

**Face your challenge,
Be smart**



EXAME PRÁTICO

**JULHO 18, 2013
MOSCOU, RÚSSIA**

21934 characters in Problems Booklet

Regras gerais

- **regras de segurança:** siga aquelas dadas no caderno de problemas preparatórios. Não coma nem beba no laboratório.
- **violação regras de segurança:** na primeira vez você será chamado atenção; caso repita, você será desclassificado.
- **problemas e caderno resposta:** 27 páginas (incluindo a página capa e a Tabela Periódica dos elementos) contendo três problemas. Começa com o problema 1.
- **tempo:** 5 h; 15 min para leitura antes do início. Será dado um aviso 30 min antes do término.
- **seu código de estudante:** escreva-o em **todas as** páginas.
- **respostas:** escreva somente nas caixas de respostas do caderno, nada fora será considerado. Cálculos relevantes devem ser apresentados.
- **use somente a caneta e a calculadora fornecida.**
- **bureta:** faça a leitura o mais preciso possível.
- **necessita de mais reagentes?** Pergunte ao assistente de laboratório. Nenhuma penalidade será aplicada por solicitar mais reagentes, com exceção aos itens a seguir.
- **cada porção extra de aldeído, de 2,4-dinitrofenil-hidrazine, de 50 mL of HCl, de titulante EDTA ou de solução de polímero:** penalidade de 1 ponto em 40.
- **seja bem cuidadoso! Não haverá reposição do viscosímetro caso você o quebre!**
- **perguntas** relacionadas a segurança, equipamentos, reagentes e ida ao banheiro: **pergunte ao seu assistente de laboratório.**
- **descarte de reagente:** descarte somente no béquer de 800 mL rotulado “WASTE”.
- **versão oficial em inglês disponível** caso solicitada **para maior clareza. Peça ao seu assistente de laboratório.**
- **após o sinal de pare** coloque o seu caderno e todos os papéis de gráfico dentro do envelope; (não o feche), deixe-o em sua bancada.
- **Você deve parar o seu experimento imediatamente após o sinal de stop ser dado. Um atraso de 5 min resultará em zero pontos para o exame.**
- **Durante o exame prático algumas vidrarias e plásticos serão utilizados mais de uma vez. Lave-os cuidadosamente.**

Lista de Reagentes

Reagente	Quantidade	Recipiente	Rotulado	Segurança
Problema 1				
2,4-Dinitrofenil-hidrazina	200 mg cada, 2 vidros	frasco pequeno rosqueado	2,4-dinitrophenylhydrazine	H228, H302
Ácido sulfúrico, concentrado	1 mL cada, 2 vidros	frasco de plástico rosqueado	H ₂ SO ₄ concentrated	H314
Solução de aldeído 1 mmol em etanol	4 mL cada, 2 vidros	30 mL frasco de vidro pequeno com tampa	Aldehyde 1 and Aldehyde2	H319 e H302
Etanol	30 mL	frasco de vidro com tampa	Ethanol	H225
Solução de NaOH (usada nos problemas 1 e 2)	27 mL	60 mL frasco de vidro com tampa	NaOH 2M	H314
Acetona	30 mL	Frasco rosqueado de vidro ambar	Acetone	H225, H319, H336
Problema 2				
Solução padrão de EDTA, 0,0443M*	70 mL	frasco de vidro com tampa de 125 mL	EDTA 0.05M	H319
Solução padrão de HCl, 0,0535M*	70 mL	frasco de vidro com tampa de 125 mL	HCl	H314, H335
Alaranjado de metila, 0,1% em água	25 mL	frasco conta-gotas	Methyl orange	H301
Indicator Murexida, mistura sólida com NaCl (1:250 em massa)	10 mL	frasco pequeno rosqueado	Murexide	
Amostra de água	500 mL	frasco de plástico de 0,5 L	Water sample	
Problema 3				
Álcool polivinílico, poli(vinil) álcool	40 mL cada, 5 vidros	Vidro rosqueado ambar	P1, P2, P3, P4 e X	
A ser usada em todos os problemas				
Água destilada	500 mL	Frasco de plástico para lavagem	H ₂ O	
A compartilhar pelos estudantes, na mesa em comum				
Hidrocarbonato de sódio	800 mL	800 mL béquer	NaHCO ₃	

*A concentração indicada no rótulo é aproximada. Os valores exatos estão indicados na tabela.

Utensílios e equipamentos

Item	Quantidade
Em cada local de trabalho	
Frasco de plástico rosqueado de 5 mL, rotulado “1” com seu código de estudante	1
Frasco de plástico rosqueado de 5 mL, rotulado “2” com seu código de estudante	1
Suporte universal	1
Béquer de 50 mL	2
Béquer de 25 mL	2
Béquer de 25 ou 50 mL	1
Agitador magnético	1
Barra magnética	2
Filtro de vidro com placa sinterizada	2
Adaptador	1
balão de fundo redondo de 50 mL	1
Trompa de água para vácuo	1
Pipeta de 2 mL	2
Pipeta de 5 mL	2
Pró-pipeta	1
Espátula	2
frasco de lavagem de plástico de 500 mL	1
béquer para descarte de 800 mL	1
Provetas de 10 mL	1
Papel de filtro, redondo	2
Tesoura	1
Papel de filtro	2
Bastão de vidro	1
Papel indicador de pH (no saco com zíper)	3
Viscosímetro	1
Cronômetro	1
bulbo de borracha (pera) de 30 mL	1
Régua	1
Marcador	1
Bureta de 25 mL	1
Pipeta de 25 mL	1
Funil de plástico	1
Frasco Erlenmeyer	2
Tiras para teste para determinar o conteúdo de sólidos (no saco com zíper)	1
Lenço de papel (no canto de cada mesa, a ser compartilhado por 3 estudantes)	1 pacote
Cesta de plástico	1
Papel milimetrado	4 folhas
Escala de pH (no saco com zíper)	1
Nas mesas para uso comum	
Papel de filtro, redondo	
Papel de filtro	
Luvas	
Balanças	
Vidro “H ₂ O dist.”	
Termômetro imerso em H ₂ O	
Provetas de 100 mL	
pH-metro	

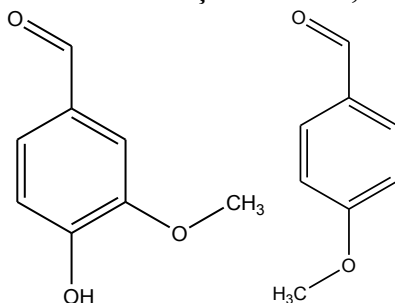
*Caso você necessite de mais papel de filtro, você pode encontrar na mesa de uso comum.

Problema 1	Código do estudante BRA _____	Quest.	1	2	3	4	5	Total
		Pontos	3.5	1.5	1	3	35	44

Problema 1. Sínteses das 2,4-dinitrofenil-hidrazonas (13 pontos)

As **hidrazonas** pertencem a classe das *iminas* que contêm uma ligação simples nitrogênio-nitrogênio adjacente a uma ligação dupla carbono-nitrogênio. As hidrazonas são formadas quando hidrazinas reagem com aldeídos ou cetonas, sob condições apropriadas. Como as hidrazonas são derivados de compostos carbonílicos, elas são, frequentemente, compostos estáveis, cristalinos, sólidos muito coloridos e são usadas para identificar aldeídos e cetonas.

Neste problema, você terá que identificar dois benzaldeídos substituídos (mostrados abaixo) pela análise dos produtos obtidos nas suas reações com 2,4-dinitrofenil-hidrazina.



Procedimento

Preparação de 2,4-dinitrofenil-hidrazonas

Atenção! Não realize as duas sínteses simultaneamente, porque um béquer pode cair do agitador magnético e você poderá perder a mistura reacional.

Coloque uma barra magnética em um béquer de 50 mL. Fixe o béquer no agitador magnético usando o anel de metal conectado ao suporte universal. Coloque o conteúdo do frasco (200 mg of 2,4-dinitrofenil-hidrazina) no béquer e inicie agitando cuidadosamente. **Somente na presença do assistente de laboratório**, adicione cuidadosamente uma amostra de ácido sulfúrico concentrado (1 mL) ao sólido. Usando pipetas adicione 1,6 mL de água e 4 mL of etanol à mistura reacional. Então, usando uma pipeta, adicione gota a gota, a solução de aldeído contida no frasco (cada frasco “**aldehyde 1**” ou “**aldehyde 2**”, contém 1,00 mmol do aldeído). Um precipitado brilhante começa a formar-se. Continue agitando por 10 min e então, adicione 10 mL de água e agite por mais 3 min.

Separação e purificação do produto

Usando a tesoura corte cuidadosamente um papel de filtro circular de 1 cm a mais que o diâmetro do funil de placa sinterizada. Molhe o papel de filtro circular com água, e fixe-o cuidadosamente na superfície da placa do funil. O papel filtro cortado, deve encaixar perfeitamente no funil. **Se ao cortar o papel filtro, você não obtiver um círculo bem feito, repita o corte pegando outro papel filtro na mesa de material de uso comum.** Remova a barra magnética do béquer, usando a espátula e transfira o produto da reação para o funil de placa sinterizada. Ligue a trompa de vácuo (**se você tiver dificuldade, solicite ajuda do assistente de laboratório**) e filtre o precipitado. Coloque um pouco de água no béquer e transfira o resto de produto para o funil de placa sinterizada. Lave o sólido com água até que o pH das gotas do filtrado se torne neutro. (Use o béquer rotulado com **WASTE** para descartar o conteúdo do balão de fundo redondo). Então lave o sólido duas

Problema 1	Código do estudante BRA _____	Quest.	1	2	3	4	5	Total
		Pontos	3.5	1.5	1	3	35	44

vezes com etanol, usando não mais que 3 mL em cada vez (**Nota: a hidrazona é ligeiramente solúvel em etanol**). Seque o sólido no funil de placa sinterizada, usando a trompa de vácuo, mexendo o sólido cuidadosamente, de vez em quando, com o bastão de vidro. Após cerca de 20-30 min, transfira cuidadosamente o pó seco para um papel de filtro dobrado por você, no formato de box, para secagem final ao ar. Coloque esse box com o produto em um lugar seguro (por ex. na prateleira). **Desligue a trompa de vácuo quando não estiver usando!** Tão logo seus produtos estejam secos, nós recomendamos que você os pese, para evitar a formação de fila para uso das balanças. Coloque seus produtos nos tubos plásticos com seu código de estudante e complete as respostas no box abaixo. **Nota:** Os produtos que você sintetizou serão posteriormente re-examinados pelo *staff* do laboratório.

Repita o procedimento acima, com o outro aldeído.

Tubo plástico 1	Tubo plástico 2
Massa do tubo vazio _____ mg	Massa do tubo vazio _____ mg
Massa do tubo com produto _____ mg	Massa do tubo com produto _____ mg
Massa do produto _____ mg	Massa do produto _____ mg

Assinatura do assistente de laboratório _____

1.1. Escreva abaixo as estruturas da 2,4-dinitrofenil-hidrazina e de ambos os produtos.

Problema 1	Código do estudante BRA _____	Quest.	1	2	3	4	5	Total
		Pontos	3.5	1.5	1	3	35	44

1.2. Que espécie de estereoisomerismo (se algum) é possível para estas hidrazonas? Assinale o box apropriado.

<input type="checkbox"/> R/S <input type="checkbox"/> E/Z <input type="checkbox"/> treo/eritro <input type="checkbox"/> mano/gluco <input type="checkbox"/> D/L

2.1. Qual o papel do ácido sulfúrico na formação da 2,4-dinitrofenil-hidrazona? Assinale o box apropriado.

<input type="checkbox"/> reagente estequiométrico <input type="checkbox"/> catalisador <input type="checkbox"/> agente redutor <input type="checkbox"/> agente oxidante

2.2. Como mudaria a velocidade de reação, se a síntese fosse realizada em meio neutro? Assinale o box apropriado.

<input type="checkbox"/> aumentaria muito <input type="checkbox"/> aumentaria ligeiramente <input type="checkbox"/> não mudaria <input type="checkbox"/> a reação ocorreria muito lentamente

2.3. Como mudaria a velocidade de reação, se a síntese fosse realizada em meio alcalino? Assinale o box apropriado.

<input type="checkbox"/> aumentaria muito <input type="checkbox"/> aumentaria ligeiramente <input type="checkbox"/> não mudaria <input type="checkbox"/> a reação poderia não ocorrer
--

Caracterização

Coloque uma **pequena** quantidade (“uma ponta de espátula”) de cada produto, cada um em um béquer 25 mL. Adicione 10 mL de acetona a cada béquer. **O melhor resultado terá sido obtido se a cor e a intensidade de cor de cada béquer for similarmente amarela.** Adicione 5 mL de solução de NaHCO₃ em cada béquer. Agite a mistura resultante em cada béquer, com o bastão de vidro, usando as diferentes pontas do bastão.

3.1. Assinale suas observações sobre as mudanças de cor das soluções, no box abaixo.

<input type="checkbox"/> A cor não muda em nenhum béquer <input type="checkbox"/> A cor muda significativamente em ambos os béqueres <input type="checkbox"/> A cor muda significativamente somente em um béquer
--

Adicione 2 mL de solução de NaOH a cada uma das misturas resultantes da questão **3.1.** Agite a mistura reacional com o bastão de vidro.

3.2. Assinale suas observações sobre as mudanças de cor das soluções, no box abaixo.

<input type="checkbox"/> A cor não muda em nenhum béquer <input type="checkbox"/> A cor muda significativamente em ambos os béqueres <input type="checkbox"/> A cor muda significativamente somente em um béquer
--

Problema 1	Código do estudante BRA _____	Quest.	1	2	3	4	5	Total
		Pontos	3.5	1.5	1	3	35	44

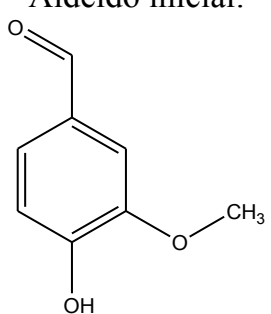
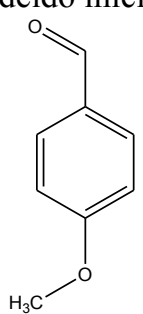
4.1. Que aspecto estrutural de seus produtos justifica a mudança de cor observada na reação com NaHCO_3 ? Assinale o box apropriado.

- presença do grupo MeO na posição 4 do anel benzênico;
 presença do grupo MeO na posição 3 do anel benzênico;
 presença do grupo OH na posição 4 do anel benzênico;
 presença de ambos os grupos MeO e OH.

4.2. Qual dos processos listados abaixo é responsável pela mudança de cor observada na reação das 2,4-dinitrofenil-hidrazonas com solução aquosa de NaOH? Assinale o box apropriado.

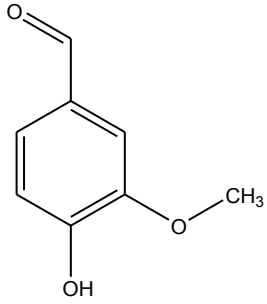
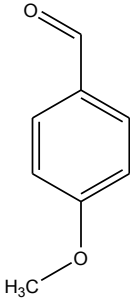
- hidrólise alcalina desidratação hidratação
 desprotonação desidrogenação

4.3. Desenhe as estruturas das principais espécies orgânicas presentes em cada meio reacional citado nos boxes abaixo.

<p>Aldeído inicial:</p> 	<p>Aldeído inicial:</p> 
Solução de NaHCO_3	Solução de NaHCO_3
Solução de NaOH	Solução de NaOH

Problema 1	Código do estudante BRA _____	Quest.	1	2	3	4	5	Total
		Pontos	3.5	1.5	1	3	35	44

5. Coloque os números 1 ou 2 sob cada estrutura. Calcule o rendimento percentual de ambas as hidrazonas.

	
Número: _____	Número: _____
Cálculo do rendimento:	Cálculo do rendimento:
Rendimentos: Número 1 _____ % Número 2 _____ %	

Reagentes substituídos ou extra	Assinatura do assistente de laboratório	Penalidade
_____	_____	_____
_____	_____	_____
_____	_____	_____

Problema 2	Código do Estudante: BRA____	Questão	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Total
		Pontos	27	0	5	25	0	4	8	1	9	79

Problema 2. Determinação do índice de saturação de Langelier da água de uma piscina (12 pontos)

O índice de saturação de Langelier (LI) é uma medida da corrosividade da água de uma piscina bem como da sua capacidade para dissolver ou depositar carbonato de cálcio.

Se o LI for aproximadamente zero, a água é considerada “balanceada”. Se o LI for um número positivo a água tende a depositar carbonato de cálcio e forma um depósito. Se o LI for um número negativo a água é corrosiva e dissolve carbonato de cálcio. O LI é uma combinação dos valores das grandezas físicas e dos fatores a ela associados (ver tabela 1) e pode ser calculado pela fórmula:

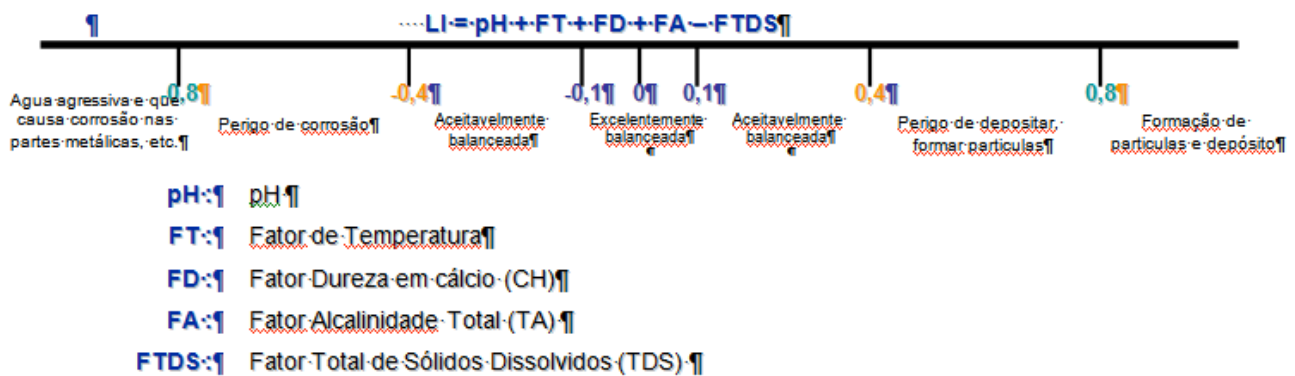


Tabela 1. Valores e correspondentes fatores das grandezas físicas

Temperatura, °C	FT	Dureza em cálcio (CH), mg/L CaCO ₃	FD	Alcalinidade Total (TA), mg/L CaCO ₃	FA	Total de Sólidos Dissolvidos (TDS), mg/L NaCl	FTDS
0	0,0	5	0,3	5	0,7	0	12,0
3	0,1	25	1,0	25	1,4	-	-
8	0,2	50	1,3	50	1,7	1000	12,1
12	0,3	75	1,5	75	1,9	-	-
16	0,4	100	1,6	100	2,0	2000	12,2
19	0,5	150	1,8	125	2,1	-	-
24	0,6	200	1,9	150	2,2	3000	12,25
29	0,7	250	2,0	200	2,3	-	-
34	0,8	300	2,1	300	2,5	4000	12,3
41	0,9	400	2,2	400	2,6	-	-
53	1,0	600	2,35	800	2,9	5000	12,35
-	-	800	2,5	1000	3,0	-	-
-	-	1000	2,6	-	-	6000	12,4

Problema 2	Código do Estudante: BRA____	Questão	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Total
		Pontos	27	0	5	25	0	4	8	1	9	79

Neste experimento você vai determinar o valor de LI de uma amostra de água fornecida. Note que a dureza é expressa como equivalente da concentração de CaCO_3 (mg/L). A alcalinidade total é dada pelo equivalente ácido, que corresponde à quantidade total de carbonato e hidrogenocarbonato, também expressa em mg/L de CaCO_3 . O valor de TDS é recalculado em função da concentração de NaCl (mg/L).

Procedimento

A **Dureza em Cálcio** é determinada por titulação complexométrica com EDTA ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$). Esta titulação é efetuada em meio fortemente alcalino para evitar a interferência do magnésio (grandes quantidades de Mg^{2+} interferem pois co-precipitam com o cálcio na forma de $\text{Mg}(\text{OH})_2$; além disso, o indicador usado na complexometria é também adsorvido em $\text{Mg}(\text{OH})_2$, impedindo a observação da alteração de cor). A titulação deve ser feita imediatamente depois da adição da solução alcalina para evitar a deposição do CaCO_3 .

1.1. Escreva a equação química da reação que ocorre durante a titulação com $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$:

--

Procedimento para a determinação de cálcio

- Coloque a solução padrão de **EDTA** (concentração exata de $0,0443 \text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$) na bureta.
- Pipete 20 mL da amostra de água (**Water sample**) para um Erlenmeyer.
- Adicione 3 mL da solução NaOH $2 \text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$, usando a proveta.
- Adicione o indicador murexide com a espátula de forma a obter uma solução nitidamente cor-de-rosa.
- Rapidamente titule com o EDTA até o indicador mudar de cor-de-rosa para roxo.

1.2. Preencha a tabela 2.

Tabela 2

<i>Titulação de cálcio</i>	Nº da titulação			
Leitura Inicial da bureta, mL				
Leitura Final da bureta, mL				
Volume consumido, mL				

Volume considerado, _____ mL

Problema 2	Código do Estudante: BRA____	Questão	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Total
		Pontos	27	0	5	25	0	4	8	1	9	79

2. Calcule a dureza da amostra de água em mg/L de CaCO₃. Escreva o resultado obtido na tabela 4 (ver na questão 7).

Cálculos:

Medição do pH. Localize o medidor de pH no laboratório (ou pergunte ao assistente do laboratório).

- Coloque entre 70-90 mL da amostra de água num Erlenmeyer limpo.
- Remova a tampa protetora do medidor de pH (mantenha a tampa de forma a não derramar a solução nela contida).
- Lave o eletrodo com água destilada usando a pisseta (frasco lavador).
- Ligue o medidor de pH através do botão ON/OFF.
- Mergulhe o eletrodo na amostra de água e agite suavemente o Erlenmeyer.
- Coloque o Erlenmeyer na mesa e espere que o valor estabilize (não mais de 1 minuto).
- Leia e registre o valor do pH.
- Desligue o medidor de pH, lave o eletrodo com água destilada e recoloque-o na tampa protectora (em caso de haver fila passe o eletrodo ao estudante seguinte).

3.1. Escreva o valor de pH na tabela 4 (ver na questão 7).

3.2. Qual é forma do ácido carbônico predominante na sua amostra de água?

Confirme a sua escolha com cálculos e assinale o quadrado correspondente.

Nota. As constantes de dissociação do ácido carbônico são: $K_1 = 4,5 \times 10^{-7}$; $K_2 = 4,8 \times 10^{-11}$.

Cálculos:

Problema 2	Código do Estudante: BRA____	Questão	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Total
		Pontos	27	0	5	25	0	4	8	1	9	79

Carbonato Hidrogenocarbonato Ácido Carbônico

3.3. Escreva a equação iônica predominante da reação de titulação da amostra de água com HCl.

Determinação da alcalinidade total. Para obter o valor da alcalinidade total, a amostra de água deve ser titulada em relação ao H_2CO_3 . O indicador ácido-base usado é o alaranjado de metila (methyl orange), cuja mudança de cor é de amarelo para laranja, em um pH próximo de 4,5.

- a) Lave a bureta com água destilada e encha-a com a solução padrão de HCl (concentração exata de $0,0535 \text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$).
- b) Pipete 50,0 mL de amostra de água para um Erlenmeyer e adicione 3 gotas da solução de indicador (methyl orange).
- c) Se a solução estiver laranja antes da adição de ácido significa que a alcalinidade total é zero. Se a solução ficar amarela, titule com a solução padrão de ácido até notar a mudança de cor para laranja. Registre os volumes de titulante na tabela 3.

Problema 2	Código do Estudante: BRA____	Questão	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Total
		Pontos	27	0	5	25	0	4	8	1	9	79

4.1. Preencha a tabela 3.

Tabela 3

<i>Determinação da alcalinidade total</i>	N° da titulação			
Leitura Inicial da bureta, mL				
Leitura Final da bureta, mL				
Volume consumido, mL				

Volume considerado, _____ mL

4.2. Calcule a alcalinidade total (em mg/L de CaCO₃). Escreva o resultado obtido na tabela 4 (ver na questão 7).

Cálculos:

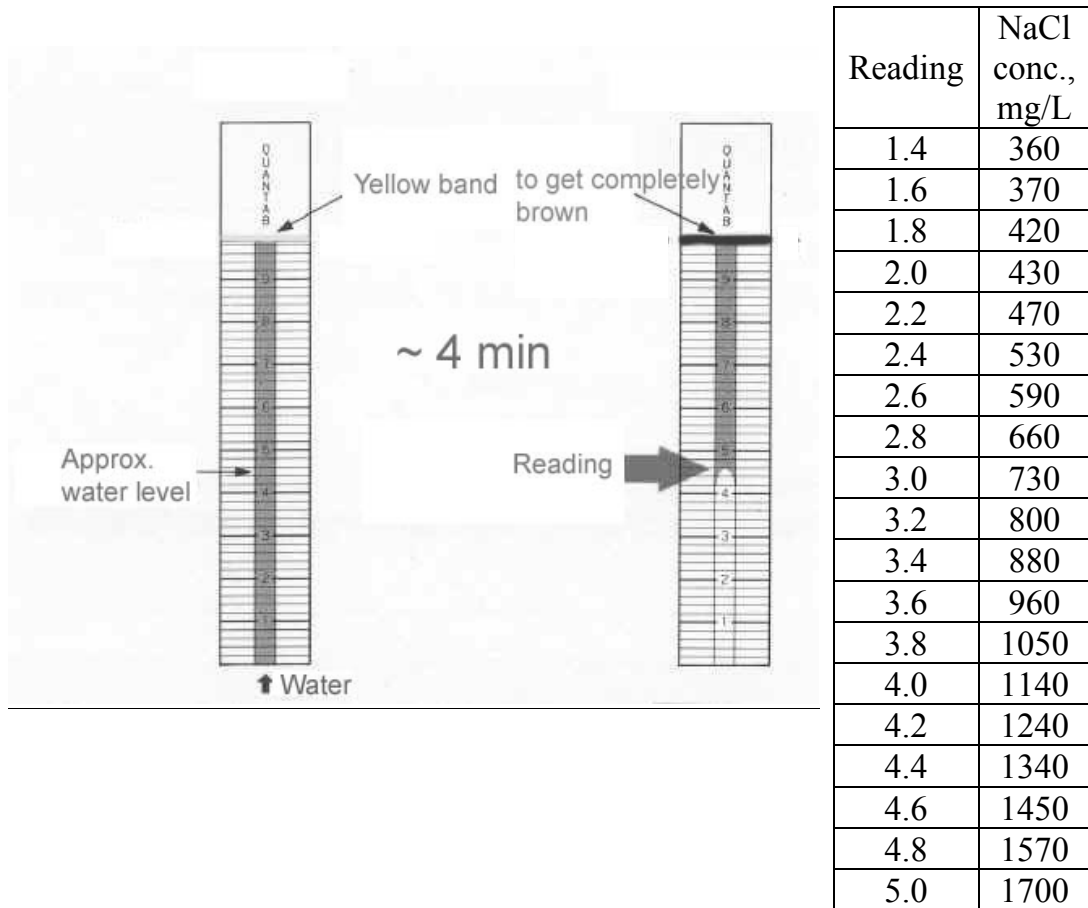
5. Medida da Temperatura. Leia a temperatura no termômetro colocado na mesa de uso comum e escreva o valor na tabela 4 (ver na questão 7).

6. Determinação de TDS na amostra de água com a fita de teste fornecida.

- Encha um béquer com a amostra de água até um nível de aproximadamente 3 cm de altura. Mergulhe a fita na amostra; certifique-se que a zona amarela no topo da fita está a cima do nível do líquido.
- Espere entre 3–4 min até que a zona amarela fique totalmente castanha. Faça a leitura do valor obtido com uma casa decimal, tal como se mostra na figura abaixo.
- Registre o valor:

Problema 2	Código do Estudante: BRA____	Questão	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Total
		Pontos	27	0	5	25	0	4	8	1	9	79

- d) Determine o valor da concentração de TDS da sua amostra expresso em NaCl (mg/L) usando a tabela que se encontra do lado direito da figura.
- e) Escreva o valor da concentração de NaCl na tabela 4 (ver na questão 7).



Problema 2	Código do Estudante: BRA____	Questão	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Total
		Pontos	27	0	5	25	0	4	8	1	9	79

7. Preencha completamente a tabela 4. Calcule o valor de LI e escreva o resultado na tabela 4. Considere os valores dos fatores como tendo uma precisão de 2 casas decimais.

Cálculos:

Tabela 4. Cálculo do LI da amostra de água

Número da amostra de água (Water Sample Number) _____					
CH, mg/L CaCO ₃	TA, mg/L CaCO ₃	<i>t</i> , °C	pH	TDS, mg/L NaCl	LI
FD	FA	FT		FTDS	

Questões Teóricas. Correção do “balanceamento” de água.

Se o valor de LI for significativamente diferente de zero é necessário ajustá-lo a zero.

Imagine que lhe é dada uma amostra de água de uma piscina que foi analisada por um procedimento igual ao que acabou de efetuar. Os resultados desta análise foram: CH = 550 mg/L, FD = 2,31, TA = 180 mg/L, FA=2,26, $t^\circ = 24^\circ\text{C}$, FT = 0,6; TDS = 1000 mg/L, FTDS = 12,1, pH = 7,9, LI = 0,97.

O responsável pela piscina recolhe várias amostras de 200 mL de água. A cada uma destas amostras adiciona 10 mL de uma solução 0,0100 mol.dm⁻³ dos reagentes [NaHCO₃, NaOH, NaHSO₄, CaCl₂, EDTA (sal dissódico di-hidratado) e HCl] (1 reagente por amostra).

Problema 2	Código do Estudante: BRA____	Questão	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Total
		Pontos	27	0	5	25	0	4	8	1	9	79

8. Determine se há depósito de CaSO_4 após a adição de NaHSO_4 .

Nota: O produto de solubilidade do CaSO_4 é 5×10^{-5} . Assuma que não se forma precipitado de CaCO_3 após a adição de qualquer uma das soluções acima referidas.

Cálculos:

Assinale a sua resposta Sim Não

Problema 2	Código do Estudante: BRA____	Questão	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Total
		Pontos	27	0	5	25	0	4	8	1	9	79

9. Preencha a tabela 5 indicando as alterações resultantes da adição de cada reagente às amostras de água (utilize “+” se espera que o fator aumente, “- “ se espera que o factor diminua, e “0” se não espera que ocorra alteração).

Tabela 5

Reagente	pH	FA	FD	FTDS	LI
NaHCO ₃					
NaOH					
NaHSO ₄					
CaCl ₂					
Na ₂ H ₂ Y					
HCl					

Substituição de material ou reagentes	Assinatura do Assistente de laboratório	Penalidade
_____	_____	_____
_____	_____	_____
_____	_____	_____

Problem 3	Código de estudante BRA _____	Quest.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Total
		Marks	3	2	0	27.5	5	0	19.5	4	1	64

Problema 3. Determinação da massa moléculas por viscosimetria (15 pontos)

O coeficiente de viscosidade é a medida da resistência de um fluido a escorrer. Pode ser determinada medindo a velocidade com que o líquido escorre através de um tubo capilar fino. A viscosidade de uma solução de um polímero aumenta com o aumento da concentração. A uma concentração constante, as interações solvente-polímero são mais fortes como consequência de uma maior expansão da estrutura polimérica e consequentemente aumenta a viscosidade. Considerando que a densidade de uma solução diluída do polímero é igual à do solvente, a viscosidade reduzida η_{red} da solução de polímero com uma concentração c (g/mL) é definida pela expressão:

$$\eta_{red} = \frac{t - t_0}{t_0 c} \quad [mL/g],$$

onde t e t_0 são os tempos de escoamento da solução e do solvente puro, respectivamente.

A viscosidade reduzida para soluções diluídas de polímeros depende da concentração de acordo com a expressão:

$$\eta_{red}(c) = [\eta] + kc,$$

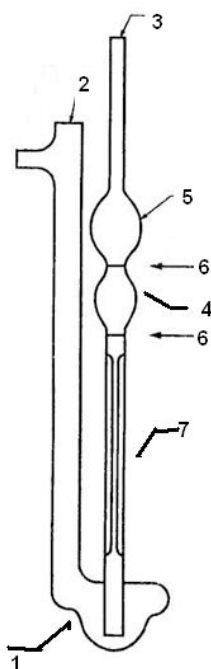
sendo k um factor (mL^2/g^2) e $[\eta]$ a viscosidade intrínseca (mL/g). A viscosidade intrínseca $[\eta]$ é determinada por extrapolação da viscosidade reduzida quando a concentração do polímero é zero. De um modo geral a viscosidade intrínseca está relacionada com a massa molecular M do polímero segundo a equação de Mark-Kuhn-Houwink:

$$[\eta] = KM^\alpha,$$

onde K e α são constantes para um par solvente-polímero específico, a determinada temperatura. Assim, M pode ser obtido através da equação de Mark-Kuhn-Houwink usando o valor determinado experimentalmente $[\eta]$ e os valores teóricos K e α .

Problem 3	Código de estudante BRA _____	Quest.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Total
		Marks	3	2	0	27.5	5	0	19.5	4	1	64

Como trabalhar com o viscosímetro



- | |
|---|
| <p>1 – Vaso coletor
 2, 3 – Tubos suplementares
 4 – Vaso de medida
 5 – Vaso coletor
 6 – Marcas de medição
 7 - Capilar</p> |
|---|

- Fixe o viscosímetro no suporte de forma que o tubo (3) fique na vertical e o vaso coletor (1) fique apoiado na bancada. Ajuste a garra o mais baixo possível.
- Através do tubo (2), coloque no vaso coletor (1) 10 mL do líquido a analisar, usando uma pipeta.
- Coloque a pera no topo do tubo (3) e sugue o líquido até ao vaso coletor (5) de forma a que o menisco do líquido fique 10 mm acima da marca superior (6) e evitando bolhas de ar no capilar (7) (estas podem causar erros experimentais significativos).
- Zere o cronômetro e remova pró-pipeta ou pera do tubo (3), o líquido começa a escorrer para o vaso coletor (1).
- Meça o **tempo de escoamento**: inicie (start) o cronômetro quando o menisco do líquido atingir a marca (6) superior e pare (stop) o cronômetro quando o menisco do líquido atingir a marca (6) inferior.

ATENÇÃO: Utilize o viscosímetro como muito cuidado!

Não há forma de substituir o viscosímetro se for quebrado!

Se quebrar o seu viscosímetro diga ao assistente de laboratório. Se isso acontece, pode tentar realizar a experiência usando a pipeta de 25 mL e um béquer.

Lave o viscosímetro três vezes com água da torneira e, depois, uma vez com água destilada antes de passar uma outra amostra de polímero. Não é necessário lavar o viscosímetro com a solução de polímero. O erro causado é desprezível.

NÃO é necessário preencher totalmente a tabela de respostas. Efetue os ensaios que achar necessários para ter uma média de valores precisa.

Procedimento

Problem 3	Código de estudante BRA _____	Quest.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Total
		Marks	3	2	0	27.5	5	0	19.5	4	1	64

Você recebeu um conjunto de soluções aquosas de polímeros (0,01 g/mL). Três das soluções de polímero P1-P4 são de poli(vinil) álcool, enquanto que a outra solução é de um poli(vinil)acetato hidrolisado, contendo cerca de 10% de unidades não hidrolisadas.

Não se sabe qual das soluções estoque P1-P4 é deste polímero. As massas moleculares dos polímeros P1-P4 estão indicadas na tabela que se segue.

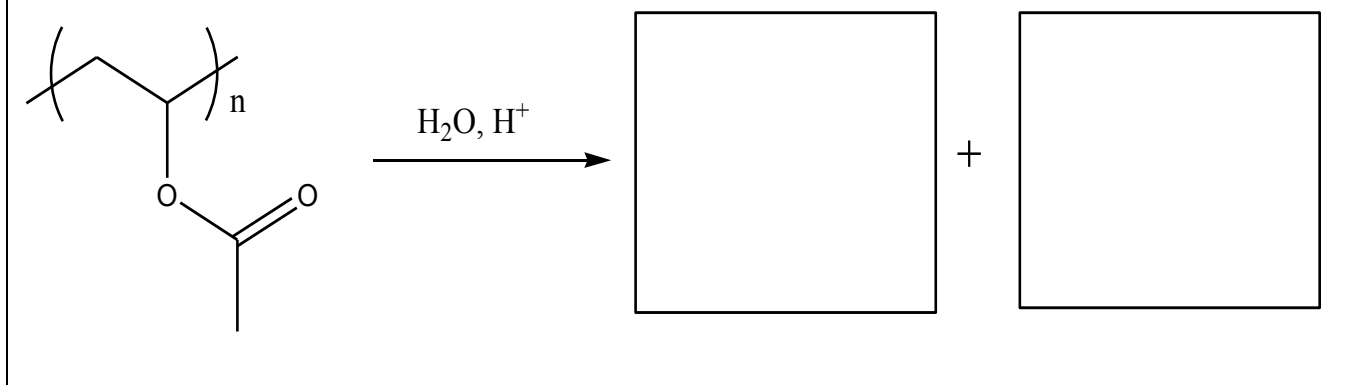
Massa molecular aproximada	Código da amostra
26650	P2
50850	P1
65300	P4
91900	P3

A amostra X é um poli(vinil) álcool de massa molecular desconhecida.

Nesta experiência você terá que identificar qual das soluções P1-P4 corresponde ao poli(vinil) acetato parcialmente hidrolisado e determinar a massa molecular do polímero X.

1. Complete o esquema abaixo, da reação da preparação do poli(vinil) álcool por hidrólise do poli(vinil) acetato.

Esquema da reação:



2. Escolha (assinale o box apropriado) o polímero que mostra interação mais forte com a água e compare as viscosidades das soluções aquosas dos polímeros poli(vinil) acetato total ou parcialmente hidrolisados. Considere que as concentrações das soluções e as massas moleculares dos polímeros são as mesmas

Poli(vinil) álcool

Poli(vinil) acetato parcialmente hidrolisado

Comparação das viscosidades:

η poli(vinil álcool) _____ η Poli(vinil acetato) parcialmente hidrolisado (coloque no espaço “<”, “>”, ou “≈”)

Problem 3	Código de estudante BRA _____	Quest.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Total
		Marks	3	2	0	27.5	5	0	19.5	4	1	64

3. Meça o tempo de escoamento do solvente puro (água destilada). NÃO é necessário preencher totalmente a tabela de respostas.

Valor considerado: _____ s

4. Meça o tempo de escoamento das soluções estoque P1-P4, e da amostra X. Calcule a viscosidade reduzida. NÃO é necessário preencher totalmente a tabela de respostas. Efetue os ensaios que achar necessários para ter uma média de valores precisa.

Amostra→	P2 (26650)	P1 (50850)	P4 (65300)	P3 (91900)	X
Tempo de escoamento, s					
Tempo de escoamento considerado:	_____ s	_____ s	_____ s	_____ s	_____ s

Cálculos:

Amostra→	P2 (26650)	P1 (50850)	P4 (65300)	P3 (91900)	X
----------	------------	------------	------------	------------	---

Problem 3	Código de estudante BRA _____	Quest.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Total
		Marks	3	2	0	27.5	5	0	19.5	4	1	64

viscosidade reduzida das soluções estoque dos polímeros, mL/g					
--	--	--	--	--	--

5. Assinale com um círculo, dentre as soluções P1-P2-P3-P4, aquela que correspondente a amostra de poli(vinil) acetato parcialmente hidrolisado. **Atenção:** Leve em conta as massas moleculares dos polímeros P1-P4 fornecidas.

P1	P2	P3	P4
----	----	----	----

NÃO UTILIZE ESTE POLÍMERO NA PARTE SEGUINTE DA EXPERIÊNCIA.

6. Para determinar os parâmetros da equação de Mark-Kuhn-Houwink e calcular a massa molecular do polímero desconhecido X, escolha e assinale com um círculo as duas soluções de poli(vinil) álcool com massas moleculares diferentes, mais apropriadas. Considere que o erro associado à determinação da viscosidade intrínseca não depende da massa molecular da amostra.

P1	P2	P3	P4
----	----	----	----

7. Utilizando o material de vidro apropriado para preparar soluções, prepare soluções diluídas das 3 amostras de polímeros de poli(vinil álcool) consideradas anteriormente, isto é, a amostra desconhecida X e os 2 polímeros escolhidos na questão 6 e calcule as viscosidades reduzidas correspondentes a cada um deles. No cálculo das concentrações das soluções diluídas, considere a densidade da solução de polímero igual à da água. Determine a viscosidade intrínseca para cada uma das soluções analisadas.

Entregue a folha de papel milimetrado identificada onde traçou o gráfico juntamente com o seu caderno de respostas. Nota: Se desejar traçar os gráficos referentes às diferentes amostras no mesmo papel milimetrado, assegure-se que está usando símbolos suficientemente diferentes entre si, para conjunto de dados.

NÃO é necessário preencher totalmente a tabela de respostas.

Problem 3	Código de estudante BRA _____	Quest.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Total
		Marks	3	2	0	27.5	5	0	19.5	4	1	64

Amostra: ____					
Concentração, g/mL:					
Solução estoque, mL					
Água, mL					
Tempo de escoamento, s:					
Tempo de escoamento considerado, s					
Viscosidade reduzida, mL/g					
Viscosidade Intrínseca $[\eta]$, mL/g					

Amostra: ____					
Concentração, g/mL:					
Solução estoque, mL					
Água, mL					
Tempo de escoamento, s:					
Tempo de escoamento considerado, s					
Viscosidade reduzida, mL/g					
Viscosidade Intrínseca $[\eta]$, mL/g					

Problem 3	Código de estudante BRA _____	Quest.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Total
		Marks	3	2	0	27.5	5	0	19.5	4	1	64

Amostra: ____					
Concentração, g/mL:					
Solução estoque, mL					
Água, mL					
Tempo de escoamento, s:					
Tempo de escoamento considerado, s					
Viscosidade reduzida, mL/g					
Viscosidade Intrínseca $[\eta]$, mL/g					

Sumário dos resultados experimentais (registre apenas os valores medidos).

Amostra→	P__	P__	X
Concentração (c), g/mL:	0,01	0,01	0,01
viscosidade reduzida (η_{red}), mL/g			
c (1ª diluição), g/mL:			
η_{red} , mL/g			
c (2ª diluição), g/mL:			
η_{red} , mL/g			
c (3ª diluição), g/mL:			
η_{red} , mL/g			
c (4ª diluição), g/mL:			
η_{red} , mL/g			
c (5ª diluição), g/mL:			
η_{red} , mL/g			

8. Escreva a equação que você vai usar para determinar as constantes K e α .

Problem 3	Código de estudante BRA _____	Quest.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Total
		Marks	3	2	0	27.5	5	0	19.5	4	1	64

Determine os valores de K e α para a solução aquosa de poli(vinil) álcool.

$K =$ _____ mL/g	$\alpha =$ _____
------------------	------------------

9. Usando os valores de K e α obtidos e a viscosidade intrínseca da solução da amostra X, calcule a massa molecular do polímero X. Se não conseguir determinar K e α , use $K = 0,1$ mL/g e $\alpha = 0,5$.

Cálculos:

M (X) = _____

Substituição de material ou reagentes	Assinatura do assistente de laboratório	Penalidade
Viscosímetro quebrado	_____	_____
_____	_____	_____
_____	_____	_____