



## 11ª. Olimpíada Iberoamericana de Química Aveiro-Portugal

### EXAME PRÁTICO

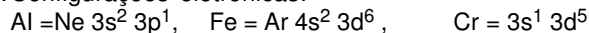
#### PROVA PRÁTICA Nº 1 - Química Inorgânica / Analítica

Identificação de compostos de coordenação com fórmula geral  $K_3M(C_2O_4)_3 \cdot 3H_2O$  e determinação da concentração de um deles em solução.

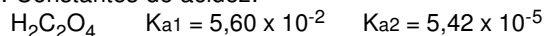
**Introdução:** Quando novos compostos são preparados no laboratório, há uma regra de ouro que tem de ser sempre seguida. Contudo, Pedro quebrou essa regra e não colocou etiquetas nos frascos onde guardou os compostos que havia sintetizado. Por azar, colocou-os numa prateleira onde estava outro frasco não rotulado que continha  $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ . No dia seguinte, ao saber o que tinha acontecido, o professor do Pedro teve uma idéia para identificar os compostos e resolveu transformá-la num exercício de descoberta para Pedro e para vocês. Sabemos que os compostos que Pedro sintetizou eram compostos de coordenação de três metais (alumínio, cromo e ferro) e que a fórmula geral desses compostos é:  $K_3M(ox)_3 \cdot 3H_2O$  ( $ox = \text{ânion oxalato} = C_2O_4^{2-}$ ). Identifique os compostos contidos nos frascos A, B, C e D. Esta prova prática consta de duas partes, a ser realizada em **2 horas 30 minutos**. Na parte **P1A** você vai identificar os compostos A, B, C e D. Na parte **P1B** você vai determinar a concentração de uma solução aquosa de um desses compostos. O Procedimento Experimental e a Folha de Respostas correspondentes à parte **P1B** só lhe serão entregues depois que você fizer a parte **P1A** e devolver a Folha de Respostas preenchida. Aconselha-se que não gaste mais de 30 minutos na parte **P1A**.

DADOS:

1. Configurações eletrônicas:



2. Constantes de acidez:



3. Lista das cores que podem ser selecionadas para o preenchimento da Tabela 1, e Tabela 2, da folha de Respostas -Parte **P1A**.

Incolor, Branco, Verde claro, Amarelo acastanhado, Azul esverdeado, Azul acinzentado.

MATERIAL PARA A PROVA PRÁTICA DE Q. INORGÂNICA – Q. ANALÍTICA.

<b>Material</b>	<b>Quantidade por aluno</b>
Tubos Eppendorf	4 com amostras A,B,C e D
Tubos de ensaio	8
Suporte para tubos de ensaio	1
Caneta de acetato	1
Pisseta com água destilada	1
Varetas (bastões) de vidro	2
Pipetas de Pasteur	2
Tetinhas de borracha para a pipeta de Pasteur	1
Proveta de 10 ml	1
Proveta de 25 ml	1
Proveta de 250 ml	1
Placa de aquecimento e agitação	1
Béquer grande (250-600)	1
Béquer de 50 ml	1
Béquer de 100 ml	1
Bureta de 25 ml com torneira de Teflon	1
Suporte universal + conector +garra	1
Funil de vidro	1
Pipeta volumétrica de 25 ml	1
Pêra de borracha	1
Erlenmeyer de 250 ml	3
Barra magnética	1
Coador de plástico	1
Termômetro	1

**Reagentes**

Sólidos:	A,B,C e D.
Soluções aquosas:	Solução X
KSCN	0,5mol / l
KMnO <sub>4</sub>	0,009968 mol / l
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	4mol / l
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1mol / l (1 frasco para 2 alunos)

**PARTE P1A**

Identificação de compostos

1. São fornecidos 4 tubos Eppendorf (A,B,C e D) que contêm as amostras. O objetivo do seu trabalho é fazer corresponder às letras aos compostos:



**1.1** Transfira cada um dos compostos (todo o conteúdo de cada tubo Eppendorf) para um tubo de ensaio previamente rotulado com a letra correspondente, e encha-o até o meio com água destilada. Agite com um bastão para dissolver completamente. Registre na Tabela 1 a cor das soluções aquosas obtidas (utilize exclusivamente a lista de cores) fornecida.

**Tabela 1.** Soluções aquosas não acidificadas (parte 1 de cada solução).

Composto	Cor inicial da solução	Cor observada após adição KSCN
A		
B		
C		
D		

**1.2** Divida cada uma das soluções em duas partes: parte 1 e parte 2.

**1.3** A parte 1 de cada solução adicione algumas gotas (cerca de 5 ou 6) da solução aquosa de KSCN (fornecida) e agite com bastão. Registre na **Tabela 1** o que observar em cada caso:

- i) não houve alteração visível
- ii) mudou de cor para (indicar nova cor)

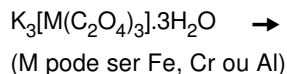
**1.4** A parte 2 de cada solução adicione 5 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 4 mol / l, agitando com cuidado e em seguida, adicione algumas gotas de solução de KSCN.

Registre suas observações na Tabela 2 da Folha de Respostas e responda as Questões 2,3 e 4.

**Tabela 2.** Soluções aquosas não acidificadas (parte 1 de cada solução).

Solução	Composto	Cor observada após adição KSCN
A		
B		
C		
D		

**2.** Complete e balanceie a equação química geral que traduz o processo de dissociação dos compostos K<sub>3</sub>[M(C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)<sub>3</sub>].3H<sub>2</sub>O, quando se dissolvem em água:



3. Identifique os compostos, levando em consideração não apenas o resultado dos testes efetuados, mas relacionando a cor (ou a sua ausência) das soluções aquosas dos compostos, com a configuração eletrônica dos íons de Fe, Al e Cr.

**Quadro de identificação dos compostos**

- ( )  $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$
- ( )  $K_3[Al(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$
- ( )  $K_3[Cr(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$
- ( )  $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$

**Nota:** Antes da fórmula química de cada composto coloque a letra correspondente.

4. Para as soluções dos compostos em que, após acidificação, houve uma alteração visível de cor adição de KSCN (alteração registrada **somente na Tabela 2**) **escreva as equações balanceadas** dos equilíbrios químicos envolvidos que traduzem o **efeito do ácido** e o **efeito do KSCN**.

Efeito do ácido
Efeito do KSCN

**Prova Prática Nº 1 – Química Inorgânica/ Analítica Parte P1b**

**Determinação da concentração de uma solução de  $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$**

Depois de ter identificado cada um dos compostos, Pedro preparou uma solução de  $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$  dissolvendo uma **massa m** deste composto em água, num balão volumétrico de 2,000 L, porém, esqueceu de registrar a massa que pesou. A solução obtida **é a solução X que lhe foi fornecida** e que você vai usar no procedimento experimental a seguir indicado.

### 1. Titulação do oxalato existente na solução X com solução padrão de $\text{KMnO}_4$

**1.1** Ligue (quase no máximo) a placa de aquecimento que está em cima da bancada e, por uma questão de segurança, coloque um béquer com água sobre ela (esta água não deverá ser utilizada).

**1.2** Encha uma bureta de 25,00mL com a solução padrão  $\text{KMnO}_4$  fornecida. Registre na *Folha de Respostas* o valor exato da concentração desta solução, indicado no rótulo do frasco

**1.3** Retire 25,00mL da solução X para um Erlenmeyer de 250mL e registre na *Folha de Respostas* o material que você escolheu para medir os 25,00mL.

**1.4** Adicione 150mL de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1 mol/L à solução contida no Erlenmeyer.

**1.5** Ao adicionar ácido à solução, o íon complexo  $[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3]^{3-}$  dissocia-se e forma-se  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  que vai ser titulado com permanganato ( $\text{MnO}_4^-$ ). Responda à questão 7 da *Folha de Respostas*.

**1.6** Adicione 15mL do permanganato contido na bureta (a uma velocidade de cerca de 0,4mL/s), com agitação. Você irá observar uma cor rosa na solução.

**1.7** Deixe em repouso até desaparecer a cor.

**1.8** Aqueça, na placa de aquecimento, a solução contida no Erlenmeyer, até a temperatura desta atingir os 70°C (controle a temperatura com o termômetro fornecido).

**1.9** Desligue a placa mas mantenha o Erlenmeyer sobre ela.

**1.10** Coloque uma barra magnética no Erlenmeyer e ligue a agitação na placa. Finalize a titulação da solução quente, adicionando, gota a gota, a solução de  $\text{KMnO}_4$  até o aparecimento de uma cor rosa permanente. Registre, na **Tabela 3** da *Folha de Respostas*, as leituras da bureta e o volume de titulante gasto.

**Recomendação:** Na fase final da titulação aguarde desaparecer completamente a cor rosa, antes de adicionar uma nova gota do titulante.

**1.11** Volte a ligar a placa de aquecimento.

**1.12** Repita a titulação (passos 2.2 a 2.11) pelo menos mais duas vezes; mas, como você já sabe quanto espera gastar de titulante (passo 2.6) adicione 90-95% do volume de solução de  $\text{KMnO}_4$  que gastou no 1º ensaio e depois prossiga com os passos 2.7 a 2.11. Se estes ensaios não forem concordantes, repita mais uma vez a titulação.

**1.13** Responda às questões 6 e 7 da *Folha de Respostas*

**2. Concentração** da solução de  $\text{KMnO}_4$  usada como titulante:  
.....mol/L

**3. Material** usado para medir 25,00mL de solução X, no ponto 2.3 do procedimento experimental .....

**4. Escreva a equação química ajustada** que traduz a reação redox entre o  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  e o  $\text{MnO}_4^-$ , sabendo que o  $\text{CO}_2$  e o  $\text{Mn}^{2+}$  são produtos da reação. Além da equação global, escreva as **equações das semi-reações** de oxidação e de redução e **identifique-as**

**5. Tabela 3** – Leituras da buretas e dos volumes de solução aquosa de  $\text{KMnO}_4$  gastos nos ensaios de titulação (Nota: registre os volumes tendo em conta a precisão da bureta)

(mL)	Volume inicial	Volume Final	Volume gasto
Ensaio 1			
Ensaio 2			
Ensaio 3			

**Volume** de solução de  $\text{KMnO}_4$  que irá usar no cálculo da concentração de oxalato na solução X : ..... mL.

**6. Calcule a concentração de oxalato na solução X** e apresente de forma clara esses cálculos no quadro que se segue utilizando o número devido de algarismos significativos:

Concentração de  $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$  na solução X = ..... mol/L

**7. Admitindo que o compostos está puro, calcule a massa m** de compostos que Pedro dissolveu no balão de 2,000L e **apresente os cálculos** de forma clara.

**Massa m** = ..... g

**Prova Prática 2**

Classificação: 20 pontos

**Material e reagentes disponíveis**

Durante o exame prático algum material de vidro poderá ser usado mais de uma vez. Limpe-o cuidadosamente.

A capela e o equipamento nela encontrados poderão ser usados por vários estudantes. O número da sua capela está escrito na sua bancada.

<b>Material</b>	<b>Reagentes</b>
1 par de luvas	etanol (frasco com 20 mL)
1 pisseta com água destilada (500 mL)	Diclorometano
1 frasco para resíduos (por bancada)	Acetato de etila
1 placa de agitação	boro-hidreto de sódio (frasco com solução 0,25 g / 2 mL água)
1 barra magnética	ácido clorídrico (frasco com 30 mL HCl 10%)
1 suporte universal	gelo
1 garra com conector	solução de bromo (Br <sub>2</sub> em CCl <sub>4</sub> )
1 termômetro	solução de hidrogeno carbonato de sódio (NaHCO <sub>3</sub> )
1 tina pequena para gelo	solução de dicromato de potássio (K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> em H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )
1 erlenmeyer de 100 mL	solução de Fehling 1
1 vareta (bastão)	solução de Fehling 2
1 funil de vidro	solução de Brady (solução de 2,4- dinitrofenil-hidrazina)
1 papel de filtro	solução de hidróxido de sódio
1 funil de Büchner	solução de iodo
1 kitassato	<b>A1</b> –Café
1 argola de borracha para filtração	<b>A2</b> – Medicamento contido no copo
1 porta-amostras (B3)	<b>A3</b> – molho de abacaxi
1 proveta graduada (10 mL)	<b>A4</b> – Suco de laranja
2 béqueres de iogurte	<b>Pa1</b> – paracetamol
1 béquer (25 mL)	<b>Pf1</b> – Dikar (fenólico)
1 espátula	benzofenona (frasco com 1 g)
25 tubos de ensaio	benzofenona (porta-amostras <b>B2</b> )
Suporte para tubos de ensaio	composto desconhecido <b>A</b>
10 pipetas de Pasteur	composto desconhecido <b>B</b>
4 tetinhas (conta-gotas)	composto desconhecido <b>C</b>
2 pedaços de papel de alumínio	composto desconhecido <b>D</b>
1 trompa de vácuo (um para cada 2 alunos)	composto desconhecido <b>E</b>
6 placas de TLC com indicador	composto desconhecido <b>F</b>
2 Câmaras de cromatografia (frascos de vidro fechados)	composto desconhecido <b>G</b>
10 Capilares para TLC	composto desconhecido <b>H</b>
Lâmpada de UV (por laboratório)	composto desconhecido <b>I</b>
<i>Parafilm®</i>	
Estojo (régua, lápis, borracha, caneta, caneta para transparência/marcador)	

**PO 1: Enigma 1 – Análise qualitativa por TLC**

**INTRODUÇÃO**

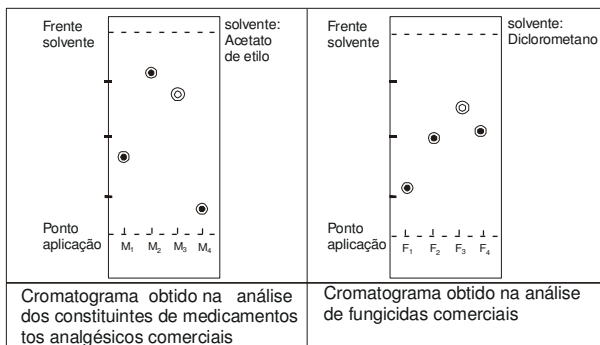
O Sr. José Vicente morreu inesperadamente após o jantar comemorativo do seu 85º Aniversário. Inicialmente a causa de morte foi atribuída a uma intoxicação alimentar, no entanto, a neta Cármen, desconfiada resolveu não só guardar o copo, no qual a tia Amália tinha dissolvido o medicamento em pó que deu ao seu avô, como também pedir a realização de uma autópsia no cadáver do seu avô.

A governanta Antônia, que conhecia como ninguém toda a família do Sr. Vicente e viu nascer todos os filhos e netos, achou por bem guardar todas as sobras do jantar que o Patrão José Vicente tinha ingerido. Guardou o molho de abacaxi preparado pela filha Clara e que o Sr. Vicente tanto gostava, o suco de laranja, que o filho Sérgio havia preparado e o resto do café que a filha Beatriz, a mais nova, lhe tinha levado para a mesa. Todas estas amostras foram entregues ao Inspetor William, da Polícia Criminal, quando este resolveu ir a casa do Sr. José Vicente e falar com toda a família e empregados.

A autópsia demonstrou que o Sr. José Vicente faleceu em consequência de um envenenamento que poderia ter sido causado pela ingestão de um fungicida do tipo fenólico ou de um medicamento, contendo paracetamol, ao qual o Sr. José Vicente era alérgico.

O Inspetor William, após ter conversado com todos os empregados da casa e com todos os familiares, concluiu que apenas os filhos do Sr. Vicente apresentavam motivos para poderem ter tido a vontade de envenenar o Pai. Assim, enviou para o laboratório central da Polícia Criminal, amostras do café, suco de laranja, molho de abacaxi e o resíduo do copo que continha o medicamento dado pela filha Amália com o seguinte pedido: *Procurar vestígios de paracetamol e/ou fungicida do tipo fenólico.*

A equipe no laboratório efetuou uma análise prévia dos analgésicos e fungicidas disponíveis no mercado tendo obtido os seguintes cromatogramas.





**Realização Experimental**

- Utilizando a técnica de cromatografia em camada fina analise as amostras que o Inspetor William disponibilizou, utilizando duas placas cromatográficas.

**Amostras trazidas pelo Inspetor William:**

**A1** – Café                      **A2** – Resíduo do copo que continha o medicamento  
**A3** – Molho de abacaxi        **A4** – Suco de laranja

**Padrões disponíveis no laboratório:**

**Pa1** – paracetamol    **Pf1** – Dikar (fungicida do tipo fenólico)

**PO2- Redução da Benzofenona****Introdução**

Algumas das transformações mais importantes entre grupos funcionais envolvem reações de oxidação – redução (oxidoredução). É do senso comum que na oxidação temos perda de elétrons e na redução temos ganho de elétrons. No caso dos compostos orgânicos temos de considerar os estados de oxidação do átomo de carbono envolvido na transformação (Fig.1).

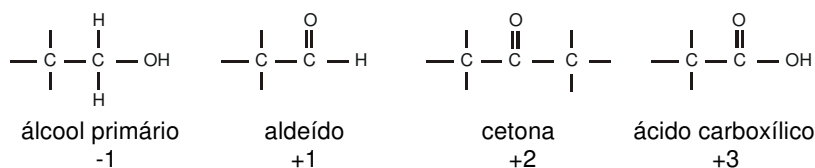


Figura 1

A redução de compostos carbonílicos constitui um importante método de síntese de álcoois. Das três principais formas de executar reduções em laboratório, hidrogenação catalítica, redução com hidretos de metais e redução com metais, a mais usada na redução de cetonas é a redução com hidretos de metais, destacando-se o uso do boro-hidreto de sódio (NaBH<sub>4</sub>). O boro-hidreto transfere um íon hidreto para o carbono carbonílico e o oxigênio do grupo carbonila liga-se ao boro. No final teremos a transferência dos quatro íons hidreto e a ligação a quatro moléculas do composto orgânico. Este, por hidrólise ou alcólise, é transformado no respectivo álcool. (Fig.2).

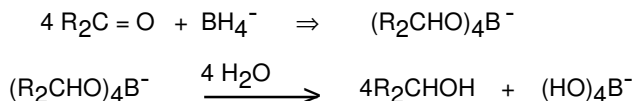


Figura 2

O objetivo deste trabalho é efetuar a redução da benzofenona (1) e comprovar que foi obtido o respectivo álcool (2) (Fig.3).

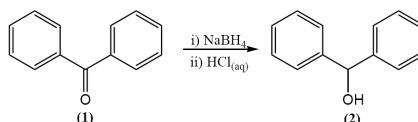


Figura 3

### **Realização experimental**

1. Coloque a benzofenona (porta-amostras - 1 g) num erlenmeyer de 100 mL e adicione o etanol (20 mL). Agite, utilizando o agitador magnético, a solução resultante. Quando toda a cetona estiver dissolvida, coloque um banho de gelo por baixo do erlenmeyer e mantenha a agitação.
2. Adicione lentamente, e em pequenas quantidades, a solução de boro-hidreto de sódio. Controle a temperatura da mistura para garantir que não exceda os 45 °C.
3. Quando toda a solução de boro-hidreto de sódio tiver sido adicionada, remova o banho de gelo, lacre o erlenmeyer com *parafilm* e mantenha a agitação por mais 15 minutos.

*Nota: Enquanto a reação decorre, pode terminar o enigma 1 ou iniciar a resolução do enigma 2.*

4. Coloque o erlenmeyer que contém a mistura reaccional num banho de gelo e adicione-lhe, muito lentamente, a solução aquosa de HCl a 10 % (30 mL).
5. Filtre os cristais sob vácuo e lave-os bem com água fria.  
*Nota: Enquanto a filtração decorre, pode terminar o enigma 2.*
6. Recolha o sólido obtido no porta-amostras fornecido (**B3**) e guarde o filtrado no frasco indicado para tal.
7. Utilizando a benzofenona fornecida (porta-amostras **B2**) e o sólido que obteve (portaamostras **B3**) efetue **um teste** químico simples que possibilite comprovar que ocorreu a reação desejada. Caso ache que os tubos devem ser aquecidos, solicite ao seu supervisor.

### **PO3: Enigma 2 – Identificação de grupos funcionais**

#### **Introdução**

A identificação rápida de compostos é feita através de reações simples onde podem ocorrer alterações de cor, formação de sólidos ou liberação de gás. As famílias de compostos orgânicos apresentam variadíssimas reações que podem ser usadas na sua identificação.

O objetivo deste ponto é identificar a que família de compostos orgânicos pertence os compostos desconhecidos **A, B, C, D, E, F, G, H e I**. E, assim, conseguir selecionar das estruturas apresentadas (Fig.1) a correspondente a cada composto desconhecido.

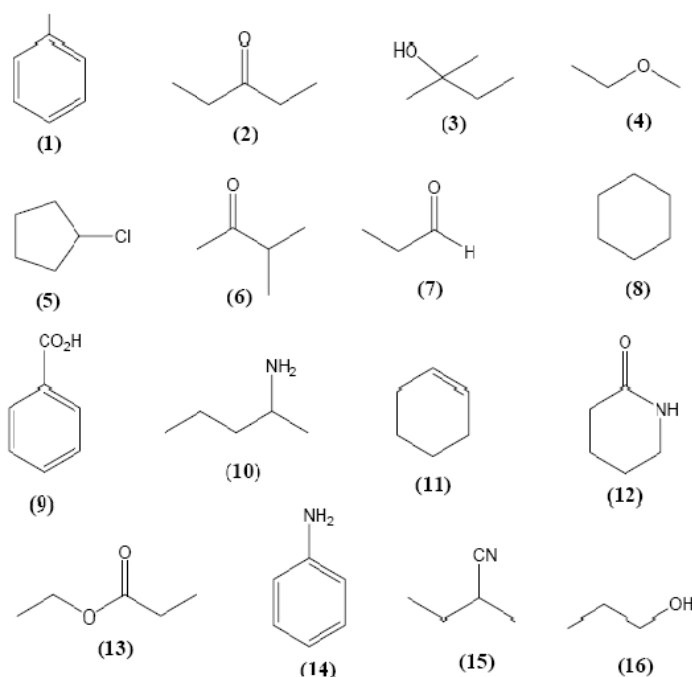


Figura 1

Selecione, nos quadros apropriados existentes nas folhas de resposta, a opção correta conforme o resultado observado em cada tubo. Responda às questões adicionais. A execução dos testes desta experiência pode ser feita seguindo uma ordem arbitrária.

### **Realização experimental**

#### 1. Reação com bromo ( $\text{Br}_2/\text{CCl}_4$ ):

Utilize quatro tubos de ensaio e numere-os de 1 a 4. Envolve os tubos de número par (tubos 2 e 4) com folha de papel de alumínio para protegê-los da luz.

Coloque nos tubos 1 e 2 cerca de 20 gotas do composto **A** e nos tubos 3 e 4 cerca de 20 gotas do composto **B**.  
Adicione cerca de 3 gotas da solução  $\text{Br}_2/\text{CCl}_4$  a cada um dos tubos. Coloque os tubos de número ímpar próximo da janela para apanhar o máximo de luz e os de número par em lugar escuro (dentro do armário). Ao fim de 30 minutos observe e registre se ocorre reação em cada tubo.

2. Reação com hidrogenocarbonato de sódio ( $\text{NaHCO}_3$ ):  
Utilize dois tubos de ensaio. Coloque o composto **C** no tubo 1 e o composto **D** no tubo 2.  
Adicione cerca de 5 gotas da solução de  $\text{NaHCO}_3$  a cada um dos tubos. Observe e registre se ocorreu reação durante e imediatamente após a adição.
3. Reação com dicromato de potássio ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ):  
Utilize cinco tubos de ensaio e coloque, em cada um deles, cerca de 5 gotas de solução de dicromato de potássio em ácido sulfúrico diluído. Adicione a cada um dos tubos cerca de 5 gotas de **um** dos compostos a testar (**E, F, G, H e I**). (Um composto diferente por tubo).  
Aguarde cerca de 5 minutos e registre se ocorreu reação em cada caso.
4. Reação com o reagente de Fehling:  
Utilize três tubos de ensaio e coloque, em cada um, cerca de 5 gotas de **solução de Fehling 1** e igual quantidade de **solução de Fehling 2**.  
Adicione a cada um deles cerca de 5 gotas de **um** dos compostos a testar (**E, F e I**). (Um composto diferente por tubo).  
Aguarde cerca de 5 minutos e registre se ocorreu reação em cada caso.
5. Reação com o solução de Brady (solução alcoólica ácida de 2,4-dinitrofenil-hidrazina):  
Utilize cinco tubos de ensaio e coloque, em cada um deles, cerca de 5 gotas de solução alcoólica ácida de 2,4-dinitrofenil-hidrazina.  
Adicione, a cada um deles, 10 gotas de **um** dos compostos a testar (**E, F, G, H e I**).  
Agite e deixe em repouso durante cerca de 15 minutos. Registre se ocorreu reação em cada caso.
6. Teste do iodofórmio:  
Utilize dois tubos de ensaio.  
Coloque em um tubo 5 gotas do composto **F** e no outro tubo 5 gotas do composto **I**.  
Adicione, a cada um deles, 5 gotas de solução de  $\text{NaOH}$  e 7 gotas da solução de iodo.  
Agite, deixe em repouso e indique se ocorreu reação em cada caso.