



Washington, D.C. • USA



Practical Examination

44th International
Chemistry Olympiad

July 24, 2012

United States
of America

Instruções (Tarefa 1)

- O caderno da tarefa 1 desta prova e respectivas folhas de resposta é constituído por 10 páginas.
- Tem 15 minutos para ler esta prova antes de iniciar a realização das experiências.
- Tem **2 horas e 15 minutos** para completar esta **tarefa 1**.
- Inicie a prova apenas quando a ordem **START** for dado. Deve parar imediatamente o seu trabalho quando a ordem **STOP** for dada. Um atraso de 5 minutos resultará na sua desclassificação nesta prova. Após a **ordem STOP** ser dada, **espere junto da sua bancada de trabalho**. O responsável do laboratório irá verificar o seu espaço na bancada. **Deverá deixar** na sua bancada:
 - O caderno da tarefa/ resposta (este caderno)
- É esperado que siga as **regras de segurança** apresentadas no regulamento da IChO. Enquanto estiver no laboratório, deve usar **óculos de segurança** ou os seus óculos se tiverem sido aprovados. Deverá usar **luvas** quando mexer em produtos químicos.
- Receberá apenas **1 aviso** do responsável do laboratório se infringir as regras de segurança. Na segunda infracção das regras será mandado embora do laboratório e terá zero pontos na prova prática.
- Não hesite em perguntar a um responsável pelo laboratório se tiver alguma questão relativa a questões de segurança ou se precisar sair do laboratório.
- Só lhe é permitido trabalhar no espaço que lhe está reservado.
- Utilize apenas a esferográfica/caneta fornecida, e não o lápis, para responder às perguntas.
- Utilize a calculadora que lhe foi fornecida.
- Todos os resultados deverão ser escritos na área que lhe está reservada nas folhas de resposta. Tudo o que estiver escrito fora dessa área não será corrigido/contabilizado. Utilize o verso das folhas se necessitar de folha de rascunho.
- Utilize o recipiente etiquetado como “**Used Vials**” para colocar os restos dos porta amostras fechados com as soluções da reação.
- Utilize o recipiente etiquetado como “**Liquid Waste**” para colocar restos de solução
- Utilize o recipiente etiquetado como “**Broken Glass Disposal**” para colocar os fragmentos de vidro da ampola.
- Produtos químicos ou material de laboratório **serão fornecidos** sem qualquer penalização apenas uma vez exceto no caso da acetona- d_6 (ver pág. 6). Cada pedido adicional resultará numa **perda de 1 ponto** dos 40 pontos destinados à prova prática.
- Pode pedir a versão oficial em Inglês desta prova que está disponível apenas para clarificação.

Reagentes e Equipamento (Tarefa 1)

Reagentes (o rótulo real é o indicado a negrito)

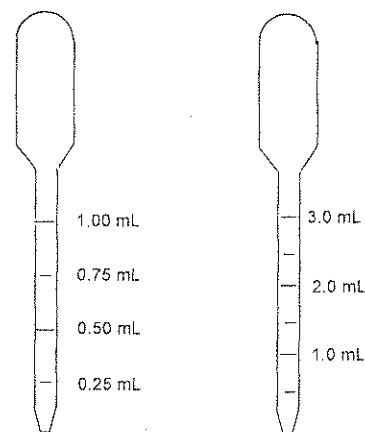
	Frases de Risco ⁺	Frases de Segurança ⁺
~2 M HCl, * solução aquosa, frasco com 50 mL	R34, R37	S26, S45
~0.01 M KI ₃ , * solução aquosa, frasco com 10 mL, etiquetado "I ₂ ".		
Acetona, (CH ₃) ₂ CO, M = 58,08 g mol ⁻¹ , densidade = 0,791 g mL ⁻¹ , frasco com 10,0 mL	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26
Acetona-d₆ , (CD) ₂ CO, M = 64,12 g mol ⁻¹ , densidade = 0,872 g mL ⁻¹ , ampola de 3,0 mL	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26

⁺ Ver página 3 o significado das frases de Risco e Segurança.

* A concentração exata e a indicada na etiqueta do frasco.

Material no - Kit #1

- Um frasco de vidro com água destilada
- Quinze frascos porta-amostras de 20 mL com rolha de rosca verde em Teflon
- Dez pipetas de plástico de 1 mL graduadas em incrementos de 0,25 mL (ver desenho à direita).
- Dez pipetas de plástico de 3 mL graduadas em incrementos de 0.50 mL (ver desenho à direita).
- Um cronómetro digital (stopwatch)



Nome:

Código: PRT

Frases de Risco e de Seguranças (Tarefa 1)

R11 Altamente inflamável

R34 Causa queimaduras

R36 Irritante para os olhos

R37 Irritante para as vias respiratórias

R66 Exposição repetida pode causar secura da pele ou gretas

R67 Vapores podem causar sonolência e tonturas

S9 Mantenha o recipiente em local bem ventilado

S16 Manter longe de fontes de ignição

S26 Em caso de contacto com os olhos, lavar imediatamente com água abundante e consultar o médico

S45 Em caso de acidente ou se se sentir mal, consultar um médico imediatamente.

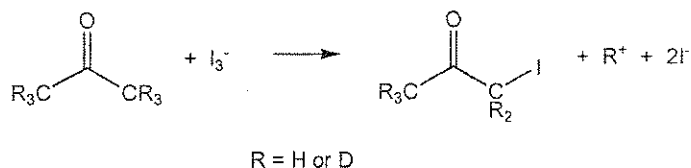
Tarefa 1**18% do total**

a	b	c	d	e	f	g	Tarefa 1	18%
10	2	10	12	16	12	8	70	

Cinética, Efeito Isotópico e Mecanismo de Iodação da Acetona

O conhecimento dos mecanismos das reações químicas motivam avanços quer na síntese quer em catálise. Uma poderosa ferramenta para investigar os mecanismos da reação é o estudo da sua cinética porque o modo como a velocidade da reação varia em função das condições da reação, depende diretamente do mecanismo da reação. Uma segunda ferramenta importante é o estudo da substituição isotópica em moléculas. Apesar dos isótopos apresentarem reatividade semelhante a diferença na massa nuclear provoca pequenas alterações na velocidade da reação.

Nesta tarefa vai usar estes efeitos cinéticos e isotópicos para conseguir ter informação sobre o mecanismo de iodação da acetona em meio ácido:



A reação ocorre segundo a seguinte lei da velocidade

$$\text{Velocidade} = k[\text{acetona}]^m[\text{I}_3^-]^n[\text{H}^+]^p$$

onde a constante da velocidade k e os valores da ordem da reação m , n , e p são para ser determinados por si. Também irá comparar a reatividade da acetona com a da acetona- d_6 deuterada, onde os seis átomos de hidrogénio (^1H) foram substituídos por deutério (^2H , D), com o objectivo de determinar o efeito isotópico ($k_{\text{H}}/k_{\text{D}}$) da reação. Através destes dados deverá tirar conclusões sobre o mecanismo desta reação.

Leia atentamente todo o procedimento desta tarefa e planifique o seu trabalho antes de começar.

Procedimento

A velocidade de uma reação depende da temperatura. Registe aqui a temperatura do seu laboratório (solicite o valor a um responsável):

°C

Instruções para o uso do cronómetro digital (stopwatch)

- (1) Carregue na tecla [MODE] até aparecer COUNT UP no visor.
- (2) Para iniciar a contagem do tempo, carregue na tecla [START/STOP].
- (3) Para parar a contagem, carregue novamente na tecla [START/STOP].
- (4) Para voltar ao zero no visor, carregue na tecla [CLEAR].

Procedimento Geral

Meça os volumes de ácido clorídrico, água destilada e da solução de tri-iodeto de potássio (frasco etiquetado como “I₂”) que escolheu para um dos frascos porta-amostras. As concentrações iniciais dos reagentes na mistura reacional devem estar entre os valores abaixo indicados (não necessita de explorar toda a gama de valores, mas os seus valores não deve estar fora dos intervalos dados):

[H⁺]: Entre 0,2 e 1,0 M

[I₃⁻]: Entre 0,0005 e 0,002 M

[acetona]: Entre 0,5 e 1,5 M

Para iniciar a reação, adicione o volume escolhido de acetona ao porta-amostra contendo os outros reagentes. Rapidamente tape o porta-amostras, inicie a contagem do tempo, agite-o vigorosamente e coloque-o sobre uma superfície branca. Registe os volumes de reagentes que escolheu na tabela fornecida na alínea a. A partir do momento que iniciar a reação não toque ou segure no porta-amostras na zona do líquido. O progresso da reação pode ser detectado visualmente pelo desaparecimento da cor amarela-acastanhada do ião tri-iodeto. Registe o tempo necessário para que a cor desapareça. Quando a reação estiver completa coloque o porta-amostra de lado e deixe-o fechado para que não fique exposto aos vapores de iodoacetona.

Repita as vezes que considerar necessárias usando diferentes concentrações de reagentes. Registe os valores das concentrações de reagentes que usou na tabela da alínea c.

Nota: altere uma concentração de cada vez.

Nome:

Código: PRT

Uma vez estudada a velocidade da reação da acetona deve fazer o mesmo para estudar a velocidade da reação da acetona- d_6 . Note que no caso da acetona- d_6 só tem disponíveis 3,0 mL devido ao facto dos reagentes isotopicamente marcados serem muito caros. Consequentemente, no caso de necessitar de mais acetona- d_6 será penalizado com 1 ponto. **Quando necessitar de usar este reagente, levante a mão e um responsável do laboratório irá abrir a sua ampola.** As reações de compostos deuterados são geralmente mais lentas do que as dos compostos substituídos apenas por hidrogénio. Assim, quando trabalhar com $(CD_3)_2CO$ deve usar as condições reacionais que promovem a reação mais rápida.

Quando terminar o trabalho:

- a) Esvazie a garrafa de água e coloque-a juntamente com todo o material não utilizado na caixa etiquetada “Kit #1”;
- b) Coloque as pipetas e os porta-amostras usados nos recipientes apropriados que se encontram nas hottes;
- c) Utilize o recipiente etiquetado “**Broken Glass Disposal**” para colocar os restos de vidro da ampola.

Pode arrumar e limpar a sua área de trabalho depois de ter sido dado a ordem de STOP.

Nome:

Código: PRT

a. Registe na tabela seguinte os resultados da experiência com a acetona, $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$. *Não é necessária efetuar experiências para preencher totalmente a tabela.*

Exp. #	Volume solução HCl, mL	Volume H_2O , mL	Volume solução I_3^- , mL	Volume $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$, mL	Tempo até ao desaparecimento do I_3^- , s
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					

Exp- experiência

b. Registe na tabela seguinte os resultados da experiência com a acetona- d_6 , $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$. *Não é necessária efetuar experiências para preencher totalmente a tabela.*

Exp. #	Volume solução HCl, mL	Volume H_2O , mL	Volume solução I_3^- , mL	Volume $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$, mL	Tempo até ao desaparecimento do I_3^- , s
1d					
2d					
3d					
4d					

c. Utilize a tabela seguinte para registar as concentrações e as velocidades calculadas para as reações que estudou. Assuma que o volume de cada mistura reacional é igual à soma dos volumes dos seus constituintes. **Não necessita de usar todas as experiência que realizou para calcular o valor de k (partes e e f) mas deve indicar que experiência ou experiências que usou nos seus cálculos. Para tal assinale na coluna da direita e na caixa respectiva a(s) experiência(s) que utilizou para efetuar os cálculos.**

Nome:

Código: PRT

(CH₃)₂CO:

Exp #	Concentração Inicial [H ⁺], M	Concentração Inicial [I ₃ ⁻], M	Concentração Inicial [(CH ₃) ₂ CO], M	Velocidade de desaparecimento do I ³⁻ , M s ⁻¹	Experiência utilizada nos cálculos de k _H ?	
					Sim	Não
1					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
2					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
3					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
4					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
5					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
6					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
7					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
8					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

(CD₃)₂CO:

Exp #	Concentração Inicial [H ⁺], M	Concentração Inicial [I ₃ ⁻], M	Concentração Inicial [(CD ₃) ₂ CO], M	Velocidade de desaparecimento do I ³⁻ , M s ⁻¹	Experiência utilizada nos cálculos de k _D ?	
					Sim	Não
1d					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
2d					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
3d					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
4d					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

d. Indique os valores da ordem de reação para a acetona, tri-iodito e ião hidrogénio.

$$\text{velocidade} = -\frac{d[I_3^-]}{dt} = k[(CH_3)_2CO]^m [I_3^-]^n [H^+]^p$$

$m =$	$n =$	$p =$
-------	-------	-------

e. Calcule a constante de velocidade k_H da reação da acetona, (CH₃)₂CO, e indique as suas unidades.

$k_H =$

f. Calcule a constante de velocidade k_D da reação da acetona- d_6 , $(CD_3)_2CO$, e calcule o valor da razão de k_H/k_D (o efeito isotópico da reação).

$k_D =$

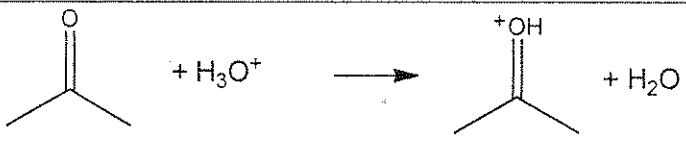
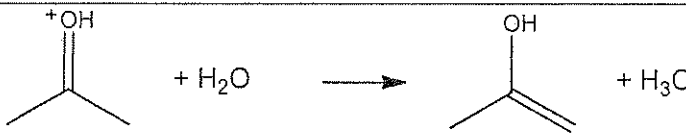
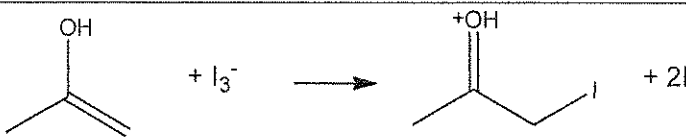
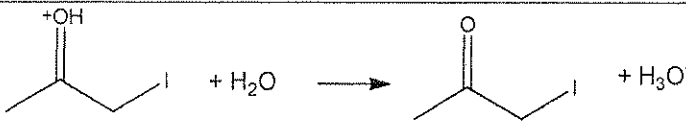
$k_H/k_D =$

Nome:

Código: PRT

g. Através dos dados da cinética e do efeito isotópico podem ser tiradas conclusões sobre o mecanismo desta reação. Em baixo é proposto um mecanismo possível para a iodação da acetona. Uma das reações é o passo limitante da velocidade da reação (R.D.S).

Na tabela em baixo, na coluna “R.D.S consistente com a lei da velocidade” à frente de cada equação marque com (✓) se a lei de velocidade obtida experimentalmente (parte d) é **consistente** com esse passo ser o limitante da reação e marque com um (X) se a lei de velocidade obtida experimentalmente **não é consistente** com esse passo ser o limitante. Na coluna “R.D.S consistente com o efeito isotópico” marque com (✓) se as medidas do efeito isotópico obtidas experimentalmente (parte f) são **consistentes** com esse passo ser o limitante da reação e marque com um (X) se o efeito isotópico obtido experimentalmente **não é consistente** com esse passo ser o limitante

	R.D.S. consistente com a lei da velocidade?	R.D.S consistente com o efeito isotópico?
		
		
		
		

Instruções (Tarefa 2)

- O caderno com a tarefa 2 e respetivas folhas de resposta é constituído por 13 páginas.
- Tem 15 minutos para ler esta parte da prova antes de iniciar a realização das experiências.
- Tem **2 horas 45 minutos** para completar esta **Tarefa 2**. Ao planear o seu trabalho tenha em atenção que um dos passos requer 30 minutos.
- Inicie a prova apenas quando a ordem **START** for dada. Deve parar imediatamente o seu trabalho quando a ordem **STOP** for dada. Um atraso de 5 minutos resultará na sua desclassificação nesta prova. Após a **ordem STOP** ser dada, **espere junto da sua bancada de trabalho**. O responsável do laboratório irá verificar o seu espaço na bancada. **Deverá deixar** na sua bancada os seguintes itens:

O caderno da tarefa/ resposta (este caderno)

A placa de TLC dentro do saco de plástico com fecho e etiquetado com o seu código.

O porta-amostras etiquetado com “Product”

- É esperado que siga as **regras de segurança** apresentadas no regulamento da IChO. Enquanto estiver no laboratório, deve usar **óculos de segurança** ou os seus óculos se tiverem sido aprovados. Use a pompete fornecida. Deverá usar **luvas** quando mexer em produtos químicos.
- Receberá apenas **1 aviso** do responsável do laboratório se infringir as regras de segurança. Na segunda infracção das regras será mandado embora do laboratório e terá zero pontos na prova prática.
- Não hesite em perguntar a um responsável pelo laboratório se tiver alguma questão relativa a questões de segurança ou se precisar sair do laboratório.
- Só lhe é permitido trabalhar no espaço que lhe está reservado.
- Utilize apenas a esferográfica/caneta fornecida, e não o lápis, para responder às perguntas.
- Utilize a calculadora que lhe foi fornecida.
- Todos os resultados deverão ser escritos na área que lhe está reservada nas folhas de resposta. Tudo o que estiver escrito fora dessa área não será corrigido/contabilizado. Utilize o verso das folhas como folha de rascunho.
- Utilize o recipiente etiquetado como “**Broken Glass Disposal**” para colocar os frascos porta-amostra usados.
- Utilize o **recipiente** etiquetado como “**Liquid Waste**” para colocar os restos das soluções
- Produtos químicos ou material de laboratório **serão fornecidos** sem qualquer penalização apenas uma vez. Cada pedido adicional resultará numa **perda de 1 ponto** dos 40 pontos destinados à prova prática.
- Pode pedir a versão oficial em Inglês desta prova que está disponível apenas para clarificação.

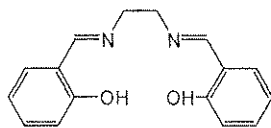
Reagentes e Equipamento (Tarefa 2)

Reagentes e material (o rótulo real é o indicado a negrito)

	Frase de Risco ⁺	Frase de segurança ⁺
(salen)H₂ , ^a ~1,0 g ^b no porta-amostras	R36/37/38	S26 S28A S37 S37/39 S45
Mn(OOCCH₃)₂ 4H₂O , ~1,9 g ^b no porta-amostras	R36/37/38 R62 R63	S26 S37/39
Lithium chloride solution , 12 mL de solução a 1M de cloreto de lítio (LiCl) em etanol	R11 R36/38	S9 S16 S26
Ethanol (Etanol), frasco com 70 mL	R11	S7 S16
Acetona, (CH₃)₂CO , frasco com 100 mL	R11 R36 R66 R67	S9 S16 S26
(salen*)MnCl_x , ^c frasco com ~32 mL de uma solução a ~3,5 mg/mL ^b		
KI ₃ , solução aquosa a ~0.010 M ^b rotulado "I ₂ ", frasco com 50 mL		
Ascorbic Acid (ácido ascórbico), solução aquosa a ~0,030 M ^b , frasco com 20 mL		
1% Starch (1% amido), solução aquosa, frasco com 2 mL		
TLC plate (placa de TLC)– um placa de TLC de sílica 5 cm × 10 cm numa bolsa de plástico com fecho.		

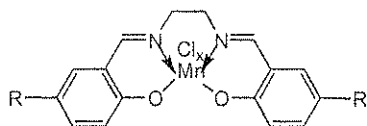
⁺ Ver na página 5 o significado das frases de Risco e Segurança.

^a (salen)H₂:



^b O valor exato está indicado no rótulo/etiqueta.

^c (salen*)MnCl_x (os dois grupos R são iguais e podem ser H, COOH ou SO₃H):



Nome:

Código: PRT

Equipamento

Uso Comum:

- Balança
- Dois **suportes** com **garras** localizados na hotte, marcados com o código da bancada (#16)
- Uma **placa de aquecimento com agitação**
- Uma **régua de 300 mm**
- Um **lápiz**

Kit #2:

- Dois Erlenmeyers de 250 mL
- Uma **proveta** de 50 mL
- Uma **barra magnética de 20 mm**
- Um **funil de porcelana (funil de Hirsch)**
- **Papel de filtro** circular para o funil de Hirsch e para a câmara de TLC
- Um **kitasato de 125 mL para filtração a vácuo**
- Um **adaptador de borracha** para o kitasato
- Um **recipiente de plástico para banho de gelo** de 0,5 L
- Uma **vareta**
- Duas pipetas de plástico de 1 mL (veja desenho à direita)
- Uma **espátula de plástico**
- Um **porta-amostras vazio de 4 mL** rotulado "Product" para o produto da reação



Kit #3:

- Três porta-amostras pequenos (para preparar as soluções de TLC)
- Dez **tubos capilares (100 mm)** para aplicação na placa de TLC
- Um **vidro de relógio** (para a câmara de TLC)
- Um **copo de 250 mL** para usar como câmara de TLC

Kit #4:

- Uma **bureta 25 mL** montada e devidamente lavada, pronta a ser usada
- Um pequeno **funil de plástico**
- Quarto Erlenmeyers de 125 mL
- Uma **pompete para pipetar**
- Uma **pipeta volumétrica de 10 mL**
- Uma **pipeta volumétrica de 5 mL**

Frases de Risco e de Segurança (Tarefa 2)

R11 Altamente inflamável

R36/37/38 Irritante para os olhos, vias respiratórias e pele

R62 Pode aumentar o risco de infertilidade

R63 Pode causar danos no feto

R66 Exposição repetida pode causar secura ou gretas na pele

R67 Vapores podem causar sonolência e tonturas

S7 Manter o frasco bem fechado

S9 Manter o frasco em local bem ventilado

S16 Manter longe de fontes de ignição

S26 Em caso de contacto com os olhos, lavar imediatamente com água abundante e consultar o médico.

S28A Em caso de contacto com a pele, imediatamente lavar abundantemente com água.

S37 Calçar luvas apropriadas.

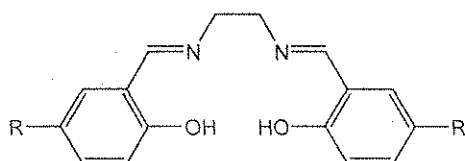
S37/39 Calçar luvas apropriadas e utilizar proteção apropriada para os olhos e face

S45 Em caso de acidente ou se se sentir mal, consultar um médico imediatamente

Tarefa 2**22% do Total****Síntese de um complexo de “Salen”-Mangânês e Determinação da sua Fórmula**

A	B-i	B-ii	C-i	C-ii	Tarefa 2	22%
10	15	4	4	2	35	

Os complexos de metais de transição do bloco 3d com o ligando bis(salicilideno)etilenodiamina (salen) têm mostrado ser eficientes catalisadores em várias reações de oxidação-redução de síntese orgânica.



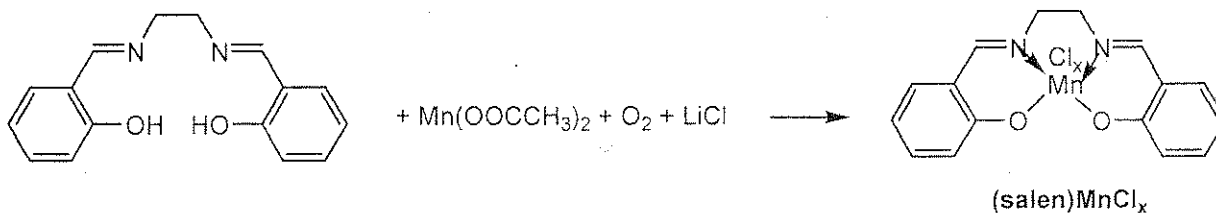
(salen) H_2 , R = H

(salen*) H_2 , R = H, COOH, or SO₃H

A capacidade do ligando de salen estabilizar altos estados de oxidação de elementos do bloco 3d é importante em química. Em particular, compostos de mangânês com estados de oxidação de +2 a +5 podem ser gerados, dependendo das condições reacionais, quando os complexos salen-mangânês são preparados. Nesta tarefa é-lhe pedido que prepare um complexo “salen”-mangânês por reação de (salen) H_2 com acetato de Mn(II) em etanol, ao ar e na presença de cloreto de lítio. Nestas condições, pode obter um complexo de fórmula (salen)MnCl_x, onde x = 0, 1, 2 ou 3.

Vai necessitar de: i) determinar a massa do produto, ii) caracterizar a pureza por cromatografia em camada fina (TLC) do produto e iii) determinar o estado de oxidação do metal no complexo usando uma titulação de oxidação-redução (iodometria). Para a titulação de oxidação-redução é-lhe fornecida uma solução de um complexo análogo ao preparado por si, (salen*)MnCl_x, onde o mangânês tem o mesmo estado de oxidação que o seu produto o substituinte R do anel benzénico pode ser H, COOH ou SO₃H.

Leia com atenção toda a descrição desta tarefa e planifique o seu trabalho antes de começar. Algumas das operações terão que ser efetuadas em simultâneo para conseguir completar a tarefa dentro do tempo.

Procedimento:**A. Síntese do (salen)MnCl_x**

- 1) Coloque 2-3 cristais do (salen)H₂, no porta-amostra pequeno, para ser usado mais tarde, no TLC.
- 2) Transfira a amostra fornecida de ~1,0-g de (salen)H₂ para um Erlenmeyer de 250 mL onde previamente colocou a barra magnética. Adicione 35 mL de etanol.
- 3) Coloque o erlenmeyer na placa de aquecimento e aqueça mantendo uma agitação constante até que o sólido se dissolva (normalmente, a dissolução é completa quando o etanol está próximo de entrar em ebulição). Nessa altura, baixe a temperatura de aquecimento por forma a manter a mistura quente mas ligeiramente abaixo do ponto de ebulição. Não ferva a mistura, para que o gargalo do Erlenmeyer se mantenha suficientemente frio. Se contudo, estiver muito quente para segurar com as mãos utilize uma toalha de papel dobrado.
- 4) Retire o erlenmeyer da placa de aquecimento e adicione-lhe a amostra de ~1.9 g de Mn(OAc)₂·4H₂O. A solução ficará com uma cor castanha-escura. Volte a colocar, imediatamente, o erlenmeyer na placa de aquecimento e continue a aquecer e a agitar durante 15 minutos Não ferva a mistura, para que o gargalo do Erlenmeyer se mantenha suficientemente frio.
- 5) Retire o erlenmeyer da placa de aquecimento e adicione-lhe a solução de LiCl 1M em etanol (12 mL, é um excesso) e volte a colocar o erlenmeyer na placa de aquecimento e continue o aquecimento e a agitação por mais 10 minutos. Não ferva a mistura, para que o gargalo do Erlenmeyer se mantenha suficientemente frio.
- 6) Após este período retire o erlenmeyer da placa de aquecimento, e coloque-o num banho de gelo, para cristalizar durante 30 min. A cada 5 min “raspe” suavemente as paredes internas do erlenmeyer abaixo do nível de líquido, com a vareta de vidro a fim de acelerar a cristalização de (salen)MnCl_x. Os primeiros cristais podem aparecer imediatamente com o arrefecimento ou após um período de 10 a 15 minutos.
- 7) Utilize a linha de vácuo localizada dentro da hotte (a válvula está etiquetada com a palavra "vácuo") e por sucção filtre o sólido formado usando o funil de Hirsch e o kitasato. Utilize a pipeta de plástico para lavar o sólido com algumas gotas de acetona mantendo a sucção e deixe-o sob sucção durante mais 10-15 min para secar bem.
- 8) Transfira o sólido obtido para o porta-amostras etiquetado como “Product”, previamente pesado e determine a massa do sólido obtido, *m_p*. Registe o valor no espaço apropriado no do quadro. Escreva também as massas dos reagentes utilizados na síntese: (salen)H₂, *m_S*, e Mn(OOCCH₃)₂·4H₂O, *m_{Mn}*.
- 9) Coloque o porta-amostra com o seu produto no saco de plástico fornecido.

Nome:

Código: PRT

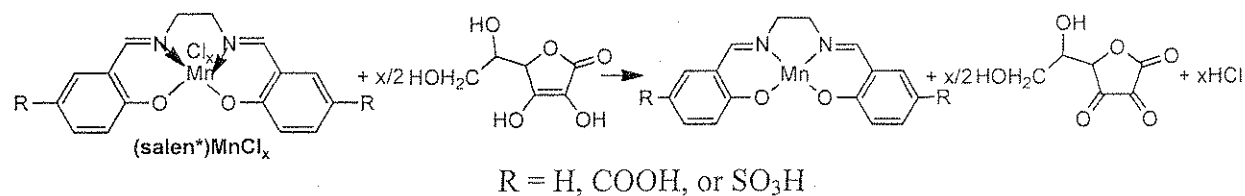
Massa do porta-amostra etiquetado com a palavra "product", vazio: _____ g

Massa do porta-amostra contendo o seu produto seco, _____ g

Massa do produto obtido, m_p : _____ g

Massa de amostra de $(\text{salen})\text{H}_2$ fornecida (copie do rótulo), m_S : _____ g

Massa da amostra de $\text{Mn}(\text{OOCCH}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ fornecida (copie do rótulo), m_{Mn} : _____ g

B. Análise volumétrica da amostra fornecida de (salen*)MnCl_x**Instruções de utilização da pompete**

- 1) Coloque a pompete na pipeta
- 2) Aperte bem o bolbo da pompete
- 3) Aperte o local da seta para cima para sugar a solução para dentro da pipeta
- 4) Aperte o local da seta para abaixo para despejar a solução contida na pipeta para o erlenmeyer.

Nota: As pipetas e a bureta estão prontas a serem utilizadas não sendo necessário lavá-las com as soluções.

- 1) Pipetar 10,00 mL da solução de (salen*)MnCl_x fornecida para um Erlenmeyer de 125 mL.
- 2) Adicione 5,00 mL de solução de ácido ascórbico à solução anterior, agite bem e deixe repousar a solução durante 3 a 4 minutos.
- 3) Para evitar a oxidação do ácido ascórbico com O₂, não atrase muito a realização da titulação. Titule com a solução de KI₃ usando 5 gotas de uma solução de amido a 1% como indicador. A cor azul ou azul-esverdeada, ponto final da titulação deve manter-se durante, pelo menos, 30 segundos.
- 4) Se o tempo permitir, repita a titulação mais 1 ou 2 vezes para melhorar a precisão da sua determinação.
- 5) Registe os resultados da sua(s) titulação(ões) na tabela seguinte:

#	Volume inicial da solução de KI ₃ , mL	Volume final da solução de KI ₃ , mL	Volume da solução de KI ₃ gasto, mL
1			
2			
3			

Nome:

Código: PRT

i. Indique o volume em mL (seleccionado ou a média) da solução de KI_3 gasta e que utilizará no cálculo da massa molar de $(salen^*)MnCl_x$:

Volume da solução de KI_3 usada nos cálculos: _____ mL

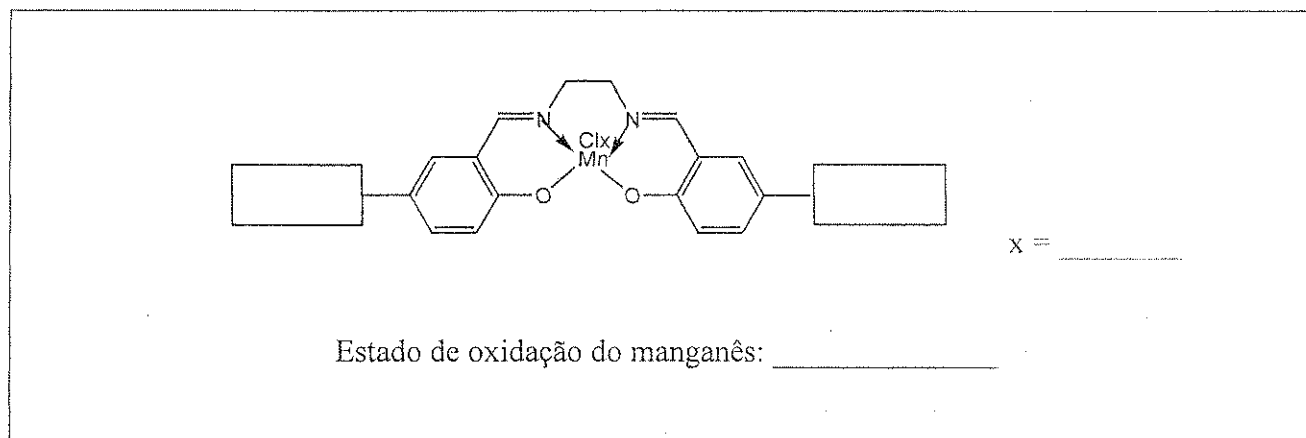
Concentração da solução de $(salen^*)MnCl_x$ (lido no rótulo do frasco): _____ mg/mL

Concentração da solução de ácido ascórbico (lido no rótulo do frasco): _____ M

Nome:

Código: PRT

ii. Através dos dados de titulação e os dados da tabela abaixo, deduza o valor de x , o estado de oxidação do manganês e identifique o substituinte R do ligando “salen” ($R = H, COOH, SO_3H$). Registe esses dados nos locais respectivos do quadro abaixo:



R	x	(Massa molar teórica)/x, g/mol
H	1	357
H	2	196
H	3	143
COOH	1	445
COOH	2	240
COOH	3	172
SO ₃ H	1	517
SO ₃ H	2	276
SO ₃ H	3	196

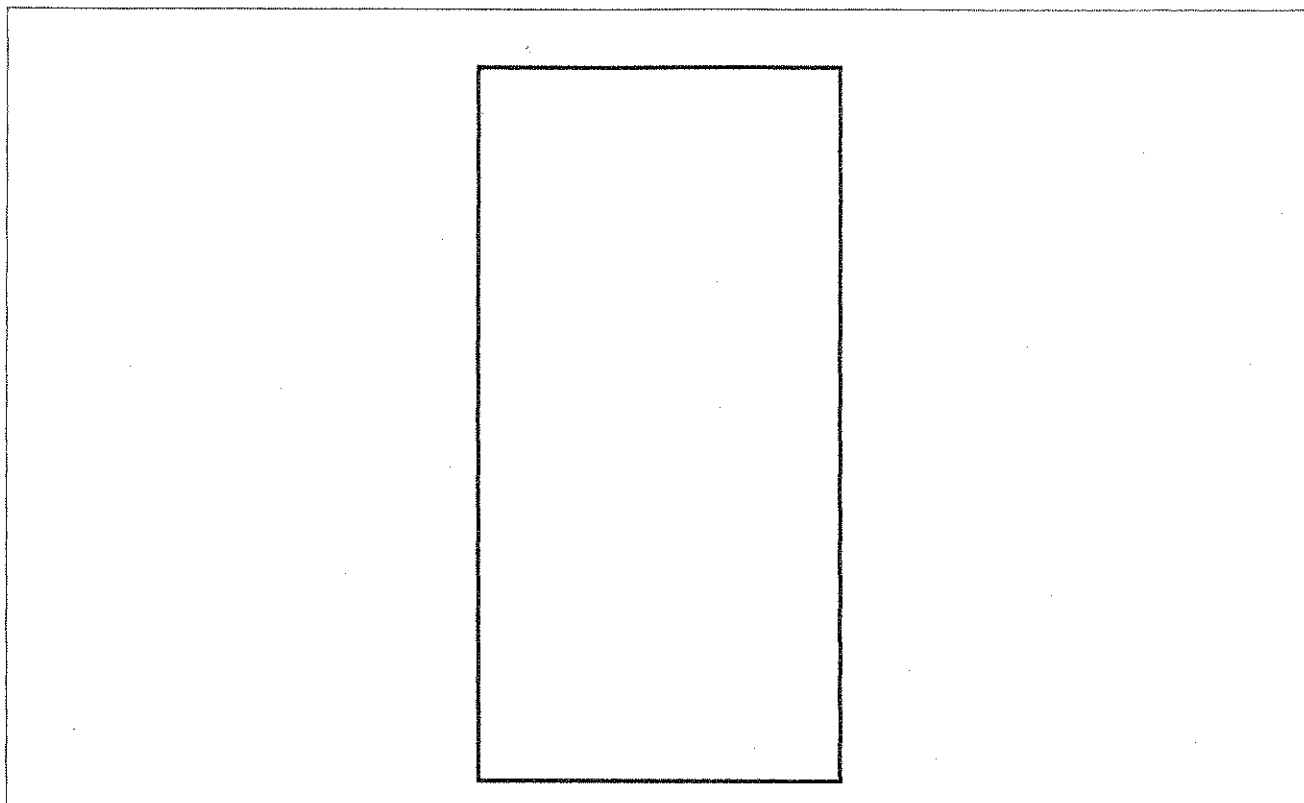
C. Caracterização do complexo (salen)MnCl_x por TLC

- 1) Dissolva num porta-amostras alguns cristais do complexo (salen)MnCl_x que preparou usando algumas gotas de etanol adicionadas com uma das pipetas de plástico.
- 2) Dissolva os cristais de (salen)H₂ que anteriormente colocou no porta-amostras também com algumas gotas de etanol.
- 3) Se necessário, use uma tesoura (pedir ao responsável do laboratório) para cortar a placa de TLC com a altura adequada para a câmara de TLC fornecida (copo).
- 4) Rodeie a parede interior do copo com o papel de filtro maior. Isto é necessário para saturar a câmara de cromatografia com vapor de etanol. Humedeça o papel de filtro com o etanol e cubra o fundo do copo com uma camada de 3 a 4 mm de etanol. Tape o copo com vidro de relógio.
- 5) Assinale o ponto de aplicação.
- 6) Utilizando os tubos capilares fornecidos aplique na placa de TLC as duas soluções a analisar,
- 7) Elua a placa de TLC no copo tapado com o vidro do relógio.
- 8) Assinale na placa de TLC, usando o lápis, a frente do solvente e as manchas coloridas.
- 9) Seque a placa de TLC ao ar e coloque-a novamente no saco de plástico.
- 10) Calcule o R_f para ambos as amostras, (salen)H₂ e (salen)MnCl_x.

Nome:

Código: PRT

i. Esquematize em baixo o resultado da placa de TLC.



ii. Determine e registe os valores de R_f para $(\text{salen})\text{H}_2$ e $(\text{salen})\text{MnCl}_x$.

R_f , $(\text{salen})\text{H}_2$: _____

R_f , $(\text{salen})\text{MnCl}_x$: _____

Quando terminar o trabalho:

- Coloque os resíduos líquidos no recipiente identificado como **Liquid Waste**.
- Coloque os porta-amostras usados no recipiente identificado como **Broken Glass Disposal**.
- Colocar todo o restante material de vidro nas caixas respectivas, "Kit #2", "Kit #3" e "Kit #4".