção do cloridrato de bupropiona sem isolar intermediários.

Neste método, a primeira etapa não utiliza solventes, foram adicionados 1,024 g da 3'-cloropropiofenona, 1,232 g do NBS e 0,143 g do *p*-TSA. A mistura sólida resultante foi agitada a 25 °C por 15 minutos e depois foi aquecida lentamente até 60 °C. Nessa temperatura, a reação foi agitada por 45 minutos, e resultou em um líquido de aparência viscosa. A temperatura foi abaixada para 20 °C com auxílio de um banho de água e gelo e foram adicionados 5 mL de água e 5 mL de tolueno. A fase orgânica foi separada, lavada duas vezes com 5 mL de água e uma vez com 5 mL de salmoura e secado com sulfato de sódio. Foram adicionados 1,5 mL de *tert*-butilamina, 1 mL do NMP e a temperatura foi elevada a 55 °C, e a agitação seguiu por três horas. Após o término da reação, a temperatura foi abaixada novamente a 20 °C com um banho de água e gelo, foram adicionados 5 mL de água e a reação foi agitada por 15 minutos. A fase orgânica foi separada, lavada e secada da mesma forma que foi feito na primeira etapa e então a temperatura foi abaixada para 0-5 °C e foi feita a adição de uma solução de HCl e álcool isopropílico (1:5) para a precipitação do produto.

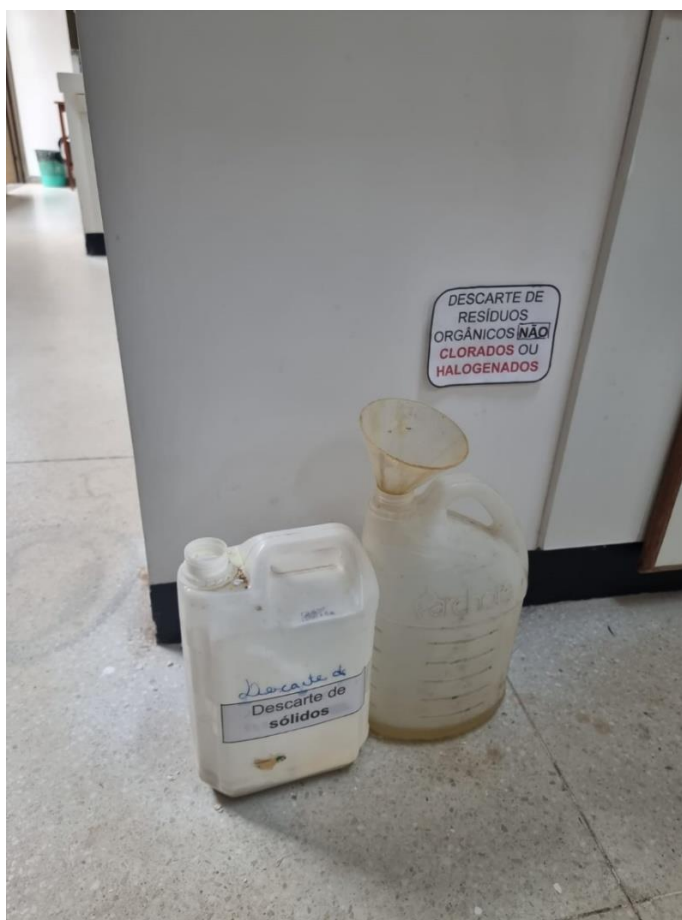
ESQUEMA 7 – Síntese da bupropiona seguindo o procedimento de REDDY, *et al.*FONTE: o autor, baseado em REDDY, *et al.*, 2010.

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 5.1 - CARTAZES DE CONSCIENTIZAÇÃO E GERENCIAMENTO DE RESÍDUOS

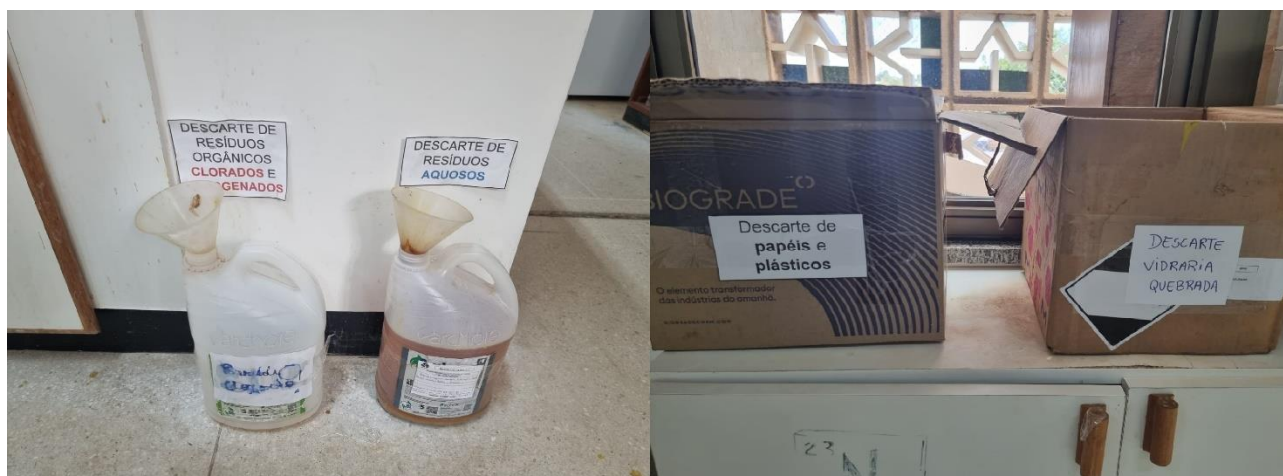
Todos os cartazes elaborados (tanto pela artista Nathália Paprocki quanto pelo autor), referentes às campanhas de conscientização de consumo de energia, troca de solventes e os princípios da Química Verde, foram dispostos em locais de visão ampla e condizentes com as mensagens presentes no mesmo. As fotos dos cartazes dispostos no laboratório podem ser vistas nos anexos 6, 7, 8, 9, 10 e 11. Os novos locais para descarte feitos pela pesquisadora Thaissa Pasquali podem ser vistos nas Figuras 3 e 4.

FIGURA 3 – Locais novos para descarte



FONTE: Thaissa Pasquali (os descartes), e o autor (a imagem).

FIGURA 4 – Outros locais novos para descarte



FONTE: Thaissa Pasquali (os descartes), e o autor (a imagem).

Apesar do reator de micro-ondas do laboratório ter apresentado um defeito e ter sido enviado para manutenção, os alunos do grupo do laboratório são sempre orientados a testar suas reações com esse método, quando disponível, já que sínteses feitas em tempo e temperatura baixos, com o auxílio de um reator de micro-ondas, podem representar uma obtenção de ganho energético em relação às reações feitas em refluxo por muitas horas em uma chapa de aquecimento com temperaturas elevadas, mesmo que seja difícil quantificar esse ganho.

## 5.2 - REDUÇÃO NO CONSUMO DE ÁGUA

### 5.2.1 – Arejadores de torneira

Utilizando-se da metodologia descrita anteriormente, foram obtidos dados do tempo em que as três torneiras funcionais do laboratório levam para encher o balde de 7,5 L, com e sem arejação, como mostra a Tabela 3.

TABELA 3 – Tempos obtidos no experimento para o cálculo da vazão de água das torneiras do laboratório.

Torneira	Tempo sem arejador (s)	Tempo com arejador (s)	▲ t (s)
1	70,81	80,94	10,13
2	34,45	57,26	22,81
3	14,85	48,97	34,12

FONTE: o autor.

Sabendo que o volume do balde utilizado no experimento é de 7,5 litros ou 7.500 mililitros e conhecendo o tempo em que as torneiras levam para encher o balde, é possível estimar a vazão das torneiras do laboratório com e sem os arejadores de torneira (Tabela 4).

$$Vazão = \frac{Volume\ de\ água}{intervalo\ de\ tempo}$$

TABELA 4 – Vazão das torneiras sem e com arejador.

Torneira	Vazão sem arejador (mL/s)	Vazão com arejador (mL/s)	▲ V(mL/s)
1	105,92	92,66	13,26
2	217,71	130,98	86,73
3	505,05	153,15	351,9

FONTE: o autor.

Os arejadores se demonstraram extremamente eficientes em diminuir a vazão da água expelida pelas torneiras, confirmando a alegação do fabricante, e é possível observar que quanto maior a vazão da torneira, maior é a economia proporcionada pelo arejador, com os valores variando de uma diminuição de 12,52% da vazão para a torneira 1; 39,84% de diminuição da vazão para a torneira 2 e uma diminuição de 69,68% da vazão para a torneira 3. Esses valores podem representar uma economia de até 47 litros de água depois de uma hora de funcionamento da torneira 1 em sua capacidade máxima, 312 litros em uma hora de funcionamento da torneira 2 e 1260 litros em uma hora de utilização da torneira 3.

### 5.2.2 – Dispositivo de circulação de água

A economia de água do dispositivo de circulação de água para reações em refluxo feito, mostrado nos anexos 16 e 17, pode ser calculada conhecendo o volume do dispositivo de circulação e a vazão das torneiras. São três capelas e cada uma possui uma torneira, foi obtido o tempo que cada torneira levava para encher um Erlenmeyer de 500 mL, dessa forma foi possível obter a vazão dessas torneiras e assim estimar a água economizada por hora de



refluxo multiplicando a vazão por 3.600 segundos e subtraindo o volume do dispositivo (Tabela 4).

TABELA 5 – Economia de água gerada pelo dispositivo de circulação de água

Capela	Tempo (s)	Vazão (mL/s)	Economia de água (L/hr de reação em refluxo)
1	11,98	41,74	$150,26 - 8 = 142,26$
2	10,35	48,31	$173,92 - 8 = 165,92$
3	10,10	49,50	$178,2 - 8 = 170,2$

FONTE: o autor.

### 5.3 - RECUPERAÇÃO DA SÍLICA

As duas amostras de 50 gramas de sílica foram submetidas à metodologia exposta anteriormente, porém, após retirar a amostra 1 da ativação termal, foi possível constatar a presença de pedaços de plástico, papel alumínio- e outros contaminantes sólidos, como mostra a Figura 5, o que invalidou a amostra, mesmo assim foi possível observar uma grande melhora na aparência dessa sílica, como mostram as Figuras 3 e 4.

FIGURA 5 – Evolução da amostra 1 de sílica após cada aplicação de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>



FONTE – o autor.

FIGURA 6 – Amostra 1 de sílica após 3 horas de exposição ao sol



FONTE – o autor.

FIGURA 7 – Amostra 1 de sílica contendo impurezas sólidas



FONTE – o autor.

Após a criação de um recipiente para descarte de sólidos com exceção de sílica, os membros do laboratório foram alertados em relação ao descarte correto da sílica utilizada. Então foi coletada a amostra 2. A amostra 2 também apresentou uma grande melhora visual

na questão da coloração da sílica após sete horas de exposição solar e 15 horas de ativação a 120 °C, como é possível observar nas figuras 6 e 7.

FIGURA 8 – Evolução da amostra 2 de sílica após cada aplicação de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>



FONTE – o autor.

FIGURA 9 – Evolução da amostra 2 de sílica após 7 horas de exposição ao sol e ativação térmica



FONTE – o autor.

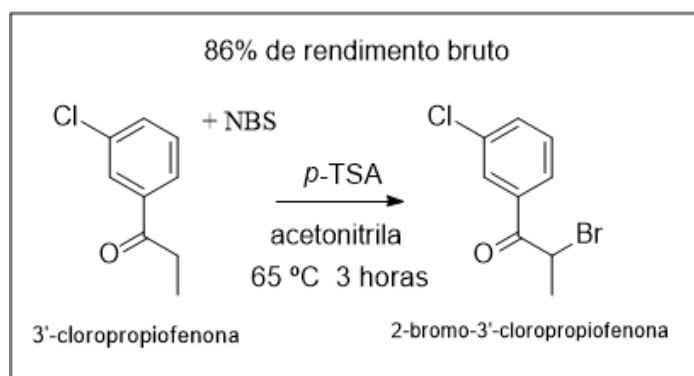
Ao ser retirada da estufa, a sílica foi lavada com hexano, diclorometano e metanol, nesta ordem. Dos resíduos da lavagem com hexano e diclorometano foram separadas alíquotas de 1,5 mL que foram analisadas via CG-EM. Os resultados dessas análises, que estão expostos nos anexos 12 e 13, mostraram que a sílica ainda possuía diversos contaminantes de diferentes massas e impossíveis de se identificar por se tratar de um material que foi descartado por diversos alunos, sendo que cada um trabalha com diversas substâncias. Além disso, o resíduo da lavagem com metanol apresentou uma coloração

amarelada, o que por si só já representa uma contaminação do material, impossibilitando seu uso para reações de pesquisa ou de ensino. Os motivos para a permanência desses materiais na sílica podem ser dois: primeiro, a condição climática na cidade de Brasília, que é diferente da região onde TEIXEIRA, *et al.*, 2003, realizaram o trabalho; e segundo, o prazo de validade do peróxido de hidrogênio disponível no laboratório está expirado desde 2011 e sua atividade oxidante pode estar enfraquecida.

#### 5.4 - SÍNTESE DA BUPROPIONA

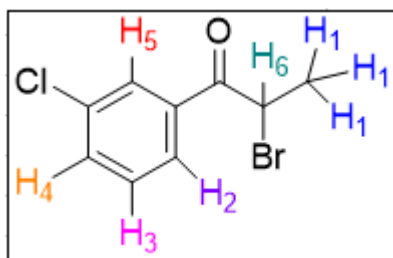
A síntese da 2-bromo-3'-cloropropiofenona, seguindo o método 2 do procedimento de REDDY, *et al.*, resultou em um óleo amarelado com efeito lacrimogênio (Esquema X). A reação teve um rendimento bruto de 86% e a formação do produto foi confirmada com a análise do espectro de RMN  $^1\text{H}$ , como mostram o anexo 14 e a tabela 6, e é possível observar também alguns contaminantes e resquícios do material de partida. Esse produto não foi purificado e foi reservado para servir de padrão para confirmação de outras reações via CCD (cromatografia de camada delgada).

ESQUEMA 8 – Síntese da 2-bromo-3'-cloropropiofenona seguindo o método 2 proposto por REDDY, *et al.*



FONTE: o autor.

FIGURA 10 - 2-bromo-3'-cloropropiofenona



FONTE: o autor.

TABELA 6 – Deslocamento químico dos hidrogênios da 2-bromo-3'-cloropropiofenona por RMN de  $^1\text{H}$ 

Hidrogênio	Deslocamento químico (ppm)	Multiplicidade	$J$ (Hertz)
H <sub>1</sub>	1,91	Dupleto	6,6
H <sub>2</sub>	7,56	Dupleto	7,5
H <sub>3</sub>	7,4	Tripleto	7,5
H <sub>4</sub>	7,9	Dupleto	7,5
H <sub>5</sub>	8	Simpleto	----
H <sub>6</sub>	5,22	Quadrupletto	6,6

FONTE: o autor

As tentativas de replicar essa primeira etapa efetuando a troca do solvente por glicerol e reagindo a 65 °C por duas, três e cinco horas, resultaram em produtos muito impuros, onde havia muito material de partida e os sinais do produto não puderam ser observados claramente, além disso a aparência desses produtos era de um óleo laranja, sem efeito lacrimogênio. Antes do reator de micro-ondas ser enviado para a manutenção, foi possível realizar uma tentativa de replicar essa etapa em glicerol a 65 °C por 17 minutos, porém o aparelho já estava apresentando defeitos, e a reação foi interrompida aos 10 minutos, o aparelho foi religado, a reação seguiu por mais sete minutos e o reator parou de funcionar. Essa reação também apresentou um espectro muito contaminado, onde não foi possível observar os sinais do produto.

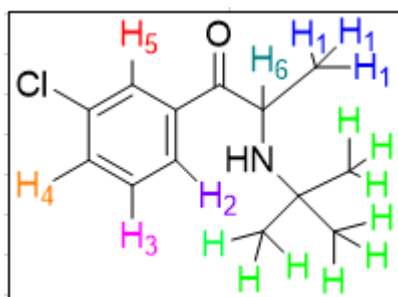
Como as tentativas de melhorar a primeira etapa do segundo método não estavam produzindo resultados, a abordagem foi mudada, e foi repetido o procedimento do método 1 proposto por REDDY, *et al.*, para a síntese completa do cloridrato de bupropiona. Esse método é vantajoso em relação ao método 2, pois não usa solvente na etapa de formação da 2-bromo-3'-cloropropiofenona, além de que o tempo reacional dessa etapa diminui de três horas

para 45 minutos. O intuito do trabalho era reproduzir o método de REDDY, *et al.* e depois efetuar a troca de solvente na segunda etapa da reação, porém, apesar da etapa sem solventes funcionar muito bem, não foi possível precipitar o produto.

Na primeira tentativa, a solução de HCl-<sup>i</sup>PrOH (álcool isopropílico) utilizada foi feita borbulhando gás HCl vindo da reação de NaCl e H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> no álcool, pois o autor do procedimento não especifica como fazer a solução de <sup>i</sup>PrOH/HCl. Como a adição dessa solução não causou a precipitação do produto, foi adicionado também HCl concentrado, mas também não houve precipitação. Essas adições de ácido resultaram na criação de duas fases no meio reacional, uma fase com álcool e água e uma fase com o tolueno, as fases foram separadas e os solventes evaporados em ambas. Os produtos das duas fases foram enviados para análise de RMN de <sup>1</sup>H e não foi possível observar os sinais do produto em nenhum dos dois.

Com base no trabalho de PERRINE, *et al.*, foi preparada uma solução de HCl-<sup>i</sup>PrOH misturando 10 mL de HCl concentrado e 50 mL do álcool isopropílico para efetuar a precipitação do produto na segunda tentativa, mas essa solução também não foi capaz de precipitar o cloridrato de bupropiona. Novamente duas fases foram formadas, uma com etanol e uma com tolueno, elas foram separadas e evaporadas e os produtos enviados para análise de RMN de <sup>1</sup>H. No espectro do produto da fase com tolueno, não foram observados os sinais da bupropiona, mas no espectro da fase com álcool sim, como mostra o anexo 15, apesar de possuir algumas impurezas e necessitar de uma purificação via coluna cromatográfica. Sem considerar as impurezas, essa reação apresentou apenas 9% de rendimento, após a purificação esse número vai diminuir ainda mais, o que mostra que essa reação também não foi efetuada com sucesso.

FIGURA 11 – Bupropiona



FONTE: o autor.

TABELA 7 – Deslocamento químico dos hidrogênios da bupropiona por RMN de  $^1\text{H}$ 

<b>Hidrogênio</b>	<b>Deslocamento químico (ppm)</b>	<b>Multiplicidade</b>	<b>J (Hertz)</b>
<b>H<sub>1</sub></b>	1,75	Dupleto	6,5
<b>H<sub>2</sub></b>	7,68	Dupleto	7,5
<b>H<sub>3</sub></b>	7,55	Tripleto	7,5
<b>H<sub>4</sub></b>	7,91	Dupleto	7,5
<b>H<sub>5</sub></b>	7,99	Simpleto	----
<b>H<sub>6</sub></b>	5,22	Quadrupletto	6,5
<b>H</b>	1,49	Simpleto	----

FONTE: o autor.

## 6. CONSIDERAÇÕES FINAIS

A partir do estudo realizado, foi possível constatar a importância que pequenas atitudes podem gerar em um laboratório de química. É somente com a difusão dos princípios da Química Verde entre professores e alunos (desde o início de sua formação) por meio de disciplinas e campanhas de conscientização que poderemos começar mudanças verdadeiramente importantes na forma como a ciência é feita atualmente.

Este trabalho obteve excelentes resultados em relação à economia de água no laboratório, e a afirmação do fabricante de arejadores de torneira foi confirmada, já que o dispositivo é capaz de economizar um volume significativo de água, acrescido do fato de que quanto maior for a pressão/vazão da torneira em questão, maior será a economia. As perspectivas envolvendo esse aspecto do trabalho são de criar mais dispositivos de circulação e efetuar a instalação de arejadores em todas as torneiras do IQ, e futuramente, em todas as torneiras da UnB, o que pode representar uma economia gigantesca de água, tornando as atividades da universidade muito mais sustentáveis.

O procedimento de recuperação da sílica não se mostrou 100% eficiente, porém houve uma melhora significativa nos contaminantes presentes na mesma, e há perspectiva para testar o procedimento em outras condições climáticas e com reagentes não expirados. Caso se demonstre eficiente, esse procedimento pode representar uma grande economia de recursos para os laboratórios de ensino.

Apesar dos esforços, este trabalho não obteve sucesso em melhorar as condições reacionais para a síntese da bupropiona. Os solventes “verdes” utilizados não favoreceram a formação do produto, e o reator de micro-ondas não estava disponível para testar outras condições de tempo e temperatura. Com o retorno do aparelho da manutenção, outras condições e solventes podem ser experimentadas.



## REFERÊNCIAS

- ACS Green Chemistry Institute. Disponível em <<https://www.acs.org/content/acs/en/greenchemistry/about.html>> acesso em 15 de out. de 2021
- ANASTAS, PAUL; EGHBALI, NICOLAS. Green Chemistry: Principles and Practice. **Chemical Society Reviews**. vol. 39, p. 301-312, 2009.
- Beyond Benign Green Chemistry Commitment. Disponível em <<https://www.beyondbenign.org/he-green-chemistry-commitment/>> acesso em: 15 de out. de 2021
- Blukit Reparos Hidráulicos. Arejador com rosca 3/4". Disponível em <<https://www.blukit.com.bxfgr/produto/detalhe/arejador-completo-com-adaptador>> acesso em 14 de abr. de 2022
- CONSTABLE, D.J.; CURZONS, A.D; CUNNINGHAM, V.L.; Metrics to 'green' chemistry which are the best? **Green Chemistry**. vol 4, n. 6, p. 521-527, 2002
- DB City. Dados geográficos de Brasília. Disponível em <<https://en.db-city.com/Brazil--Federal-District--Brasilia>> acesso em 15 de abr. de 2022
- DHILLON, SOHITA; YANG, LILY P. H.; CURRAN, MONIQUE P.; Bupropion. **Drugs**. vol. 68, p. 653-689, 2008.
- EPA Green Chemistry Challenge. Disponível em <<https://www.epa.gov/greenchemistry/green-chemistry-challenge-eligibility-and-scope>> acesso em 15 de out. de 2021
- FITZPATRICK, DANIEL E.; MAUJEAN, TIMOTHÉ; EVANS, AMANDA C.; LEY, STEVEN V; Across-the-World Automated Optimization and Continuous-Flow Synthesis of Pharmaceutical Agents Operating Through a Cloud-Based Server. **Angewandte Chemie International Edition**. vol. 57, p. 15128-15132, 2018.
- GALUSZKA, A; MIGASZEWSKI, Z; NAMIEŚNIK, J; The 12 principles of green analytical chemistry and the SIGNIFICANCE mnemonic of green analytical practices. **TrAC Trends in Analytical Chemistry**. Vol 50, p.78-84, 2013.
- GSK Solvent Selection Guide 2009. Disponível em <<http://www.rsc.org/suppdata/gc/c0/c0gc00918k/c0gc00918k.pdf>> acesso em 16 de out. de 2021
- International Nonproprietary Names for Pharmaceutical Substances (INN). **WHO Drug Information**. Vol. 14, n. 2, p. 132, 2000. Disponível em <[http://apps.who.int/iris/bitstream/handle/10665/58135/DRUG\\_INFO\\_14\\_2\\_2000\\_INN-83.pdf?sequence=1&isAllowed=y](http://apps.who.int/iris/bitstream/handle/10665/58135/DRUG_INFO_14_2_2000_INN-83.pdf?sequence=1&isAllowed=y)> acesso em: 01 de out. de 2021.
- LOUREIRO, ANTONIO P.; DE SOUZA, JOVINO A.; APARECIDO, DAVID; FERNANDES, JOÃO B.; Recuperação de sílica-gel: uma nova alternativa. **Química Nova**. Vol. 14, n. 2, p. 112, 1991.
- MARIAN JR., JOSEPH S.; JORDAN, PAUL T.; GUMPALLI, VINEET; ALLEN, LEEDS; GAVLAK, STEVE; A Study of Factors Affecting Fume Hood Energy Consumption. **American Auto-Matrix, One Technology Lane, Export, Pennsylvania 15632, USA**. 2009.

Disponível em < [https://www.i2sl.org/elibrary/documents/marian\\_whitepaper.pdf](https://www.i2sl.org/elibrary/documents/marian_whitepaper.pdf)> acesso em :15 de out. de 2021.

MCRAE, A.L.; BRADY, K.T.; Review of sertraline and its clinical applications in psychiatric disorders. **Expert Opinion on Pharmacotherapy**. vol 2, n. 5, p. 883-892, 2001

MULVIHIL, MARTIN J.; BEACH, EVAN S.; ZIMMERMAN, JULIE B.; ANASTAS, PAUL T.; Green Chemistry and Green Engineering: A Framework for Sustainable Technology Development. **Annual Review of Environment and Resources** vol. 36, p. 271-293, 2011.

**My Green Lab**. Disponível em < <https://www.mygreenlab.org/>> acesso em 13 de out. de 2021.

PERRINE, DANIEL M.; ROSS, JASON T.; NERVI, STEPHEN J.; ZIMMERMAN, RICHARD H.; A Short, One-Pot Synthesis of Bupropion (Zyban, Wellbutrin). **Journal of Chemical Education**. vol. 77, n. 11, p. 1479, 2000.

SLEMMER, M. J.; MARTIN, B. R.; DAMAJ, M. I.; Bupropion is a nicotinic antagonist. **The Journal of Pharmacology and Experimental Therapeutics**. vol. 295, n. 1, p.321-327, 2000.

**Socialab**. Disponível em < <https://www.socialab.com.br/>> Acesso em: 14 de out. de 2021

TABER, G. P.; PFISTERER, D. M.; COLBERG, J. C.; A New and Simplified Process for Preparing N-[4-(3,4-Dichlorophenyl)-3,4-dihydro-1(2H)-naphthalenylidene] methanamine and a Telescoped Process for the Synthesis of (1S-cis)-4-(3,4-Dichlorophenol)-1,2,3,4-tetrahydro-N-methyl-1-naphthalenamine Mandelate: Key Intermediates in the Synthesis of Sertraline Hydrochloride. **Organic Process Research & Development**, vol 8, n. 3, p. 385–388, 2004

TEIXEIRA, S.C.G.; MATHIAS, L; CANELA, M.C.; Recuperação de sílica-gel utilizando processos oxidativos avançados: uma alternativa simples e de baixo custo. **Química Nova**. vol 26, p.931-933, 2003

**The Cambridge Green Challenge**. Disponível em < <https://www.environment.admin.cam.ac.uk/cambridge-green-challenge>> Acesso em: 14 de out. de 2021

TROST, B.M; The atom economy—a search for synthetic efficiency. **Science**, vol 254, n. 5037, p. 1471-1477, 1991

THIRUPATHI REDDY, Y; NARSIMHA REDDY, P.; NIKHIL REDDY, M.; RAJITHA, B.; CROOKS, PETER A.; Convenient and Scalable Process for the Preparation of Bupropion Hydrochloride via Efficient Bromination of *m*-Chloropropiophenone with N-Bromosuccinimide. **Synthetic Communications**. vol. 40, n. 11, p. 1566-1573, 2010.

URBINA, MAURICIO A.; WATTS, ANDREW J. R.; REARDON, ERIN E; Labs should cut plastic waste too. **Nature**. vol. 528, p. 479, 2015

U.S. Environmental Protection Agency Office of Administration and Resources Management. Laboratories for the 21<sup>st</sup> Century: An Introduction to Low-Energy Design. 2008. Disponível em < <https://www.nrel.gov/docs/fy08osti/29413.pdf>> acesso em: 21 de set. de 2021.

U.S. Environmental Protection Agency Office of Administration and Resources Management. 2008. Disponível em < <https://www.epa.gov/greenchemistry/basics-green>>

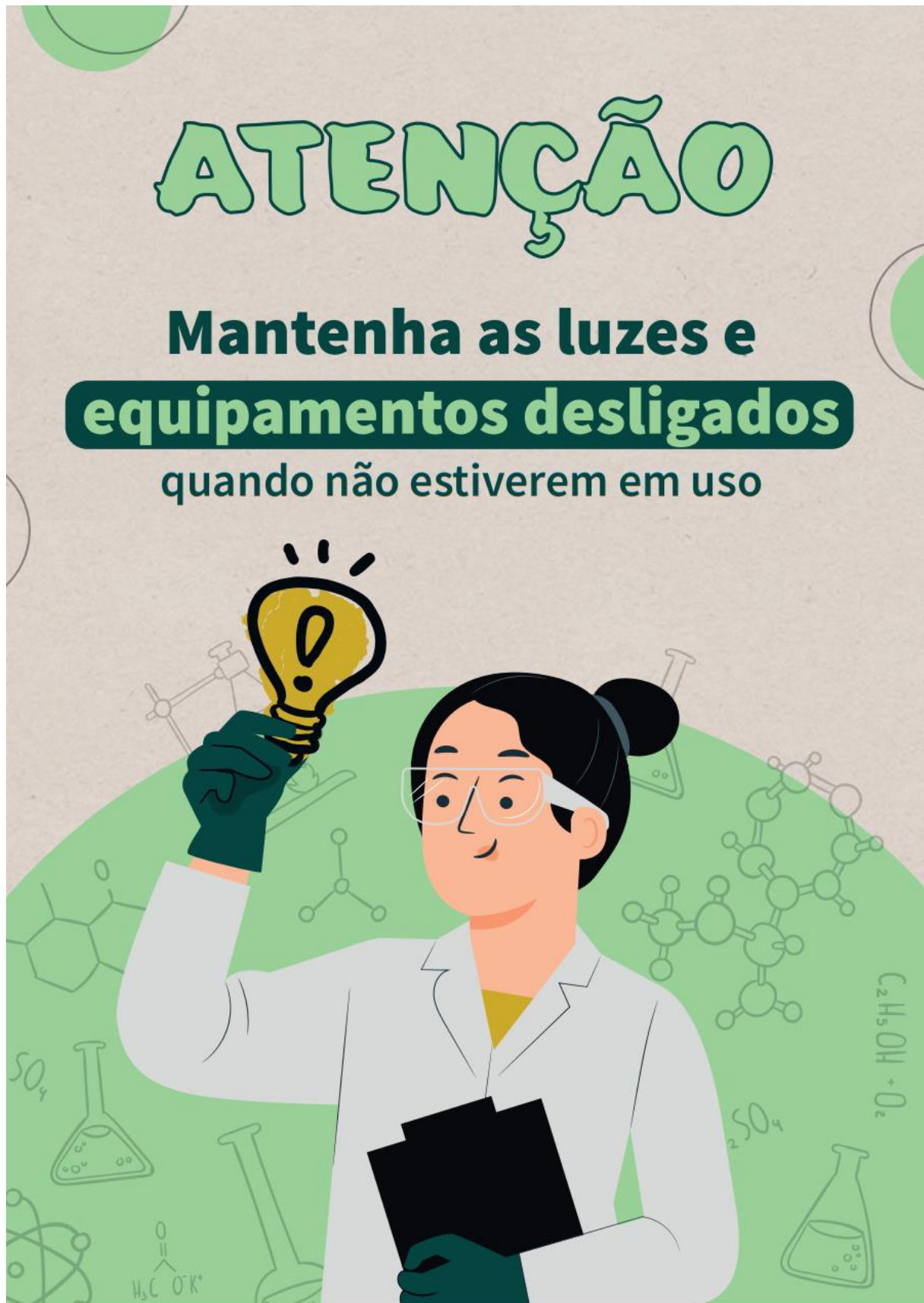
[chemistry#:~:text=Green%20chemistry%20is%20the%20design,%2C%20use%2C%20and%20ultimate%20disposal](#)> acesso em: 25de mar. de 2022.)

WAHSHI, FATIMA SBAIT; ALQAHTANI, MAITA DHAIMAN; ABDULLA, MANHAL; AL-HEMYARI, ABDULLAH; BUFAROOSHA, MUNA; RAMACHANDRAN, THOLKAPPIYAN; HAMED, FATHALLA; THIEMANN, THIES; Our Experience of Using Thermally Recycled Silica Gel in a Teaching and Small Research Laboratory Setting. **Proceedings**. vol. 9, 2018

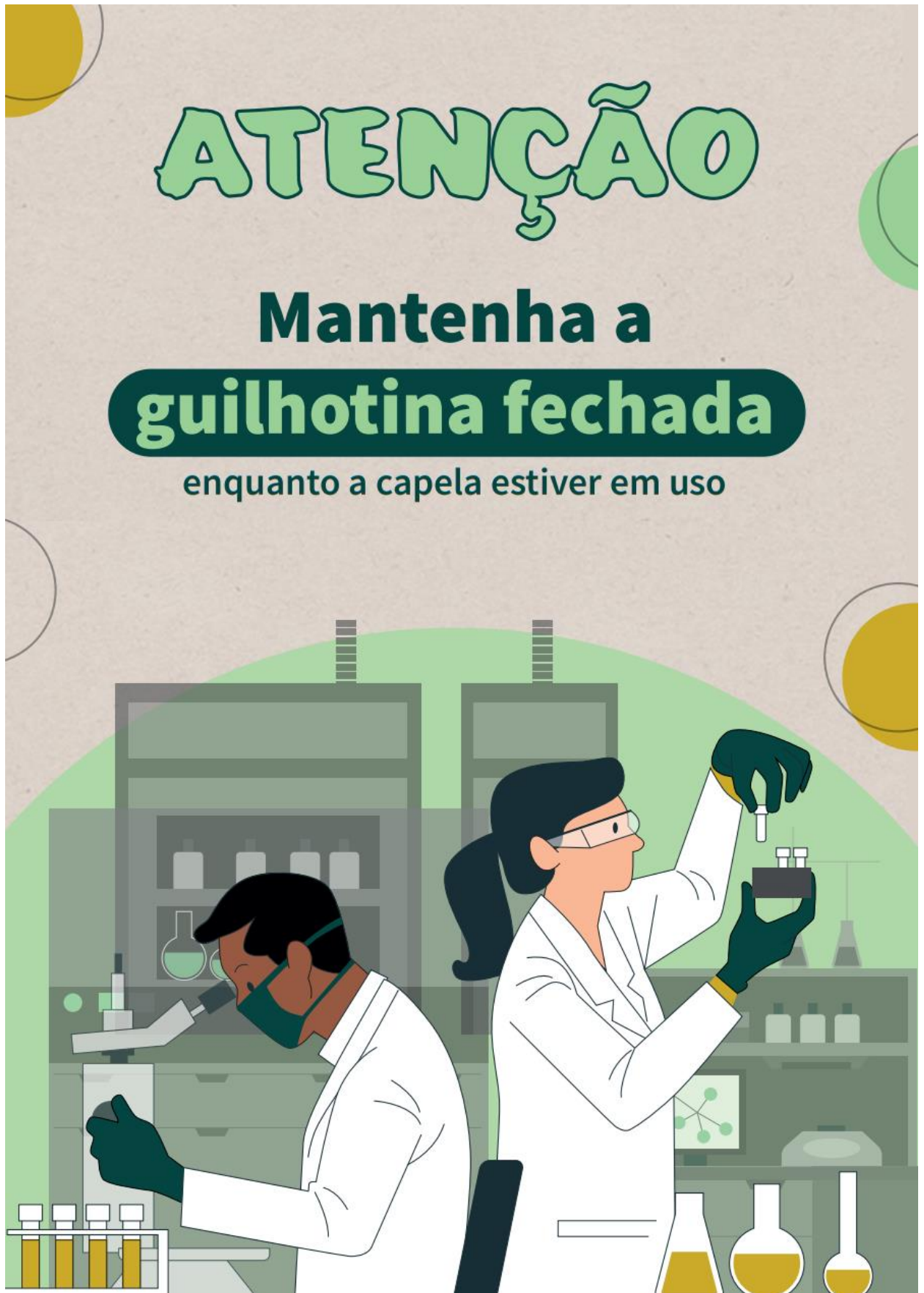
WARNER, J.C. The missing elements. Disponível em: <https://www.youtube.com/watch?v=4dUxq-CJu54>> acesso em 18 de fev. de 2022.

## 7. ANEXOS

### Anexo 1 - Cartaz de reeducação das luzes e equipamentos



Anexo 2 - Cartaz de reeducação da guilhotina da capela



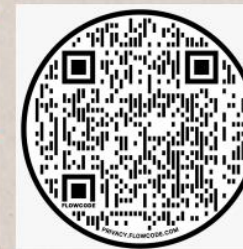
**Anexo 3- Experimento para a determinação da vazão das torneiras do laboratório**

### Anexo 4 - Cartaz para reeducação em relação aos solventes

## Já considerou trocar o seu solvente?

	Few issues (bp°C)	Few issues (bp°C)	Major issues
<b>Chlorinated</b>	...before using chlorinated solvents, have you considered TBME, isopropyl acetate, ethyl acetate, 2-Methyl THF or Dimethyl Carbonate?		Dichloromethane ** tetrachloride ** Chloroform ** 1,2-Dichloroethane **
<b>Greenest Option</b>	<b>Water</b> (100°C)		
<b>Alcohols</b>	<b>1 Butanol</b> (118°C) <b>2-Butanol</b> (100°C)	<b>Ethanol/IMS</b> (78°C) <b>t-Butanol</b> (82°C) <b>1-Propanol</b> (97°C) <b>2-Propanol</b> (82°C) <b>ethanol</b> (65°C)	<b>2-Methoxyethanol</b> **
<b>Esters</b>	<b>t-Butyl acetate</b> (95°C) <b>Isopropyl acetate</b> (89°C) <b>Propyl acetate</b> (102°C) <b>Dimethyl Carbonate</b> (91°C)	<b>Ethyl acetate</b> (77°C) <b>Methyl acetate</b> (57°C)	
<b>Ketones</b>		<b>Methyl isobutyl ketone</b> (117°C) <b>Acetone</b> (56°C)	<b>Methyl ethyl ketone</b>
<b>Aromatics</b>		<b>p-Xylene</b> (138°C) <b>Toluene</b> ** (111°C)	<b>Benzene</b> **
<b>Hydrocarbons</b>		<b>Isooctane</b> (99°C) <b>Cyclohexane</b> (81°C) <b>Heptane</b> (98°C)	<b>Petroleum spirit</b> ** <b>2-Methylpentane</b> <b>Hexane</b>
<b>Ethers</b>		<b>t-Butyl methyl ether</b> (55°C) <b>2 Methyl THF</b> (78°C) <b>Cyclopentyl methyl ether</b> (106°C)	<b>1,4-Dioxane</b> ** <b>1,2-Dimethoxyethane</b> ** <b>Tetrahydrofuran</b> <b>Diethyl ether</b> <b>Diisopropyl ether</b> **
<b>Dipolar aprotics</b>		<b>Dimethyl sulfoxide</b> (189°C)	<b>Dimethyl formamide</b> ** <b>N-Methyl pyrrolidone</b> ** <b>N-Methyl formamide</b> ** <b>Dimethyl acetamide</b> ** <b>Acetonitrile</b>

**Informações**  
adicionais:



Fonte : GSK Solvent Selection Guide 2009.

Disponível em < <http://www.rsc.org/suppdata/gc/c0/c0gc00918k/c0gc00918k.pdf> >

## Anexo 5 - Cartaz com os 12 princípios da Química Verde

# VOCÊ JÁ CONHECE OS PRINCÍPIOS DA QUÍMICA VERDE ?

<p><b><u>PRINCÍPIO 1 - PREVENÇÃO</u></b></p>	<p><b><u>PRINCÍPIO 2 - ECONOMIA ATÔMICA</u></b></p>	<p><b><u>PRINCÍPIO 3 - SÍNTESES MENOS TÓXICAS :</u></b></p>
<p style="text-align: center;"></p> <p>É melhor evitar a geração de resíduos do que tratar esses resíduos posteriormente</p>	<p style="text-align: center;"></p> <p>Processos devem ser planejados de forma a maximizar a incorporação dos átomos do material de partida</p>	<p style="text-align: center;"></p> <p>Processos químicos devem utilizar e gerar materiais que possuam baixa ou nenhuma toxicidade, sempre que possível</p>
<p><b><u>PRINCÍPIO 4 - PLANEJANDO PRODUTOS MAIS SEGUROS</u></b></p>	<p><b><u>PRINCÍPIO 5 - SOLVENTES E AUXILIARES SEGUROS</u></b></p>	<p><b><u>PRINCÍPIO 6 - EFICIÊNCIA ENERGÉTICA</u></b></p>
<p style="text-align: center;"></p> <p>Produtos químicos devem ser feitos maximizando seu efeito e minimizando os perigos relacionados ao mesmo</p>	<p style="text-align: center;"></p> <p>O uso de auxiliares e solventes deve ser evitado, e inofensivo quando feito</p>	<p style="text-align: center;"></p> <p>O impacto econômico e social do uso de energia em processos químicos deve ser reconhecido e minimizado</p>
<p><b><u>PRINCÍPIO 7 - MATÉRIAS-PRIMAS RENOVÁVEIS</u></b></p>	<p><b><u>PRINCÍPIO 8 - DERIVAÇÕES</u></b></p>	<p><b><u>PRINCÍPIO 9 - CATÁLISE</u></b></p>
<p style="text-align: center;"></p> <p>Dar preferência ao uso de matérias-primas renováveis sempre que possível economicamente e tecnicamente</p>	<p style="text-align: center;"></p> <p>Etapas derivativas (grupos bloqueadores, proteção/desproteção) devem ser evitadas afim de diminuir o número de etapas e de resíduos</p>	<p style="text-align: center;"></p> <p>O uso de reagentes catalíticos deve ser priorizado em relação ao uso de reagentes estequiométricos.</p>
<p><b><u>PRINCÍPIO 10 - DEGRADAÇÃO PLANEJADA</u></b></p>	<p><b><u>PRINCÍPIO 11 -ANÁLISE EM TEMPO REAL</u></b></p>	<p><b><u>PRINCÍPIO 12 -QUÍMICA SEGURA</u></b></p>
<p style="text-align: center;"></p> <p>Produtos químicos devem ser planejados de maneira que seus produtos de degradação sejam inofensivos e não persistentes</p>	<p style="text-align: center;"></p> <p>Desenvolver métodos analíticos que permitam o monitoramento de um processo com intuito de diminuir a poluição</p>	<p style="text-align: center;"></p> <p>Uma substância (e a forma como essa substância se apresenta) deve ser escolhida a fim de diminuir os riscos de explosões, incêndios e etc.</p>
<p>Referências</p>		
<p>FONTE: Traduzido e adaptado de MULVIHIL, MARTIN J.; BEACH, EVAN S.; ZIMMERMAN, JULIE B.; ANASTAS, PAUL T.; Green Chemistry and Green Engineering: A Framework for Sustainable Technology Development. Annual Review of Environment and Resources vol. 36, p. 271-293, 2011.</p>		



## Anexo 6 - Cartaz capela 1



## Anexo 7 – Cartaz capela 2



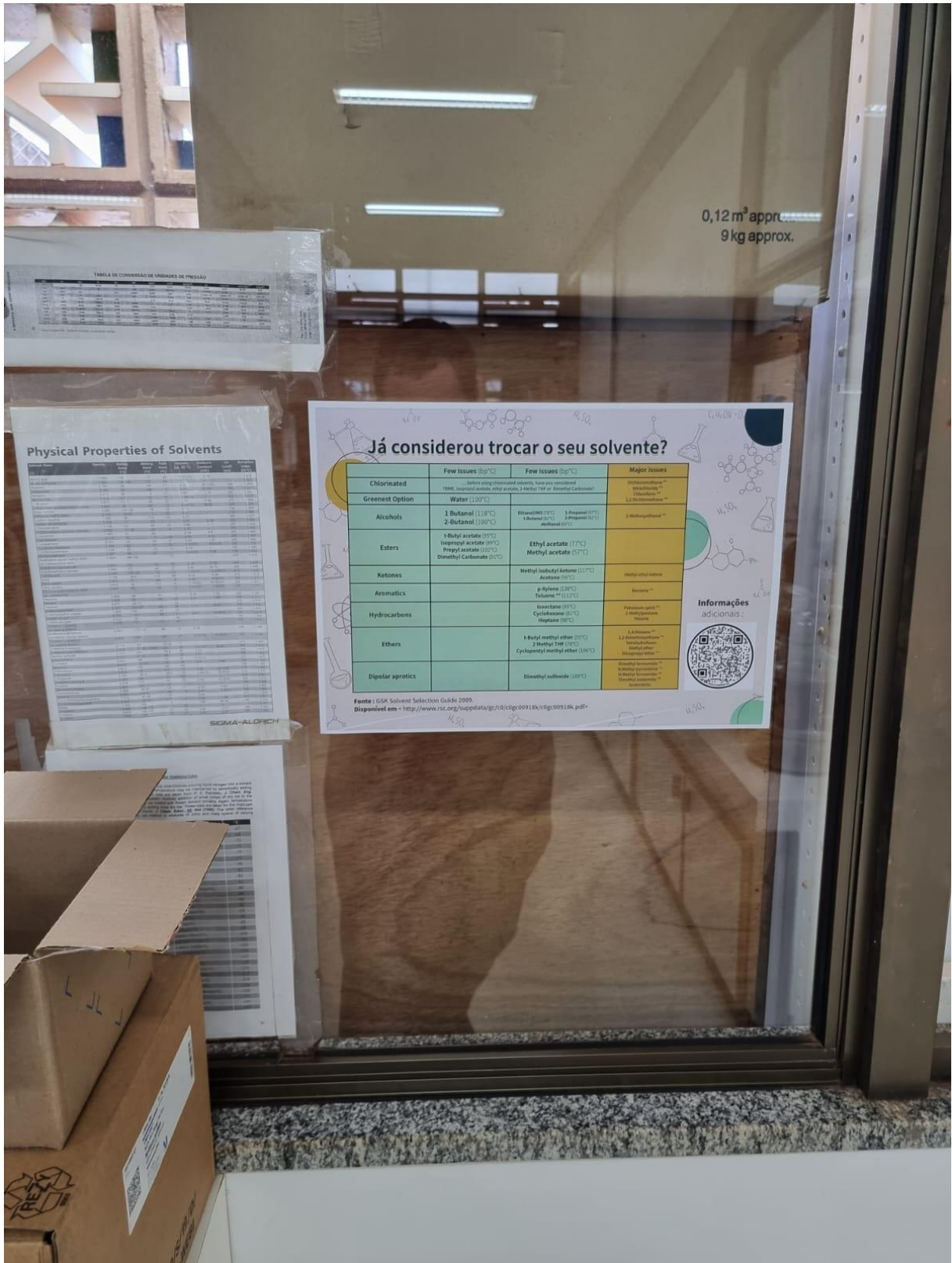
## Anexo 8 – Cartaz capela 3



Anexo 9 – Cartaz HPLC



Anexo 10 – Cartaz GSK Solvent Guide



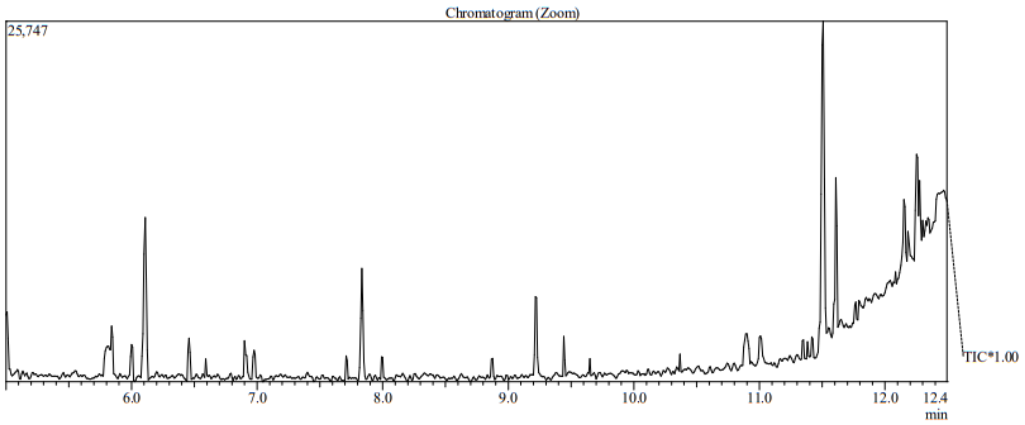
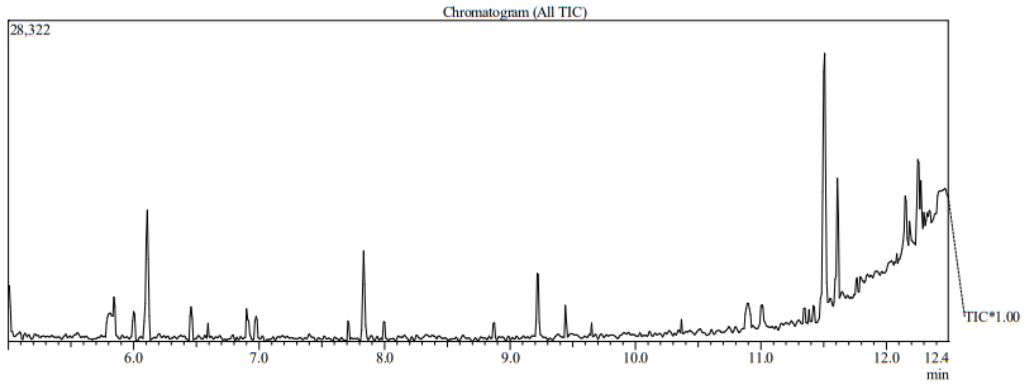
## Anexo 11 – Cartaz princípios da Química Verde



### Anexo 12 – Análise de GC-MS da amostra 2 em diclorometano

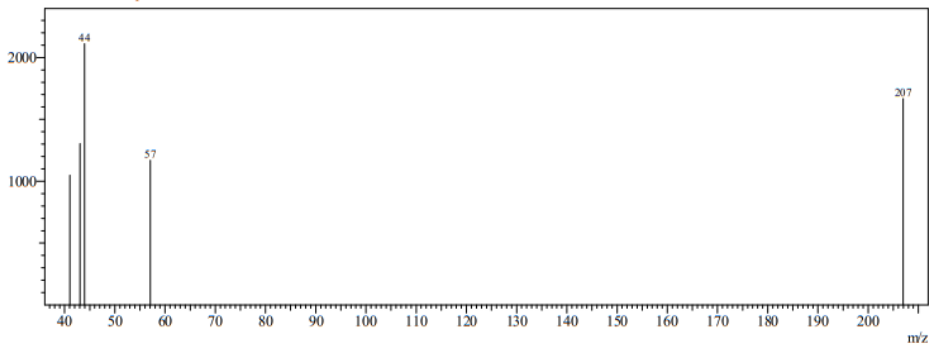
12/04/2022 09:11:38

C:\Users\lrmin3\Documents\Paulo Roberto\Re\_Amostas\_GC-MS2\_DCM.qgd



Spectrum

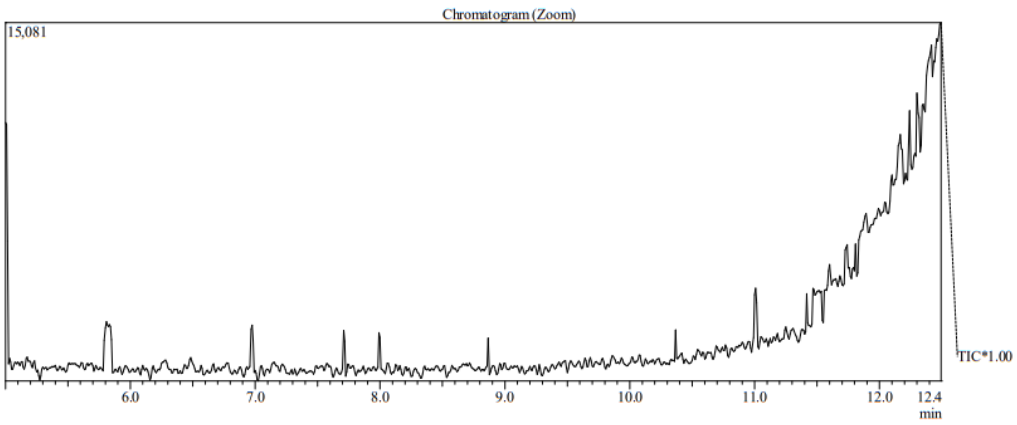
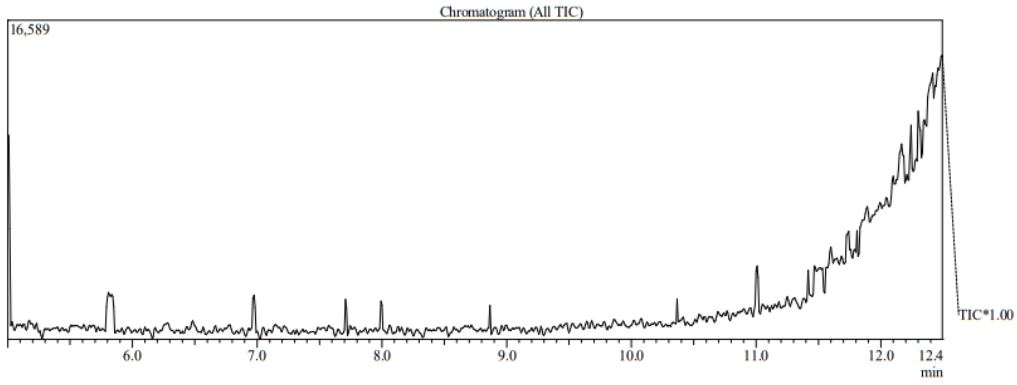
Line#:1 R.Time:5.000(Scan#:1)  
MassPeaks:5  
RawMode:Single 5.000(1) BasePeak:43.95(2111)  
BG Mode:None Group 1 - Event 1 Scan



### Anexo 13 – Análise de GC-MS da amostra 2 em hexano

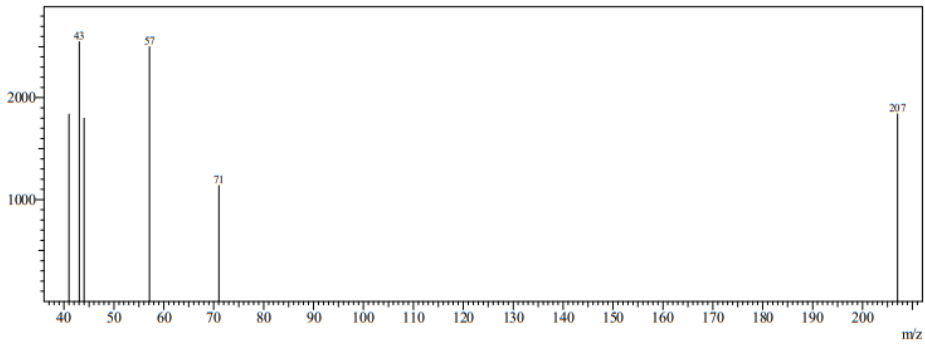
12/04/2022 09:10:51

C:\Users\lrm3\Documents\Paulo Roberto\Re\_Amostras\_GC-MSS2\_Hexano.qgd



Spectrum

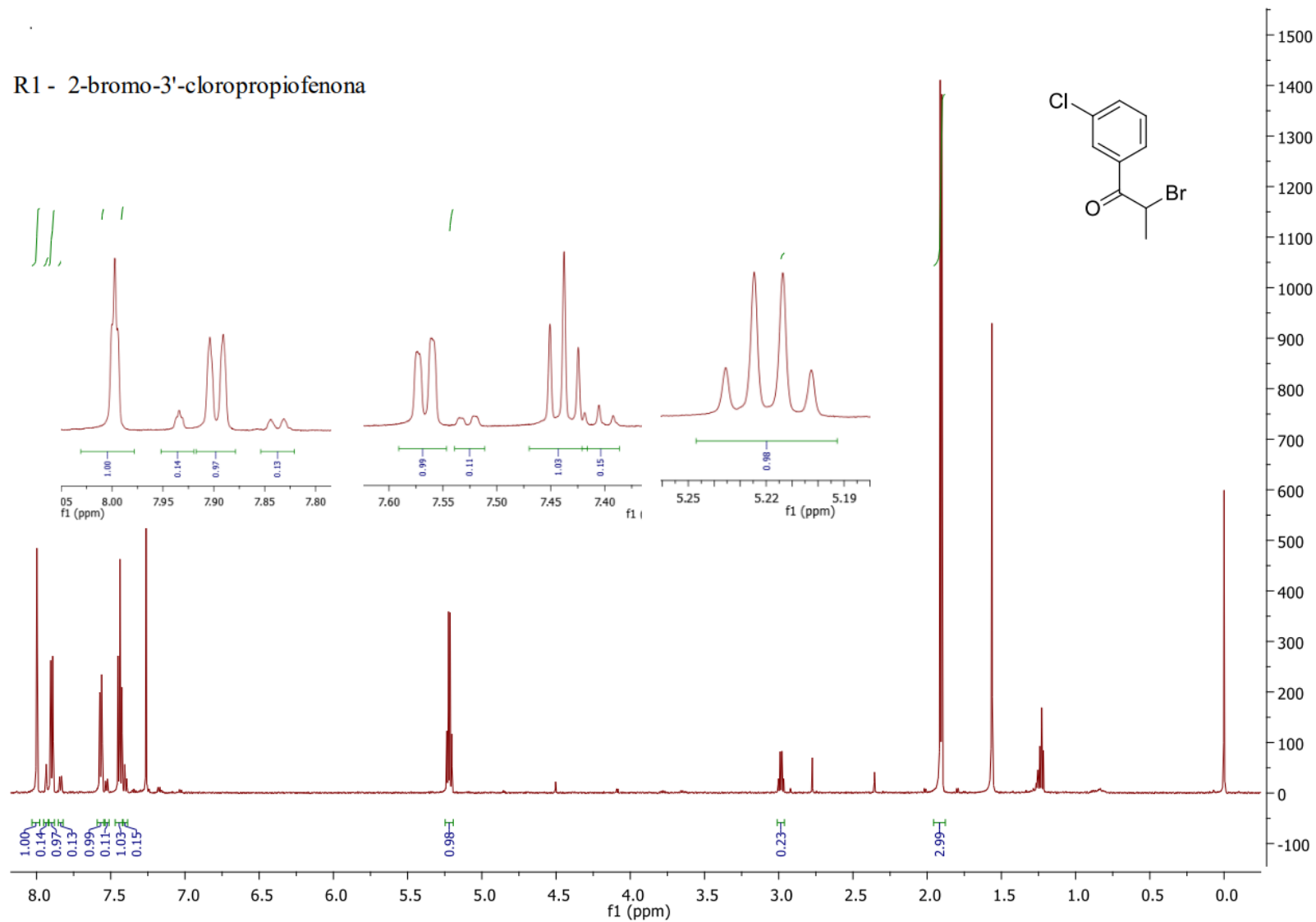
Line#:1 R.Time:5.000(Scan#:1)  
MassPeaks:6  
RawMode:Single 5.000(1) BasePeak:43.05(2548)  
BG Mode:None Group 1 - Event 1 Scan

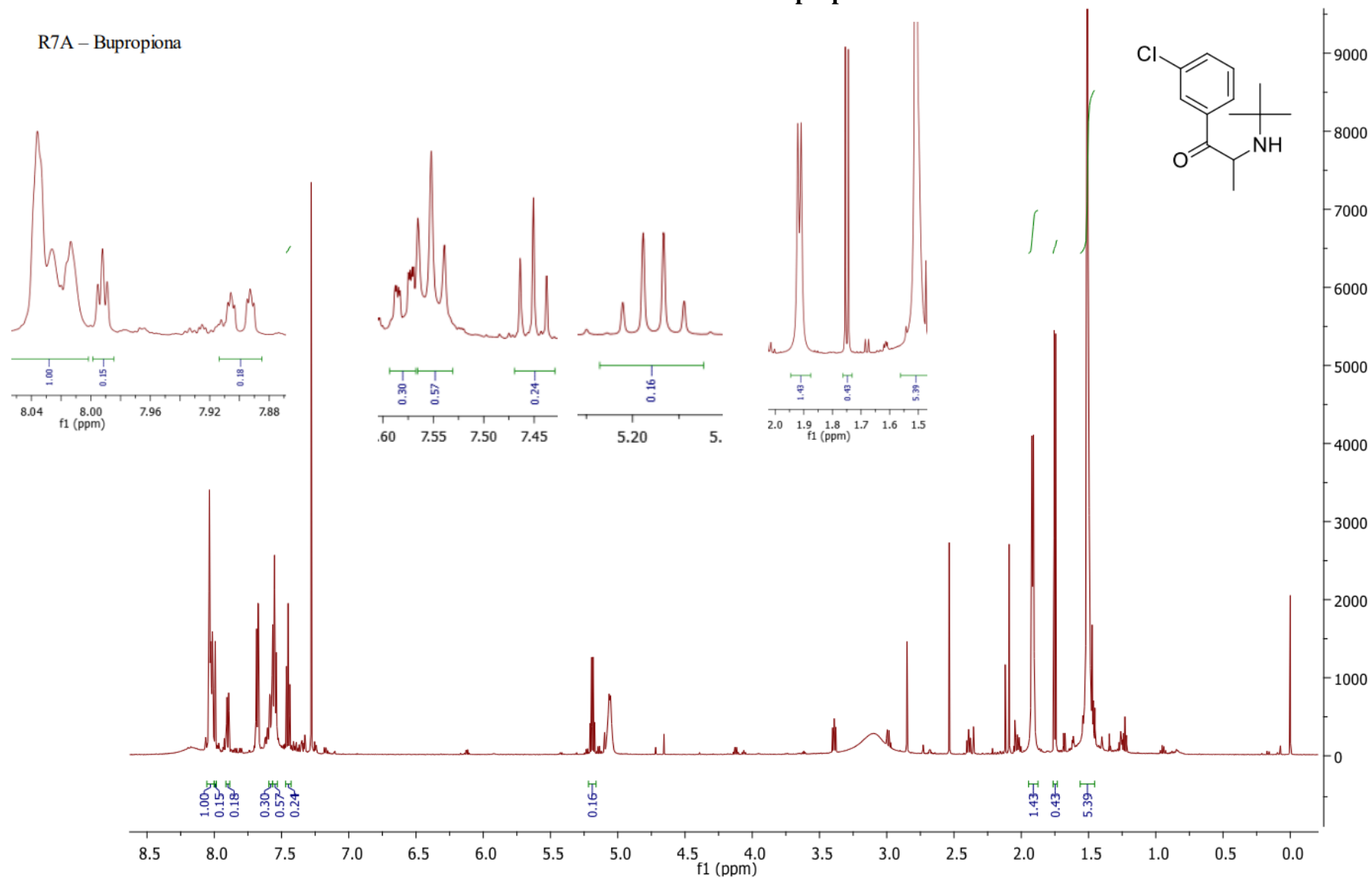




Anexo 14 – RMN de  $^1\text{H}$  da -bromo-3'-cloropropiofenona

R1 - 2-bromo-3'-cloropropiofenona



Anexo 15 – RMN de  $^1\text{H}$  da bupropiona

Anexo 16 – Dispositivo de circulação de água



Anexo 16 – Interior do dispositivo de circulação de água

