

de Portuguesa de Química – SPQ –, cuja final decorreu no Departamento de Química da Universidade de Aveiro, a 8 de Maio.

Estes alunos frequentaram um curso de preparação específica para as olimpíadas internacionais, ministrado pelos docentes do Departamento de Química da Universidade de Aveiro. O curso consistiu em aulas presenciais no Departamento de Química (num total de 6 dias), textos de apoio específicos, e discussão por correio electrónico.

Nas palavras de Paulo Ribeiro Claro, o coordenador nacional das Olimpíadas de Química, este curso é indispensável para atenuar as diferenças entre o currículo de química dos ensinos secundários dos países participantes e o currículo extenso das olimpíadas internacionais (ver caixa Provas).

Do ponto de vista dos alunos, Ana Pina, numa entrevista recente, reconhece que este curso é uma das fases mais exigentes do processo. Em declarações a um jornal diário confessa que para a sua participação foi determinante o incentivo da professora de Química do 12.º ano e o facto de gostar de desafios. O seu mais recente desafio é a licenciatura, após ter



Ana Rita Lopes (Menção Honrosa) durante a prova laboratorial

entrado na Faculdade de Medicina da Universidade de Coimbra com uma média de 19,9 valores.

No caso da Ana Rita Lopes (Menção Honrosa) deve ser salientado o facto de não só ser a mais jovem da equipa – frequenta actualmente o 12.º ano – e ainda ter sido chamada a participar na sequência da desistência de um dos elementos da equipa inicial, após as Olimpíadas Internacionais.

Esta foi a quarta participação de uma equipa portuguesa (ver artigo no seguimento) tendo-se obtido nas participações anteriores 1 medalha de bronze em 2002 (Argentina) e 2 medalhas de bronze em 2003 (México).

JLF

A participação da equipa portuguesa na IX Olimpíada Ibero-americana de Química

Portugal participou pela quarta vez nas Olimpíadas Ibero-americanas de Química, que este ano se realizaram em Castellon – Espanha, entre os dias 30 de Setembro e 08 de Outubro. Nesta IX Olimpíada participaram 48 estudantes oriundos de Argentina, Bolívia, Brasil, Chile, Colômbia, Costa Rica, Cuba, Espanha, México, Peru, Portugal, Uruguai e Venezuela. Cada país apresentou uma equipa constituída por um máximo de 4 alunos e pelo menos dois professores mentores. A equipa portuguesa concorrente foi constituída por quatro estudantes seleccionados na Final das Olimpíadas de Química 2004 que se realizou em Maio, na Universidade de Aveiro: Ana Ortins Pina (12.º Ano – Escola Secundária D. Maria – Coimbra), Cristina de Paula Nogueira Marques (12.º Ano – Escola Secundária Cacilhas-Tejo – Almada), Mariana Raquel Ferreira (12.º Ano – Escola Secundária com 3.º Ciclo Augusto Gomes-Matosinhos) e Ana Rita Azevedo Lopes (11.º Ano – Colégio Internato dos Carvalhos). Estas estudantes foram acompanhadas por dois docentes da Universidade de Aveiro – Clara Magalhães e Diana Pinto – e por três docentes observadores – Maria das Dores Ribeiro da Silva (DQ-UP), António Lopes

(ITQB) e Maria do Amparo Faustino (DQ-UA).

A participação portuguesa foi premiada com a atribuição de uma Medalha de Ouro e uma Menção Honrosa. A Medalha de Ouro foi conquistada pela estudante Ana Ortins Pina, enquanto e a Menção Honrosa foi conquistada pela Ana Rita Azevedo Lopes. É indiscutível que o mérito das classificações agora alcançadas é das estudantes, mas pensamos que todos os professores, que contribuíram para que estas desenvolvessem formas correctas de pensar e boas práticas laboratoriais, estão de parabéns. Mais uma vez se constatou a fraca ligação dos programas de Química das Olimpíadas internacionais aos programas nacionais, que obriga à preparação específica dos participantes. Muito do sucesso agora encontrado pelas alunas premiadas, teve por base a compreensão dos mecanismos de raciocínio da química, de forma a conseguir ultrapassar as dificuldades resultantes da falta de conhecimentos. Este facto, associado ao rigor das estudantes no trabalho experimental, contribuíram para a obtenção desta classificação.

De salientar que estes resultados premiaram também o esforço realizado pelos muitos voluntários que participaram nas várias etapas das Olimpíadas de Química Nacionais (selecção ao nível das Escolas Secundárias, Semifinais e Final nas Universidades de Aveiro, Lisboa e Porto, preparação de equipa para as competições internacionais).

Paralelamente à competição dos alunos, foi confirmado que as X Olimpíadas Ibero-americanas de Química terão lugar no Peru, no mês de Agosto de 2005, tendo Portugal assumido a organização da XI Olimpíada Ibero-americana de Química que decorrerá no início do mês de Setembro de 2006, em Aveiro.

Diana Pinto

Maria do Amparo Faustino

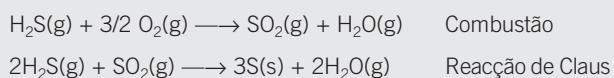
Docentes da comitiva portuguesa

Prova Teórica

Problema 1. A dessulfuração da gasolina (10 pontos)

No refinamento do petróleo bruto, tem lugar, entre outros, um processo de dessulfuração, pelo qual o enxofre se converte em sulfureto de hidrogénio que, após sofrer processos de purificação e concentração, produz uma corrente ácida, gasosa, rica em H₂S. Por sua vez, a partir deste, forma-se enxofre sólido passível de utilização posterior, evitando-se assim a emissão de gases nocivos para a atmosfera.

A conversão de H₂S gasoso em enxofre sólido dá-se de acordo com a clássica reacção de Claus. Neste processo, um terço do H₂S de alimentação é queimado num reactor térmico, de modo que o SO₂ formado durante a combustão reage posteriormente, na presença de um catalisador adequado, com os dois terços restantes de H₂S, produzindo-se enxofre elementar e vapor de água, de acordo com as seguintes equações químicas:



O reactor térmico é alimentado com as seguintes correntes gasosas:

Corrente 1: Caudal: 2000 m³/h; Pressão 1,5 atm; Temperatura 45° C

Composição (% em volume): H₂S 86,0 % ; H₂O 6,0 % ; CO₂ 8,0 %

Corrente 2: Oxigénio necessário para a primeira etapa do processo.

Calcule:

- a) O fluxo (mol/h) de cada componente da corrente gasosa 1, à entrada do reactor térmico.
- b) O fluxo (mol/h) de cada componente da corrente gasosa 1, à saída do reactor térmico.

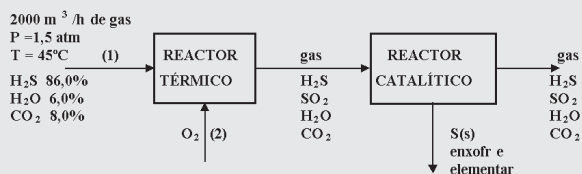
Se o rendimento da reacção catalítica é de 97%, calcule:

- c) O fluxo (mol/h) de cada componente da corrente gasosa 1, à saída do reactor catalítico.
- d) A quantidade de enxofre elementar produzido (mol/h)

Dados: R = 0,08206 atm.L.mol⁻¹.K⁻¹ = 8,314 J.mol⁻¹.K⁻¹

$$1 \text{ atm} = 1,013 \cdot 10^5 \text{ Pa}$$

Diagrama de fluxo simplificado



Problema 2.

Uma indústria cerâmica. (10 pontos)

O sector cerâmico tem grande importância sócio-económica onde se encontra a Universidade Jaime I, sendo que na região de Castellón se concentra mais de 90% da produção de pavimentos cerâmicos. Uma das indústrias que lhe está associada é a produção de esmaltes e pigmentos cerâmicos, processos que decorrem a temperaturas superiores a 1000°C.

Para exprimir a composição em óxidos nos esmaltes cerâmicos utiliza-se a fórmula de Seger. Classificam-se os óxidos em básicos (M₂O, MO), anfotéricos (M₂O₃) e ácidos (MO₂) e indica-se através da razão entre a quantidade de substância de cada tipo de óxido relativamente a 1 mol de óxidos básicos totais. O óxido B₂O₃ é uma excepção dado que é considerado ácido. Por exemplo a fórmula de Seger (razão molar de óxidos anfotéricos e ácidos, relativamente aos óxidos básicos totais) para um esmalte verde é: (M₂O, MO) · 0,455 (M₂O₃) · 3,243 (MO₂).

- a) Deduza a fórmula de Seger para um esmalte cerâmico que contenha 85 % de "frita" (mistura de óxidos) e 15 % de "caulino" (Al₂O₃·2SiO₂·2H₂O)

Matéria prima para a "frita" Percentagem em massa

Feldespató (K ₂ O·Al ₂ O ₃ ·6SiO ₂)	60 %
Borax (Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O)	20 %
Calcário (CaCO ₃)	10 %
Quartzo (SiO ₂)	7 %
Ácido Bórico (H ₃ BO ₃)	3 %

Indique a quantidade de substância de cada componente e a quantidade de cada óxido necessária para obter 100g de esmalte.

- b) Existem disponíveis no laboratório as seguintes matérias-primas [a pureza está expressa em percentagem mássica (m/m)].

Y₂O₃ (99,9 %), Al₂O₃ (99,5 %), Nd₂O₃ (99,8 %), Cr₂O₃ (99 %), Co₃O₄ (98 %).

Calcule as quantidades necessárias para obter os pigmentos cerâmicos seguintes:

- b.1) 10,00 g de Y_{1-x}Nd_xAl_{1-x}Cr_xO₃, onde x = 0,05
- b.2) 10,00 g de CoAl_{1,25}Cr_{0,75}O₄

Massas molares (g.mol⁻¹):

Al ₂ O ₃ ·2SiO ₂ ·2H ₂ O	K ₂ O·Al ₂ O ₃ ·6SiO ₂	Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O	Y ₃ Al ₅ O ₁₂
258,158	556,670	381,367	593,611
Y _{0,95} Nd _{0,05} Al _{0,95} Cr _{0,05} O ₃	CoAl _{1,25} Cr _{0,75} O ₄		
167,901	195,653		
CaCO ₃	SiO ₂	H ₃ BO ₃	Y ₂ O ₃
100,088	60,084	61,832	225,807
Al ₂ O ₃	Nd ₂ O ₃	Cr ₂ O ₃	Co ₃ O ₄
101,960	336,477	151,989	240,795

Problema 3.**Recuperação de ouro, prata e platina numa ourivesaria. (16 pontos)**

Nas mesas de trabalho dos ourives, acumula-se um resíduo que é usualmente conhecido por "escória". Esta "escória" é constituída por limalhas de ferro, cobre, prata, ouro, platina, resinas e outros produtos sólidos.

Uma amostra de 97,58 g de "escória" foi calcinada com o objectivo de eliminar todos os componentes não metálicos. De seguida foi tratada com um excesso de solução de ácido nítrico 2 M que dissolveu todo o ferro, cobre e prata para a forma de Fe^{3+} , Cu^{2+} e Ag^+ . O resíduo sólido remanescente foi separado da solução por decantação. Este resíduo sólido, constituído exclusivamente por limalhas de ouro e platina foi totalmente dissolvido em água régia. A água régia é uma mistura de soluções de ácido nítrico e clorídrico concentrados, na proporção de 1:3 em volume.

A solução nítrica que contém os metais Cu, Ag e Fe foi aquecida à ebulição e diluída com água até perfazer um litro de solução (solução **A**).

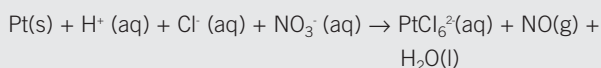
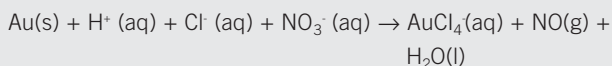
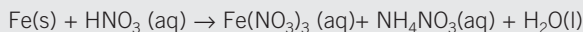
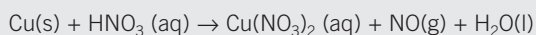
A 10,0 mL da solução **A**, colocados num erlenmeyer de 250 mL, adicionou-se 50 mL de água destilada. Para precipitar toda a prata presente sob a forma de AgCl, adicionou-se 14,0 mL de solução 0,10 M de NaCl. Outra amostra de 25 mL de solução **A** foi sujeita a electrólise. Para conseguir o depósito total dos metais presentes na solução foi utilizada uma corrente de 1,5 A durante 537 s. A massa total de precipitado obtida nestas condições foi de 0,510 g.

A solução de água régia, foi tratada com uma corrente gasosa de SO_2 . Este excesso de SO_2 provocou a formação de um precipitado castanho esponjoso e com aspecto de barro, o qual foi separado por filtração. O precipitado, conjuntamente com o papel de filtro, foi queimado num cadinho, produzindo um botão de 15,48 g de ouro metálico. Ao líquido filtrado foi adicionado cloreto de amónio em excesso, sendo produzido um precipitado de 5,76 g de hexacloroplatinato(IV) de amónio que foi transformado em platina metálica por calcinação.

1. Calcule a percentagem (%) em massa de cada metal presente na "escória".
2. Escreva as configurações electrónicas do Fe, Cu, Ag e Au.

Indique os estados de oxidação mais frequentes de cada um destes metais.

- 3.1– Porque se utiliza o ácido nítrico para dissolver o Cu e a Ag?
- 3.2– Poderá ser utilizado o ácido clorídrico em vez do ácido nítrico para dissolver o Cu e a Ag?
- 3.3– Indique qual a função do SO_2 .
- 4.– Acerte as equações químicas que descrevem os seguintes processos:



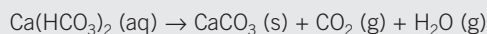
- 5.– Explique a razão pela qual o K, Rb e o Cs apresentam um comportamento químico diferente dos elementos Cu, Ag e Au.

Problema 4.**Análise de uma água mineral. (20 pontos)**

A análise de uma água mineral expressa em mg/L é a seguinte:

HCO_3^-	SO_4^{2-}	Cl ⁻	Ca^{2+}	Mg^{2+}	Na^+
101,9	42,3	6,9	33,5	6,6	12,2

- a) Comprove que existe o mesmo número de cargas positivas e negativas.
- b) No rótulo de uma água mineral aparece com frequência o dado "resíduo seco", que corresponde à massa de sólido que se obtém ao evaporar totalmente um litro de água mineral. Neste processo decorre também a decomposição do hidrogenocarbonato de cálcio, de acordo com a equação química:



Supondo que, durante a evaporação à secura, todo o HCO_3^- se transforma em $\text{Ca(HCO}_3)_2(\text{aq})$ e que só este sal sofre o citado processo de decomposição, calcule o resíduo seco desta água mineral e expresse-o em mg/L.

- c) Se se proceder à adição de 10,00 mL de uma solução de 0,0100 M de AgNO_3 sobre 1 L desta água mineral (considere o volume aditivo),
 - c1) Produzir-se-á precipitado de AgCl?
 - c2) Produzir-se-á precipitado de Ag_2SO_4 ?
 - c3) Caso se produza precipitado, calcule para cada caso a massa de sal que precipita.
 - c4) Calcule a massa de sal que precipitará após a adição de 2,00 g de amoníaco, admitindo que não existe variação de volume.
 - d) Calcule a massa de CaF_2 que se pode dissolver em 2 L desta água mineral.
 - e) Calcule a massa de NaF que se deverá adicionar a 2 L de água mineral para se iniciar a precipitação de CaF_2 .
 - f) Calcule a massa de NaF necessária para que precipite 99,99% do Ca^{2+} presente em 2 L de água.
 - g) Pretende-se separar, por adição de F^- , o catião cálcio do catião magnésio, precipitando CaF_2 sem que precipite MgF_2 .
- Determine a percentagem de Ca^{2+} que permanecerá em solução.

Dados: Massas molares (g mol⁻¹):

HCO ₃ ⁻	SO ₄ ²⁻	CaF ₂	NaF	AgCl
61,016	96,060	78,076	41,988	143,32

Constantes de produto de solubilidade:

AgCl	Ag ₂ SO ₄	CaF ₂	MgF ₂
1,78·10 ⁻¹⁰	1,58·10 ⁻⁵	3,98·10 ⁻¹¹	6,31·10 ⁻⁹

Constante de estabilidade (formação) do complexo Ag(NH₃)₂⁺: 1,70·10⁷

Problema 5.

Citrinos (10 pontos)

Um dos maiores prejuízos económicos que sofrem as cooperativas agrícolas de citrinos de Castellón é o ataque dos frutos pelo fungo *Penicilium expansum*.

Está demonstrado que a lavagem dos citrinos com uma solução de um peptídeo extraído da levedura *Candida albicans* inibe a acção do fungo.

No procedimento de extracção do peptídeo activo da levedura obtém-se uma mistura de 4 peptídeos diferentes sendo por isso necessário proceder à sua purificação.

Para realizar a extracção inicial dos peptídeos, partiu-se de 5 g de levedura *Candida albicans*.

A purificação da mistura de peptídeos é efectuada passando-a por uma coluna que contém um polímero que só retém catiões deixando eluir os aniões.

Têm disponíveis 3 soluções tampão (**A**, **B** e **C**) cuja composição está discriminada na tabela 1. Na tabela 2 encontram-se os valores de pK_a das substâncias. Na tabela 3 encontram-se os valores dos pontos isoeléctricos (pI) dos 4 peptídeos obtidos do extracto de levedura.

Tabela 1

Solução Tampão	Concentração	Concentração
A	0,50 mM NaHCO ₃	0,25 mM Na ₂ CO ₃
B	1,00 mM CH ₃ COOH	0,80mM CH ₃ COONa
C	1,00 mM NH ₃	0,20 mM NH ₄ Cl

Tabela 2

Substância	pK _{a1}	pK _{a2}
H ₂ CO ₃	6,4	10,3
CH ₃ COOH	4,8	--
NH ₃	9,2	--

Tabela 3

Peptídeo	1	2	3	4
pI	9,5	6,0	8,9	11,0

A partir dos dados anteriores:

- Calcule o pH das soluções tampão **A**, **B** e **C**.
- Escolha a solução tampão que deverá utilizar para eluir apenas o peptídeo 2 que revela ser o único a inibir o fungo.
- Uma vez purificado o peptídeo pelo método anteriormente descrito, é necessário activá-lo dado que este só apresenta actividade contra o fungo *Penicilium* se possuir carga positiva. Desta forma, das três soluções tampão fornecidas, escolha a mais adequada para diluir o peptídeo 2 de modo a que este se torne activo e possa ser utilizado para a lavagem do citrinos.
- Para conhecer a concentração do peptídeo 2 e preparar a solução de lavagem, mede-se a absorvância da solução que o contém a um comprimento de onda de 297 nm. A absorvância de uma amostra contendo o peptídeo 2 purificado, medida numa célula (cuvette) de 1 cm de lado, foi de 0,541. O coeficiente de extinção molar (absortividade molar) do peptídeo é 1,05 M⁻¹.cm⁻¹. Calcule a quantidade de solução inicial de peptídeo purificado que é necessária para preparar 3 litros de uma solução com 0,3 mM do peptídeo 2.
- Sabendo que a quantidade de levedura inicial permitiu preparar uma solução suficiente para lavar 2 kg de citrinos, calcule a quantidade de levedura necessária para tratar 1 tonelada de citrinos, tendo em conta que a concentração de peptídeo activo é de 0,3 mM.
- Desenhe uma estrutura geral para a forma catiónica (ácida) e aniónica (básica) de um aminoácido e a sua estrutura no ponto isoeléctrico.
- Pretende-se separar, por adição de F⁻, o catião cálcio do catião magnésio, precipitando CaF₂ sem que precipite MgF₂. Determine a percentagem de Ca²⁺ que permanecerá em solução.

Problema 6.

Química Orgânica (10 pontos)

1 mol de composto **A** (C₇H₁₀O), opticamente activo, reage com 1 mol de hidrogénio, na presença de um catalisador adequado, para dar um composto **B** (C₇H₁₂O), que é opticamente activo. Quando o composto **B** sofre hidrogenação completa, na presença de uma quantidade catalítica de platina em carvão activado converte-se no composto **C** (C₇H₁₆O), que não apresenta actividade óptica. A ozonólise de 1 mol do composto **B** origina 2 moles de acetaldeído (CH₃CHO) e 1 mol de um hidroxi-dialdeído **D** (C₃H₄O₃). A oxidação do composto **B** origina a cetona **E** (C₇H₁₀O), que também não apresenta actividade óptica. A hidrogenação da cetona **E** produz a 4-heptanona (heptan-4-ona).

- a) Com os dados fornecidos e sabendo que a configuração absoluta do composto **A** é R, desenhe as estruturas dos compostos **A**, **B**, **C**, **D** e **E**.
- b) Determine o volume em litros de H_2 , medido à pressão de 1 atm e a $25^\circ C$ ($R=0,082 \text{ atm}\cdot\text{L}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{mol}^{-1}$), necessários para hidrogenar completamente 10 g de composto **B**.

Prova Prática

Problema Experimental N.º 1

Determinação do Teor de Vitamina C num Sumo de Laranja

Objectivo

Determinar a concentração de vitamina C num sumo de laranja.

Introdução

A província de Castellón é uma das regiões de maior produção de laranjas. Um dos principais méritos nutritivos deste fruto e, portanto, do sumo de laranja, é o seu elevado conteúdo em vitamina C. Esta é solúvel em água e, por isso pouco retida pelo organismo, o que implica que deve ser ingerida diariamente, de modo que a Quantidade Diária Recomendada (QDR) de vitamina C seja de 60 mg.

Neste trabalho prático, pretende-se determinar a quantidade de vitamina C num sumo de laranja (obtido a partir de laranjas da região), mediante uma titulação redox utilizando uma solução de ião tiosulfato como agente titulante.

A vitamina C (ácido ascórbico) é oxidada por um oxidante fraco (como uma solução de iodo) para originar ácido desidroascórbico, de acordo com a equação química



Deste modo, é possível determinar o teor de vitamina C por titulação directa com uma solução de iodo. Também é possível proceder à determinação do teor de vitamina C, por volumetria de retorno, utilizando um excesso conhecido de iodo (para que a reacção anterior seja completa) e titulando o excesso de iodo (em forma de I_3^- na presença de I^-) com tiosulfato.

O ião tiosulfato é um agente redutor moderadamente forte, que tem sido amplamente utilizado para determinar agentes oxidantes. Neste caso, o iodo em excesso oxida o ião tiosulfato, transformando-o quantitativamente em ião tetrionato, reduzindo-se a iodeto.

O iodato de potássio é um excelente padrão primário para a padronização das soluções de tiosulfato. Para a sua utilização, dissolve-se em água, quantidades rigorosamente conhecidas do reagente padrão primário, na presença de um excesso de iodeto de potássio. Ao acidificar a mistura com um ácido forte,

ocorre imediatamente a reacção entre iodato e iodeto para gerar iodo. O iodo libertado é titulado, de imediato, com solução de tiosulfato.

Para a detecção do ponto final das titulações de iodo/tiosulfato, o próprio reagente pode servir como indicador, desde que a solução problema seja incolor, já que se pode detectar a cor do iodo, mesmo que a sua concentração seja equivalente a menos do que uma gota de solução $0,05 \text{ mol L}^{-1}$ em 100 mL.

Contudo, nas titulações em que intervém o iodo, é mais frequente utilizar como indicador uma suspensão de amido. A cor azul escuro das soluções de amido na presença de iodo deve resultar da absorção do iodo nas cadeias de α -amilose, um componente macromolecular do amido.

O amido decompõe-se irreversivelmente em soluções que contenham grandes concentrações de iodo. Assim, para titular as soluções de iodo com tiosulfato de sódio procede-se à adição do indicador apenas quando a reacção esteja quase completa (que se detecta pela mudança da cor vermelho escuro para amarelo claro).

Procedimento experimental

Parte 1: Determinação da concentração rigorosa da solução de tiosulfato

- Encha a bureta com a solução de $Na_2S_2O_3$ aprox. $0,1 \text{ mol L}^{-1}$.
 - Coloque 25,00 mL de solução de KIO_3 aprox. $0,01 \text{ mol L}^{-1}$ num matraz/Erlenmeyer.
 - Adicione 10 mL da solução de H_2SO_4 $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ (com a ajuda do pipetador automático).
 - Adicione todo o conteúdo (1 g) de um dos *viales* (tubos cónicos) com KI sólido e misture até à sua dissolução completa.
 - Utilizando a bureta, adicione solução de tiosulfato de sódio até que a solução contida no matraz/Erlenmeyer adquira a cor amarelo claro.
 - Acrescente aprox. 2 mL (40 gotas) do indicador de amido.
 - Continue a adição da solução de tiosulfato de sódio até que o desaparecimento da cor azul se mantenha durante cerca de 15 segundos.
 - Anote o volume da solução de tiosulfato de sódio consumido.
 - Repita os procedimentos 1 a 8 pelo menos outras duas vezes e registre o volume de tiosulfato gasto em cada caso.
 - Calcule a concentração (mol L^{-1}) da solução de tiosulfato e registre-a na folha de respostas.
 - Lave os matrizes/Erlenmeyers e passe-os por água destilada antes de continuar com a Parte 2.
- Parte 2: Determinação da quantidade de vitamina C num sumo de laranja*
- Coloque 25,00 mL da amostra problema de sumo de laranja que lhe foi entregue (rotulada com o seu código de estudante) num matraz/Erlenmeyer.

- 2) Adicione 10 mL de solução de H_2SO_4 $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ (utilizando o pipetador automático).
- 3) Adicione todo o conteúdo (1 g) de um dos viales (tubos cónicos) com KI sólido e misture até à sua dissolução completa.
- 4) Adicione 25,00 mL de solução de KIO_3 aprox. $0,01 \text{ mol L}^{-1}$.
- 5) Utilizando a bureta, adicione 5 mL de solução de tiosulfato de sódio.
- 6) Junte aprox. 2 mL (40 gotas) do indicador de amido.
- 7) Continue a adição da solução de tiosulfato de sódio até que o desaparecimento da cor azul se mantenha durante cerca de 15 segundos.
- 8) Anote o volume da solução de tiosulfato de sódio consumido.
- 9) Repita os procedimentos 1 a 8 pelo menos outras duas vezes e registre o volume de tiosulfato gasto em cada caso.
- 10) Calcule a concentração (mg/100 mL) de vitamina C no sumo de laranja e registre-a na folha de respostas.
- 11) Lave os matrizes/Erlenmeyers e passe-os por água destilada.

Folha de Respostas do Problema Experimental n.º 1

- 1.1. Escreva e acerte a equação química que traduz a reação redox entre o iodo molecular e o tiosulfato.
- 1.2. Escreva e acerte a equação química que traduz a reação redox entre o iodeto e o iodato, originando iodo molecular.
- 1.3. Anote na tabela seguinte o volume da solução de tiosulfato de sódio consumido nas titulações realizadas para a determinação da concentração rigorosa deste reagente (Parte 1) (pontuação máxima de 3 pontos por cada valor registado)

Parte 1	Titulação 1	Titulação 2	Titulação 3
---------	-------------	-------------	-------------

Volume de solução de tiosulfato de sódio consumido (mL)

Volume de solução de tiosulfato de sódio que vai ser utilizado no cálculo da concentração deste reagente

mL

- 1.4. Calcule a concentração da solução de tiosulfato de sódio expressa em mol L^{-1} .
- 1.5. Anote na tabela seguinte o volume da solução de tiosulfato de sódio consumido nas titulações da amostra de sumo de laranja (Parte 2). (pontuação máxima de 3 pontos por cada valor registado)

Parte 2	Titulação 1	Titulação 2	Titulação 3
---------	-------------	-------------	-------------

Volume de solução de tiosulfato de sódio

consumido (mL)

Volume da solução de tiosulfato de sódio que vai ser utilizado no cálculo da concentração de vitamina C no sumo de laranja.

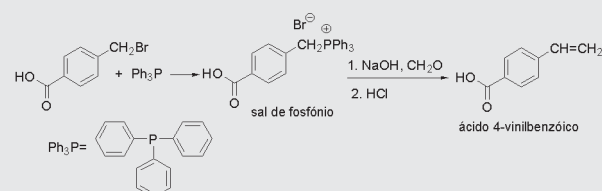
mL

- 1.6. Calcule a concentração de vitamina C (mg/100 mL) no sumo de laranja.
- 1.7. Calcule o volume deste sumo de laranja que deve ser ingerido diariamente para fornecer a Quantidade Diária Recomendada (QDR) de vitamina C.

Problema Experimental n.º 2

Síntese do ácido 4-vinilbenzóico

Procedimento experimental



a) Síntese do sal de fosfónio

Num balão de fundo redondo de 100 mL, coloque o ácido 4-bromometilbenzóico que foi previamente pesado (cerca de 1,1 g) e 1,4 g de trifetilfosfina. A seguir, adicione ao balão de fundo redondo 30 mL de acetona e o regulador de ebulição [plato poroso]. Coloque o balão de fundo redondo na manta de aquecimento e monte o condensador por forma a aquecer a mistura reaccional a refluxo durante aproximadamente 40 minutos, contabilizados a partir do momento em que a acetona entrar em ebulição. Durante o período de aquecimento da mistura reaccional formar-se-à um precipitado branco que é o sal de fosfónio.

Após os 40 minutos de refluxo, deve deixar arrefecer o balão contendo a mistura reaccional. O sólido branco formado é recolhido por filtração sob sucção no funil de vidro de placa filtrante (para facilitar a transferência do sólido para o funil de vidro de placa filtrante agite o balão de fundo redondo para provocar a suspensão do sólido branco). Com a ajuda de 20 mL de éter etílico transfira todo o sólido do balão para o funil de vidro de placa filtrante. Deste modo conseguirá transferir todo o sólido formado no balão. Finda esta transferência lave todo o precipitado com éter etílico.

O sal de fosfónio é transferido para o papel de filtro, com o qual é seco, e depois é transferido para o vidro de relógio e entregue ao responsável para que seja pesado e assim possa calcular o rendimento. O produto encontra-se suficientemente puro para ser utilizado na etapa seguinte.

Síntese do ácido 4-vinilbenzóico (Reacção de Wittig).

Coloque o sal de fosfónio obtido na reacção anterior num erlenmeyer de 100 mL. Adicione-lhe 24 mL de uma solução aquosa de formaldeído e a barra magnética. Coloque o erlenmeyer sobre a placa de agitação e adicione lentamente pequenas porções da solução aquosa de NaOH (2,5 M), num total de 7 mL. Esta adição deve ser feita de forma a durar cerca de 5 minutos. Após finalizar a adição, a mistura reaccional deve ser agitada durante 40 minutos.

Filtre por sucção o precipitado formado (óxido de trifetilfosfina) utilizando o funil de Büchner e o Kitassato. Lave o precipitado três vezes com água, utilizando porções de 3 mL. Recolha em conjunto o filtrado e as águas de lavagem. Transfira esta solução, que contém o 4-vinilbenzoato de sódio para um copo e adicione-lhe gota a gota sob agitação a solução de HCl conc. Este processo provocará a formação de um precipitado branco que é o ácido 4-vinilbenzóico. Continue a adicionar HCl conc. até que o papel indicador de pH indique que a solução se apresenta ácida.

Filtre sob sucção no funil de vidro de placa filtrante o precipitado obtido. Mantenha sob sucção durante 15 minutos. Transfira o precipitado para o vidro de relógio e entregue ao responsável para que seja pesado e assim possa calcular o rendimento

Folha de Respostas do Problema Experimental n.º 2

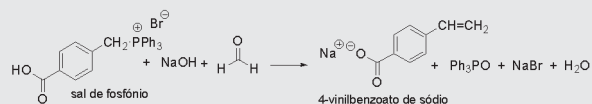
Questões.

- Com o peso do sal de fosfónio obtido calcule o rendimento na primeira etapa do processo.
- Com o peso do sal de fosfónio obtido e o peso de ácido 4-vinilbenzóico, calcule o rendimento na segunda etapa do processo.
- Calcule o rendimento global do processo: rendimento da transformação do ácido 4-bromometilbenzóico em ácido 4-vinilbenzóico.
- O ácido 4-bromometilbenzóico e a trifetilfosfina são solúveis em acetona aquecida. Entretanto, o sal de fosfónio é insolúvel em acetona aquecida. Porquê?

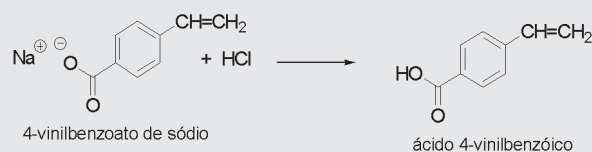
Escolha a afirmação correcta.

- Porque tem um átomo de bromo
- Porque é um composto iónico insolúvel num solvente pouco polar como a acetona
- Porque a acetona é ácida
- Porque a acetona é básica

5.– A reacção entre o formaldeído e o sal de fosfónio em meio básico gera o 4-vinilbenzoato de sódio segundo a reacção a seguir:



- Acerte a equação anterior.
 - Escolha a razão pela qual não se forma directamente o ácido 4-vinilbenzóico nas condições experimentais utilizadas.
 - Porque a solução está quente e é necessário deixá-la arrefecer.
 - Porque o pH do meio é ácido
 - Porque o pH do meio é básico
 - Porque o pH do meio é neutro
 - Escolha a razão pela qual o 4-vinilbenzoato de sódio é solúvel na solução aquosa básica.
 - Porque é um composto com uma massa molecular muito baixa.
 - Porque a solução está quente
 - Porque é uma substância iónica que se solubiliza num solvente muito polar como a água
 - Porque a agitação da solução impede a precipitação
- O ácido 4-vinilbenzóico é obtido por acidificação da solução básica que contém o 4-vinilbenzoato de sódio segundo a reacção:



- Acerte a equação química da reacção anterior.
 - Escolha a razão pela qual o ácido 4-vinilbenzóico precipita quando se adiciona ácido à solução de 4-vinilbenzoato de sódio.
 - Porque o composto aumenta a sua massa molar.
 - Porque a solução arrefece.
 - Porque pára a agitação.
 - Porque é uma substância apolar insolúvel num solvente muito polar como a água.