

15ª Olimpíada Ibero-americana de Química

Problema 1

Físicoquímica Abaixamento do ponto de Congelação

	1.1	1.2	1.3	1.4	1.5	Total
Pontos	1	1	2	4	2	10

Como projeto de fim de curso um estudante está planejando fazer testes com soluções aquosas de diferentes solutos para estimar as suas propriedades. Para realizar os seus testes ele dispõe dos solutos "A" e "B" (não eletrólitos). A massa molar de "A" é 180 g/mol enquanto que a de "B" é 342 g/mol.

A sua tarefa é ajudar este estudante em seus testes. Para tal, considere que a constante ebulioscópica da água é $K_b = 0,51 \text{ K kg/mol}$ e a constante crioscópica é $K_f = 1,86 \text{ K kg/mol}$

1.1. Determine a temperatura de fusão (temperatura de congelação) de uma solução que contém 30 g do soluto "A" em 100 g de água.

1.2. Um refrigerador comercial trabalha a uma temperatura de 7 °C negativos. Calcule a massa máxima de soluto "A" (em grama) que pode ser adicionada a 5000 g de água, para assegurar que o refrigerador congele esta solução.

1.3. Ao nosso amigo estudante, foi entregue 1 Kg de uma solução de uma substância "C", que contém 70% em massa de água, para estudar as suas propriedades. Ao efetuar estudos de crioscopia determinou que a temperatura de fusão da solução é 3,03 °C negativos. Determine a massa molar do soluto.

1.4. Para efetuar experiências adicionais, lhe entregaram outro kilograma de uma solução semelhante à anterior. Nos estudos de crioscopia encontrou também que a temperatura de fusão da solução é de 3,03 °C negativos. Depois de efetuar esta determinação, foi informado que a solução contém 300 g de uma mistura dos sólidos "A" e "B" em 700 g de água. Calcule a molalidade de "A" na solução anterior.

1.5. Finalmente, o nosso amigo recebeu uma solução que contém massas iguais dos solutos "A" e "B", dissolvidos em 400 g de água. Ao determinar a temperatura de fusão desta solução obteve o valor de 2,5 °C negativos. Calcule a massa de "A" (em grama) na solução.

Problema 2

Físicoquímica Separação de misturas por destilação

	2.1	2.2	2.3	2.4	2.5	2.6	2.7	2.8	Total
pontos	1	1	1	1	2	1	2	4	13

Um dos processos mais comuns de separação de misturas de substâncias voláteis é a destilação fracionada, a qual se baseia nos diferentes pontos de ebulição das referidas substâncias em função das suas pressões de vapor. Uma substância com menor ponto de ebulição é mais volátil.

A temperatura de ebulição **normal** ($T_{eb,n}$) de uma substância é a temperatura em que a sua pressão de vapor se iguala à pressão atmosférica ao nível do mar

(760 mmHg = 1,0 atmosfera = 101,325 kPa). Se a pressão ambiental é diferente, consequentemente o ponto de ebulição também será.

2.1. A pressão atmosférica na Cidade do México é só de 585 mmHg. Se a $T_{eb,n}$ de uma substância A é de 92 °C, a temperatura de ebulição (em Kelvin) desta substância na Cidade do México pode ser, aproximadamente:

(escolha a resposta correta e marque-a com um X na sua folha de respostas)
356 K , 366 K , 376 K

2.2. A uma temperatura de 75 °C, a pressão de vapor da substância A (em mmHg), pode ser aproximadamente:

860 mmHg , 760 mmHg , 560 mmHg

2.3. A temperatura normal de ebulição do benzeno (C_6H_6) é de 80,1 °C. A massa molar da substância A é de 106 g mol⁻¹. As misturas de benzeno e A se comportam idealmente. Numa mistura que contém a mesma massa de benzeno e de A, a fração molar de A é:

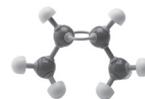
1,359 , 0,736 , 0,576 , 0,500 , 0,423

2.4. A uma temperatura de 80,1 °C, uma mistura de benzeno e A cuja fração molar de benzeno é 0,8, apresenta uma pressão parcial de benzeno (em mmHg), de aproximadamente:

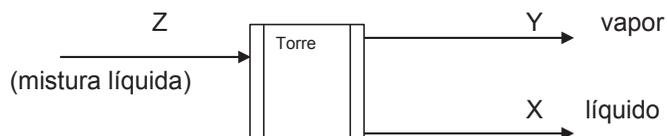
950 , 760 , 608 , 380 , 152

2.5. As misturas de benzeno com um composto C se comportam idealmente. Determine qual é o ponto de ebulição normal do composto C sabendo que a pressão de vapor de C (em mmHg) varia em função da temperatura (em Kelvin) de acordo com a seguinte equação:

$$\ln(P_c / \text{mmHg}) = 12,0 - 2100/T(K) \quad T_{eb,n} \text{ de C: } \underline{\hspace{2cm}}$$



De uma forma simplificada, se se alimenta uma mistura de benzeno e A, na torre de destilação (corrente Z), uma parte da mistura se separará em forma de vapor (corrente Y) e a outra parte estará na forma líquida (corrente X):



A separação ocorre porque a corrente Y estará sucessivamente mais rica com o componente mais volátil enquanto a corrente X terá uma maior concentração do componente menos volátil.

2.6 Se a corrente em Z for uma mistura equimolar de benzeno e A, quais poderiam ser as concentrações de benzeno, em fração molar, nas correntes Y e X respectivamente?

(escolha a resposta correta e marque-a com um X na sua folha de respostas)

	Fração molar de benzeno na corrente Y	Fração molar de benzeno na corrente X
I	0,3	0,7
II	0,7	0,4
III	0,5	0,5

Alimenta-se a corrente Z, com 1000 g de uma mistura líquida benzeno e A (0,50 fração molar de benzeno). Ao entrar na torre, a mistura é aquecida e ocorre a separação de tal forma que a corrente Y terá uma fração molar de 0,70 do composto mais volátil e a corrente X terá uma fração molar de 0,70 do composto menos volátil.

2.7. Com que quantidade total de substância a corrente Z é alimentada? (escolha a resposta correta e marque-a com um X na sua folha de respostas)

menos de 10,0 mol / entre 10,1 e 11,0 mol / entre 11,1 e 12,0 mol
entre 12,1 e 13,0 mol / mais de 13,0 mol

2.8. Calcule a quantidade total de substância e a massa que se obtém na corrente Y e na corrente X:

Corrente Y: quantidade _____ mol massa _____ g

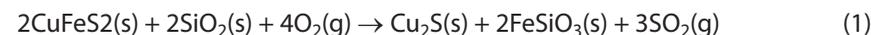
Corrente X: quantidade _____ mol massa _____ g

Faça os cálculos com, pelo menos, 3 casas decimais, mas apresente o resultado final com no máximo de duas.

Problema 3 - INORGÂNICA – COMPOSTOS DE COBRE

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Total
Pontos	10	5	10	15	20	20	10	10	10	110

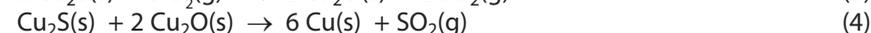
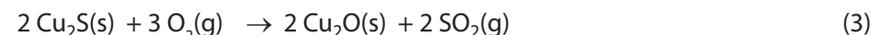
O México é um país rico em recursos naturais, entre eles os minerais. Em nível mundial o México é um dos principais produtores de ouro, prata e cobre. Este último metal é produzido principalmente no noroeste do país, na mina de Cananea, que corresponde a mais de 50% da produção nacional. Os minerais que se encontram nesta região são principalmente a calcopirita (FeCuS_2) e a calcocita (Cu_2S). O processo de extração do cobre pode ser descrito de maneira simplificada do seguinte modo: primeiro concentra-se o cobre existente no mineral; depois, aquece-se em forno, exaustivamente, o mineral na presença de sílica (dióxido de silício) e oxigênio do ar. Uma equação simplificada do processo é a seguinte:



O silicato de ferro(II) é separado, enquanto que o sulfeto de cobre se reduz a cobre, como se mostra a seguir, e o dióxido de enxofre é usado na fabricação do ácido sulfúrico pelo método de contato.



A reação 2 é a forma simplificada das seguintes reações:



O cobre obtido deste modo é posteriormente refinado eletroliticamente. Com base nestas informações responda seguintes as perguntas.

1) Na equação química (2), escolha o(s) elemento(s) que se reduz(em).

Os átomos de cobre cristalizam num arranjo do tipo cúbico de face centrada, como se mostra na célula unitária da Figura 1.

$$N_A = 6,022 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}, \rho = 8.920 \text{ kg m}^{-3}, M_{\text{Cu}} = 63,5 \text{ g/mol}$$

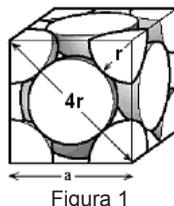
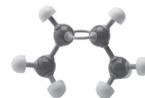
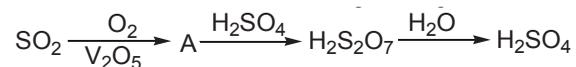


Figura 1

- 2) Qual é a massa (em gramas) de um átomo de cobre?
- 3) Quantos átomos de cobre existem em cada célula unitária?
- 4) Qual é o volume molar do cobre?
- 5) Se levarmos em conta que os átomos se encontram em contato na diagonal das faces do cubo (como se mostra na figura 1), encontre uma expressão que relacione o comprimento da aresta da célula com o raio atômico.
- 6) Se assumirmos que os átomos são esféricos, qual é a fração do volume da célula que é ocupada por átomos de cobre ($V_{\text{átomos}}/V_{\text{célula}}$)? $V_{\text{esfera}} = 4\pi r^3/3$
- 7) Qual é o raio atômico do cobre? Considere a resposta do exercício anterior para o cálculo.

No método de contato o dióxido de enxofre segue a seguinte rota sintética:



- 8) Qual é a fórmula molecular do composto A?
- 9) Desenhe a estrutura com a geometria molecular do SO_2 .

Problema 4 - INORGÂNICA

	1	2	3	4	5	6a	6b	7	8	Total
Pontos	10	10	10	20	5	5	5	10	10	90

Numa treinamento, um estudante das olimpíadas de Química realizou dois experimentos diferentes.

No primeiro sintetizou um composto iônico de cobre, o qual designamos por A, e que foi enviado para análise. A análise elementar do composto revelou os seguintes resultados:

Elemento	C	H	Cu	F	N	P	6b	7	8	Total
% massa	25,78	3,25	17,05	30,58	15,03	8,31	5	10	10	90

Como informação adicional sabe-se que no ânion do composto existem somente ligações P-F, enquanto que no cátion as ligações são: Cu-N (ligações de coordenação), C-N, C-C.

Com esta informação, ajude o estudante a responder às seguintes questões, relacionadas com o seu composto:

- 1) A fórmula mínima (empírica) do composto A
- 2) A fórmula do cátion do composto A
- 3) A fórmula do ânion do composto A
- 4) Desenhe a estrutura com a geometria molecular
 - a) do complexo catiônico
 - b) do ânion

No segundo experimento, o estudante colocou uma lâmina de cobre dentro de um erlenmeyer que continha iodo. Em seguida, fechou o erlenmeyer e aqueceu. Observou o aparecimento sobre a lâmina de uma película que corresponde a um só composto, produto da reação entre o cobre e o iodo. Para eliminar a película efetuou uma lavagem com uma solução de tiosulfato de sódio. Durante a experiência registrou os seguintes dados:

Massa inicial da lâmina:	1,1132 g
Massa da lâmina depois da reação:	1,3160 g
Massa da lâmina depois da lavagem:	1,0118 g

Com a informação anterior responde às seguintes questões:

- 5) Calcule a massa que reagiu: (a) de iodo (b) de cobre
- 6) Determine a fórmula mínima (empírica) do composto obtido na reação entre o cobre e iodo.
- 7) Escreva a equação química correspondente à reação que ocorre.



Problema 5 - QUÍMICA ANALÍTICA - ANÁLISE DA JALPAÍTA

	1	2 a	2 b	2 c	2 d	3 a	3 b	3 c	Total
Pontos	50	25	20	20	15	30	15	25	200

Embora existam indícios abundantes a cerca dos conhecimentos minero-metalúrgicos dos povos pré-hispânicos, é muito comum considerar que a indústria mexicana inicia-se com o período da conquista espanhola. Desde a época da colônia a exportação do ouro e especialmente da prata, foi uma das atividades mais importantes para o continente e pode se dizer que esta exploração deu lugar a muitas outras atividades. De fato, um importante ramo da pesquisa em Química no México começou na Escola de Minas com Andrés Manuel del Río, que descobriu o vanádio o qual chamou de eritrônio.



Atualmente, a atividade minero-metalúrgica ainda é muito importante no país. Hoje o México está entre os dez maiores produtores de minerais e é o segundo maior produtor de prata.

Ao contrário do ouro, comumente encontrado em sua forma elementar, a prata é freqüentemente encontrada em minérios que contêm outros elementos.

Entre eles está a jalpaíta, mineral cinza escuro, assim chamado por ter sido encontrado na cidade de Jalpa, em Zacatecas, México. Este mineral de brilho metálico cristaliza no sistema tetragonal e sua fórmula é $Ag_xM_yY_z$.

Carlos, um estudante olímpico muito interessado em minerais, deseja saber a composição do jalpaíta. Ele conseguiu uma amostra deste mineral com **2% de impureza** e, após lavar e triturar, fez as seguintes experiências com a amostra:

1. Aqueceu ao ar uma amostra de jalpaíta e observou a liberação de um gás. Ao borbulhar esse gás em uma solução de cloreto de bário, notou o aparecimento de um precipitado branco. Ele repetiu a mesma experiência com uma massa de 2,041 g de jalpaíta, porém, desta vez, borbulhando o gás em 40,00 mL de solução NaOH 1,000 mol/L. Quando terminou o desprendimento do gás, ele titulou a solução obtida com uma outra solução de HCl 1,000 mol/L, à qual tinha adicionado algumas gotas de fenolftaleína, e observou a descoloração desta solução após adicionar um volume de 22,2 mL de solução de HCl.

- 1a.** Qual é o gás produzido?
1b. Quais são as reações que ocorrem durante o borbulhamento do gás nas soluções de $BaCl_2$ e NaOH?
1c. Indique qual é o elemento (Y), identificado com essas primeiras experiências
1d. Com os resultados obtidos por Carlos, calcule a porcentagem de Y no mineral.

2. Tratou com ácido nítrico diluído o resíduo sólido que restou após o borbulhamento do gás na solução de NaOH e observou que o resíduo se dissolvia. Adicionou a esta solução um volume de solução de KBr de concentração de 0,1 mol/L e constatou o aparecimento de um precipitado de AgBr que, uma vez filtrado e secado, apresentou uma massa de 2,480 g.

Carlos tinha dúvidas se a precipitação do AgBr era quantitativa, assim, decidiu tomar parte do precipitado filtrado e a partir dele preparou uma solução supersaturada de AgBr que ficou em equilíbrio a 25 °C. Posteriormente, mediu com um eletrodo de prata o potencial da solução sobrenadante. O valor do potencial obtido foi de 0,437 V (em relação ao eletrodo normal de hidrogênio), isso lhe permitiu calcular o produto de solubilidade do AgBr e concluir se a precipitação havia sido quantitativa.

- 2a.** Mostre as reações de dissolução do resíduo sólido com ácido nítrico diluído e de sua posterior precipitação com KBr.
2b. Calcule a porcentagem de prata na jalpaíta
2c. Calcule o produto de solubilidade do AgBr e indique o percentual de precipitação observado.
2d. Calcule a porcentagem de metal M na jalpaíta

3. Finalmente, passou quantitativamente a solução filtrada da experiência anterior pelo cátodo de uma célula de eletrólise dotada de dois compartimentos separados. Imergiu no cátodo um eletrodo de grafite, ao qual impôs um potencial adequado e observou a deposição quantitativa do metal (M), após haver passado 775 Coulombs.

Esta experiência permitiu-lhe:

- 3a.** Identificar o metal M
3b. Identificar a reação que ocorreu no cátodo
3c. Conhecer a fórmula da jalpaíta

Dados:

Faraday = 96484 C/mol
 $E^\circ Ag^+/Ag^\circ = 0,80 V$



Problema 6 - QUÍMICA ANALÍTICA - MÉIS

	1a	1b	1c	2a	2b	2c	2d	2e	3a	3b	Total
Pontos	1	2	2	2	1	1	3	3	3	2	20

O mel é uma substância natural doce produzida pelas abelhas e composta principalmente por frutose e glicose. Por suas qualidades nutricionais e

terapêuticas é de grande importância para os seres humanos. O mel pode manter suas qualidades por muitos anos, mas fatores ambientais, manuseio e armazenamento podem provocar diminuição no teor de açúcares redutores (monossacarídeos) porque se transforma em HMF (5-hidroximetilfurfural), que não tem nenhuma propriedade nutritiva. Dessa forma, conclui-se que o controle de qualidade do mel é muito importante.

Atualmente, um controle de qualidade mínimo exige a determinação do teor de umidade, do conteúdo de HMF, da quantificação de açúcares redutores, da porcentagem de cinzas e do pH. Outros estudos também nos permitem conhecer o teor de sacarose, a origem floral do mel (por palinologia)

Para determinar a qualidade de 3 amostras de mel, realizou-se um trabalho, do qual apresentamos uma parte:

1. Padronizou-se uma solução de Cu(II) com EDTA (Y4-). Para isso, 71,706 g de sulfato de cobre(II) pentahidratado foram dissolvidas em 1,00 L de água; 5,0 mL desta solução foram titulados com 14,4 mL de solução-padrão de EDTA 0,0990 mol L⁻¹.

- Escreva a equação que corresponde a esta reação.
- Calcule a concentração real de solução de Cu(II) na solução preparada.
- Calcule a porcentagem de pureza do sal de cobre utilizado.

2. Estudou-se a reação entre o cobre(II) e açúcares redutores pelo método de Fehling.

O reagente de Fehling é uma mistura de duas soluções, a "A", que é uma solução de sulfato de cobre(II) e a "B" que é uma solução de tartarato duplo de sódio e potássio em meio básico. O reagente de Fehling pode oxidar, a quente, açúcares redutores (representados como **Aç. red**).

Tomou-se 50,0 mL de solução "A" com uma concentração de 0,2750 mol L⁻¹ de Cu(II) e adicionou-se 50,0 mL de solução "B" (1,2 mol L⁻¹ do tártaro duplo e 1,20 mol L⁻¹ de NaOH). Uma alíquota de 25,0 mL desta mistura foi titulada

(titulação inversa) com uma solução de frutose 0,0450 mol L⁻¹; o ponto de equivalência (determinado tanto potenciometricamente quanto com indicador de azul de metileno) foi encontrado em 15,3 mL.

Recolheram-se mais 25,0 mL de reagente de Fehling (uma mistura de soluções "A" e "B") e titulou-se, por sua vez, com uma solução de glicose 0,0520 M. O ponto estequiométrico foi atingido com 13,2 mL de glicose.

Com base nesses resultados, indicar:

- A quantidade de mols de Cu(II), contida no volume titulado com o açúcar redutor;
- A quantidade de frutose gasta para titular o Cu(II);
- A quantidade de glicose gasta para titular o Cu(II);
- A razão molar açúcar redutor/Cu (II);
- Os coeficientes estequiométricos corretos para balancear a seguinte reação redox:



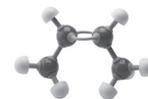
3. Este procedimento para a quantificação de açúcares redutores foi utilizado para as três amostras de mel. Para tal, foram colocados em cada ocasião, 5,0 mL de uma solução padronizada de Cu(II) que tinha uma concentração de 0,2783 mol L⁻¹ e foram tituladas com as soluções preparadas com cerca de 0,5 g de mel dissolvidos em 200,0 mL.

A Tabela 1 mostra tanto o peso da amostra tomada quanto o volume gasto até o ponto de equivalência.

Tabela 1

Amostra	mg de mel	Volume gasto (mL)
1	584,7	20,4
2	569,2	24,3
3	583,4	22,1

- Completar a Tabela 2. Considerar que a massa molar do açúcar e redutor é de 180.
- Indicar, de acordo com os resultados obtidos e lançados na Tabela 3, qual é a amostra que melhor atende aos padrões de qualidade.



Problema 7 - QUÍMICA ORGÂNICA

Estrutura	A	B	C	D	E	F	Total
Pontos	20	10	10	10	20	10	80

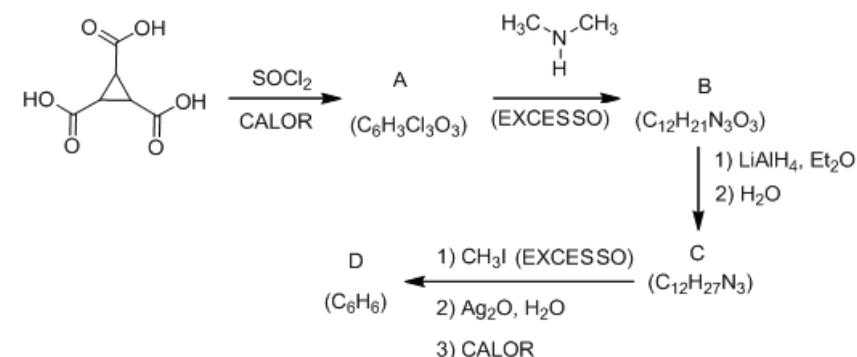
O composto **A**, $C_{11}H_{20}O_4$, é neutro, opticamente ativo e não reage com a 2,4-dinitrofenil-hidrazina nem com uma solução de bromo em tetracloreto de carbono. Ao hidrolizar o composto **A**, obtêm-se três novos compostos **B**, **C** e **D**. O composto **B** tem a fórmula molecular CH_4O . O composto **C**, $C_5H_8O_4$, apresenta atividade óptica e reage com uma solução de bicarbonato de sódio desprendendo um gás. Ao aquecer o composto **C**, este se converte no composto **E**, $C_5H_6O_3$, que é neutro e apresenta atividade óptica. O composto **E**, quando é tratado com água, reage lentamente e volta a formar o composto **C**, opticamente ativo. O composto **D**, $C_5H_{12}O$, é opticamente inativo e quando tratado com ácido crômico produz o composto **F**, $C_5H_{10}O$. O composto **F** reage com a 2,4-dinitrofenil-hidrazina e, quando é tratado com cloridrato de hidroxilamina, forma um precipitado. No entanto, quando o composto **F** é tratado com o complexo $Ag(NH_3)_2^+$ não ocorre formação do espelho de prata. Quando o mesmo composto **F** é tratado com o hipiodito de sódio ou I_2 , em presença de hidróxido de sódio, não forma precipitado algum. Proponha estruturas para os compostos de **A** a **F**. Para os compostos **A**, **C** e **E**, escreva a estrutura correspondente ao enantiômero **R**.

ESCREVA TODAS AS ESTRUTURAS NA FOLHA DE RESPOSTAS

Problema 8 - QUÍMICA ORGÂNICA

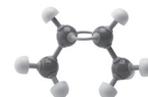
Estrutura	A	B	C	D	Total
Pontos	10	10	10	20	50

Complete a seguinte sequência de síntese:



Escreva na FOLHA DE RESPOSTAS as estruturas dos compostos sintetizados.

Grandes mentes discutem idéias,
mentes medianas discutem fatos,
mentes pequenas discutem pessoas



15ª Olimpíada Ibero-Americana de Química

Exame experimental

MATERIAL

Materiais e reagentes individuais

1 Suporte de bureta	Pinça (garra)
1 Bureta 25,00 mL	1 Becker de 50 mL
1 Pipeta volumétrica de 5,00 mL	3 Erlenmeyer de 125 mL
1 Propipeta (pera de sucção)	1 Espátula
1 Vidro de relógio	1 Tubo para centrifuga (tubo falcon)
1 Balão volumétricos de 25 mL	1 Pisseta com água destilada
1 Recipiente plástico com ~ 40 mL de amostra líquida	1 Tubo plástico com amostra líquida
1 Frasco com solução de NaOH 0,0101 mol/L	Papel secante
1 Pipeta plástica	

Reagentes para 2 alunos

1 Frasco gotejador com solução de KI	1 Frasco gotejador com fenolftaleína	1 Frasco gotejador com álcool
Condutivímetros utilizados pelo supervisor		

DETERMINAÇÃO DA CONSTANTE DE DISSOCIAÇÃO DO ÁCIDO SALICÍLICO E IDENTIFICAÇÃO DO CATION DE UM SALICILATO

No laboratório de Química Analítica desta Faculdade recebemos um importante doativo de um lote de reagentes que diz conter ácido salicílico e vários sais inorgânicos do mesmo ácido. Desafortunadamente as etiquetas dos frascos dos sais foram molhadas e devemos identificar estes sais para classificá-los antes de colocá-los no nosso estoque de reagentes.

Esta prova prática consta de duas partes a serem realizadas em 2 horas. Na primeira, você vai identificar o cátion da amostra sólida do sal disponível e na segunda parte vai determinar a concentração de uma solução aquosa de ácido salicílico e o valor do sua constante de dissociação.

1. Como primeira atividade desta manhã você nos ajudará identificando um destes sais mediante provas qualitativas que reconhecem o cátion do sal. Nos informaram que os seguintes sais estão neste lote:

- Salicilato de cálcio e magnésio: Analgésicos e drogas antiinflamatórias.
- Salicilato de bismuto: utilizado para tratar náuseas, mal estar estomacal o indigestão.
- Salicilato de chumbo e estrôncio: usado em aplicações industriais ou farmacêuticas.

Algumas provas qualitativas são mais fáceis quando os compostos são mais voláteis já que o tempo disponível é limitado, assim transformamos os salicilatos em cloretos e lhe demos uma amostra sólida deste. Já separamos o salicilato de bismuto, o qual, reconhecemos por sua cor rosa característica; portanto, a amostra que você tem como problema somente pode ser o cloreto proveniente do tratamento do sal de algum dos seguintes cátions:

Cálcio, chumbo, estrôncio o magnésio

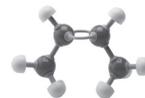
- 1a) Indique que testes permitem que você identifique ou diferencie cada um deles, com o material e reagentes que dispõe e assinale que resultado espera de cada um deles.
- 1b) Se os testes efetuadas implicam em alguma reação química indique qual é.
- 1c) Indique qual cátion você identificou como resultado dos testes.

2. A segunda atividade nesta sessão consiste em nos ajudar a confirmar se as amostras do ácido são realmente de ácido salicílico. Para isto uma possibilidade é determinar o valor da constante de dissociação (K_a) da amostra de ácido fornecida. Nós preparamos, a partir de uma amostra homogênea do ácido, diversas soluções de concentrações diferentes e lhe fornecemos um volume aproximado de 40 mL de uma delas.

Notas

- Se você quiser realizar alguma identificação na chama, coloque um pouco de sua amostra sólida no vidro de relógio, adicione umas gotas de álcool e peça a um assessor para por fogo no álcool..
- Alguns sais são tóxicos; deixe os resíduos de sua amostra sólida no mesmo recipiente plástico tampado no qual ela foi fornecida.





2a) Em primeiro lugar você deverá determinar a concentração do ácido salicílico seguindo o procedimento que se descreve a seguir:

- Coloque a solução de hidróxido de sódio na bureta, limpa e seca, disponível.
- Transfira uma alíquota da solução problema de concentração desconhecida de ácido salicílico e titule com a solução de NaOH utilizando fenolftaleína como indicador. Repita a operação tantas vezes quanto considerar necessário. Anote na folha de respostas o número marcado na sua solução problema e os volumes de solução de NaOH gastos nas titulações que você considere como melhores.

• Calcule a concentração do ácido salicílico na tua amostra problema.

2b) Para calcular o valor constante de dissociação (K_a) do ácido salicílico você utilizará um instrumento simples chamado condutímetro que lhe permitirá conhecer a concentração dissociada do ácido salicílico.

Leia cuidadosamente a seguinte informação que lhe permitirá conhecer o princípio do método

Informações necessárias

A condutimetria é uma técnica que permite determinar a concentração total dos íons presentes em uma solução quando se mede a condutância, G , devida a ditos íons. A condutância, G , se mede em Siemens (S) que corresponde ao inverso da resistência elétrica (Ω^{-1}).

Para efetuar a medida, coloca-se a solução numa cela que contem dois eletrodos com uma área definida (a) e separados entre si por uma distância (l). A relação entre a distância l que os separa e a área do menor é uma constante para cada instrumento de medida e se denomina constante da cela ($kc=l/a$ e suas dimensões são em cm^{-1})

A equação que relaciona a condutância medida, G , com a concentração do eletrólito dissociado é:

$$Gk_c = C_e \Lambda_e^o$$

onde C_e é a concentração dissociada do eletrólito dissociado (em mols por centímetro cúbico) e Λ_e^o a condutividade equivalente limite de dito eletrólito.

Procedimento experimental

- Pegue uma alíquota da solução do ácido salicílico igual aquelas que você utilizou para titular.
- Transfira quantitativamente para o balão volumétrico de 25,00 mL e complete com água destilada até o traço de aferição.
- Transfira para um tubo falcon (tubo de centrifuga) e leve a um assessor para que possa efetuar a medida da condutância de sua solução.
- Peça ao assessor que lhe informe o valor da constante de cela do aparelho utilizado e anote na sua folha de respostas.

Considere que o valor de Λ_e^o do ácido salicílico é igual a $385 \text{ S mol}^{-1} \text{ cm}^2$ e que a condutância devida aos íons da água destilada utilizada é desprezível.

Experiência nº 2 - EXAME EXPERIMENTAL DE QUÍMICA ORGÂNICA

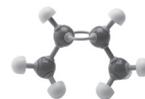
REAÇÃO DE AMINAÇÃO REDUTIVA UTILIZANDO ALGUMAS TÉCNICAS DE DA QUÍMICA SUSTENTÁVEL

OBJETIVOS

Que o aluno:

- 1) Sintetize uma amina por meio de uma reação de aminação reductiva.
- 2) Que conheça e aplique algumas das técnicas de química sustentável.
- 3) Que sabendo a amina usada (3-nitroanilina), determine o aldeído que usou, com base numa propriedade do produto obtido, o seu R_F , numa análise por cromatografia em camada delgada.

MATERIAL	
Bastão de vidro	Espátula metálica
Béquer de 100 mL (2)	Recipiente para gelo
Kitasato de 150 mL	Proveta
Funil de Büchner	Papel de filtro (2)
Mangueira para vácuo	Câmara de eluição
(Câmara de elución)	Pinça (garra)
Saco de plástico etiquetado	Frasco porta-amostras
Tubo capilar para aplicar amostras (2)	Placa de cromatografia de sílica gel



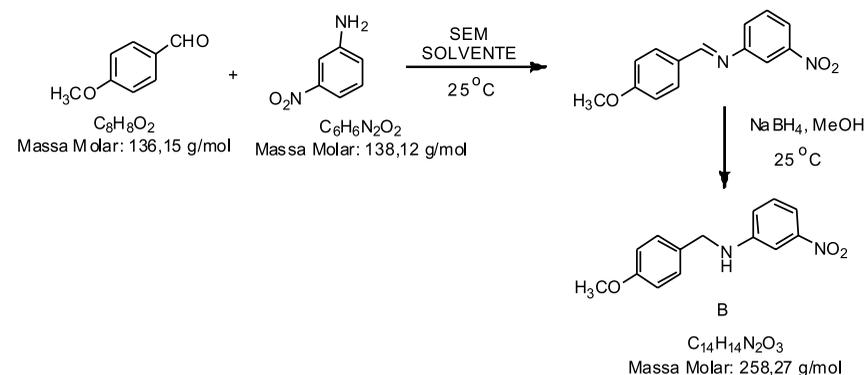
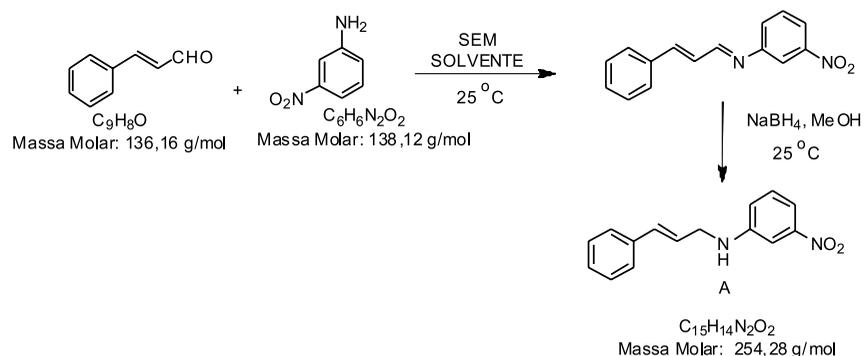
Régua de plástico de 30 cm	Lápis
Pipeta de plástico (pipeta de Pasteur)	Banho-maria

SUBSTÂNCIAS

Os sólidos estão pesados e os líquidos já estão na quantidades indicadas no experimento.

Aldeído (Aldeído)	Borohidreto de sódio
Amina	Água destilada
Metanol	Etanol
Eluente (Eluyente) hexano:acetato de etilo (8:2)	Diclorometano

VOCÊ REALIZARÁ UMA DAS SEGUINTE REAÇÕES:



PARTE EXPERIMENTAL

Ao aldeído (5 mmol) que já se encontra dentro do frasco etiquetado como **ALDEÍDO**, adicione a amina (5 mmol), que se encontra dentro do frasco etiquetado como **AMINA**, e misture bem com um bastão de vidro. Agite a mistura reacional, à temperatura ambiente, durante aproximadamente 10 minutos ou até que se forme um sólido. Quando o sólido se formar, você deve pulverizá-lo com a espátula. O rendimento da imina assim obtida é praticamente quantitativo e o produto está suficientemente puro para realizar a reação seguinte. Assim, adicione o metanol (15 mL) (que se encontra dentro do frasco etiquetado como **METANOL**) ao frasco onde se encontra a imina, e transfira a solução obtida para um béquer de 100 mL. Em seguida, adicione lentamente e em pequenas porções o **BOROHIDRETO DE SÓDIO**, 0,15 g (3,96 mmol), que se encontra dentro do frasco etiquetado como **NaBH₄**. Terminada a adição de **NaBH₄** continue com a agitação durante mais 10 minutos. O solvente será, em seguida, eliminado por evaporação, aquecendo a mistura em banho-maria (até que restem menos de 5 mL de solvente) (**NOTA: É IMPORTANTE QUE O RECIPIENTE TENHA ÁGUA ANTES DE LIGÁ-LO À CORRENTE ELÉTRICA**). Quando terminar de evaporar o solvente, adicione 10 mL de **ÁGUA DESTILADA** (que se encontra dentro do frasco etiquetado como **H₂O**), com a qual a amina precipita. Isole a amina assim obtida por filtração a vácuo (utilize um funil de Büchner e um Kitasato).

Mostrar o produto impuro a um supervisor antes de purificá-lo. Purifique o produto por recristalização usando uma mistura de etanol/água. Para efetuar esta operação, coloque o produto bruto em um béquer e adicione 9 mL de **ETANOL** (que se encontra dentro do frasco etiquetado como **EtOH**), e aqueça em banho-maria até que ocorra a dissolução completa (use pedras/pérolas de ebulição). Após a dissolução do produto adicione 1 mL de **ÁGUA DESTILADA** (que se encontra na pisseta etiquetada como **H₂O destilada**) e esfrie a mistura num banho de gelo. Isole o produto puro por filtração a vácuo, usando um funil de Büchner e um Kitasato. Seque os cristais sob vácuo. Entregue seu produto puro, pesado, registrando a massa do saco sem o produto e a massa do saco com seu produto puro. Você deve anotar a massa com caneta na etiqueta que se encontra no saco. Depois pegue uma amostra de seu produto e realize uma análise qualitativa por cromatografia em camada delgada.



CROMATOGRAFIA EM CAMADA DELGADA

A cromatografia em camada delgada é uma técnica de adsorção sólido-líquido, utilizada em química orgânica para realizar análises qualitativas eficientes e rápidas, de compostos desconhecidos ou para determinar a composição de misturas de compostos.

Esta técnica cromatográfica consiste na utilização de uma fase estacionária (alumina ou sílica gel) e de uma fase móvel, que são solventes orgânicos com diferentes polaridades.

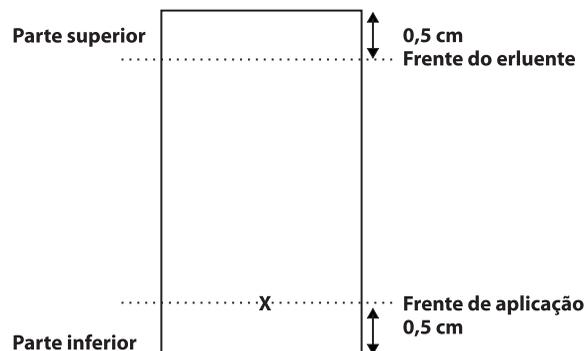
O processo de separação baseia-se no fato da fase móvel subir através da fase estacionária, e a eluição da amostra problema ocorre em função da sua polaridade, isto é, apresenta afinidade diferente com as duas fases.

A fase estacionária consiste numa película delgada (100 μm) de um material disperso sobre uma superfície plana (de vidro, alumínio ou celulose).

As vantagens do método são a sua rapidez (uma análise normal demora de 2 a 10 minutos) e a possibilidade de detectar quantidades de material de 2 a 20 μg .

A sequência de passos para efetuar a análise por cromatografia em camada delgada da sua amostra são:

- 1) trace uma linha paralela à base da placa de cromatografia (aproximadamente a 0,5 cm da base), sobre a superfície do adsorvente, com um lápis (**NOTA:** não force muito com a ponta do lápis, pois pode estragar a superfície da fase estacionária). Coloque uma pequena quantidade de amostra (aproximadamente 1 mg) no frasco porta-amostras, e adicione umas gotas de **DICLOROMETANO** (que se encontra num frasco etiquetado como **CH₂Cl₂**), até ocorrer a dissolução completa da amostra. Com um tubo capilar aplique uma pequena gota da solução sobre a placa.



- 2) A cromatografia se desenvolve, colocando a placa, em que se aplicou a amostra, na câmara de cromatografia (**CÂMARA DE ELUCIÓN**), onde, previamente, foram colocados 3 mL da fase móvel, que neste caso é uma mistura de **hexano:acetato de etilo** (8:2), mistura essa que se encontra no frasco etiquetado como **ELUYENTE HEXANO:ACETATO DE ETILA**. Tampe a a câmara de cromatografia para manter a atmosfera saturada com o solvente da fase móvel. Depois destas operações, a fase móvel sobe **rapidamente** por capilaridade. Retire a placa da câmara de cromatografia e deixe evaporar o solvente. A amostra pode estar em qualquer ponto.

- 3) Para caracterizar a amina obtida, basta observar a placa, pois a mancha do composto é visível sem ser necessário um agente revelador. Uma medida física da polaridade da amostra é o Fator de retenção (R_F).

Entregue a placa de cromatografia, onde marcou a mancha correspondente à sua amina (e deve assinalar as linhas do ponto de aplicação e da frente do eluente), dentro de um dos sacos de plástico.

Se necessitar de outra placa, você pode pedir. Contudo, será penalizado por isso.

"Nada é veneno, tudo é veneno:
a diferença está na dose.
Século Paracelso, décimo sexto