



Olimpíada Brasileira de Química 2019

Fase IV – Prova Experimental em Vídeo
Processo seletivo para as olimpíadas internacionais de química
Vídeo exibido em 07.02.2020, às 14h

Este exame de cunho experimental tem por finalidade selecionar os 15 (quinze) estudantes que participarão do Curso de Aprofundamento de Excelência (Fase V), para a futura escolha dos representantes do Brasil nas olimpíadas internacionais de Química. Você dispõe de 3 (três) horas para ver o vídeo e responder às questões deste exame.

INSTRUÇÕES

1. A prova contém 3 (três) questões, que abrangem as situações experimentais contidas no vídeo.
2. Veja atentamente, na projeção, as imagens do filme que contêm os fundamentos deste exame.
3. Seu coordenador, inicialmente, exibirá a gravação completa do exame e, a seguir, apresentará cada experimento separadamente. Caso seja necessário, ele repassará as imagens, até esclarecer as suas dúvidas.
4. Escreva o número do seu código em todas as folhas desse exame.
5. Leia as perguntas relativas a cada experimento, constantes nesta folha, e escreva as respostas nos espaços destinados a cada questão. Não serão aceitas respostas fora do espaço destinado.
6. A pontuação total da prova é 100 pontos e a pontuação de cada questão está escrita entre parênteses ao lado.
7. Os resultados desse exame serão encaminhados para o seu coordenador (e também diretamente para você, caso tenha e-mail). Veja o resultado, também, na internet em www.obquimica.org (clique em novidades).

Experimento 1 – Extração e quantificação de iodo (40 pontos)

1.1 – Extração do I_2

A um balão (A) pré-aquecido foi adicionado uma mistura de 0,5 g de KI e 0,35 g de MnO_2 e 5 mL de H_2SO_4 1:1. O balão com a mistura reacional foi arrolhado e conectado a outro balão resfriado constantemente com água corrente. A reação foi interrompida quando todo o iodo formado foi transferido ao balão resfriado (B).

1.2 – Transferência Quantitativa

Adicionou-se 50 mL de água ao balão (B) e agitou-se a mistura. Em seguida, foi adicionado 0,5 g de KI ao mesmo balão e agitou-se até a total dissolução do iodo. Em seguida transferiu-se a solução a um dos três instrumentos mostrados e completou-se o volume até 100,00 mL para se proceder à quantificação do iodo.

1.3 – Dosagem do iodo

Pipetou-se 25,00 mL da solução para um Erlenmeyer, foi feita uma diluição com aproximadamente 30 mL de água e titulou-se a solução com solução padronizada de $Na_2S_2O_3$ 0,0250 mol L^{-1} . Com o aparecimento de uma leve coloração amarelo pálida na solução do Erlenmeyer, adicionou-se 2 mL de dispersão de amido. A titulação foi continuada até a descoloração total da solução.

1.4 – Ensaio de solubilidade

Transferiu-se aproximadamente 2 mL de solução de iodo para um tubo de ensaio. A esse tubo foi adicionada a mesma quantidade de solvente A.

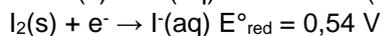
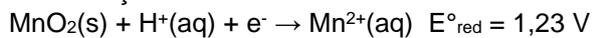
Em outro tubo, foi adicionado alguns cristais de iodo. A esse tubo foi adicionado 2 mL do solvente A e por fim o sistema foi agitado.

O procedimento anterior (com cristais de iodo) foi repetido utilizando os Solventes B e C.

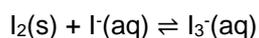
Questões:

1.a. Com base nas reações não balanceadas fornecidas, escreva a reação balanceada entre KI e MnO_2 em meio ácido e calcule o potencial padrão da reação. (5 pts)

Semi-reações não balanceadas:

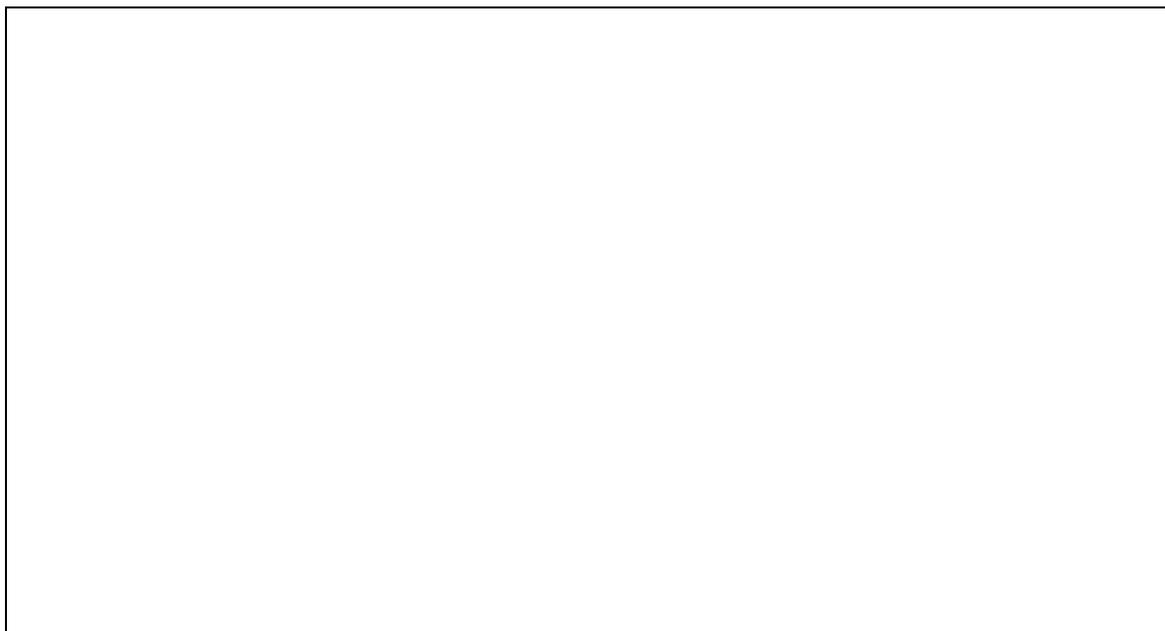


1.b. A reação entre iodo e iodeto pode ser descrita pelo seguinte equilíbrio



Explique sucintamente o que foi observado no vídeo quando foi adicionado iodeto ao balão B (etapa 1.2). (4 pts)

1.c. Qual a hibridação do átomo central de iodo e a geometria do íon I_3^- ? Mostre o desenho. (5 pts)



1.d. Qual das três opções de vidrarias mostradas no vídeo é a mais adequada em uma transferência quantitativa para a determinação da quantidade de iodo produzido. Justifique sucintamente. (4 pts)

1.e. Por que no passo 1.3 foi utilizada uma pipeta para a medição de volume e no passo 1.2 foi utilizada uma proveta? (4 pts)

1.f. No vídeo foi exibida apenas uma titulação, porém esse não é o procedimento mais correto para proceder uma quantificação. Responda qual seria o procedimento mais correto e justifique sucintamente sua resposta. (4 pts)

1.g. Qual a função da dispersão de amido e por que a solução descora ao fim da titulação? (4 pts)

1.h. Identifique dentre os solventes (etanol, água e tolueno) qual é o solvente A, B e C. (3 pts)

A - _____

B - _____

C - _____

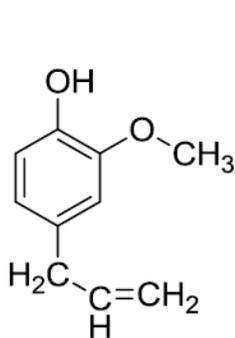
1.i. Baseado no volume utilizado na titulação (observado no vídeo) determine a massa de iodo produzida e o rendimento do processo de obtenção de iodo. Exiba as equações balanceadas necessárias para os cálculos e mostre todas as etapas dos cálculos. (7 pts)

Dados: Massas molares em g mol^{-1} : I = 127; Mn = 55; O = 16; K = 39.

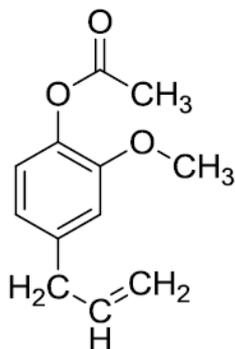
Dado: na reação entre iodo e tiosulfato, são formados os íons I^- e $\text{S}_4\text{O}_6^{2-}$.

Experimento 2 – Extração e purificação do eugenol

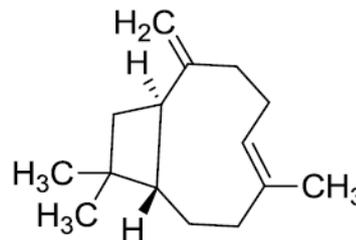
O objetivo desse experimento é extrair e purificar eugenol, o principal composto do aroma do cravo. Para isso, realizou-se uma extração por arraste a vapor. Os principais produtos extraídos por essa destilação são exibidos abaixo.



Eugenol



Acetato de Eugenila

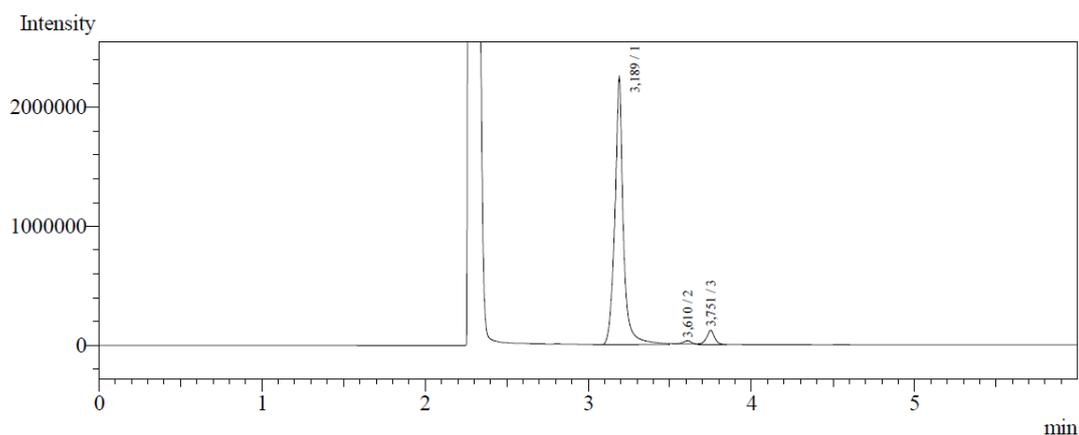


Cariofileno

2.1. Destilação por arraste

Montou-se uma aparelhagem para destilação por arraste a vapor. Destilou-se utilizando 25 g de cravo com 100 mL de água até a obtenção de, aproximadamente, 50 mL de destilado. Esse destilado foi analisado por *cromatografia gasosa (CG)*. Na cromatografia gasosa, aqui realizada, os componentes da amostra foram vaporizados e separados pelas diferenças nas suas distribuições entre uma fase gasosa móvel e um sólido estacionário polar suportado numa coluna capilar. Em resumo, no procedimento, a amostra é vaporizada e injetada para dentro da “cabeça” da coluna cromatográfica e a eluição é realizada por um fluxo de gás inerte que tem como única função, transportar os componentes gasosos através da coluna. Como resultado, obteve-se o cromatograma mostrado na Figura 1. Um cromatograma é um gráfico de alguma função da concentração do soluto sendo separado *versus* o tempo de eluição ou retenção. Conforme pode ser visto na parte de baixo da Figura 1 são relevantes 3 picos no cromatograma, onde se identificam seus tempos de retenção e as áreas relativas de cada pico. Estas áreas são proporcionais às concentrações de cada soluto.

Figura 1



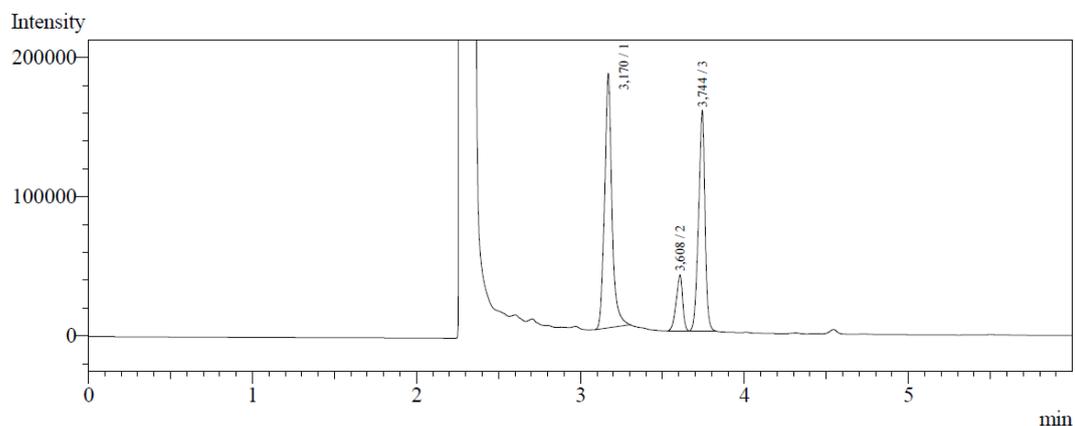
Peak#	Ret.Time	Area%
1	3,189	94,3906
2	3,610	1,0132
3	3,751	4,5963
Total		100,0000

2.2. Separação por extração ativa

2.2.1. A um funil de separação, adicionou-se 20 mL de diclorometano (CH_2Cl_2). Em seguida, adicionou-se a mistura destilada anteriormente. Após homogeneização, separou-se a fase aquosa da fase orgânica.

2.2.2. À fase orgânica, foi adicionada solução aquosa de NaOH (5%) e procedeu-se novamente uma extração. Uma alíquota da fase orgânica foi novamente analisada por CG fornecendo o cromatograma da Figura 2.

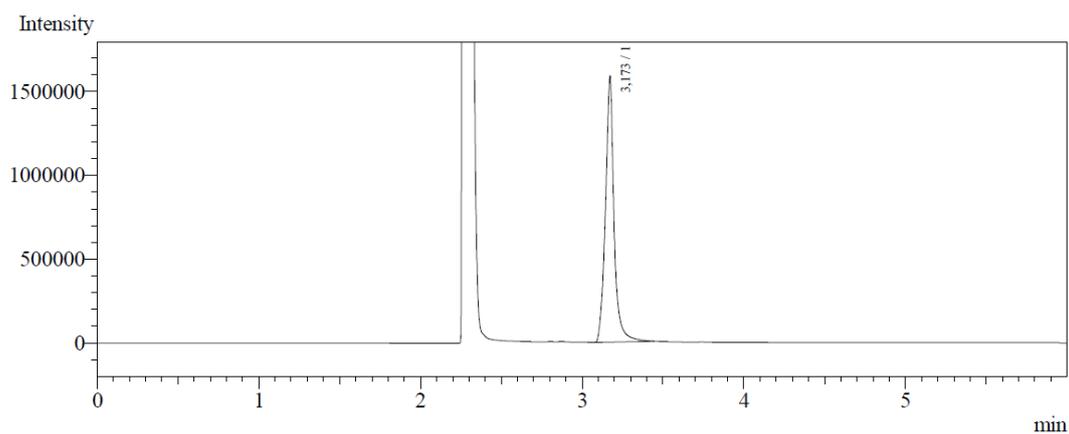
Figura 2



Peak#	Ret.Time	Area%
1	3,170	51,3075
2	3,608	9,9017
3	3,744	38,7908
Total		100,0000

2.2.3. À fase aquosa foi adicionado HCl de modo a deixar o meio com pH abaixo de 2, e procedeu-se novamente uma extração com CH_2Cl_2 . Uma alíquota da fase orgânica foi novamente analisada por CG fornecendo o cromatograma da Figura 3.

Figura 3



Peak#	Ret.Time	Area%
1	3,173	100,0000
Total		100,0000

Questões:

2.a. Para melhor exibir as transformações na filmagem, alguns procedimentos não foram realizados da maneira mais adequada, no que diz respeito às normas de segurança e/ou boas práticas no laboratório. Identifique um desses procedimentos e indique a maneira mais correta de realizá-lo. (5 pts)

2.b. Identifique, a partir do cromatograma da Figura 1, os picos (picos 1, 2 e 3 - da esquerda para a direita) das três espécies apresentadas. (3 pts)

Pico 1: _____

Pico 2: _____

Pico 3: _____

2.c. Qual a porcentagem extraída do composto relativo ao pico 1, em relação à quantidade total obtida na destilação por arraste de vapor, após o uso da solução aquosa de NaOH (5%). Dica: comparar os cromatogramas das Figuras 1 e 2. Mostre todos os cálculos. (6 pts)

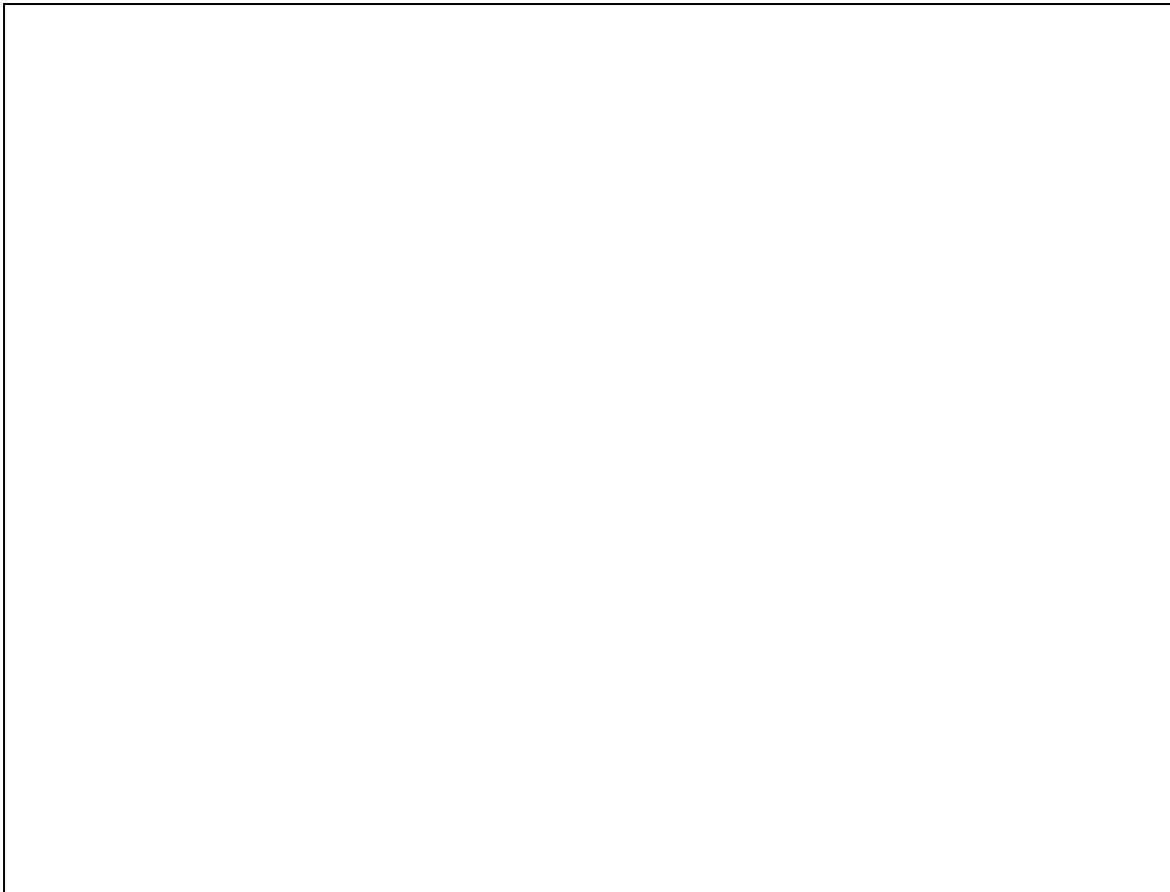
2.d. Por que o composto relativo ao pico 1 é, dentre os 3, o único extraído pela solução aquosa de NaOH (5%)? Explique sucintamente. (4 pts)

2.e. Escreva uma equação de equilíbrio que represente a principal transformação ocorrida devido à adição da solução de HCl. (4 pts)



2.f. Dê o nome de três vidrarias utilizadas na aparelhagem da destilação com arraste de vapor. (3 pts)

2.g. Desenhe um fluxograma que resuma corretamente o experimento aqui demonstrado. Coloque em todas as situações qual a composição qualitativa das misturas obtidas. (5 pts)



Experimento 3 - Purificação da Acetanilida

3.1 Teste de solubilidade a frio

Foram adicionados a um tubo de ensaio alguns cristais de acetanilida e foi testada a solubilidade com algumas gotas de água.

Repetiu-se o procedimento com etanol, acetona e tolueno.

3.2 Teste de solubilidade a quente

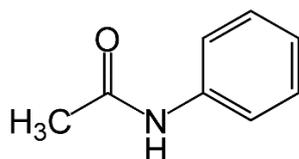
Foram adicionados a um tubo de ensaio alguns cristais de acetanilida e foi testada a solubilidade com algumas gotas de acetona, em um banho maria aproximadamente 5 °C abaixo do seu ponto de ebulição (temperatura exata no vídeo).

Repetiu-se o procedimento com etanol, água e tolueno. No caso do tolueno, por possuir um ponto de ebulição acima do ponto de ebulição da água, a temperatura utilizada foi a mesma do teste com água.

3.3 Recristalização

Com o solvente adequado escolhido, adicionou-se 1 g de acetanilida impura a um béquer e, então, procedeu-se a adição do solvente aquecido a 5°C abaixo do seu ponto de ebulição pouco a pouco até que toda acetanilida estivesse dissolvida.

Foi realizada então uma filtração a quente. Em seguida esperou-se o filtrado esfriar para que ocorresse a recristalização. Por fim realizou-se uma filtração a vácuo, lavando com água fria para a separação dos cristais de acetanilida purificada.



Dado: Acetanilida

Questões:

3.a. Qual o solvente escolhido para a recristalização da acetanilida? Quais os requisitos para o uso deste solvente na recristalização? (5 pts)

3.b. Explique a ordem de ponto de ebulição observado entre os quatro solventes testados. (5 pts)

3.c. Indique duas vantagens obtidas pelo uso da filtração a vácuo na lavagem final do produto recristalizado. (5 pts)

3.d. Por que foi utilizada uma filtração a quente após a dissolução? (4 pts)

3.e. Qual a função do papel pregueado? (4 pts)

3.f. Considerando a acetanilida e os solventes orgânicos utilizados, coloque-os em ordem crescente de caráter hidrofóbico. (4 pts)

3.g. Qual o nome IUPAC da acetanilida? (3 pts)
