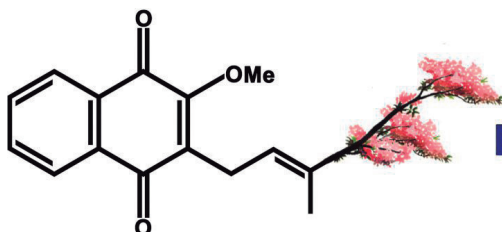


Capítulo 12 Exame Prático



XXIII OIAQ
El Salvador 2018

Del 21 al 29 de septiembre

INSTRUÇÕES GERAIS PARA O EXAME PRÁTICO

1. Este exame prático contém **25 páginas** para 2 problemas experimentais. A Tabela Periódica dos Elementos encontra-se na última página deste folheto. Não separe as páginas. Durante o exame encontrará 3 páginas em branco que pode utilizar para cálculos adicionais ou outra finalidade que necessite.
2. Durante todo o tempo que esteja no laboratório, deve estar equipado com jaleco, luvas e óculos de segurança.
3. Deve trabalhar de uma forma segura e respeitosa, conservando o material e a bancada de trabalho limpos. Consulte o instrutor do laboratório se tiver alguma dúvida sobre as normas de segurança.
4. Este exame prático tem a duração de 5 horas. Antes de iniciar o seu trabalho experimental, leia cuidadosamente todo o exame prático e verifique os espaços para as respostas. Verifique todo o material que vai utilizar. Você tem 30 minutos para ler o exame e planejar o seu trabalho experimental.
5. Inicie a prova quando for dado o sinal respectivo.
6. Você dispõe de 4 horas e 30 minutos para realizar a prova e registrar os seus resultados nos espaços para isso destinados.
7. As medições com as pipetas devem ser feitas usando somente a pera.
8. É expressamente proibido comer no laboratório. Você poderá pedir autorização ao instrutor de laboratório para ir ao banheiro ou para beber água.
9. Todas as respostas devem ser escritas com caneta (**nunca com lápis**).
10. Escreva o seu nome e o seu código de identificação no cabeçalho da primeira folha. Adicionalmente, você receberá um número correlativo que deverá escrever em cada folha do exame.
11. Deve usar somente o material que é fornecido e a sua máquina de calcular.



12. No Problema 1, no caso de necessitar de mais reagentes ou a substituição de algum material de vidro deve solicitá-lo ao assistente de laboratório. Cada uma destas solicitações será penalizada com quatro (4) pontos percentuais. **Deves ser muito cuidadoso para manusear os reagentes uma vez que as quantidades fornecidas são suficientes para realizar a prova. No caso da solução de sulfato de zinco poderá solicitar 10 mL adicionais sem penalização.**
13. No Problema 2, **não é permitido solicitar mais reagentes nem mais tubos de ensaio.**
14. Deve escrever todas as tuas respostas nos espaços para isso destinados nos quadros de respostas. **Tudo o que escrever fora dos quadros de respostas ou nas páginas em branco que se encontram no exame, não será avaliado.**
15. Um aviso será anunciado 15 minutos antes de finalizar o tempo previsto para a prova.
16. Quando escutar o sinal de fim de prova deverá parar de trabalhar imediatamente, senão o problema que esteja resolvendo será anulado.
17. Ao concluir o exame, você deve colocar todas as suas folhas no envelope recebido e só deve fechá-lo na presença do assistente de laboratório. Apenas as folhas que se encontram no interior do envelope lacrado serão aceitas para correção.
18. Não se pode abandonar o laboratório sem autorização.
19. **É essencial que entregue o enunciado do exame com o seu nome e código e se assegure que todas as páginas apresentam o seu número correlativo.**

REAGENTES DISPONÍVEIS

#	Reagente	Quantidade
1	2,4-Dinitrofenilhidrazina (2,4-DFH)	3 mL
2	Acetato de Etila (AcOEt)	3 mL
3	Ácido Sulfúrico (H ₂ SO ₄) 3,0 mol.L ⁻¹	40 mL
4	Água Destilada	100 mL
5	Hidrogenocarbonato de Sódio (NaHCO ₃)	3 mL
6	Composto 1	3 mL
7	Composto 2	0,3 g
8	Composto 3	3 mL
9	Composto 4	0,3 g
10	Composto 5	3 mL
11	Composto 6	3 mL





12	Difenilamina como indicador (DFA)	2 mL
13	Solução do medicamento X	3 mL
14	Solução do medicamento Y	3 mL
15	Fehling A	3 mL
16	Fehling B	3 mL
17	Ferricianeto de Potássio (K ₃ Fe(CN) ₆) 1%.	2 mL
18	Ferrocianeto de Potássio (K ₄ Fe(CN) ₆) 2,5 × 10 ⁻² mol.L ⁻¹	160 mL
19	Hidróxido de Sódio (NaOH) 10%	
20	Pastilhas de Gluconato de Zinco (Zn(C ₅ H ₁₁ O ₅ COO) ₂)	3 unidades
21	Permanganato de Potássio (KMnO ₄)	3 mL
22	Placas para Cromatografia em Camada Delgada	1 unidade
23	Sulfato de Zinco (ZnSO ₄) 5,0 × 10 ⁻² mol.L ⁻¹ ***	90 mL
24	Tricloreto de Ferro (FeCl ₃)	3 mL
25	Iodo em Iodeto de Potássio (I ₂ /KI)	

MATERIALES DISPONIBLES

#	Material	Cantidad
1	Bastão de vidro	1
2	Béquer de 100 mL (Banho Maria)	1 sobre a chapa de aquecimento
3	Béquer de 150 mL	1
4	Béquer de 250 mL (Descarte)	1 por bancada
5	Bureta 25 mL	1
6	Tubos Capilares	2
7	Funil de Plástico	1
8	Espátula de Plástico	1
9	Pisseta	1
10	Suporte para tubos de ensaio	1
11	Suporte para tubos de ensaio pequenos (tubos de hemólise)	1
12	Erlenmeyer de 100 mL	3
13	Papel toalha	1 rolo por mesa
14	Pera de 3 válvulas	1
15	Garra para Bureta	1





16	Pipeta Pasteur de Plástico	5
17	Pipeta Volumétrica 25 mL	1
18	Pipeta Volumétrica 5 mL	1
19	Régua	1
20	Suporte Universal	1
21	Tubos de ensaio pequenos (Tubos de hemólise)	24
22	Vidro de Relógio 2.5"	1
23	Etiquetas para rotular tubos	24

EQUIPAMENTOS DISPONÍVEIS

#	Equipamento	Quantidade
1	Câmaras com lâmpada UV	4 no total
2	Chapa de aquecimento	1 por bancada

PROBLEMA PRÁTICO 1 (20,0%)

Determinação da Estequiometria da Reação entre o Sulfato de Zinco ($ZnSO_4$) e o Ferrocianeto de Potássio ($K_4Fe(CN)_6$) e a sua Aplicação na Análise de Comprimidos de Gluconato de Zinco ($Zn(C_5H_{12}O_5COO)_2$)



Relativamente às exportações, segundo estimativas da associação dos Industriais Químico-Farmacêuticos de El Salvador (INQUIFAR), a indústria farmacêutica é o quinto setor mais importante do país. Só no ano passado, esta indústria salvadorenha exportou 139 milhões de dólares (USD).

É por isso que os controles de qualidade que garantem a quantidade de ingrediente ativo presente num medicamento desempenham um papel fundamental.

Nesta prova experimental, você irá determinar o conteúdo de Zn em comprimidos de Gluconato de Zinco por meio de uma titulação. No entanto, deve determinar experimentalmente a estequiometria da reação de titulação antes de proceder à análise dos comprimidos acima mencionados.



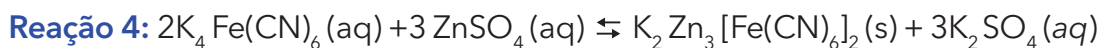
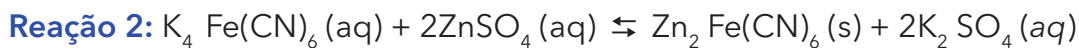
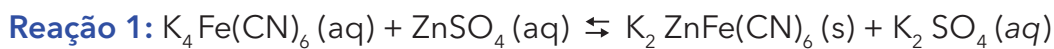


Determinação da Estequiometria da Reação entre o Sulfato de Zinco (ZnSO₄) e o Ferrocianeto de Potássio (K₄Fe(CN)₆).

Em geral, quando é realizada uma titulação, o objetivo é determinar a concentração desconhecida de uma solução, reagindo-a com outra cuja concentração e estequiometria da reação, é conhecida com exatidão.

Neste experimento, notará que a concentração de ambas as soluções será conhecida, o que permitirá determinar a estequiometria da reação entre o sulfato de zinco e o ferrocianeto de potássio.

A equação química que descreve a reação entre ambas espécies química é uma das seguintes:



A partir dos resultados obtidos experimentalmente, você deve determinar a equação que corresponde à reação química que está sendo realizada.

Prepare o sistema de titulação usando uma bureta de 25,0 mL, à qual deve adicionar a solução de sulfato de zinco (ZnSO₄) $5,0 \times 10^{-2}$ mol.L⁻¹ com a ajuda do funil de plástico. Leve em conta que a agitação durante as titulações será feita manualmente.

Em um Erlenmeyer de 100 mL, adicione 25,00 mL de solução de Ferrocianeto de Potássio (K₄Fe(CN)₆), $2,5 \times 10^{-2}$ mol.L⁻¹ seguidos de 5,00 mL de Ácido Sulfúrico (H₂SO₄) $3,0$ mol.L⁻¹ (o ácido sulfúrico é o meio reacional). Em seguida adicione 8 gotas de solução de difenilamina como indicador e posteriormente 3 gotas de solução de Ferricianeto de potássio a 1%.

Tenha muito cuidado ao manusear a solução de difenilamina como indicador, já que se encontra dissolvida em ácido sulfúrico concentrado.



Titule a mistura do Erlenmeyer com a solução de sulfato de zinco (ZnSO₄) $5,0 \times 10^{-2}$ mol.L⁻¹. Ao adicionar volume de titulante, você verá uma primeira mudança de cor que vai do amarelo ténue ao azul turquesa, que não deve ser confundido com o ponto final. À medida que a titulação avança, será observado que a solução torna-se leitosa devido à formação de maior quantidade de precipitado. O ponto final será observado quando a solução leitosa mudar para azul (diferente de turquesa).





Execute o procedimento em triplicata. Registre os resultados na tabela abaixo:

Número da titulação	1	2	3	
Leitura inicial na bureta				mL
Leitura final na bureta				mL
Volume de Sulfato de Zinco ($ZnSO_4$)				mL

1. Volume médio de sulfato de zinco ($ZnSO_4$): _____

2. Levando em conta o volume médio de sulfato de zinco ($ZnSO_4$) gasto para atingir o ponto final ao titular a solução de ferrocianeto de potássio ($K_4Fe(CN)_6$), determina a estequiometria que existe na reação de ambas as substâncias. Escreva os cálculos que o permitiram obter o resultado.

3. Marque com um (X) a equação da reação que melhor representa os seus resultados.

Reação 1: Reação 2: Reação 3: Reação 4:

Análise de comprimidos de gluconato de zinco ($Zn(C_5H_{12}O_5COO)_2$)

Depois de ter determinado a estequiometria que existe entre o sulfato de zinco ($ZnSO_4$) e o ferrocianeto de potássio ($K_4Fe(CN)_6$), você fará a análise dos comprimidos contendo Zn, tendo em conta que este se encontra na forma de gluconato de zinco ($Zn(C_5H_{11}O_5COO)_2$). Nesta ocasião, você aplicará a estequiometria encontrada na titulação anterior.

- Descarte a mistura contida em cada um dos frascos Erlenmeyer que usou anteriormente, onde seu instrutor de laboratório indicar. Em seguida, lave os frascos com sabão e água. Depois de pronto, não se esqueça de fazer uma lavagem final com água destilada. Não se preocupe em secar completamente os frascos, pois as reações que realizará são em meio aquoso. No entanto, é recomendável que os escorra para descartar o excesso de água.
- Prepare o sistema de titulação, enchendo uma bureta de 25,0 mL, com solução de sulfato de zinco ($ZnSO_4$) $5,0 \times 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$ com a ajuda do funil de plástico. Leve em conta que agitação durante as titulações será feita manualmente.





- c) Para um Erlenmeyer de 100 mL, adicionar 25,00 mL de solução de ferrocianeto de potássio ($K_4Fe(CN)_6$), $2,5 \times 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$ seguidos de 5,00 mL de ácido sulfúrico (H_2SO_4) $3,0 \text{ mol.L}^{-1}$. Em seguida, adicione 8 gotas de solução de difenilamina como indicador e, depois, 3 gotas de solução de ferricianeto de potássio a 1%

Tenha muito cuidado ao manusear a solução de difenilamina como indicador, já que se encontra dissolvido em ácido sulfúrico concentrado.



- c) Tome uma das 3 pílulas que estão no seu local de trabalho e adicione-a à mistura que está no Erlenmeyer. Agite o frasco vigorosamente, fazendo movimentos circulares durante, pelo menos 5 minutos. Se o comprimido não estiver completamente dissolvido, pode ajudar a dissolvê-lo com a ajuda do seu bastão de vidro. Não se esqueça que deve lavar o bastão de vidro antes de retirá-lo do Erlenmeyer, para evitar qualquer perda de analito. A seguir, com a ajuda de uma pisseta, arraste qualquer amostra restante que possa permanecer aderida às paredes do frasco devido ao movimento circular realizado
- c) Titule a mistura preparada com a solução de sulfato de zinco ($ZnSO_4$) $5,0 \times 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$.

Realize o procedimento de c) a e) para cada um dos comprimidos na sua bancada. Anote os resultados na tabela que se apresenta a seguir:

Número da titulação	1	2	3	
Leitura inicial na bureta				mL
Leitura final na bureta				mL
Volume de Sulfato de Zinco ($ZnSO_4$)				mL

4. Volume médio de sulfato de zinco ($ZnSO_4$): _____

5. Escreva a reação química ocorrida entre o comprimido de gluconato de zinco $Zn(C_5H_{11}O_5COO)_2$ e o ferrocianeto de potássio ($K_4Fe(CN)_6$).

6. Tendo em conta o volume médio de sulfato de zinco ($ZnSO_4$) gasto até o ponto final da titulação, determine a massa de Zn, em miligramas, presente no comprimido de Gluconato de Zinco ($Zn(C_5H_{11}O_5COO)_2$).



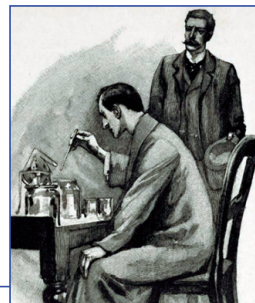


PROBLEMA PRÁTICO 2 (20,0%)

Identificação Química de Compostos Orgânicos

Parte 1

Na sua bancada se encontram seis recipientes numerados de um a seis, contendo os seis compostos orgânicos listados no quadro 1. Neste problema você deverá identificar cada um dos compostos numerados empregando apenas testes químicos simples.



- a) Feniletanona (acetofenona)
- b) Ácido 3-carboxi-3-hidroxipentanodioico (ácido cítrico)
- c) 1,3-dihidroxibenzeno (Resorcinol)
- d) Propanal
- e) Fenilmetanol (álcool benzílico)
- f) Ciclohexanona

Quadro 1: Compostos Orgânicos disponíveis.

Preencha os quadros de teste para cada composto depois de realizar os testes, escrevendo um sinal (+) naqueles em que o teste dá positivo, um sinal (-) naqueles em que o teste dá negativo e deixando em branco os quadros nos quais não considera necessário mais nenhum teste. Na sua bancada você terá disponível a quantidade de tubos de ensaio vazios para realizar apenas quatro testes por composto desconhecido. Você deve realizar apenas os testes estritamente necessários para identificar os compostos. Você deve planejar e seguir uma sequência lógica para identificá-los de forma eficiente, pois não é permitido lavar os tubos de ensaio pequenos (tubos de hemólises) durante a realização da prova. Inicie com o teste de 2,4-dinitrofenilhidrazina para todos os compostos.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Nota: O procedimento seguinte está descrito para os compostos líquidos. No caso dos compostos sólidos você deve substituir as 5 gotas do composto por uma pequena quantidade de sólido, como a ponta de uma espátula.



- **Teste com 2,4-Dinitrofenilhidrazina.**

Use 5 gotas do composto o qual deseja realizar o teste e adicione 5 gotas do reagente 2,4-Dinitrofenilhidrazina (cuidado! O reagente está dissolvido em ácido sulfúrico concentrado). Caso não observe uma reação imediata, aqueça o tubo em banho Maria durante 5 minutos.





- **Teste de Fehling**

Misture em um tubo de ensaio 5 gotas do reagente de Fehling A e 5 gotas do reagente de Fehling B verificando que se produz uma cor intensa. Em seguida, adicione 5 gotas do composto o qual deseja realizar o teste misture cuidadosamente. Caso não observe uma reação imediata, aqueça o tubo em banho Maria durante 10 minutos.

- **Teste do halofórmio**

Use 5 gotas do composto o qual deseja realizar o teste, adicione 5 gotas do reagente I₂/KI e 5 gotas de NaOH de 10%.

- **Teste com permanganato de potássio**

Use 5 gotas do composto o qual deseja realizar o teste e adicione 5 gotas do reagente KMnO₄.

- **Teste com cloreto férrico**

Use 5 gotas do composto o qual deseja realizar o teste e adicione 5 gotas do reagente FeCl₃.

- **Teste com bicarbonato de sódio**

Use 5 gotas do composto o qual deseja realizar o teste e adicione 5 gotas do reagente NaHCO₃.

Preencha os quadros para cada composto:

Composto 1	2,4-DNF	Reagente:	Reagente:	Reagente:

Composto 2	2,4-DNF	Reagente:	Reagente:	Reagente:

Composto 3	2,4-DNF	Reagente:	Reagente:	Reagente:

Composto 4	2,4-DNF	Reagente:	Reagente:	Reagente:

Composto 5	2,4-DNF	Reagente:	Reagente:	Reagente:

Composto 6	2,4-DNF	Reagente:	Reagente:	Reagente:





1. De acordo com os resultados obtidos, escreva as estruturas e os nomes de cada um dos compostos desconhecidos.

Estrutura
Nome:
Composto 1

Estrutura
Nome:
Composto 2

Estrutura
Nome:
Composto 3

Estrutura
Nome:
Composto 4

Estrutura
Nome:
Composto 5

Estrutura
Nome:
Composto 6

2. Escreva a equação da reação (se ocorrer, caso contrário escreva: "não reage") entre o composto presente no composto 1 e o reagente 2,4-dinitrofenilhidrazina.

--

3. Escreva a equação da reação (se ocorrer, caso contrário escreva: "não reage") entre o composto presente no composto 3 e o reagente NaOI.

--

4. Escreva a equação da reação (se ocorrer, caso contrário escreva: "não reage") entre o composto presente no composto 6 com bicarbonato de sódio.

--





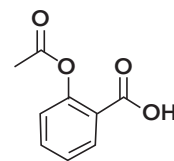
Parte 2

O ácido acetilsalicílico é o princípio ativo da [®]Aspirina, que é um medicamento da família dos analgésicos não esteroides, que atua inibindo a síntese de prostaglandinas, que são os lipídeos responsáveis por regular alguns processos bioquímicos importantes como: a regulação da temperatura do corpo, a pressão sanguínea, a resposta nervosa à dor, entre outras.

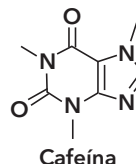
Uma das formas mais utilizadas desse medicamento são os comprimidos, que ademais do princípio ativo utilizam um sólido conhecido como excipiente que usualmente não tem ação farmacológica como o amido ou metilcelulose.

Para dores mais fortes como a enxaqueca, normalmente se usam comprimidos de ácido acetilsalicílico que incluem, também, cafeína como coadjuvante, uma vez que quando combinados apresentam certa sinergia no poder analgésico. A apresentação combinada do ácido acetilsalicílico com cafeína se chama [®]Aspirina Forte.

Nesta parte do problema, você identificará dois medicamentos: [®]Aspirina e [®]Aspirina Forte, separando as substâncias presentes nos mesmos, empregando cromatografia em camada delgada (CCD).



Ácido acetilsalicílico



Cafeína

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Na sua bancada existem dois tubos com soluções etanólicas dos comprimidos de [®]Aspirina e [®]Aspirina Forte, que estão rotulados arbitrariamente como "X" e "Y". Depois de terminar o procedimento experimental, você deverá identificar as soluções de ambos medicamentos.

Na placa de cromatografia em camada delgada (CCD) que lhe foi disponibilizada risque com lápis e régua uma linha aproximadamente a 0,5 cm acima da borda inferior e uma linha aproximadamente a 0,5 cm abaixo da borda superior.

Aplique cuidadosamente com dois tubos capilares diferentes, uma pequena gota de cada uma das soluções "X" e "Y" sobre a linha da placa, como se mostra na figura 1. Espere até que as gotas sequem.

Na cuba cromatográfica (que consiste em um béquer de 150 mL e um vidro de relógio) adicione 3,0 mL de acetato de etila (todo conteúdo do frasco), coloque com cuidado a placa cromatográfica e cubra o béquer com um vidro de relógio, enquanto ocorre a separação (figura 2).

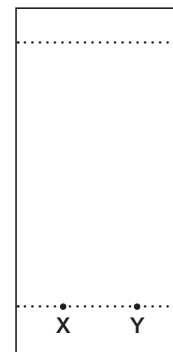


Figura 1: Aplicação das amostras na placa





Retire imediatamente a placa cromatográfica quando a frente do solvente entrar em contato com a linha superior da placa e deixe-a secar.

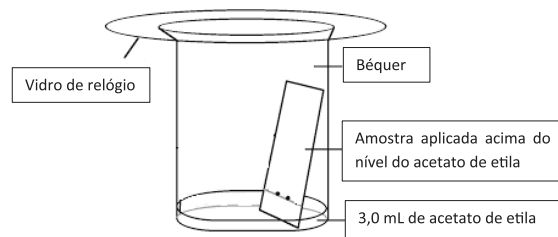


Figura 2.
Forma correta de colocar a placa de CCD na cuba cromatográfica

Uma vez que a placa cromatográfica esteja seca, coloque-a na câmara de revelação UV e marque com um lápis as manchas reveladas. Em sua banca-da, calcule os Rf das substâncias que foram separadas. Por último, deposite a placa cromatográfica no saco plástico que tem seu código de estudante e entregue ao seu instrutor.

5. Escreva os medicamentos que correspondem a "X" e "Y"

X:	Y:
----	----

6. Calcule os Rf das substâncias solúveis em etanol

Ref.:	Ref.:
Composto	Composto

7. Qual dos compostos solúveis em etanol é o mais polar?

--

