

19 a 29 de julho de 2018  
Bratislava, ESLOVÁQUIA  
Praga, REPÚBLICA TCHECA

[www.50icho.eu](http://www.50icho.eu)

## PROBLEMAS EXPERIMENTAIS

<b>País:</b>	
<b>Nome como no passaporte:</b>	
<b>Código do estudante:</b>	
<b>Idioma:</b>	



# 50<sup>th</sup> IChO 2018

International Chemistry Olympiad  
SLOVAKIA & CZECH REPUBLIC

BACK TO WHERE IT ALL BEGAN



## Instruções gerais

- Este caderno de exame experimental contém **28** páginas, incluindo a capa.
- Antes do início do exame, você terá 15 minutos adicionais para ler este caderno de exame. Não trabalhe, escreva ou calcule durante este tempo, caso contrário você será desclassificado.
- Você pode começar a trabalhar assim que o comando **Start** for dado.
- Você tem 5 horas para concluir o exame.
- Você pode trabalhar nas tarefas em qualquer ordem, mas, é recomendável iniciar pelo Problema P1.
- Todos os resultados e respostas devem ser claramente escritos com caneta, em suas respectivas áreas reservadas nos exames. Respostas escritas fora das caixas de resposta não serão pontuadas.
- Não use lápis ou marcador para escrever as respostas. Use apenas a caneta e a calculadora fornecidas.
- Você recebeu 3 folhas de papel de rascunho. Se precisar de mais, use o verso das folhas de exame. Lembre-se de que nada fora das áreas reservadas será pontuado.
- A versão oficial em inglês do caderno de exame está disponível mediante solicitação e serve apenas para esclarecimentos.
- Se você precisar sair do laboratório (para usar o banheiro ou tomar uma bebida ou lanche), informe seu ou sua assistente de laboratório. Ele ou ela virá para acompanhá-lo.
- Você deve seguir as regras de segurança fornecidas nos regulamentos da IChO. Se você violar as regras de segurança, receberá apenas uma advertência do assistente de laboratório. Quaisquer violações de regra de segurança, após a primeira advertência, resultarão em sua retirada do laboratório e em nota 0 (zero) para seu exame experimental.
- Produtos químicos e material de laboratório, salvo indicação em contrário, serão recarregados ou substituídos sem penalidade, apenas pelo primeiro item. Cada incidente adicional resultará na dedução de 1 ponto dos 40 pontos do exame prático.
- O assistente de laboratório dará um aviso 30 minutos antes do comando **Stop**.
- Você deve interromper seu trabalho imediatamente quando o comando **Stop** for anunciado. Trabalhar ou escrever por um minuto ou mais, após o comando **Stop**, levará à anulação do seu exame prático.
- Depois que o comando **Stop** for dado, um assistente de laboratório virá assinar sua folha de respostas. Depois que o assistente e você assinarem, coloque este caderno de exame de volta no envelope do exame e entregue-o junto com seus produtos e placas TLC, para pontuação.



## Normas de segurança no laboratório

- Você deve usar um jaleco e mantê-lo abotoado. O calçado deve cobrir completamente o pé e o calcanhar.
- Sempre use óculos de segurança ou óculos de grau ao trabalhar no laboratório. Não use lentes de contato.
- Não coma nem beba no laboratório. Gomas de mascar não são permitidas.
- Trabalhe apenas na área demarcada. Mantenha sua área de trabalho e as áreas comuns de trabalho arrumadas.
- Não são permitidas experiências não autorizadas. Não é permitida nenhuma modificação das experiências.
- Não pipete com a boca. Use sempre um bulbo ou pera de borracha.
- Limpe imediatamente a bancada e o chão de qualquer material de vidro quebrado e derramamentos.
- Todos os resíduos devem ser descartados adequadamente para evitar contaminação ou ferimentos. Os resíduos não perigosos, solúveis / miscíveis em água, são elegíveis para descarte. Outros resíduos do laboratório devem ser descartados em um recipiente rotulado e com tampa.



## Definições dos códigos de riscos do GHS

Os códigos de riscos do GHS (frases H) associadas aos materiais utilizados estão indicadas nos problemas. Seus significados são os seguintes.

### Riscos físicos

- H225 Líquido e vapor altamente inflamável.
- H226 Líquido e vapor inflamável.
- H228 Sólido inflamável.
- H271 Pode causar incêndio ou explosão; oxidante forte
- H272 Pode intensificar o fogo; oxidante.
- H290 Pode ser corrosivo para metais.

### Riscos para a saúde

- H301 Tóxico se ingerido.
- H302 Perigoso se ingerido.
- H304 Pode ser fatal por ingestão e por penetração nas vias respiratórias.
- H311 Tóxico em contato com a pele.
- H312 Nocivo em contato com a pele.
- H314 Causa queimadura na pele e lesões oculares graves.
- H315 Causa irritação da pele.
- H317 Pode causar uma reação alérgica na pele.
- H318 Provoca graves lesões oculares.
- H319 Causa seria irritação nos olhos.
- H331 Tóxico se inalado.
- H332 Nocivo se inalado.
- H333 Pode ser nocivo se inalado.
- H334 Pode causar alergia ou asma ou dificuldade respiratória se inalado.
- H335 Pode causar irritação respiratória.
- H336 Pode causar sonolência ou tontura.
- H351 Suspeito de causar câncer.
- H361 Suspeito de prejudicar a fertilidade ou o feto.
- H371 Pode causar danos aos órgãos.
- H372 Causa dano aos órgãos por exposição prolongada ou repetida.
- H373 Pode causar dano aos órgãos por exposição prolongada ou repetida.

### Riscos ambientais

- H400 Muito tóxico para a vida aquática.
- H402 Nocivo para a vida aquática.
- H410 Muito tóxico para a vida aquática com efeito de longa duração.
- H411 Tóxico para a vida aquática com efeito duradouro.
- H412 Nocivo para a vida aquática com efeito duradouro.



## Reagentes

### Para todos os problemas

Reagentes	Etiqueta	Códigos de risco e segurança <sup>1</sup>
<b>Água</b> deionizada: Pisseta (Bancada) Frasco de Plástico (Bancada) Pote de Plástico (Capela)	Water	Não é perigoso

### Para o Problema P1 (No cesto branco ou no local indicado)

Reagentes	Etiqueta	Códigos de risco e segurança <sup>1</sup>
<b>Etanol</b> , 100 cm <sup>3</sup> numa pisseta (bancada)	Ethanol	H225, H319
<b>2-Acetonafona</b> : ca. 0,002 g num frasco de vidro, padrão para TLC 0,500 g num frasco de vidro	Standard A	H302, H315, H319, H335, H411
	Reactant A	
<b>2,4-Dinitrofenil-hidrazina</b> , contendo 33% (m/m) de água, 0,300 g num frasco de vidro	DNPH	H228, H302
<b>Acetato de etila</b> , 15 cm <sup>3</sup> num frasco de vidro âmbar	EtOAc	H225, H319, H336
Solução de água sanitária, contendo 4,7% de <b>NaClO</b> , 13,5 cm <sup>3</sup> em um frasco de vidro âmbar	Bleach	H290, H314, H400
<b>Eluente</b> para cromatografia em camada fina, hexano/ acetato de etila 4:1 (v/v), 5 cm <sup>3</sup> num frasco de vidro âmbar	TLC eluent	H225, H304, H315, H336, H411 <sup>2</sup>
Solução aquosa de <b>Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub></b> a 5%, 20 cm <sup>3</sup> num frasco de plástico	5% Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	H319
Solução aquosa de <b>HCl</b> a 20%, 15 cm <sup>3</sup> num frasco de plástico	20% HCl	H290, H314, H319, H335 e outros

### Para o Problema P2 (no cesto verde)

Reagentes	Etiqueta	Códigos de risco e segurança <sup>1</sup>
8 mmol dm <sup>-3</sup> de <b>luminol</b> em 0,4 mol dm <sup>-3</sup> de solução aquosa de <b>NaOH</b> , 50 cm <sup>3</sup> num frasco de plástico	Luminol in NaOH	H290, H315, H319
Solução aquosa de <b>CuSO<sub>4</sub></b> a 2,00 mmol dm <sup>-3</sup> , 25 cm <sup>3</sup> num frasco de plástico	Cu	Não é perigoso
Solução aquosa de <b>H<sub>2</sub>O<sub>2</sub></b> a 2,00 mmol dm <sup>-3</sup> , 12 cm <sup>3</sup> num frasco de plástico pequeno	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> conc.	H302, H315, H318
Solução aquosa de <b>hidrocloro de cisteína</b> a 0,100 mol dm <sup>-3</sup> , 12 cm <sup>3</sup> num frasco de plástico pequeno	Cys conc.	Não é perigoso
<b>Água</b> , 50 cm <sup>3</sup> num frasco de plástico	Water	Não é perigoso

<sup>1</sup> Ver na página 3 a legenda para os códigos de risco e segurança (GHS hazard statements).

<sup>2</sup> Códigos de risco e segurança para o hexano.



### Para o Problema P3 (No cesto cinza ou no local indicado)

Reagentes	Etiqueta	Frases de Perigo <sup>1</sup>
<b>Amostra de água mineral</b> , 400 cm <sup>3</sup> num frasco de plástico (bancada)	<b>Sample</b>	Não é perigoso
Solução aquosa contendo 3 mol dm <sup>-3</sup> <b>NH<sub>4</sub>Cl</b> / 3 mol dm <sup>-3</sup> <b>NH<sub>3</sub></b> , 15 cm <sup>3</sup> num frasco de plástico	<b>Buffer</b>	H302, H319, H314, H400
<b>NaCl</b> , sólido, 10 g num frasco de plástico	<b>NaCl</b>	H319
<b>Preto de Eriocromo T</b> , indicador num frasco de plástico	<b>EBT</b>	H319
<b>Azul de Bromotimol</b> , solução de indicador num frasco de plástico	<b>BTB</b>	H302, H315, H319
Solução padrão de <b>etilenodiaminatetraacetato dissódico</b> a 5,965 × 10 <sup>-3</sup> mol dm <sup>-3</sup> , 200 cm <sup>3</sup> num frasco de plástico (bancada)	<b>EDTA</b>	H302, H315, H319, H335
Solução padrão de <b>NaOH</b> a 0,2660 mol dm <sup>-3</sup> , 250 cm <sup>3</sup> num frasco de plástico (bancada)	<b>NaOH</b>	H314
<b>Resina de troca iônica fortemente ácida</b> , na forma protonada (H <sup>+</sup> ), 50 cm <sup>3</sup> de resina após lavagem com água deionizada num frasco de plástico	<b>Catex</b>	H319

## Material de laboratório

### Para todos os problemas (na prateleira ou no local indicado)

Material partilhado	Quantidade
Lenços de papel	1 caixa para 2–4 estudantes
Cesto para papel utilizado (bancada, próximo da pia)	1 para 4 estudantes
Luvas de látex (capela)	1 caixa por laboratório
Material de uso individual	
Óculos de segurança	1
Suporte para pipetas (bancada)	1
Pera de borracha	1
Béquer de vidro, 100 cm <sup>3</sup> , contendo: caneta, colher de plástico, espátula, pinça, marcador, lápis e régua	1 (cada)

### Para o Problema P1 (No cesto branco ou no local indicado)

Material partilhado	Quantidade
Lâmpada UV (capela)	1 para 12 estudantes
Sistema de vácuo (mangueira de vácuo equipado com válvula plástica, bancada)	1 para 2 estudantes



Material de uso individual	
Placa de aquecimento com agitação (bancada) com: Termômetro de contato, Placa de Petri de vidro com clipe metálico	1 (cada)
Suporte da placa (bancada) com: Garra pequena Garra grande	1 (cada)
Frasco de plástico rotulado <b>Organic waste (resíduos orgânicos)</b> (bancada)	1
Anel metálico com abertura	1
Balão de fundo redondo de 50 cm <sup>3</sup> com barra magnética	1
Proveta, 10 cm <sup>3</sup>	1
Condensador de refluxo	1
Funil de separação com rolha, 100 cm <sup>3</sup>	1
Erlenmeyer sem boca esmerilhada, 50 cm <sup>3</sup>	1
Erlenmeyer sem boca esmerilhada, 25 cm <sup>3</sup>	1
Erlenmeyer com boca esmerilhada, 50 cm <sup>3</sup>	1
Funil de vidro	1
Kitasato, 100 cm <sup>3</sup>	1
Anel de borracha para kitasato	1
Funil de vidro com placa sinterizada de porosidade <b>S2</b> (etiqueta branca)	1
Funil de vidro com placa sinterizada de porosidade <b>S3</b> (etiqueta laranja)	1
Béquer de vidro de 50 cm <sup>3</sup> com placa de Petri como tampa	1
Béquer de vidro, 150 cm <sup>3</sup>	1
Capilar para TLC graduado, 5 µL	3
Bolsa plástica com fecho contendo 5 tiras de indicador de pH e 1 escala de pH	1
Bolsa plástica com fecho contendo 2 placas de TLC	1
Pipeta de Pasteur de vidro	4
Bulbo de borracha ou "chupeta" para pipeta de Pasteur	1
Frasco de vidro etiquetado <b>Student code B</b> para o produto da reação do halofórmio	1
Frasco de vidro etiquetado <b>Student code C</b> para o produto da reação com o reagente de Brady	1

### Para o Problema P2 (No cesto verde ou no local indicado)

Material de uso individual	Quantidade
Cronômetro digital	1
Termômetro digital e cartão com a respectiva constante de calibração	1
Balão volumétrico, 50 cm <sup>3</sup>	1



Pipeta volumétrica de 5 cm <sup>3</sup> (no suporte para pipetas, bancada)	1
Pipeta graduada de 5 cm <sup>3</sup> (no suporte para pipetas, bancada)	3
Pipeta graduada de 1 cm <sup>3</sup> (no suporte para pipetas, bancada)	2
Frasco de plástico etiquetado <b>H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dil.</b> para a diluição da solução estoque de H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , 50 cm <sup>3</sup>	1
Frasco de plástico etiquetado <b>Cys dil.</b> para a diluição da solução estoque de hidrocloreto de cisteína, 50 cm <sup>3</sup>	1
Tubo de ensaio preto, de plástico, 15 cm <sup>3</sup>	1
Tubo para centrifuga sem tampa, 1,5 cm <sup>3</sup>	1
Béquer de plástico, 25 cm <sup>3</sup>	1
Erlenmeyer, 100 cm <sup>3</sup>	1

### Para Problema P3 (No cesto cinza ou no local indicado)

Material de uso individual	Quantidade
Suporte universal (bancada) com: Folha de papel branco Garra para bureta Bureta, 25 cm <sup>3</sup>	1 (cada)
Pipeta volumétrica de 50 cm <sup>3</sup> (no suporte para pipetas, bancada)	1
Pipeta volumétrica de 10 cm <sup>3</sup> (no suporte para pipetas, bancada)	1
Funil de vidro	1
Proveta, 5 cm <sup>3</sup>	1
Frasco para titulação (Frasco de fundo chato), 250 cm <sup>3</sup>	2
Erlenmeyer, 250 cm <sup>3</sup>	1
Funil de vidro com placa sinterizada de porosidade <b>S1</b> (etiqueta azul)	1
Béquer de vidro, 100 cm <sup>3</sup>	2
Béquer de vidro, 250 cm <sup>3</sup>	1
Pipeta de Pasteur de plástico, pequena, não graduada	2
Pipeta de Pasteur de plástico, graduada	1
Bolsa plástica com fecho contendo 5 tiras de papel indicador de pH e 1 escala de pH	1
Bolsa plástica com fecho contendo 5 tiras de papel absorvente	1
Frasco de plástico rotulado <b>Waste catex</b> (resíduo catex) (Bancada)	1



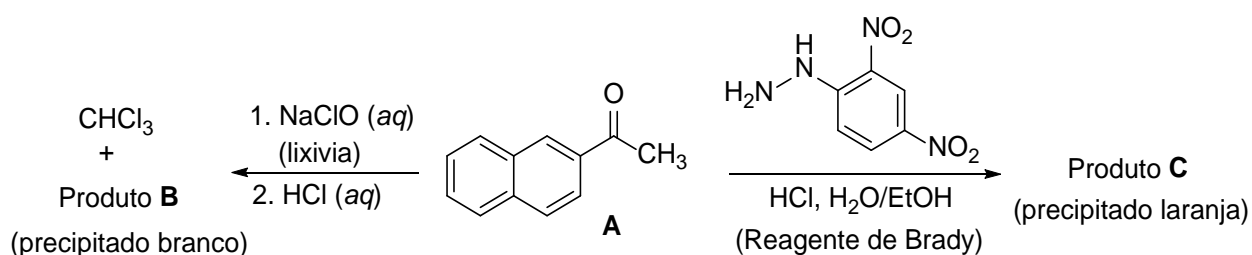


Problema Experimental P1 14% do total	Questão	1.1	1.2	Rendimento	Ponto de fusão	Total
	Pontos	4	16	20	10	50
	Pontuação					

## Problema P1. Reação do Halofórmio com água sanitária (lixívia)

Diversas reações e testes químicos foram desenvolvidos como forma de identificação de grupos funcionais em compostos orgânicos desconhecidos. Neste problema, são exploradas 2 dessas reações, a partir da 2-naftiletanona (**A**, 2-acetonaftona), em uma escala preparatória:

- A reação do halofórmio é uma transformação típica de metilcetonas que reagem com soluções aquosas básicas de hipocloritos formando um ácido carboxílico (produto **B**) e um halofórmio (tri-halometano).
- A reação do reagente de Brady (solução ácida de 2,4-dinitrofenil-hidrazina) com o grupo carbonila de um aldeído ou de uma cetona forma um precipitado laranja (produto **C**), uma hidrazona.



P1.1 Desenhe as estruturas dos produtos **B** e **C**.

<p>Produto <b>B</b></p>	<p>Produto <b>C</b></p>
-------------------------	-------------------------

### Notas:

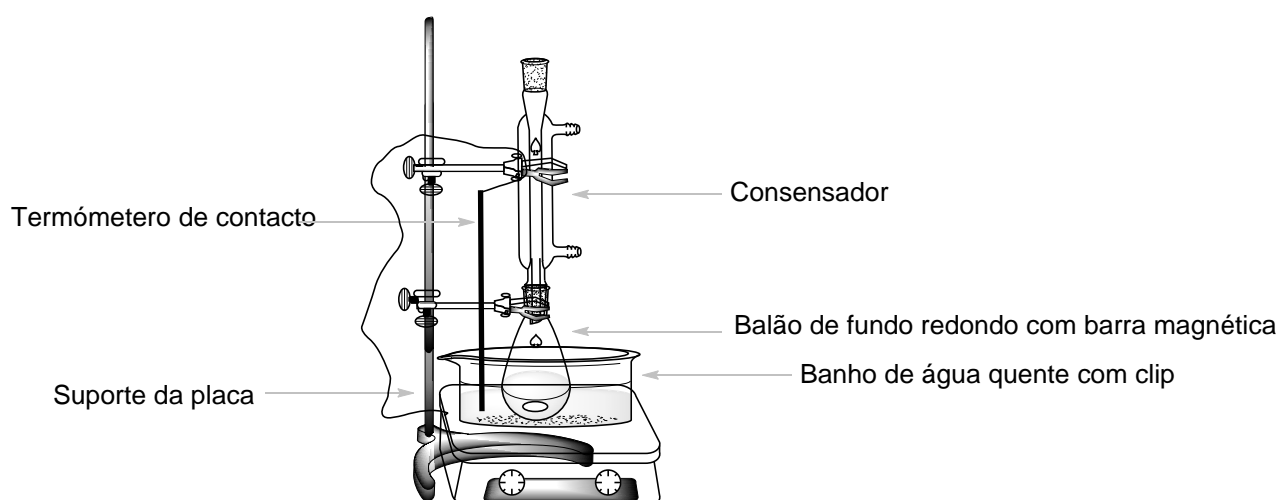
- A pontuação total será baseada nos valores de  $R_f$  dos compostos **A** e **B** calculados a partir da placa de TLC (placa **1**) submetida e na qualidade e quantidade de produto **B** e **C** entregues.
- A qualidade dos produtos será avaliada a partir da TLC e dos respectivos pontos de fusão.
- A quantidade de água sanitária fornecida não é suficiente para converter todo o reagente **A** no produto **B**. Você irá recuperar o reagente **A** que não reagiu através de uma extração ácido-base e isolá-lo após a reação com o reagente de Brady, como hidrazona **C**. A pontuação obtida será baseada nos rendimentos combinados de **B** e **C**.



## Procedimento

### I. Reação do Halofórmio

1. Ligue a placa de aquecimento e ajuste a rotação a 540 rpm. Mergulhe o termômetro no banho de água de modo a quase alcançar o fundo e ajuste a temperatura de aquecimento em 80 °C.
2. Transfira as 0,500 g de 2-acetonaftona do frasco de vidro etiquetado **Reactant A** para o balão de fundo redondo que contém a barra magnética. Meça, com a proveta, 3 cm<sup>3</sup> do etanol contido na pisseta. Com uma pipeta de Pasteur de vidro, utilize, pouco a pouco, esses 3 cm<sup>3</sup> de etanol para transferir para o balão de fundo redondo, de forma quantitativa, o reagente **A** remanescente.
3. Coloque o balão de fundo redondo no banho de água quente. Coloque o condensador (não é necessário ligar a água para refrigeração) e prenda-o na parte superior com uma garra, conforme mostrado na Figura 1. Deixe o composto **A** dissolver com a agitação.



**Figura 1.** Esquema da montagem para o aquecimento da mistura reacional num banho de água quente.

4. Quando a temperatura do banho atingir a temperatura de 75 °C, adicione lentamente a solução de NaClO (**Bleach**, água sanitária) à mistura reacional através da abertura no topo do condensador, usando o funil de vidro pequeno. Aqueça a mistura reacional mantendo a agitação durante 60 min, a 75 - 80 °C.
5. Após esse período, desligue o aquecimento, afrouxe a garra superior e levante com cuidado o balão da reação até acima da água quente. (*Atenção!* Toque apenas nas garras, o balão está quente). Deixe a mistura resfriar durante 15 minutos.

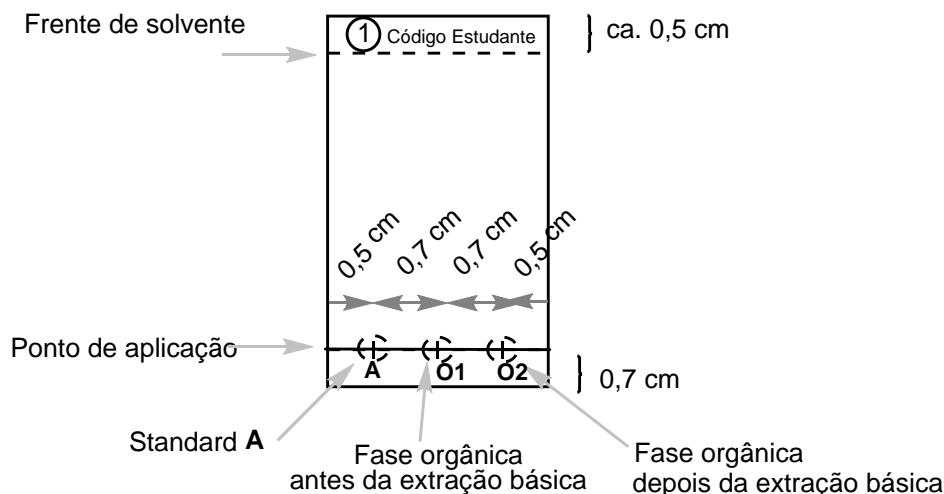
### II. Tratamento da mistura reacional

1. Coloque o funil de separação na argola de metal e coloque por baixo o Erlenmeyer de 50 cm<sup>3</sup> sem boca esmerilhada. Usando um funil de vidro transfira a mistura reacional para o funil de separação. Utilize a pinça para retirar a barra magnética do funil de vidro. Meça 5 cm<sup>3</sup> de acetato de etila (**EtOAc**), utilize-os para lavar o balão da reação e depois transfira para o funil de separação utilizando uma pipeta de Pasteur de vidro.
2. Faça a extração e deixe que as fases se separem. Recolha a fase aquosa para o Erlenmeyer de 50 cm<sup>3</sup> sem boca esmerilhada. Use o funil de vidro pequeno para transferir a fase orgânica para



o Erlenmeyer de 25 cm<sup>3</sup> através da abertura superior do funil de separação. Guarde ambas as fases!

- Usando um funil de vidro pequeno coloque a fase aquosa que está no Erlenmeyer de 50 cm<sup>3</sup> de volta no funil de separação. Meça novamente 5 cm<sup>3</sup> de acetato de etila e repita o processo de extração (passo anterior, II.2). Transfira do mesmo modo a nova fase orgânica para o Erlenmeyer de 25 cm<sup>3</sup>, combinando as fases orgânicas nesse Erlenmeyer. Guarde ambas as fases!
- Prepare a placa de TLC. Verifique-a antes de usar. As placas danificadas podem ser substituídas sem qualquer penalização. Utilize o lápis com leveza para desenhar a linha do ponto de aplicação e marcar as posições para cada amostra. Escreva no topo da placa o número **1** num círculo e o seu código de estudante (ver Figura 2). Dissolva a amostra fornecida de 2-acetonafona (frasco etiquetado, **Standard A**) em cerca de 2 cm<sup>3</sup> de etanol (volume aproximado de 1 pipeta de Pasteur de vidro cheia). Marque as posições das 3 amostras a serem aplicadas: **A**, **O1**, e **O2** (ver Figura 2). Aplique 1 μL (marca no capilar de 5 μL) do standard **A** e da fase orgânica obtida no passo II.3 (**O1**). A amostra **O2** será aplicada posteriormente.



**Figura 2.** Instruções para preparação da placa de TLC.

- Extraia duas vezes, com 5 cm<sup>3</sup> da solução de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> a 5%, a fase orgânica combinada. Recolha a fase aquosa para o Erlenmeyer onde guardou a anterior (proveniente da primeira extração).
- Lave a fase orgânica, que está no funil de separação, com 5 cm<sup>3</sup> de água deionizada. Transfira a fase aquosa para o mesmo Erlenmeyer que contém os extratos aquosos combinados. Transfira a fase orgânica (**O2**) através da abertura superior do funil de separação para o Erlenmeyer com boca esmerilhada de 50 cm<sup>3</sup>. Aplique 1 μL da solução **O2** na placa de TLC preparada no ponto II.4 (Placa 1).
- Análise por TLC. Coloque cerca de 2 cm<sup>3</sup> do eluente (**TLC eluent**) no béquer de vidro de 50 cm<sup>3</sup>. Insira com cuidado a placa de TLC e cubra o béquer com a placa de Petri e deixe o eluente subir até aproximadamente 0,5 cm do topo da placa. Usando a pinça, retire a placa de TLC, marque a frente do solvente e deixe-a secar ao ar. Com a ajuda da lâmpada de UV disponível na capela visualize a placa e marque com o lápis todas as manchas visualizadas na placa de TLC. Calcule os valores de  $R_f$  do reagente **A** e do produto **B**. Guarde a sua placa de TLC na bolsa plástica com fecho.



*Nota 1:* O Produto **B** pode ficar retido na placa de TLC. Por isso evite aplicar excesso de amostra.

*Nota 2:* Em alguns casos 2 manchas adicionais de baixa intensidade referentes a produtos secundários podem ser detectados nas fases orgânicas combinadas **O1** e **O2**. Neste caso calcule o valor de  $R_f$  para a(s) mancha(s) mais intensa(s).

*Nota 3:* Se a fase orgânica **O2** ainda contiver tanto o reagente **A** quanto o produto **B**, repita a extração com a solução de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  e a água deionizada (passos II.5 e II.6). Neste caso, efetue outra análise por TLC (Placa 2), após a nova extração, aplicando apenas o padrão **A** (standard **A**) e a fase orgânica **O2**. Escreva o número **2** num círculo e o seu código de estudante no topo desta placa de TLC. Use uma nova quantidade de eluente para eluir a placa de TLC 2.

P1.2 Responda às seguintes questões acerca da(s) placa(s) de TLC. Através da placa 1 calcule os valores de  $R_f$  do reagente **A** e do produto **B**. Apresente os resultados com 2 casas decimais.

Baseado na sua análise por TLC, a fase orgânica <b>O1</b> contém:		
	SIM	NÃO
Reagente <b>A</b>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Produto <b>B</b>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Baseado na sua análise por TLC, a fase orgânica final <b>O2</b> contém:		
	SIM	NÃO
Reagente <b>A</b>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Produto <b>B</b>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Cálculo do $R_f(\mathbf{A})$		
$R_f(\mathbf{A}) =$		
Cálculo do $R_f(\mathbf{B})$		
$R_f(\mathbf{B}) =$		

### III. Reação com o reagente de Brady

*Atenção:* Utilize luvas! O reagente de Brady mancha a pele e todas as superfícies. Lave qualquer respingo imediatamente com etanol! Troque as luvas se necessário.

Aqueça previamente o banho de água a 80 °C. Insira a barra magnética no Erlenmeyer de 50 cm<sup>3</sup> com boca esmerilhada contendo a fase orgânica **O2** obtida no passo II.6 e adicione-lhe 0,300 g de 2,4-dinitrofenil-hidrazina (**DNPH**). Em uma proveta meça 10 cm<sup>3</sup> de etanol. Usando uma pipeta de

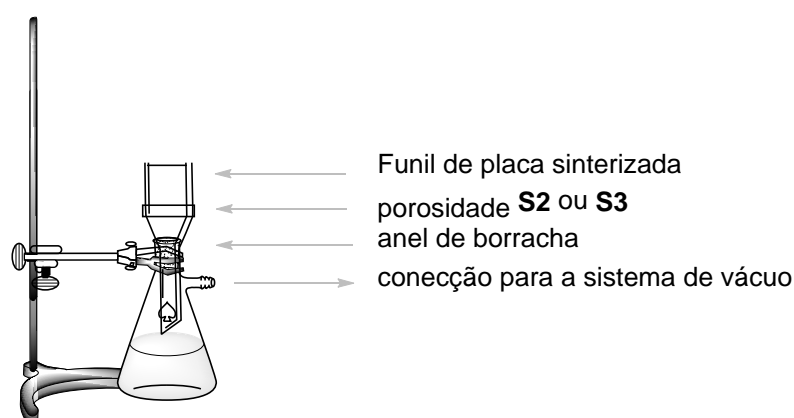


Pasteur, lave com etanol, o frasco de vidro contendo **DNPH** (em cinco vezes de cerca de 2 cm<sup>3</sup> cada, até utilizar todo o etanol medido) de modo a transferir todo o material para o Erlenmeyer. Coloque o Erlenmeyer no banho de água quente e monte o sistema semelhante ao representado na Figura 1. Através da abertura no topo do condensador e com auxílio do funil, adicione 3 cm<sup>3</sup> da solução de HCl a 20%. Agite a mistura durante 2 min a 80 °C. O produto **C**, um sólido cristalino laranja começará a se formar. Desligue o aquecimento e levante com cuidado o Erlenmeyer até acima da água quente. (*Atenção!* Toque apenas nas garras, o Erlenmeyer está quente). Deixe a mistura resfriar durante 15 minutos e em seguida coloque o Erlenmeyer num banho de água fria (preparado com água da torneira colocada em um béquer de 150 cm<sup>3</sup>).

#### IV. Isolamento dos produtos

1. Verifique o pH da fase aquosa combinada obtida no passo II.6. Acidifique, cuidadosamente, adicionando a solução de HCl a 20% e agitando com o bastão de vidro (serão necessários aproximadamente 2 cm<sup>3</sup> da solução de HCl). No final o pH deve ser 2 (verifique com as tiras de papel indicador de pH). Será então formado um precipitado branco, o produto **B**.
2. Monte o sistema de filtração a vácuo (Figura 3) usando o funil de placa sinterizada com porosidade **S2** (etiqueta branca) e prenda-o ao suporte universal com auxílio de uma garra pequena. Conecte o kitasato ao sistema de vácuo. Despeje a suspensão do produto **B** (passo IV.1) para o funil de placa sinterizada, deixe o sólido assentar e abra a válvula de vácuo. *Atenção:* informe o assistente do laboratório antes e depois de mexer na válvula! Lave o sólido 2 vezes com 6 cm<sup>3</sup> de água deionizada até que o pH das últimas gotas do filtrado alcancem o valor de aproximadamente 6. Após as lavagens mantenham o vácuo por mais 5 min para permitir uma pré-secagem do composto. Desconecte o sistema de vácuo e com o auxílio da espátula transfira o produto branco B para o frasco de vidro etiquetado **Student code B** e deixe-o aberto em cima da sua bancada para que seque. Descarte o filtrado na pia e lave o kitasato.

*Nota:* Tenha cuidado para não raspar com força a placa sinterizada do funil de vidro quando retirar o seu composto.



**Figura 3.** Esquema da montagem para a filtração a vácuo.

3. Monte o sistema de filtração a vácuo, usando o funil de placa sinterizada com porosidade **S3** (etiqueta laranja) semelhante ao executado no passo IV.2. Despeje o produto **C** (passo III) para o funil de placa sinterizada, espere 1 minuto e abra a válvula de vácuo. **NÃO** agite ou raspe o sólido durante a filtração e lavagem, senão o sólido poderá passar pelo filtro. Lave o sólido 3 vezes com 5 cm<sup>3</sup> de etanol (15 cm<sup>3</sup> no total) até as últimas gotas do filtrado atingirem pH neutro.



Mantenha o vácuo por mais 5 min e depois desconecte-o. Com o auxílio da espátula transfira o **produto laranja C** para o frasco de vidro etiquetado **Student code C** e deixe-o aberto em cima da sua bancada para secar. Despeje o filtrado no frasco etiquetado como **Organic waste**.

*Nota:* Se o produto passar pelo filtro do funil de vidro, volte a filtrar a suspensão. Se o produto ainda continuar passando para o filtrado chame o assistente de laboratório.

O seu assistente de laboratório irá recolher os seguintes itens e assinar a sua folha de teste.

- Frascos de vidro com os seus produtos etiquetados **Student code B e C**
- Placa(s) de TLC no saco plástico com fecho etiquetado com o seu **código de estudante**

**Itens submetidos:**

- Produto **B**
- Produto **C**
- Placa TLC 1
- Placa TLC 2 (opcional)

**Assinaturas:**

\_\_\_\_\_

Estudante

\_\_\_\_\_

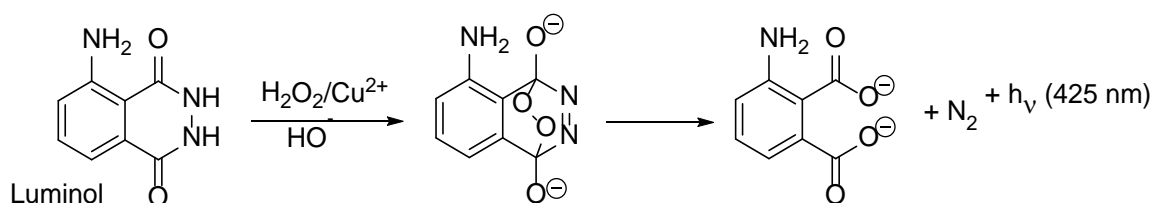
Assistente de laboratório



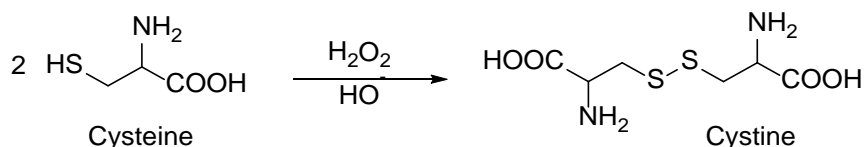
Problema	Questão	2.1	2.2	2.3	2.4	2.5	2.6	Total
<b>Experimental P2</b>	Pontos	30	30	7	3	4	6	<b>80</b>
13% do total	Pontuação							

## Problema P2. Uma brilhante reação-relógio

Luminol é uma conhecida fonte de quimioluminescência. Na presença de um catalisador redox adequado, por exemplo  $\text{Cu}^{2+}$ , ele pode reagir com agentes oxidantes, como  $\text{H}_2\text{O}_2$ , formando produtos em estados eletrônicos excitados. Estes produtos liberam o excesso de energia através da emissão de uma luz azul:



Este procedimento pode ser modificado para se tornar uma reação-relógio, na qual, a luz aparece após um certo tempo de indução. Ao adicionar cisteína,  $\text{Cu(II)}$  é reduzido a  $\text{Cu(I)}$ , e capturado em um complexo  $\text{Cu(I)}$ -cisteína que não favorece a oxidação do luminol. No entanto, a inibição é apenas temporária. Um ciclo de reações alimentadas pelo  $\text{H}_2\text{O}_2$  leva à oxidação gradual da cisteína:



Eventualmente, toda a cisteína é consumida, o  $\text{Cu(I)}$  é reoxidado em  $\text{Cu(II)}$ , e sua atividade catalítica é restaurada. Isso é indicado por um feixe de luz azul quimioluminescente. O tempo necessário para o feixe de luz aparecer pode ser usado para estudar as taxas de oxidação de cisteína catalisada por  $\text{Cu}$ .

### Procedimento

**Cuidado:** Mantenha sempre todas as suas soluções e pipetas longe dos aquecedores!

Alterações de temperatura razoáveis não são um problema, porque seus resultados serão marcados com base nas temperaturas reais de reação que você reporta. Você não perderá nenhum ponto se seus dados forem gravados em várias temperaturas. No entanto, você deve evitar o calor excessivo, como por exemplo, colocando as soluções ou as pipetas perto de uma placa de aquecimento.

**Nota:** Escreva todos os valores com o número solicitado de algarismos significativos ou casas decimais. O arredondamento excessivo pode tornar impossível distinguir uma resposta correta de uma incorreta.



### Estrutura geral do experimento

Na Parte I, você irá diluir duas soluções estoque que serão fornecidas como concentradas. Na Parte II, você medirá os tempos de reação da reação-relógio para dois conjuntos de concentrações diferentes, conforme definido na tabela abaixo:

	Volume no tubo de ensaio escuro			No tubo para centrífuga	
	Água	Luminol em NaOH	Cys dil.	Cu	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> dil.
<b>Conjunto #1</b>	3,00 cm <sup>3</sup>	2,50 cm <sup>3</sup>	3,30 cm <sup>3</sup>	0,50 cm <sup>3</sup>	0,70 cm <sup>3</sup>
<b>Conjunto #2</b>	3,30 cm <sup>3</sup>	2,50 cm <sup>3</sup>	3,30 cm <sup>3</sup>	0,50 cm <sup>3</sup>	0,40 cm <sup>3</sup>

Recomenda-se que, antes de começar a medir os dados que serão submetidos a avaliação, você realize este experimento uma vez para se familiarizar com ele.

Como a velocidade de reação depende da temperatura, você deve registrar as temperaturas reais em todas os testes que realizar. As temperaturas nas misturas reacionais devem ser medidas IMEDIATAMENTE APÓS você registrar o tempo de reação necessário para produzir o feixe de luz azul.

Na avaliação dos dados, cada temperatura registrada no display do termômetro deve ser corrigida somando-a com a constante de calibração do termômetro. Essa constante está impressa em um pedaço de papel na cesta do Problema 2.

Dessa forma, o tempo reacional observado,  $t(x\text{ °C})$ , na temperatura (corrigida) de  $x\text{ °C}$ , deve ser convertido no tempo  $t(25\text{ °C})$  que deveria ser observado na temperatura de  $25\text{ °C}$ . Esta normalização dos tempos reacionais a  $25\text{ °C}$  é uma multiplicação simples de  $t(x\text{ °C})$  com um coeficiente de normalização  $n_{x \rightarrow 25}$ :

$$t(25\text{ °C}) = n_{x \rightarrow 25} t(x\text{ °C})$$

Os valores dos coeficientes de normalização  $n_{x \rightarrow 25}$  correspondendo a várias temperaturas encontram-se listadas na Tabela P2 no final deste problema.

#### I. Diluição das soluções estoque concentradas

Soluções de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (2,00 mol dm<sup>-3</sup>) e cisteína (0,100 mol dm<sup>-3</sup>) são fornecidas como concentradas e identificadas como **H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> conc.** e **Cys conc.**, respectivamente. Usando a pipeta volumétrica de 5 cm<sup>3</sup> e o balão volumétrico de 50 cm<sup>3</sup>, dilua 5,00 cm<sup>3</sup> de cada um dos concentrados para 50,00 cm<sup>3</sup> utilizando água deionizada e armazene a solução diluída nos frascos identificados como **H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dil.** e **Cys dil.**

Para medir os volumes da solução nas etapas a seguir, designe uma pipeta graduada para cada um dos frascos. As pipetas de 5 cm<sup>3</sup> são para **Luminol in NaOH**, **Cys dil.** e **Water**. As pipetas de 1 cm<sup>3</sup> são para **Cu** (2,00 mmol dm<sup>-3</sup>) e **H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dil.**





## II. Procedimento para a reação-relógio

*Nota:* Leia atentamente a Seção II inteira antes de iniciar o experimento.

1. Coloque o tubo de ensaio preto no interior do Erlenmeyer, o qual servirá como suporte. Usando as pipetas designadas, adicione ao tubo os volumes estabelecidos para **Water**, e soluções de **Luminol in NaOH** e **Cys dil.**
2. Insira o pequeno tubo para centrífuga dentro o béquer de plástico pequeno e adicione os volumes estabelecidos para as soluções de **Cu** e **H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dil.**
3. **Sem demora (*Without delay*)**, insira o tubo de centrífuga pequeno no interior do tubo de ensaio preto – **de forma cuidadosa e sem misturar** as duas soluções!
4. Feche o tubo de ensaio com a tampa de rosca. Certifique-se de que o tubo esteja bem fechado, porque você irá agitá-lo. *Cuidado: Não force a tampa além do seu ponto final*, porque o tubo poderá quebrar ou vazar. Se isso acontecer, você deve solicitar uma substituição imediatamente (as regras de penalidade serão aplicadas).
5. Prepare o cronômetro em sua mão, no modo “timing”. No momento em que você começar a agitar o tubo de teste, comece a cronometrar. Você deve agitar vigorosamente durante os primeiros 10 segundos, para que as duas soluções se misturem perfeitamente. É crucial que você não reduza esse tempo de agitação.
6. Retorne o tubo de ensaio para o Erlenmeyer, abra a tampa e observe a solução em seu interior. Utilize sua mão para inibir a luz natural e facilitar a visualização. Eventualmente, você verá um feixe de luz azul em toda a solução. Nesse momento, pare o cronômetro.
7. Imediatamente, insira a haste metálica do termômetro digital no tubo de ensaio preto. Aguarde até que a leitura se estabilize (normalmente 10 a 30 s) e registre o tempo de reação e a temperatura da reação.
8. Usando a pinça, remova o tubo de centrífuga pequeno do tubo de ensaio preto. Após cada experimento, esvazie e lave os dois tubos e seque-os bem, utilizando lenços de papel.

### Dados obtidos e sua avaliação

P2.1 Na tabela a seguir, registre seus resultados experimentais de concentração para o conjunto #1 (*set #1*). Para a temperatura exibida no termômetro, adicione a constante de calibração do termômetro. Procure o valor do coeficiente de normalização  $n_{x \rightarrow 25}$  para cada temperatura na Tabela P2 e calcule os tempos de reação normalizados para 25 °C. Em um caso improvável de que suas temperaturas não estejam listadas na Tabela P2, obtenha o valor de  $n_{x \rightarrow 25}$  com o assistente de laboratório.

*Nota:* Assim como em uma titulação, a tolerância para valores corretos é de  $\pm 0,1 \text{ cm}^3$ ; a tolerância para valores corretos dos tempos normalizados para a concentração do conjunto #1 é de  $\pm 2,3 \text{ s}$ .

(Faça quantas replicatas você julgar necessárias. Você não precisa preencher todas as linhas da tabela. A pontuação será concedida apenas em função do valor aceito que você submeter.)



	Repli- cata	Tempo de reação [s] 1 casa decimal	Temperatura mostrada [°C] 1 casa decimal	Temperatura corrigida [°C] 1 casa decimal	Tempo de reação Normalizado a 25 °C [s] 3 algarismos significativos
<b>Conjunto #1</b>	1				
	2				
	3				
	Valor aceito para o tempo de reação normalizado para o conjunto #1 (set #1)				

P2.2 Na tabela a seguir, registre seus resultados experimentais, a temperatura corrigida e calcule os tempos de reação normalizados a 25 °C para o conjunto #2 (set #2).

*Nota:* Assim como em uma titulação, a tolerância para valores corretos é de  $\pm 0,1 \text{ cm}^3$ ; a tolerância para valores corretos dos tempos normalizados para a concentração do conjunto #2 é de  $\pm 3,0 \text{ s}$ .

(Faça quantas replicatas você julgar necessárias. Você não precisa preencher todas as linhas da tabela. A pontuação será concedida apenas em função do valor aceito que você submeter.)

	Repli- cata	Tempo de reação [s] 1 casa decimal	Temperatura mostrada [°C] 1 casa decimal	Temperatura corrigida [°C] 1 casa decimal	Tempo de reação Normalizado a 25 °C [s] 3 algarismos significativos
<b>Conjunto #2</b>	1				
	2				
	3				
	Valor aceito para o tempo de reação normalizado para o conjunto #2 (set #2)				

P2.3 Com base no procedimento e nas concentrações das soluções estoque (especificadas na lista de reagentes e na Parte I do Procedimento), calcule as concentrações iniciais de cisteína, cobre e  $\text{H}_2\text{O}_2$  em ambos os conjuntos de concentração (#1 e #2).

Expresse os tempos de reação aceitos ( $t_1$  e  $t_2$ ) a partir de P2.1 e P2.2 em minutos e calcule as velocidades de reação correspondentes ( $v_1$  e  $v_2$ ), expressas como taxas de consumo de



cisteína, em  $\text{mmol dm}^{-3} \text{ min}^{-1}$ . Assuma que a taxa de consumo da cisteína durante a reação é constante.

Caso você não consiga encontrar a resposta, utilize o valor de 11,50 para o Conjunto #1 e 5,500 para o Conjunto #2.

	Concentrações iniciais [ $\text{mmol dm}^{-3}$ ] 3 algarismos significativos			Tempo de reação aceito [min] 4 algarismos significativos	Velocidade de reação [ $\text{mmol dm}^{-3} \text{ min}^{-1}$ ] 4 algarismos significativos
	Cisteína	Cobre [Cu]	$\text{H}_2\text{O}_2$		
Conjunto #1					
Conjunto #2					

P2.4 Assuma que a equação de velocidade pode ser expressa como

$$v = k [\text{H}_2\text{O}_2]^p$$

Use seus dados experimentais para calcular a ordem parcial de reação  $p$  em relação a  $\text{H}_2\text{O}_2$ . Registre sua resposta com 2 casas decimais e mostre seus cálculos.

Resposta:	$p =$
Cálculos:	

Uma expressão da lei de velocidade de consumo da cisteína que está mais próxima da realidade é mais complicada e assume a seguinte forma:

$$v = k_1 [\text{H}_2\text{O}_2][\text{Cu}] + k_2 [\text{Cu}]$$

P2.5 Usando os dados obtidos em P2.3, avalie a dependência de  $v$  sobre  $[\text{H}_2\text{O}_2]$  como uma função linear para encontrar a inclinação e o coeficiente linear da reta. Registre ambas as respostas com 4 algarismos significativos. Se você não conseguir encontrar a resposta, utilize o valor de 11,50 para ambos, tanto **a** quanto **b**.



Respostas (não inclua os cálculos, porém inclua as unidades):

$$v = a[\text{H}_2\text{O}_2] + b$$

$a =$

$b =$

P2.6 Utilize os valores numéricos obtidos em P2.5 para avaliar as constantes de velocidade  $k_1$  e  $k_2$ . Registre seus valores com 3 algarismos significativos.

Respostas (incluindo unidades):

$k_1 =$

$k_2 =$

Cálculos:



**Tabela P2.** Coeficientes de normalização  $n_{x \rightarrow 25}$  para conversão dos tempos reacionais medidos a várias temperaturas para tempos representando reações a 25,0 °C.

**Nota:** Esta tabela está em formato de imagem não editável, de modo que não foi possível sua tradução. Considerar todos os pontos, (.) como vírgulas (,). Legenda: Set #1 = Conjunto #1; Set #2 = Conjunto #2.

Temp. °C	Set #1	Set #2
22.0	0.8017	0.8221
22.1	0.8076	0.8274
22.2	0.8135	0.8328
22.3	0.8195	0.8382
22.4	0.8255	0.8437
22.5	0.8316	0.8492
22.6	0.8377	0.8547
22.7	0.8438	0.8603
22.8	0.8500	0.8659
22.9	0.8563	0.8715
23.0	0.8626	0.8772
23.1	0.8690	0.8829
23.2	0.8754	0.8887
23.3	0.8818	0.8945
23.4	0.8884	0.9004
23.5	0.8949	0.9063
23.6	0.9015	0.9122
23.7	0.9082	0.9182
23.8	0.9149	0.9242
23.9	0.9217	0.9303
24.0	0.9285	0.9364
24.1	0.9354	0.9425
24.2	0.9424	0.9487
24.3	0.9494	0.9550
24.4	0.9564	0.9613
24.5	0.9636	0.9676
24.6	0.9707	0.9740
24.7	0.9780	0.9804
24.8	0.9852	0.9869
24.9	0.9926	0.9934
25.0	1.0000	1.0000
25.1	1.0075	1.0066
25.2	1.0150	1.0133
25.3	1.0226	1.0200
25.4	1.0302	1.0268
25.5	1.0379	1.0336
25.6	1.0457	1.0404

Temp. °C	Set #1	Set #2
25.7	1.0536	1.0474
25.8	1.0614	1.0543
25.9	1.0694	1.0613
26.0	1.0774	1.0684
26.1	1.0855	1.0755
26.2	1.0937	1.0827
26.3	1.1019	1.0899
26.4	1.1102	1.0972
26.5	1.1186	1.1045
26.6	1.1270	1.1119
26.7	1.1355	1.1194
26.8	1.1441	1.1268
26.9	1.1527	1.1344
27.0	1.1614	1.1420
27.1	1.1702	1.1497
27.2	1.1790	1.1574
27.3	1.1879	1.1651
27.4	1.1969	1.1730
27.5	1.2060	1.1809
27.6	1.2151	1.1888
27.7	1.2243	1.1968
27.8	1.2336	1.2049
27.9	1.2430	1.2130
28.0	1.2524	1.2212
28.1	1.2619	1.2294
28.2	1.2715	1.2377
28.3	1.2812	1.2461
28.4	1.2909	1.2545
28.5	1.3008	1.2630
28.6	1.3107	1.2716
28.7	1.3207	1.2802
28.8	1.3307	1.2889
28.9	1.3409	1.2976
29.0	1.3511	1.3064
29.1	1.3615	1.3153
29.2	1.3719	1.3243
29.3	1.3823	1.3333

Temp. °C	Set #1	Set #2
29.4	1.3929	1.3424
29.5	1.4036	1.3515
29.6	1.4143	1.3607
29.7	1.4252	1.3700
29.8	1.4361	1.3793
29.9	1.4471	1.3888
30.0	1.4582	1.3983
30.1	1.4694	1.4078
30.2	1.4807	1.4175
30.3	1.4921	1.4272
30.4	1.5035	1.4369
30.5	1.5151	1.4468
30.6	1.5267	1.4567
30.7	1.5385	1.4667
30.8	1.5503	1.4768
30.9	1.5623	1.4869
31.0	1.5743	1.4972
31.1	1.5865	1.5075
31.2	1.5987	1.5179
31.3	1.6111	1.5283
31.4	1.6235	1.5388
31.5	1.6360	1.5495
31.6	1.6487	1.5602
31.7	1.6614	1.5709
31.8	1.6743	1.5818
31.9	1.6872	1.5927
32.0	1.7003	1.6038
32.1	1.7135	1.6149
32.2	1.7268	1.6260
32.3	1.7402	1.6373
32.4	1.7536	1.6487
32.5	1.7673	1.6601
32.6	1.7810	1.6716
32.7	1.7948	1.6833
32.8	1.8087	1.6950
32.9	1.8228	1.7068
33.0	1.8370	1.7186



<b>Problema Experimental P3</b> 13% do total	Questão	3.1	3.2	3.3	3.4	3.5	
	Pontos	3	20	2	2	16	
	Pontuação						
	Questão	3.6	3.7	3.8	3.9	3.10	<b>Total</b>
	Pontos	4	20	2	4	2	<b>75</b>
	Pontuação						

## Problema P3. Identificação de água mineral

Muitas fontes de água mineral e termal são registradas na Eslováquia. As águas minerais com composição equilibrada e teor de dióxido de carbono natural ou modificado são vendidas para consumo diário. Estas águas não contêm nitritos, nitratos, fosfatos, fluoretos e sulfetos e são também isentas de ferro e manganês.

As concentrações, em massa por volume, dos íons mais importantes são relatadas na embalagem.

Sua tarefa é identificar a marca comercial (conforme a Tabela P3.1) da sua amostra de água mineral.

*Nota:* O CO<sub>2</sub> foi removido da amostra.

**Tabela P3.1.** Concentrações dos íons em águas minerais eslovacas selecionadas. (Conforme relatado pelo fornecedor.)

No.	Nome comercial	Concentração do íon, em mg dm <sup>-3</sup>						
		Ca <sup>2+</sup>	Mg <sup>2+</sup>	Na <sup>+</sup>	K <sup>+</sup>	Cl <sup>-</sup>	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup>
1	Kláštorná	290	74	71	16	15	89	1 341
2	Budišská	200	50	445	50	25	433	1 535
3	Baldovská	378	94	90	0	78	215	1 557
4	Santovka	215	67	380	45	177	250	1 462
5	Slatina	100	45	166	40	104	168	653
6	Fatra	45	48	550	16	36	111	1 693
7	Ľubovnianska	152	173	174	5	10	20	1 739
8	Gemerka	376	115	85	0	30	257	1 532
9	Salvator	473	161	214	30	116	124	2 585
10	Brusnianska	305	101	187	35	59	774	884
11	Maxia	436	136	107	18	37	379	1 715

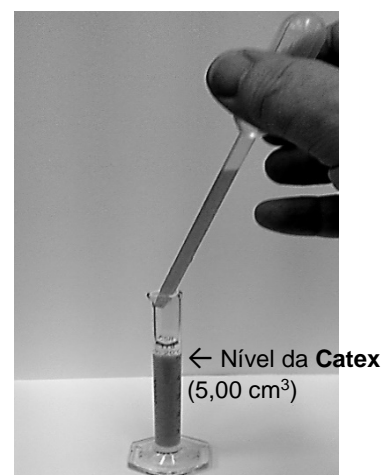
**Notas:**

- Use os símbolos estabelecidos nas notações dos cálculos.
- Você recebeu uma resina de troca catiônica (**Catex**) em sua forma protonada (H<sup>+</sup>). Use uma pipeta de Pasteur de haste grossa para transferi-la. Você pode adicionar mais água deionizada à resina, se necessário (você não deve secar a resina).
- Concentrações das soluções padrão:  
 $c(\text{NaOH}) = 0,2660 \text{ mol dm}^{-3}$        $c(\text{EDTA}) = 5,965 \times 10^{-3} \text{ mol dm}^{-3}$

**Procedimento**

1.a Meça 5,00 cm<sup>3</sup> da catex, na proveta (volume V1). Em seguida, usando água deionizada, transfira a catex, quantitativamente, para um frasco de titulação. Adicione uma quantidade apropriada de água deionizada para que a suspensão possa ser bem agitada e a cor da solução sobre a catex (sobrenadante) possa ser observada.

1.b Adicione 3 a 4 gotas do indicador azul de bromotimol (BTB) e cerca de 1 g (meia colher) de NaCl sólido. Quando o NaCl se dissolver, titule toda a suspensão com a solução padrão de hidróxido de sódio (volume V2), virando de amarelo para azul. Perto do ponto de equivalência, titule lentamente e agite bem para que qualquer analito dentro do “esqueleto” da catex possa se difundir na solução. Repita o experimento se necessário.



1.c Após a titulação, decante e descarte a maior parte da solução aquosa acima da catex contida no frasco de titulação, e transfira a suspensão para o recipiente rotulado **Waste Catex**.

P3.1 Anote todas as reações químicas que ocorrem na Etapa 1. Use R–H como sendo a fórmula da catex na forma protonada (H<sup>+</sup>) e HInd para o indicador.



P3.2 Insira, na tabela abaixo, os valores experimentais e o valor aceito da Etapa 1.

(Você não precisa preencher todas as linhas.)

Análise No.	volume da Catex V1 [cm <sup>3</sup> ]	NaOH consumido V2 [cm <sup>3</sup> ]
1	5,00	
2		
3		
Valor aceito V2 4 algarismos significativos		

P3.3 Usando o valor aceito de V2, calcule a capacidade volumétrica para troca iônica  $Q_v(\text{H}^+)$  em  $\text{mmol cm}^{-3}$ .

Cálculos:

Se você não conseguir encontrar o valor  $Q_v(\text{H}^+)$ , use  $1,40 \text{ mmol cm}^{-3}$  para os cálculos posteriores.

2.a Usando uma proveta, meça  $5,00 \text{ cm}^3$  da catex (volume V3). Transfira, quantitativamente, a catex medida para o béquer de  $250 \text{ cm}^3$ . Usando uma pipeta, adicione  $50,00 \text{ cm}^3$  da sua amostra (volume V4). Agite a mistura ocasionalmente por cerca de 5 minutos. Use o Erlenmeyer como suporte para o funil e para coletar o filtrado. Em seguida, filtre a catex através de um funil de placa porosa (porosidade S1) e lave-a com água deionizada até um pH neutro (verifique com papel de pH). Descarte o filtrado.

2.b Usando água deionizada, transfira quantitativamente a catex do funil para um frasco de titulação.

2.c Adicione 3 a 4 gotas do indicador azul de bromotimol e cerca de 1 g (meia colher) de NaCl sólido e titule a suspensão com a solução padrão de hidróxido de sódio (volume V5), até ocorrer a viragem de amarelo para azul. Repita o experimento se necessário.

2.d Após a titulação, decante e descarte a maior parte da solução aquosa acima da catex, contida no frasco de titulação, e transfira a suspensão para o recipiente rotulado **Waste catex**.





P3.4 Escreva, no espaço abaixo, as equações para as reações de troca iônica. Íons monovalentes e divalentes devem ser abreviados como  $M^+$  e  $M^{2+}$ , respectivamente.

P3.5 Insira, na tabela abaixo, os valores experimentais e o valor aceito da Etapa 2.

(Você não precisa preencher todas as linhas.)

Análise No.	Volume da Catex $V3$ [cm <sup>3</sup> ]	Volume da amostra $V4$ [cm <sup>3</sup> ]	NaOH consumido $V5$ [cm <sup>3</sup> ]
1	5,00	50,00	
2			
3			
Valor aceito $V5$ 4 algarismos significativos			

P3.6 Considere que todos os íons em sua solução são íons  $M^+$ . Para o valor aceito de  $V5$ , calcule a concentração molar de cátions (como concentração molar  $M^+$ ) em água mineral,  $c^*(M^+)$  em  $\text{mmol dm}^{-3}$ .

Cálculos:

Se você não conseguir encontrar o valor de  $c^*(M^+)$ , use  $35,00 \text{ mmol dm}^{-3}$  para os procedimentos posteriores.



Na próxima etapa, você realizará uma análise complexométrica para determinar a concentração de  $\text{Ca}^{2+}$  e  $\text{Mg}^{2+}$  combinados (doravante designada como  $\text{M}^{2+}$ ).

3. Pipete  $10,00 \text{ cm}^3$  (V6) da amostra para o frasco de titulação e adicione cerca de  $25 \text{ cm}^3$  de água deionizada. Ajuste o pH adicionando  $3 \text{ cm}^3$  da solução tampão. Adicione um pouco do indicador Preto de Eriocromo T (**EBT**, na ponta da espátula) e titule com a solução padrão de EDTA, até a viragem de vinho tinto para azul (V7).

P3.7 Insira, na tabela abaixo, os valores experimentais e o valor aceito da Etapa 3.

(Você não precisa preencher todas as linhas.)

Análise No.	Volume da amostra, V6 [ $\text{cm}^3$ ]	EDTA consumido, V7 [ $\text{cm}^3$ ]
1	10,00	
2		
3		
Valor aceito V7 4 algarismos significantes		

P3.8 Para o volume aceito de V7, calcule a concentração molar de cátions  $\text{M}^{2+}$  na água mineral,  $c(\text{M}^{2+})$  em  $\text{mmol dm}^{-3}$ .

Cálculos:

Se você não encontrar o valor de  $c(\text{M}^{2+})$ , use  $15,00 \text{ mmol dm}^{-3}$  para os cálculos posteriores.

4. Use a Tabela P3.2 no próximo processo de identificação.

P3.9 Na Tabela P3.2, anote os valores encontrados experimentalmente nas tarefas P3.6 e P3.8 e marque (✓) em todas as linhas que apresentem correspondência aproximada de ( $\pm 10\%$ ) entre os parâmetros  $c(\text{M}^{2+})$  e  $c^*(\text{M}^+)$  encontrados e os dados da tabela.



Tabela P3.2

Água mineral		Dados do fornecedor			Comparação com o experimento	
No.	Nome comercial	$c(M^{2+})$ [mmol dm <sup>-3</sup> ]	$c(M^+)$ [mmol dm <sup>-3</sup> ]	Concentração total equivalente de cátions $c^*(M^+)$ [mmol dm <sup>-3</sup> ]	Conformidade para $c(M^{2+})$	Conformidade para $c^*(M^+)$
Seus valores experimentais			XXX		XXX	XXX
1	Kláštorná	10,30	3,50	24,1		
2	Budišská	7,06	20,63	34,7		
3	Baldovská	13,32	3,91	30,5		
4	Santovka	8,13	17,67	33,9		
5	Slatina	4,35	8,25	16,9		
6	Fatra	3,11	24,32	30,5		
7	Ľubovnianska	10,92	7,70	29,5		
8	Gemerka	14,13	3,70	32,0		
9	Salvator	18,46	10,07	47,0		
10	Brusnianka	11,79	9,03	32,6		
11	Maxia	16,50	5,11	38,1		

P3.10 Com base nos seus resultados, decida qual é a água mineral da sua amostra. Assinale (✓) o(s) número(s) de referência da(s) água(s) mineral(ais).

No.		Nome comercial	No.		Nome comercial
1		Kláštorná	7		Ľubovnianska
2		Budišská	8		Gemerka
3		Baldovská	9		Salvator
4		Santovka	10		Brusnianka
5		Slatina	11		Maxia
6		Fatra	12		other



## Reagentes e equipamentos repostos

Item ou incidente	Penalidade	Assinatura	
		Estudante	Assistente de Laboratório
	0 pt		