

Prática de Laboratório 1

12 pontos

Preparação do ácido 2-iodobenzóico

[Tempo aprox: 1 hr]

Essa prática de laboratório envolve a preparação do ácido 2-iodobenzóico a partir do ácido 2-aminobenzóico. O procedimento consiste na reação de diazotação do ácido 2-amino benzóico seguido pela reação com KI (em solução aquosa de H_2SO_4).

Procedimento

- 1) Transfira, quantitativamente, a amostra fornecida de ácido 2-aminobenzóico sólido para um Becker de 100 mL colocado no banho de gelo. Adicione 7.2 mL de H_2SO_4 (2.6 M) (rotulado H_2SO_4) e misture os conteúdos, cuidadosamente, por 1 minuto com a ajuda de um bastão de vidro. Deixe a solução resfriando por 5 minutos no banho de gelo.
- 2) Usando uma proveta, meça 4.4 mL de uma solução de NaNO_2 , (fornecida resfriada em um frasco). Se a solução não estiver bem gelada, deixe-a, pelo menos, 5 minutos no banho de gelo.
- 3) Com a ajuda de um conta-gotas, lentamente, adicione a solução resfriada de NaNO_2 para a solução do ácido fazendo uma constante e leve agitação, usando um bastão de vidro para obter uma solução quase clara (incolor) (3-5 minutos).
- 4) Retire o Becker do banho de gelo e então, **lentamente**, adicione 9.4 mL de solução de KI com agitação.
- 5) Consiga água quente com o inspetor do laboratório. Mantenha o Becker na água quente por 5 minutos.
- 6) Filtre o produto bruto e lave-o cuidadosamente com água destilada (10 mL). Junte as lavagens com o filtrado principal.
- 7) Neutralize o filtrado combinado com a adição gradual de Na_2CO_3 sólido fornecido até que a efervescência termine. Descarte o filtrado no balde de plástico apropriado.

Prática de Laboratório 1

Purificação do produto bruto

Coloque o funil contendo o precipitado em um erlenmeyer de 100 mL. Derrame de 15 a 20 mL da solução de NaHCO_3 fornecida (usando um tubo de ensaio) sobre o papel de filtro até dissolver o precipitado completamente.

- 8) Adicione o carvão, fornecido em pó, ao filtrado e misture-o cuidadosamente. Filtre a solução para remover o carvão.
- 9) Adicione H_2SO_4 diluído, gradualmente ao filtrado, até a efervescência acabar. Filtre o produto purificado. Use 10 -15 mL de água destilada para lavar o precipitado. Mantenha o papel de filtro com o produto num vidro de relógio.
- 10) Cubra o produto com o mesmo funil e leve-o ao instrutor de laboratório para secagem (por um mínimo de 1 hora).

Logo que termine a prática, leve o produto para ser pesado pelo instrutor de laboratório e registre o valor da pesagem.

Prática de Laboratório 2**18 pontos**

Determinação de Mn(II) e Mg(II) presentes em uma amostra dada.
(Tempo aprox: 1½ hr)

Nesse experimento, a determinação das quantidades de Mn (II) e Mg (II) presentes em uma amostra dada é conduzida por titulação complexiométrica usando solução padrão de Na₂EDTA. A quantidade total do íon metálico é obtida da primeira titulação. Nesse estágio, pelo uso adequado de NaF sólido, é conseguida uma liberação seletiva e quantitativa de EDTA presente no complexo de Mg-EDTA. O EDTA, então livre, é combinado, novamente, pela adição de um **excesso** conhecido de solução padrão de Mn (II). O Mn (II) não usado é estimado por uma titulação de retorno usando a mesma solução padrão de Na₂EDTA. A partir destes dois diferentes valores da titulação, quantidades individuais dos íons metálicos presentes podem ser obtidas. Ambas as titulações são feitas usando-se um tampão (pH = 10) e o indicador preto de ericromo T.

A amostra em duplicata é fornecida em dois erlenmeyers de 250 mL (rotulados de experiência I e experiência II. Faça as titulações para ambas as amostras e anote suas leituras na folha de resposta).

Procedimento

Duas buretas (25 mL) são fornecidas para você. Preencha uma com a solução padrão de Na₂EDTA fornecida e a outra com a solução padrão fornecida de Mn (II).

Titulação1

Adicione todo o cloreto de hidroxilamina sólido, fornecido em um dos frascos, na solução-amostra (fornecida no erlenmeyer de 250 mL), seguido de 50 mL de água destilada. Com a ajuda de uma proveta, adicione 10 mL da solução tampão (pH=10) e uma espátula de metal cheia do indicador sólido. Agite os conteúdos do frasco, cuidadosamente, e titule a solução com uma solução padrão de Na₂EDTA até que a cor mude de vermelho vinho para azul. Anote sua leitura da bureta (**A** mL). Certifique-se que você agitou cuidadosamente os conteúdos do frasco durante a titulação.

Prática de Laboratório 2

Titulação 2

Ao mesmo frasco, adicione todo o NaF sólido dado em um dos frascos e agite bem o conteúdo por um minuto. Para isso, adicione 20 mL da solução padrão de Mn (II) a partir da outra bureta. A adição da solução de Mn (II) deve ser feita em pequenas quantidades (2-3 mL), com agitação. Depois da adição de toda a solução de Mn (II), agite os conteúdos por 2 a 3 minutos. A cor da solução mudará de azul para vermelho vinho. Titule o **excesso** de Mn(II) na solução com uma solução padrão de Na₂EDTA até a cor passar de vermelho vinho para azul. Anote a sua leitura da bureta (**B** mL).

Repita o mesmo procedimento para a experiência II.

Prática de laboratório 3**10 pontos****Determinação da constante de velocidade para a reação redox entre etanol e cromo (VI) (Tempo aprox.: 1½ hr)**

A oxidação de álcoois pelo cromo (VI) forma a base para a análise do conteúdo de álcool em amostras de hálito (bafômetro). Uma solução diluída de $K_2Cr_2O_7$ na presença de um ácido forte (aqui utilizaremos 3.6 M HCl) é a fonte de íons $HCrO_4^-$ que é o agente oxidante envolvido nessa reação.

Nesse experimento, será determinada, por meio de titulação, a velocidade de reação entre $HCrO_4^-$ e CH_3CH_2OH . Nas condições experimentais dadas, a lei de velocidade é escrita como:

$$\text{Velocidade} = k[HCrO_4^-]^x$$

onde x é a ordem da reação.

Em diferentes tempos de reação, $[HCrO_4^-]$ é obtido por titulação iodométrica.

Procedimento

Em um frasco, serão fornecidos 100 mL de solução padrão de $K_2Cr_2O_7$ em HCl. Transfira a este frasco 1 mL de etanol absoluto fornecido em um frasco e feche-o. Inicie a contagem do tempo (t) usando o cronômetro e considere esse momento como $t=0$. Misture bem os conteúdos e encha a bureta com essa solução.

Após cada 10 minutos, transfira 10 mL dessa solução para um erlenmeyer limpo (100 mL) que contém 4 mL da solução de KI fornecida. A solução ficará marrom. Titule essa solução com uma solução padrão de $Na_2S_2O_3$ fornecida até que a cor mude para amarelo esverdeado pálido. Adicione 2 mL de indicador de amido e continue a titulação até que a cor mude de azul para verde pálido. Registre a leitura da bureta na folha de resposta. Repita esse procedimento de modo a obter 4 leituras (10, 20, 30 e 40 minutos depois de iniciada a reação).