

Experimento No.1

Pontuação: 20 pontos

	1.1 - 1.12	1.a	1.b	1.c
46 Marcas	30	6	7	3

Síntese do $[\text{Co}(\text{en})_2(\text{ox})]\text{Cl}\cdot\text{H}_2\text{O}$

Os complexos de cobalto foram, historicamente, os primeiros a ser estudados, e a partir de então uma série destes compostos têm sido sintetizados, com o íon metálico central em seus estados de oxidação +2 ou +3. Esta versatilidade do **Co** como íon central permite a possibilidade de uma troca sistemática de ligantes de forma a obter séries nas quais os ligantes originais possam ser substituídos um a um por outro que se interessa e assim poder estudar, também, de forma sistemática, as mudanças nas propriedades químicas e físicas destes compostos. A sistemática dessas mudanças permite a elaboração de modelos e teorias.

Neste experimento você irá sintetizar um dos compostos pertencentes a uma série na qual é possível variar a estequiometria dos dois ligantes.

Procedimento:

- 1) Transfira a quantidade total do sólido contido no frasco rotulado “**Acetato de Co**” [contém 4,00g de $\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2\cdot 4\text{H}_2\text{O}$] a um Erlenmeyer de 100 mL. Adicione 20 mL de água destilada.
- 2) Por outro lado, transfira o total do conteúdo do frasco rotulado “**Ac. Oxálico**” [contém 3,00 g de ácido oxálico dihidratado ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$)] a um béquer de 100 mL e junte 25 mL de solução de etilendiamina ($\text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2$) 1,7 M [frasco rotulado “**Etilendiamina 1,7 M**”].
- 3) Aqueça a solução de acetato de cobalto até 60 °C e a mistura de ácido oxálico-etilendiamina até 70 °C.
- 4) Coloque a solução de ácido oxálico-en em um Erlenmeyer que contém a solução de cobalto e aqueça a mistura resultante até 80 °C. Uma vez atingida a essa temperatura, adicione, de uma só vez, 2,0 g de PbO_2 [contido em um tubo de ensaio rotulado “**PbO₂, 2g**”]. Agite rapidamente para homogeneizar o sistema.
- 5) Ferva suavemente a solução resultante durante 30 min, agitando periodicamente. Após os primeiros 10 minutos adicione os outros 0,4 g de PbO_2 e após 20 min os outros 0,4 g [contidos nos tubos de ensaio rotulados “**PbO₂, 0,4 g**”].
- 6) Deixe esfriar a solução até atingir a temperatura ambiente (você pode acelerar o esfriamento colocando o Erlenmeyer em um banho de gelo, uma vez que se aqueceu um pouco, porém, cuidado para não esfriar abaixo da temperatura ambiente!). Adicione 2,0 mL de solução de H_2SO_4 10 M e homogeneíze bem. Filtre a solução utilizando um funil de Büchner e uma trompa de vácuo (*Figura 1*). Lavar o Erlenmeyer duas vezes com água destilada (**não mais de 1 ou 2 mL no total**). Descarte o papel de filtro com o sólido retido nos recipientes postos no laboratório para essa finalidade.

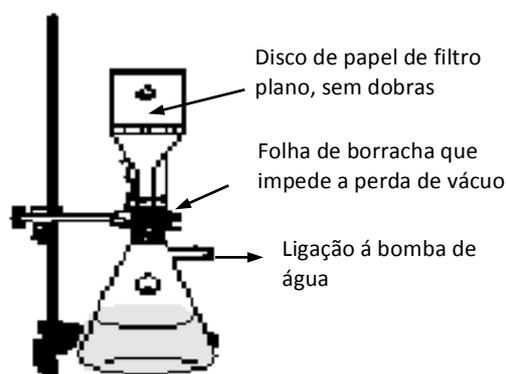
- 7) Em uma proveta meça 30,0 mL de água destilada e transfira para um béquer de 100 mL. Marque cuidadosamente nível do líquido com um marcador permanente. Descarta água. Transferir o filtrado do Kitasato para béquer com marcação. Lavar o Kitasato com pequeníssimas porções de água destilada, adicionando estas águas de lavagem para o mesmo recipiente, para evitar perdas de produto (não mais de 1 ou 2 mL no total!). Adicione, com proveta, 5,0 mL de solução de HCl 10 M. Aquecer a solução obtida evitando a ebulição (pode haver liberação de bolhas ao longo do tempo), e evapore até atingir a marca de 30 mL.
- 8) Esfrie a solução até a proximidade da temperatura ambiente e coloque-a em banho de gelo. Agite periodicamente a solução para induzir e facilitar a precipitação do composto sintetizado.
- 9) Filtre os cristais obtidos a pressão reduzida com um filtro de Büchner (*Figura 1*). Mantenha a sucção até que não caia mais gotas de líquido.
- 10) Transfira o total do composto obtido para um béquer limpo de 100 mL e proceda a recristalização a partir de HCl 3M a 80 °C. Tenha muito cuidado para não adicionar excesso de solvente pois baixará o rendimento. Enfrie a solução até próximo a temperatura ambiente e, em seguida, em banho de gelo. Agite periodicamente a solução para induzir e facilitar a precipitação do composto recristalizado.
- 11) Filtre o produto obtido do mesmo modo que no item 9. Prepare 10 mL de uma mistura de Metanol:H₂O 80:20, e lave os cristais com essa mistura. Finalmente, lava-os com 10 mL de Metanol puro. Mantenha a sucção até que não caia mais gotas de líquido.
- 12) Transfira o produto obtido para uma placa de petri pequena (cristalizador), rotulado com o seu código de estudante. Este cristalizador foi previamente pesado e o supervisor escreverá esse dado na sua folha de respostas durante o experimento. Entregue este cristalizador com o produto obtido ao supervisor encarregado do laboratório.

Ao finalizar este experimento, entregar ao supervisor do laboratório:

- O cristalizador com o complexo sintetizado, rotulado com o seu nome

Dispositivo para filtração a vácuo

Figura 1



- 1- Para filtrar, corte um disco de papel de filtro que cubra totalmente os orifícios do funil de Büchner e que fique perfeitamente plano sobre a placa filtrante. **No deve apresentar pregas**; isso evitará que o sólido escorra e você tenha que filtrar a solução. Molhe com água destilada o papel de filtro para aderir-lo sobre o fundo do funil. Arme o equipamento de acordo com a *Figura 1* utilizando um funil de Büchner (com papel de filtro), e kitasato, preso em um suporte universal.
- 2- Ligue o dispositivo a uma das trompas de vácuo encontradas no laboratório. Abra a torneira e mantenha a sucção durante o tempo solicitado pelo procedimento.
- 3- Deixe secar o produto por sucção durante alguns minutos, ou de acordo com as instruções do experimento.
- 4- Quando terminar, desconecte, primeiro, a mangueira da conexão com a trompa, e depois feche a torneira.
- 5- Em caso de dúvida, você pode consultar um supervisor.

Experimento No.2

Pontuação: 20 pontos

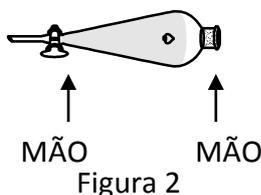
	B.1	B.2	B.3	B.4	B.5	C.1	C.2	D.1	D.2	D.3
105 Marcas	2	62	12	5	3	3	4	4	6	4

Purificação e quantificação do ácido benzóico presente numa amostra

Um laboratório adquiriu um frasco de ácido benzóico, que depois de ter sido usado algumas vezes, observou-se que estava contaminado com uma substância desconhecida. Como não era possível a sua substituição, decidiu-se purificar o que existia. Após uma série de ensaios foi possível saber que o composto que contaminava o ácido benzóico era apolar. Consequentemente decidiu-se separar os compostos usando a técnica que em seguida se descreve e que você irá usar para separar uma amostra semelhante e possibilitará determinar a percentagem de pureza da amostra.

Parte A: Separação dos compostos por extração.

- 1) Prende argola metálica ao suporte universal e coloca o funil de decantação com a torneira **FECHADA** (Figura 1). Retire a rolha do funil.
- 2) Transfira quantitativamente a amostra problema fornecida e existente no tubo rotulado “**XX-X** (o teu código de estudante) / **Muestra Bz / Masa: XXX g**” para o funil de decantação. Anote, imediatamente, na folha de respostas a massa de amostra indicada na etiqueta do tubo. Chame o supervisor para que ele assine a folha junto do valor.
- 3) Adicione 20 mL de tolueno ao funil e agite circularmente para dissolver. O sólido pode não se dissolver completamente.
- 4) Adicione 10,00 mL de solução de NaOH aprox. $0,4 \text{ mol L}^{-1}$ (frasco rotulado “**NaOH 0,4 M**”). Feche bem o funil com a rolha, retire-a do suporte e agite bem a mistura. Para tal debes manter o funil na horizontal, segurando bem a rolha com uma mão e colocar a outra mão na torneira (Figura 2). Entre cada agitação permite que se liberte o gás abrindo com cuidado a torneira. Quando efetuares esta operação tem o cuidado de virar o funil para onde não estejam pessoas, para evitar acidentes.



- 5) Coloque o funil na argola, retire a rolha e deixe repousar para que se separem as fases. Abra a torneira e recolha a fase inferior (aquosa básica) para um balão volumétrico de 100 mL. Deixe a fase superior (orgânica) no funil.
- 6) Repita a extração da fase orgânica mais duas vezes, com porções de 10,00 mL de NaOH 0,4 mol L⁻¹ (frasco rotulado "**NaOH 0,4 M**"). Reuna todas as fases aquosas no mesmo balão volumétrico.
- 7) Finalmente, execute mais duas extrações, porém substituindo os 10 mL de solução de NaOH por 10 mL de água destilada medida com a proveta. Transfira ambas fases aquosas para o mesmo balão volumétrico.
- 8) Feche bem o funil e reserve a fase orgânica para usar na parte **C** desta experiência.
- 9) Acerte o volume final do balão volumétrico com água destilada. No caso de ter passado um pouco da fase orgânica para o balão volumétrico, debes ter o cuidado de acertar considerando o menisco correspondente à fase aquosa.

Parte B. Determinação da pureza da amostra.

- 1) Transfira 25,00 mL da solução existente no balão volumétrico para um Erlenmeyer de 250 mL. Adicione-lhe 25 mL de água destilada e 4 gotas de indicador vermelho de cresol (frasco conta-gotas rotulado "**Rj Cresol**").
- 2) Titule a solução anterior com a solução de HCl aprox. 0,1 mol L⁻¹ (frasco rotulado "**HCl 0,1 M**") até que ocorra a alteração de cor (Púrpura → Amarelo). Anote o volume de titulante gasto na folha de respostas.
- 3) Execute mais ensaios (duplicado ou triplicado) se achares melhor. Anote na folha de respostas o volume de titulante gasto.

Parte C. Verificação da eficiência da extração.

- 1) Tens disponível uma alíquota da amostra analisada, que se encontra num tubo rotulado "**Muestra Bz TLC**". Ponha nesse tubo 10 gotas de metanol, com a ajuda de uma pipeta de Pasteur e dissolva a alíquota.
- 2) Aplique, numa placa de cromatografia e com a ajuda de tubos capilares (diferentes), uma gota da solução do item anterior e outra da fase orgânica proveniente da extração. Controla com a lâmpada UV que a mancha aplicada é suficiente e só depois efetue a eluição da placa (Figura 3), utilizando o eluente fornecido (hexano:acetato de etilo, 95:5), que está no frasco rotulado "**Solvente TLC**". Segue as instruções existentes no **Anexo**.
- 3) Determine a Relação frontal (R_f) de cada amostra e escreva na folha de respostas o valor obtido.

Quando terminar esta experiência, entrega ao supervisor do laboratório:

- a placa de tlc, dentro da bolsa plástica disponibilizada e rotulada com o seu código de estudante.

Penalidades!

Você poderá solicitar materiais e/o reagentes caso quebrem-se ou acabem, respectivamente. A penalização será de 0,5 ponto por cada substituição.

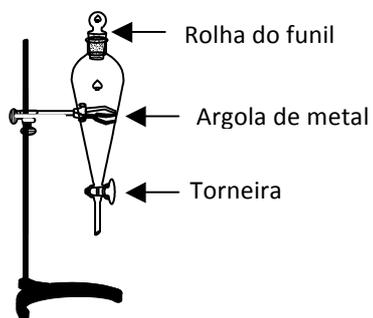
Nº	Reagente / material	Assinatura do estudante	Assinatura do supervisor

Penalidade total: _____ pontos.

Anexo

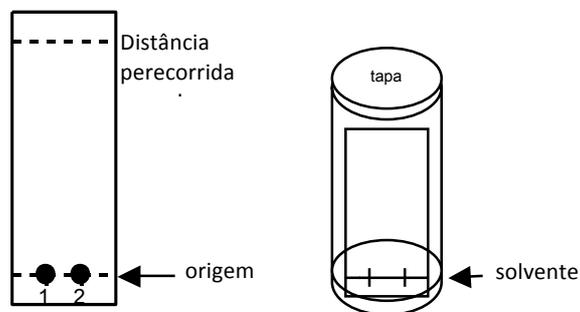
Uso do funil de decantação

Figura 1



Cromatografia em camada delgada

Figura 2



Cromatografia em camada fina

Fornecemos a você uma placa de sílica gel 60 com indicador fluorescente e uma câmara de cromatografia que será compartilhada com o seu vizinho de bancada. Deitar na câmara de cromatografia o eluente adequado uns 10 minutos antes de efetuar a cromatografia.

Não toque na superfície da placa com os dedos, nem raspe a placa. Segure-a sempre pelas bordas e usando a pinça.

Marque com um lápis a linha do ponto de aplicação (origem) e os pontos **1** e **2** tal como se indica na figura 2. Utilizando capilares, aplique sobre cada um desses pontos, respectivamente, uma gota das soluções a analisar (fase orgânica proveniente da extração e amostra original) (não misture os capilares). Deixe secar **muito bem** o solvente de aplicação. Introduza a placa dentro da câmara de cromatografia, usando a pinça e com cuidado para que o nível do solvente não ultrapasse o ponto de aplicação das amostras. (Figura 2). ATENÇÃO: Não mexa na câmara para não estragar o desenvolvimento da cromatografia.

Deixe desenvolver a placa e retire-a da câmara quando o eluente tiver chegado aproximadamente a 2mm abaixo da parte superior da placa. Marque com uma régua a frente do solvente e a distância percorrida pelo mesmo. Deixe secar.

Observe a placa na lâmpada UV. Marque as manchas correspondentes aos compostos, usando um lápis. **NUNCA olhe diretamente para a luz ultravioleta.** Determine a distância percorrida por cada uma das manchas, considerando a zona central da mancha.

Determine a Relação frontal (R_f) dos compostos que observa na placa.