

## ***Proposta de sequência didática com metodologia ativas para o ensino de química orgânica experimental: síntese de derivados cumarínicos.***

Júlia Ellen B. das Virgens<sup>1</sup>, Rodney A. M. da Silva<sup>1</sup>, Dailza A. Lopes<sup>3</sup>, Leonardo O. Aguiar<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Programa de Pós-Graduação em Química, Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, 45.206-190, Jequié-BA;

<sup>2</sup>Departamento de Ciências Humanas e Letras, Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, 45.206-190, Jequié-BA.

<sup>3</sup>Departamento de Ciências e Tecnologias, Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, 45.206-190, Jequié-BA;

\*e-mail: juliaellenquimica@gmail.com

**Palavras-Chave:** Síntese Orgânica, Química verde, estratégias de aprendizagem.

### **Introdução:**

Este trabalho descreve a proposta de desenvolvimento de uma sequência didática voltada ao ensino de química Orgânica Experimental, centrada na síntese de derivados cumarínicos, com destaque para a obtenção do composto 4-aminometileno-7-metoxicumarina (Figura 1) por meio da reação de Pechmann. Trata-se de uma reação clássica catalisada por ácido, que se alinha aos princípios da Química Verde por empregar reagentes acessíveis, operar sob condições brandas e gerar baixa quantidade de resíduos. As cumarinas são compostos heterocíclicos de ampla relevância devido à diversidade estrutural, propriedades farmacológicas e versatilidade sintética, características que as tornam adequadas para aplicações didáticas.

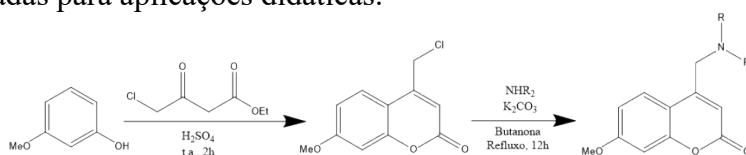


Figura 1 - Obtenção do composto 4-aminometileno-7-metoxicumarina.

A sequência didática aqui apresentada é fundamentada nas metodologias ativas, como Aprendizagem Baseada em Projetos (ABPL) e Aprendizagem Baseada Problemas (ABP), Sala de Aula Invertida e Avaliação Diagnóstica Ativa. A sequência didática está estruturada em cinco encontros de três horas cada, podendo ser aplicada em turmas de graduação em Química. Recomenda-se a organização dos estudantes em quatro equipes de três integrantes, totalizando doze participantes, de modo a favorecer a colaboração e o protagonismo discente.

O primeiro encontro dever ser dedicado à apresentação teórica da síntese planejada, contemplando aspectos de segurança em laboratório, gestão de resíduos e discussão do mecanismo reacional envolvido. A segunda aula deve ter caráter experimental, dedicada à síntese do composto intermediário 4-clorometileno-7-metoxicumarina, realizada à temperatura ambiente. Nessa etapa, espera-se que os estudantes possam aplicar os conhecimentos prévios, organizar o aparato experimental e compreender a função de cada reagente. voltado ao cálculo do rendimento obtido na etapa anterior, utilizando os dados práticos como ferramenta pedagógica para estimular a análise crítica. Com base em experimentos-teste de viabilidade, estima-se rendimento próximo a 53%. Essa discussão permitirá avaliar a eficiência do método e propor alternativas de melhoria.

Na quarta aula, orienta-se que seja dedicada à preparação dos derivados amino, realizada sob condições de refluxo. Nessa etapa, os grupos poderão escolher diferentes aminas secundárias, favorecendo a comparação de resultados e a aplicação de estratégias investigativas. Os testes prévios indicam rendimentos variando entre 55% e 83%. O último encontro propõe-se que se dedique à purificação dos produtos e à socialização dos resultados, com avaliação em grupos. Os experimentos-teste indicaram que os produtos foram obtidos com facilidade e bons rendimentos, evidenciando que a abordagem favorece a contextualização da síntese orgânica, o protagonismo discente e a compreensão de conceitos fundamentais por meio da prática laboratorial. Assim, a proposta didática

apresentada, não se restringe a uma única experiência pontual, mas tem como propósito oferecer uma possibilidade pedagógica replicável e adaptável, de modo que outras turmas e docentes interessados em metodologias ativas possam utilizá-la em seus contextos de ensino.

### **Materiais e métodos:**

A presente proposta de sequência didática está organizada em cinco encontros de três horas cada, planejados para a disciplina de Química Orgânica Experimental, contemplando a participação de doze discentes distribuídos em quatro grupos. Adotando-se metodologias ativas como Aprendizagem Baseada em Projetos (ABP), Aprendizagem Baseada em Problemas (PBL), Sala de Aula Invertida e Avaliação Diagnóstica Ativa, com a finalidade de integrar conhecimentos teóricos e práticos, promover o protagonismo discente e estimular a aplicação de conceitos de Química Verde no contexto laboratorial. Foram utilizados como reagentes 3-metoxifenol, 4-cloroacetoacetato de etila, ácido sulfúrico concentrado ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), carbonato de potássio ( $\text{K}_2\text{CO}_3$ ), butanona e aminas secundárias, como dietilamina, dibutilamina, diciclohexilamina, morfolina, todos de grau analítico e empregados sem purificação prévia. As reações foram conduzidas empregando balões de fundo redondo acoplados a condensadores de refluxo, funis de Büchner, colunas cromatográficas, chapas de aquecimento com agitação magnética, capela de exaustão, rotaevaporador e sistema de cromatografia em camada fina.

O procedimento experimental compreende duas etapas principais: Na primeira, correspondente à síntese do intermediário, 3-metoxifenol e 4-cloroacetoacetato de etila foram combinados na presença de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado, sob agitação magnética, à temperatura ambiente, por duas horas. Ao término da reação, a mistura foi cuidadosamente vertida sobre água gelada para induzir a precipitação do produto, que foi isolado por filtração a vácuo, lavado e seco ao ar, sendo então calculado o rendimento bruto com base na massa obtida.

Na segunda etapa, destinada à obtenção dos derivados amina, o intermediário foi reagido com a amina previamente escolhida por cada grupo, na presença de  $\text{K}_2\text{CO}_3$  e butanona, sob refluxo por 24 horas. Após resfriamento, os produtos foram purificados por cromatografia em coluna, conforme a disponibilidade de infraestrutura laboratorial. A caracterização dos compostos obtidos incluiu a determinação do ponto de fusão e a análise por TLC, utilizando sistemas eluentes adequados, com posterior comparação dos resultados com dados descritos na literatura para confirmação da identidade e avaliação da pureza.

### **Resultados e Discussão**

Propõe-se que a implementação da sequência didática tenha início com uma aula inaugural voltada à identificação do conhecimento prévio dos discentes e à definição de estratégias de mediação docente. Para esse fim a Avaliação Diagnóstica Ativa com a duração de vinte minutos, composta por quatro questões objetivas e discursivas: (1) sob a perspectiva da Química Verde, qual aspecto da reação poderia ser aprimorado; (2) identificação do mecanismo responsável pela formação do anel cumarínico, entre alternativas apresentadas, com a condensação de Pechmann como resposta correta; (3) definição do papel do ácido sulfúrico concentrado, corretamente identificado como catalisador ácido; e (4) descrição da reação global de síntese da 4-aminometileno-7-metoxicumarina.

Em seguida, durante a etapa de contextualização teórica, prevista para cinquenta minutos, o docente deverá apresentar a rota sintética completa e discutir o mecanismo de formação do anel cumarínico. Em seguida, durante a etapa de contextualização teórica, prevista para cinquenta minutos, o docente deverá detalhar a função de cada reagente e conduzir, de forma colaborativa, os cálculos estequiométricos necessários. Ao final dessa etapa, os discentes serão orientados a elaborar, em casa, um mapa mental contendo os conceitos-chave abordados, que deverá ser entregue na aula seguinte como preparação para as atividades práticas subsequentes e para o aprofundamento do estudo do tema. Entre a primeira e a segunda aula, propõe-se a adoção da Sala de Aula Invertida, com disponibilização de vídeo explicativo em plataforma digital, de modo que os discentes cheguem ao laboratório já familiarizados com o procedimento e os cuidados necessários.

Na segunda aula, dedicada à preparação do reagente de partida (*7-metoxicumarina*), os grupos deverão entregar o mapa mental físico e iniciar a execução experimental. As atividades previstas incluem organização, pesagem e montagem do aparato (30 min), reação sob agitação à temperatura ambiente (2 h), precipitação em água gelada (10 min), filtração a vácuo e lavagem (20 min), além da secagem inicial com pesagem do produto bruto (20 min). Durante a reação, o professor deverá circular entre os grupos para esclarecer dúvidas e inserir explicações pontuais sobre o mecanismo.

A terceira aula será dedicada à secagem final do produto, ao cálculo do rendimento bruto e à preparação da Etapa 2. Propõe-se a aplicação de uma atividade de PBL, na qual os grupos deverão discutir as implicações de um rendimento reduzido na Etapa 1 sobre a viabilidade da Etapa 2, decidindo se ajustam a massa de reagente ou mantêm a proporção original. Essa reflexão tem como objetivo promover a argumentação fundamentada em dados experimentais e cálculos estequiométricos. Em seguida, o produto será dividido entre os grupos, que deverão selecionar a amina secundária (morfolina, pirrolidina, piperidina ou dimetilamina), calcular os reagentes correspondentes e preparar os aparatos para refluxo.

Na quarta aula, antes do início do refluxo, deve-se aplicar uma segunda Avaliação Diagnóstica Ativa com duração de vinte minutos, contendo questões sobre fatores que favorecem o ataque nucleofílico da amina, a função do  $K_2CO_3$ , as consequências da presença de excesso de água e a importância da purificação. A reação será conduzida com o intermediário clorado e a amina escolhida, na presença de  $K_2CO_3$  e butanona, sob refluxo por 24 horas, sendo posteriormente armazenada para continuidade no próximo encontro.

A quinta e última aula contemplará a purificação dos produtos obtidos, por recristalização ou cromatografia em coluna, seguida da comparação dos rendimentos e das características físicas entre os derivados. Como parte da ABP, cada grupo deverá apresentar seus resultados em forma de seminário, discutindo aspectos como rendimento (55% a 83%), pureza e dificuldades enfrentadas. Por fim, os dados deverão ser consolidados em relatórios no formato de artigo científico condensado, reforçando as habilidades de comunicação acadêmica.

A análise global da proposta indica que as metodologias ativas empregadas — Avaliação Diagnóstica Ativa, Sala de Aula Invertida, PBL e ABP — possuem grande potencial para ampliar o engajamento, a autonomia e o pensamento crítico dos discentes. Ao longo das etapas previstas, os estudantes podem vivenciar diferentes experiências de aprendizagem que favorecem tanto o desenvolvimento de competências técnicas quanto a reflexão sobre práticas mais sustentáveis, em consonância com os princípios da Química Verde.

Na etapa teórica inicial, o contato com aspectos de segurança, gestão de resíduos e escolha de reagentes possibilita que o estudante perceba a relevância de práticas laboratoriais responsáveis e ambientalmente conscientes. Essa abordagem contribui para despertar uma postura crítica em relação à sustentabilidade já no planejamento experimental.

Durante a síntese do intermediário, conduzida sob condições brandas, o discente tem a oportunidade de observar a formação de um novo composto em ambiente controlado, percebendo como a simplicidade experimental pode reduzir impactos ambientais e facilitar a reprodutibilidade do processo. Essa experiência reforça a importância da eficiência energética e do uso de reagentes acessíveis, princípios fundamentais da Química Verde. Na etapa de cálculo de rendimento e discussão em PBL, o estudante é incentivado a refletir sobre os resultados obtidos, analisando perdas de material e avaliando implicações sobre a economia atômica e a eficiência sintética. Essa análise crítica favorece a compreensão de que a otimização de rendimentos está diretamente relacionada à redução de resíduos, conectando dados experimentais a reflexões ambientais e econômicas.

No refluxo com diferentes aminas, a autonomia dos grupos na escolha do reagente permite vivenciar a tomada de decisões fundamentada em dados experimentais e literatura. Ao mesmo tempo, a comparação entre rendimentos e seletividade evidencia como a escolha adequada de condições reacionais pode minimizar o uso de reagentes e solventes adicionais, fortalecendo a visão de sustentabilidade no processo de síntese. Por fim, na etapa de purificação e socialização dos resultados, os discentes enfrentam o desafio de alcançar produtos de maior pureza, compreendendo que métodos

menos agressivos e com menor consumo de solventes se alinham à busca por práticas laboratoriais mais limpas. A socialização em seminários e relatórios promove não apenas a comunicação científica, mas também a consciência de que cada decisão experimental está intrinsecamente ligada ao impacto ambiental da prática química.

### Conclusão:

A proposta de sequência didática, fundamentada em metodologias ativas e orientada pelos princípios da Química Verde, apresenta-se como uma alternativa inovadora e relevante para o ensino de Química Orgânica Experimental na graduação. Os experimentos-teste de viabilidade indicaram rendimentos de 47% para a síntese do intermediário e de 69% para a obtenção dos derivados amino, confirmando a exequibilidade da rota sintética em condições laboratoriais acessíveis, brandas e com geração reduzida de resíduos. Esses dados validam não apenas a eficiência química do procedimento, mas também sua adequação a diretrizes sustentáveis, como a economia de reagentes, a simplicidade operacional e a minimização de impactos ambientais.

Do ponto de vista pedagógico, a proposta está estruturada em metodologias que favorecem o protagonismo discente, a autonomia e o pensamento crítico. A variação dos rendimentos, observada nos testes, pode ser explorada como recurso didático para estimular a análise crítica, a discussão de eficiência sintética e a proposição de melhorias, sempre em diálogo com os princípios da Química Verde. Cada etapa da sequência da contextualização teórica inicial à purificação final foi planejada para proporcionar vivências nas quais o estudante compreende, simultaneamente, os conceitos fundamentais da síntese orgânica e a importância de práticas laboratoriais mais sustentáveis.

Assim, a proposta ultrapassa a mera descrição de uma rota sintética ao integrar rigor científico, metodologias ativas e Química Verde, contribuindo para a formação de estudantes capazes de articular teoria e prática, desenvolver competências investigativas e refletir sobre o papel da química na construção de soluções sustentáveis. O caráter replicável e adaptável da sequência didática amplia seu potencial de aplicação em diferentes turmas e instituições, tornando-a uma estratégia promissora para o ensino superior em química.

### Agradecimentos:



### Referência:

CARNEIRO, A.; et al. Trending Topics on Coumarin and Its Derivatives in 2020. **Molecules**. 2021, 26, 501.[1]

CHANDRA, K. M.; et al. Synthesis and biological evaluation of novel 4,7-disubstituted coumarins as selective tumor-associated carbonic anhydrase IX and XII inhibitors. **Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters**. 2021, 39, 127877.[2]

REGUEIRA, J. L. L. F.; FREITAS, J. J. R. de; FREITAS FILHO, J. R. de. Preparação de 1,2,4-oxadiazol: sequência didática aplicada em disciplina de síntese orgânica na graduação. **Química Nova**, v. 39, n. 8, p. 1003–1011, set. 2016.[3]