



Pontificia Universidad Católica del Perú
Lima, Peru - 8-15 de outubro de 2017

Problema Prático 1

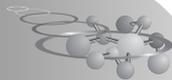
(20 % do total)

Quantificação do teor de Al e Mg em um comprimido antiácido

Questão	1.1	1.2	1.3	1.4	1.5	1.6	1.7	1.8	1.9	1.10	Total
Pontos (máximo)	2	55	10	2	65	35	5	20	5	5	204

A culinária é uma das ótimas atrações do Peru, pois, em todas as partes de nosso país são oferecidos pratos saborosos e variados. O único problema é que, se não nos controlarmos, depois de uma refeição exagerada, podemos sofrer de um mal-estar no estômago. Uma das maneiras de aliviar esse desconforto é tomar um antiácido. Este medicamento, como o próprio nome indica, é uma substância básica que neutraliza os ácidos produzidos em excesso pelo estômago, após a ingestão de alimentos. Estes comprimidos são compostos principalmente de hidróxidos e carbonatos de cálcio, sódio, alumínio e magnésio.

Nesta experiência, o conteúdo de Al^{3+} e Mg^{2+} presentes na forma de hidróxido na amostra devem ser determinados. Tudo isso será realizado por titulações complexométricas, tanto diretas como indiretas com EDTA. A amostra contém apenas dois íons que podem ser complexados por EDTA: Mg^{2+} e Al^{3+} , os quais formam complexos em uma proporção de 1:1. O magnésio será detectado por titulação direta da amostra com EDTA usando como indicador metalocrômico, o negro do eriocromo T (NET). O alumínio presente nesta mistura não interferirá porque será tratado com trietanolamina para sua complexação. Numa segunda etapa, o conteúdo total de ambos os cátions será determinado através de uma titulação indireta ou retro-titulação, novamente, usando negro de eriocromo T (NET) como indicador metalocrômico.



Procedimento

ETAPA I - Determinação da concentração de Mg^{2+}

1. Preencha a bureta com a solução de EDTA e escreva a concentração exata da solução de titulante na sua folha de respostas.
2. Usando a pipeta volumétrica, tome uma alíquota de 10,00 mL da solução problema (Al^{3+} e Mg^{2+}), e transfira para um Erlenmeyer de 100 ou 125 mL. Adicione 10 mL da solução tampão de pH 10, usando uma proveta.
3. Usando o tubo de centrífuga graduado, meça e adicione aproximadamente 4 a 5 mL de trietanolamina ao frasco com a solução problema. Agite manualmente por 2 minutos (a turbidez da amostra deve desaparecer).
4. Adicione 3 gotas de indicador negro de eriocromo T na mistura e homogeneíze. A mistura deve ser de cor fúcsia (um tipo de lilás, ver imagem 1, no anexo "imagens de ajuda").
5. Em seguida, titule sua amostra com a solução EDTA padrão até chegar ao ponto final. O ponto final deve ser representado pela última gota que altera a coloração para o azul (não deve haver restos de fúcsia/lilás na solução). Compare com as fotografias fornecidas (ver imagens 2 e 3, no anexo "imagens de ajuda"). Registre na tabela de resultados o volume utilizado nesta titulação.
6. Se considerar necessário, repita a titulação até três vezes, no máximo.
7. Calcule a concentração molar de Mg^{2+} na solução problema e desenvolva todos os seus cálculos na folha de respostas.
8. Lave os frascos Erlenmeyer com água da torneira, enxague-os bem com água da pisseta e descarte as lavagens no recipiente de resíduos antes de prosseguir para a Etapa II.

ETAPA II – Determinação da concentração de Mg^{2+} e Al^{3+}

1. Usando a pipeta volumétrica, meça e coloque 10,00 mL da solução problema (Al^{3+} e Mg^{2+}) em cada um dos quatro frascos Erlenmeyer de 100 ou 125 mL. Adicione, com a proveta, 10 mL da solução tampão pH 10 em cada um deles.
2. Use a bureta para adicionar 40,00 mL (20,00 mL + 20,00 mL) da solução de EDTA padronizada a cada uma das quatro amostras acima.
3. Levante a mão para um assistente colocar a água quente em seu recipiente para banho.
4. Mergulhe um dos Erlenmeyer no banho, pressione para mantê-lo e coloque a tampa do frasco.



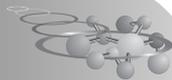
5. Esvazie o conteúdo da bureta, lave-a e enxague com água da pisseta. Em seguida, encha a bureta com a solução ZnSO_4 , aproximadamente $0,01 \text{ mol L}^{-1}$.
6. Após 5 minutos num banho de água quente, retire o Erlenmeyer do banho e descarte a água quente no lavatório (pia). Mais uma vez levante a mão para solicitar mais água quente.
7. Coloque outro Erlenmeyer no banho de água quente, semelhante ao passo 4.
8. Adicione 3 gotas do indicador negro de eriocromo T na mistura contida no frasco Erlenmeyer quente e homogeneize. A mistura deve ser de cor azul (veja a imagem 5, no anexo "imagens de ajuda").
9. Em seguida, titule sua amostra com a solução padronizada de ZnSO_4 até atingir o ponto final. O ponto final deve ser representado pela última gota que altera a coloração para roxo (não deve haver restos de azul na solução). Compare com as fotografias fornecidas (veja as imagens 6 e 7 no anexo "imagens de ajuda").
10. Se for necessário, repita a titulação até três vezes no máximo, com as amostras aquecidas no banho de água durante cinco minutos antes da titulação com ZnSO_4 .
11. Calcule a concentração molar total de íons Al^{3+} e Mg^{2+} presentes na solução problema e desenvolva todos os seus cálculos na folha de respostas.

FOLHA DE RESPOSTAS DO EXERCÍCIO PRÁTICO 1

ETAPA I:

- 1.1 Concentração molar real da solução titulada de EDTA (copie o valor do quadro negro).
- 1.2 Registre na tabela a seguir o volume gasto em cada uma das titulações com EDTA (Etapa I) (Se considerar necessário, repita a titulação até o máximo de 4 vezes):

PASSO I	Titulação 1	Titulação 2	Titulação 3	Titulação 4
Leitura inicial na bureta (mL)				
Leitura final na bureta (mL)				
Volume de EDTA (mL) gastos para alcançar o ponto final da Etapa I (mL)				



Volume de EDTA usado para os cálculos

- 1.3. Calcule a concentração dos íons Mg^{2+} em $mol\ L^{-1}$ na solução problema. Mostre os seus cálculos.

ETAPA II:

- 1.4. Concentração real da solução titulada $ZnSO_4$ (copie o valor do quadro negro).
- 1.5. Registre na tabela a seguir o volume gasto em cada uma das titulações com $ZnSO_4$ (passo II) (Se for necessário, repita a titulação até o máximo de 3 vezes):

PASSO I	Titulação 1	Titulação 2	Titulação 3	Titulação 4
Leitura inicial na bureta (mL)				
Leitura final na bureta (mL)				
Volume de EDTA (mL) gasto para alcançar o ponto final do Etapa II (mL)				

Volume de $ZnSO_4$ usado para os cálculos

- 1.6. Calcule a concentração total de íons (Mg^{2+} e Al^{3+}) em $mol\cdot L^{-1}$ na solução problema. Mostre os seus cálculos.

A concentração de íons Mg^{2+} em $mol\cdot L^{-1}$ na solução problema é:

- 1.7. A partir dos resultados obtidos nas questões 1.3 e 1.6, a concentração de íons Al^{3+} na solução problema é:

A concentração de íons Al^{3+} em $mol\cdot L^{-1}$ na solução problema é:



- 1.8.** Sua amostra inicial veio da dissolução de um comprimido de antiácido de massa 2,0835 gramas dissolvidos em água num volume total de 500 mL. Se é sabido que todos os íons Mg^{2+} estão na forma de $Mg(OH)_2$ e todo o Al^{3+} na forma de $Al(OH)_3$, calcule a percentagem em massa de $Mg(OH)_2$ e a percentagem em massa de $Al(OH)_3$ no comprimido. Mostre os seus cálculos e complete a tabela dada a seguir:

Dados: $M_{Al(OH)_3} = 78,0036 \text{ g/mol}$, $M_{Mg(OH)_2} = 58,3197 \text{ g/mol}$.

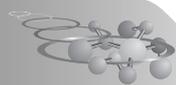
massa de $Mg(OH)_2$ no comprimido
Porcentagem de $Mg(OH)_2$ no comprimido original
massa de $Al(OH)_3$ no comprimido
Porcentagem de $Al(OH)_3$ no comprimido original

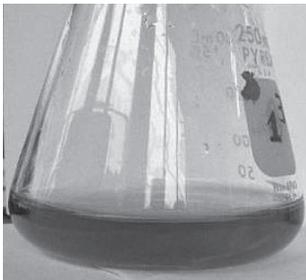
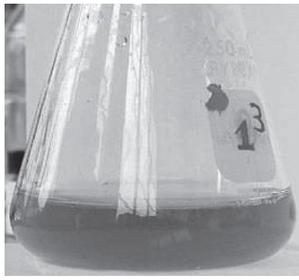
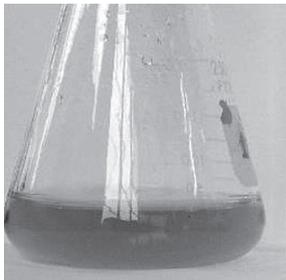
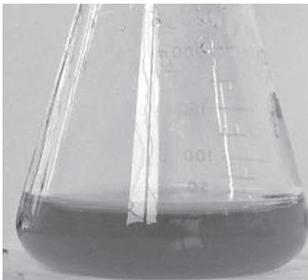
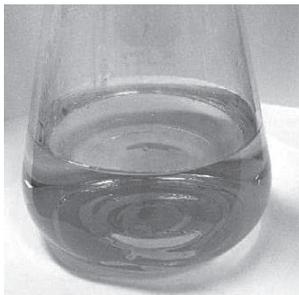
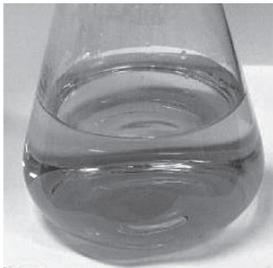
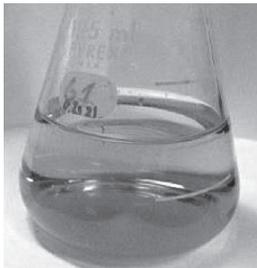
- 1.9.** Marque com um X o(s) motivo(s) para fazer uma retro-titulação em vez de uma titulação direta, como foi feito na Etapa II:

<input type="checkbox"/>	A presença de algum interferente no meio reacional
<input type="checkbox"/>	A formação do complexo M-EDTA é lenta
<input type="checkbox"/>	O metal analisado pode formar diferentes complexos como indicador
<input type="checkbox"/>	A quantidade de metal é muito pequena

- 1.10.** Marque com um X o(s) motivo(s) pelo(s) qual(is) este experimento é realizado com água ultrapura:

<input type="checkbox"/>	Porque é mais econômica do que a água da torneira
<input type="checkbox"/>	Para que todo o Mg e Al presentes provenham exclusivamente do comprimido antiácido
<input type="checkbox"/>	Para que o Ca presente na água não interfira nas titulações
<input type="checkbox"/>	Para que o indicador seja visível durante a titulação

**Imagens de ajuda**

Titulação Etapa I	
	
1 - Início	2 - Antes do ponto estequiométrico
	
3- Ponto estequiométrico	4 - Depois do ponto estequiométrico
7 - Ponto estequiométrico	8 - Depois do ponto estequiométrico
Titulação Etapa II	
	
5 - Início	6 - Antes do ponto estequiométrico
	



Problema Prático 2

(20 % do total)

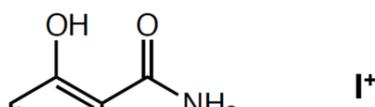
Substituição eletrofílica aromática da salicilamida

Questão	2.1	2.2	2.3	2.4	2.5	2.6	Total
Pontos (máximo)	3	6	5	5	39	42	100

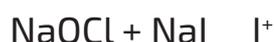
A salicilamida é um composto que tem propriedades analgésicas e anti-inflamatórias. Alguns anos atrás, era utilizada em comprimidos para a dor, muitas vezes em combinação com aspirina e cafeína. No entanto, pouco a pouco tem entrado em desuso.

Neste experimento, você utilizará a salicilamida como ponto de partida para uma substituição eletrofílica aromática. O eletrófilo que você usará será o ion I^+ :

.....
lica aromática. O eletrófilo que você us



O I^+ será gerado *in situ* com o iodeto de sódio e hipoclorito de sódio (água sanitária comercial):

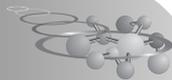


Após realizar a síntese, você analisará os resultados obtidos através da cromatografia em camada delgada (TLC).

Procedimento

Síntese

1. Transfira quantitativamente (toda) a salicilamida para síntese para um Erlenmeyer de 100 ou 125 mL. Tome nota em sua folha de respostas a massa exata que aparece no frasco (*vial*).
2. Com uma proveta, adicione 10 mL de etanol absoluto e agite até que seja dissolvido todo o sólido (pode-se aquecer o erlenmeyer com a mão para acelerar a dissolução).
3. Uma vez que a salicilamida esteja dissolvida, adicione quantitativamente (todo) o iodeto de sódio e continue agitando até conseguir uma dissolu-



ção completa. Tome nota, em sua folha de resposta, a massa exata de iodeto de sódio que foi usado.

4. Coloque o Erlenmeyer num banho de gelo por 5 minutos (peça gelo ao encarregado do laboratório).
5. Retire o Erlenmeyer do banho de gelo e adicione rapidamente, com uma pipeta, 8 mL da solução de hipoclorito de sódio 4%. Agite vigorosamente o erlenmeyer para conseguir uma boa mistura de reagentes. Deixe descansar a mistura a temperatura ambiente por 10 minutos para assegurar que a reação se complete. Durante este tempo, você observará mudança de cor na mistura reacional. Registre tais mudanças em sua folha de respostas.
6. Com uma pipeta, adicione 8 mL de uma solução de tiosulfato de sódio 10% e misture bem.
7. Em seguida, adicione HCl 10% até conseguir a acidificação da mistura (um pH aproximado de 4). Monitore o pH da solução com papel indicador de pH e com ajuda do bastão de vidro. Necessitará de pelo menos 70 gotas de ácido. Quando a solução começar a se acidificar, você notará a precipitação de um sólido branco.
8. Deixe o erlenmeyer num banho de gelo por 10 minutos para favorecer a precipitação. Coloque também o etanol absoluto para esfriar no banho de gelo.
9. Tome nota da massa do papel em sua folha de respostas. Filtre o sólido por gravidade (deixe filtrar até que não caiam mais gotas do líquido) e lave o precipitado com etanol gelado previamente (deixe filtrar uma vez mais até que não caiam mais gotas).
10. Retire com cuidado o papel de filtro com seu produto e coloque-o sobre uma placa de Petri que deverá ser rotulada com seu nome e código.
11. Escreva em sua folha de respostas a equação química que representa a reação produzida e calcule a massa esperada (rendimento teórico) do produto da reação.
12. Você vai a realizar uma TLC para verificar a pureza do seu produto. Para isso, foi-lhe disponibilizada uma quantidade muito pequena de salicilamida num frasco (*vial*) para usar como referência. Tome uma quantidade similar do seu produto e o transfira para outro frasco (*vial*) para que possa ser usado para realizar a TLC (ver o procedimento abaixo).
13. Deixe sobre sua mesa a placa de Petri com o papel de filtro e seu produto. Os responsáveis pelo laboratório se encarregarão de pesar o seu produto quando estiver seco.



14. Não se preocupe com o que deve ser descartado nesta parte do exame prático. Os responsáveis pelo laboratório se responsabilizarão em realizar o descarte desses materiais.

Cromatografia de camada delgada (TLC)

1. Coloque todo o “solvente para TLC” no béquer de 100 mL, que funcionará como cuba cromatográfica, e tampe-o com papel alumínio.
2. Em uma placa de sílica para TLC, marque uma linha com lápis, aproximadamente a 1 cm da borda inferior da placa e outra, aproximadamente a 5 mm da borda superior. Marque dois pontos sobre a linha inferior e escreva suavemente embaixo deles as letras “R” (para o reagente) e “P” (para o produto), tal como é mostrado na **Figura 1**.

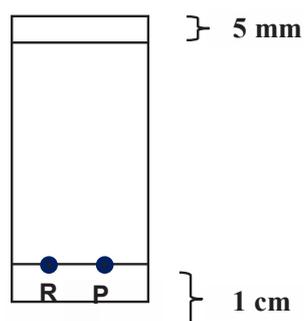


Figura 1

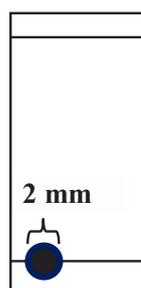
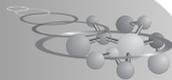


Figura 2

3. Usando uma pipeta de Pasteur, coloque cerca de 10 gotas de etanol:diclorometano, 1:1 no frasco (vial) que contém a “salicilamida para TLC” e outras 10 gotas no que contém seu produto para TLC. Dissolva cada um dos sólidos no solvente.
4. Aplique uma vez o produto de sua reação na placa de TLC disponibilizada. **Certifique-se de que a mancha da aplicação não tenha mais de 2 mm de diâmetro** (ver Figura 2).
5. Repita o passo 4 com a “salicilamida para TLC”.
6. Observe a placa sob uma fonte de luz UV para se assegurar de que aplicou uma quantidade suficiente da amostra (peça ajuda a pessoa encarregada do laboratório).
7. Usando uma pinça, coloque cuidadosamente a placa de TLC na cuba cromatográfica, tal como é mostrado na Figura 3. O solvente não deve en-



trar em contato direto com a área onde as amostras foram aplicadas. Tampe a cuba com papel alumínio. **Não mova a cuba enquanto ocorre a eluição da amostra.**



Figura 3

8. Novamente com ajuda da pinça, retire a placa de TLC da cuba quando o solvente alcançar a marca que você fez na parte superior da placa.
9. Deixe secar a placa, observe-a sob fonte de luz UV (peça ajuda à pessoa encarregada do laboratório) e marque suavemente com um lápis o contorno de cada mancha observada na placa.
10. Meça a distância percorrida por cada um dos compostos (considere o centro de cada mancha). Anote as distâncias em sua folha de respostas.
11. Determine o R_f , que corresponde à relação da distância percorrida pelo composto e a distância percorrida pelo solvente, para cada substância, e escreva os resultados em sua folha de respostas.
12. Guarde a placa no saco plástico rotulado que lhe foi disponibilizado e deixe-a sobre a sua bancada de trabalho

**FOLHA DE RESPOSTAS DO EXERCÍCIO PRÁTICO 2**

2.1. Registre as massas:

Massa de salicilamida	
Massa de iodeto de sódio	
Massa do papel de filtro	

2.2. Mudanças de cor observadas durante a reação:

Cor inicial	
Cor/cores intermediária(s)	
Cor final	

2.3. Reação de substituição aromática:

--

2.4. Determine o reagente limitante e calcule a massa (teórica) esperada para o produto:

2.5. Avaliação dos resultados da cromatografia de camada delgada (TLC):

	Distâncias percorridas (mm)	R _f
Solvente		
Salicilamida		
Produto		

2.6. Avaliação do produto obtido:

O responsável pelo laboratório se encarregará de avaliar seu produto obtido na reação (rendimento e pureza).