Universidade Federal de Juiz de Fora

Instituto de Ciências Exatas

Departamento de Química

LABORATÓRIO DE FUNDAMENTOS EM QUÍMICA

(BIOLOGIA)

QUI-161

2022

ÍNDICE

Instruções gerais para o trabalho em um laboratório químico.....3
Reconhecimento de vidrarias e equipamento em geral.....25
Técnicas de medidas e tratamentos de dados experimentais.....32
Cromatografia 42
Reações químicas.....48
Identificação de cátions e ânions.....53
Estequiometria de reações químicas 58
Equilíbrio químico 61
Preparo e diluição de soluções 66
Titulação de soluções 71
Solução tampão: acidez e alcalinidade de reserva.....76

AULA PRÁTICA N° 01

Instruções gerais para o trabalho em um laboratório químico

1 – SEGURANÇA QUÍMICA EM LABORATÓRIO

Para tirar o máximo de proveito de um laboratório, você deve seguir alguns princípios básicos, principalmente porque isso resulta em segurança para você e para as pessoas que estão compartilhando este ambiente de trabalho. É necessário que todos os usuários conheçam e pratiquem determinadas regras, desde o primeiro instante que pretenderem permanecer em um laboratório.

São regras simples, fáceis de memorizar e de seguir:

Indumentária Apropriada:

- Avental de mangas compridas, longos até os joelhos, com fios de algodão na composição do tecido.
- Calça comprida de tecido não inteiramente sintético.
- Sapato fechado, de couro ou assemelhado.
- Óculos de segurança.
- Luvas

☞ Equipamentos de Proteção Individual (EPI) – avental, luvas, proteção facial/ocular e proteção respiratória.

Indumentária Proibida:

- Bermuda ou short.
- Sandália, Chinelo, Sapato aberto.
- Uso de lente de contato.
- Uso de braceletes, correntes ou outros adereços.
- Avental de nylon ou 100% poliéster.

Faça no Laboratório:

- Lave as mãos antes de iniciar seu trabalho.
- Lave as mãos entre dois procedimentos.

- Lave as mãos antes de sair do laboratório.
- Certifique-se da localização do chuveiro de emergência, lava-olhos, e suas operacionalizações.
- Conheça a localização e os tipos de extintores de incêndio no laboratório.
- Conheça a localização das saídas de emergências.

Não Faça no Laboratório:

- Fumar
- Comer
- Beber
- Sentar ou debruçar na bancada
- Sentar no chão
- Não use cabelo comprido solto
- Não (ou evite) trabalhar solitário no laboratório
- Não manuseie sólidos e líquidos desconhecidos apenas por curiosidade

Com os ácidos

- Adicione sempre o ácido à água; nunca faça o inverso.

Com Bicos de Gás

- Feche completamente a válvula de regulagem de altura de chama.
- Abra o registro do bloqueador da linha de alimentação.
- Providencie uma chama piloto e aproxime do bico de gás.
- Abra lentamente a válvula de regulagem de altura de chama até que o bico de gás ascenda.
- Regule a chama.

Com Soluções

- **Importante: Cerca de 80% das soluções químicas concentradas são nocivas aos organismos vivos, principalmente se ministradas por via oral.**

- Não transporte soluções em recipientes de boca larga, se tiver que efetuá-lo por certa distância, triplique sua atenção durante o percurso e solicite a um colega que o acompanhe.
- Não leve à boca qualquer reagente químico, nem mesmo o mais diluído.
- Certifique-se da concentração e da data de preparação de uma solução antes de usá-la.
- Não pipete, aspirando com a boca, líquidos cáusticos, venenosos ou corantes, use pêra de segurança.
- Não use o mesmo equipamento volumétrico para medir simultaneamente soluções diferentes.
- Volumes de soluções padronizadas, tiradas dos recipientes de origem e não utilizadas, devem ser descartados e não retornados ao recipiente de origem.

Com Sólidos e Líquidos

- O descarte deverá ser efetuado em recipientes apropriados separando-se o descarte de orgânicos de inorgânicos.
- Cuidados com Aquecimento, incluindo: Reação exotérmica, chama direta, resistência elétrica e banho-maria.
- Não aqueça bruscamente qualquer substância.
- Nunca dirija a abertura de tubos de ensaio ou frascos para si ou para outrem durante o aquecimento.
- Não deixe sem o aviso "cuidado material aquecido", equipamento ou vidraria que tenha sido removida de sua fonte de aquecimento, ainda quente e deixado repousar em lugar que possa
- ser tocado inadvertidamente.
- Não utilize "chama exposta" em locais onde esteja ocorrendo manuseio de solventes voláteis, tais como éteres, acetona, metanol, etanol, etc.
- Não aqueça fora das capelas, substâncias que gerem vapores tóxicos

Manuseio e Cuidados com Frasco de Reagentes

- Leia cuidadosamente o rótulo do frasco antes de utilizá-lo, habitue-se a lê-lo, mais uma vez, ao pegá-lo, e novamente antes de usá-lo.

- Ao utilizar uma substância sólida ou líquida dos frascos de reagentes, pegue-o de modo que sua mão proteja o rótulo e incline-o de modo que o fluxo escoe do lado oposto ao rótulo.
- Muito cuidado com as tampas dos frascos, não permita que ele seja contaminada ou contamine-se. Se necessário use o auxílio de vidros de relógio, placas de Petri, etc. para evitar que isso aconteça.
- Ao acondicionar um reagente, certifique-se antes da compatibilidade com o frasco, por exemplo, substâncias sensíveis à luz, não podem ser acondicionadas em embalagens translúcidas.
- Não cheire diretamente frascos de nenhum produto químico, aprenda esta técnica e passe a utilizá-la de início, mesmo que o frasco contenha perfume.
- Os cuidados com o descarte de frascos vazios de reagentes não devem ser menores que os cuidados com o descarte de soluções que eles dão origem.
- Cuidados com Aparelhagem, Equipamentos e Vidrarias Laboratoriais: Antes de iniciar a montagem, inspecione a aparelhagem, certifique-se de que ela esteja completa, intacta e em condições de uso.
- Não utilize material de vidro trincado, quebrado ou com arestas cortantes.
- Não seque equipamentos volumétricos utilizando estufas aquecidas ou ar comprimido.
- Não utilizes tubos de vidro, termômetros em rolha, sem antes lubrificá-los com vaselina e proteger as mãos com luvas apropriadas ou toalha de pano.

2 – CLASSIFICAÇÃO DOS PRODUTOS QUÍMICOS

As substâncias químicas podem ser agrupadas segundo suas características de periculosidade. Porém é importante lembrar que é muito complexa a harmonização de classificação e rotulagem dos produtos químicos perigosos, ou seja, as substâncias que têm propriedades capazes de produzir danos à saúde ou danos materiais.

A classificação destas substâncias ou os símbolos de periculosidade são uma forma clara e rápida de identificar o perigo que elas representam.

O setor de transporte de produtos perigosos é um sistema, periodicamente atualizado, que agrupa as substâncias em nove classes de risco especificadas abaixo:

- **CLASSE 1:** Explosivos
- **CLASSE 2:** Gases
- **CLASSE 3:** Líquidos Inflamáveis
- **CLASSE 4:** Sólidos Inflamáveis
- **CLASSE 5:** Substâncias Oxidantes
- **CLASSE 6:** Substâncias Tóxicas e Substâncias Infectantes
- **CLASSE 7:** Materiais Radioativos
- **CLASSE 8:** Substâncias Corrosivas
- **CLASSE 9:** Substâncias e Artigos Perigosos Diversos

Uma substância pode se enquadrar em mais de uma classe de risco.

➢ **EXPLOSIVOS:**

• Substâncias que podem explodir sob efeito de calor, choque ou fricção. As temperatura de detonação são muito variáveis. Ex: nitroglicerina (117ºC); isocianato de mercúrio (180ºC); trinitrotolueno (470ºC).

• Certas substâncias formam misturas explosivas com outras. Ex: cloratos com certos materiais combustíveis; tetrahidroresorcinol com metais.

• Outras substâncias tornam-se explosivas em determinadas concentrações. Ex; ácido perclórico a 50%.

➢ **GASES:**

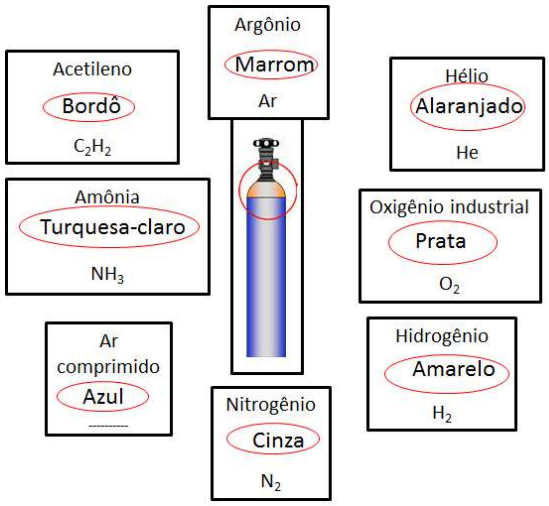
• Gás é um dos estados da matéria. Nesse estado a substância move-se livremente, ou seja, independente do perigo apresentado pelo produto, seu estado físico representa por si só uma grande preocupação, uma vez que se expandem indefinidamente. Assim, em caso de vazamento, os gases tendem a ocupar todo o ambiente mesmo quando possuem densidades diferentes à do ar. Além do perigo inerente ao estado físico, os gases podem apresentar perigos adicionais, como por exemplo a inflamabilidade, toxicidade, poder de oxidação e corrosividade, entre outros.

• Os gases comprimidos são singulares, tendo em vista que representam tanto um

risco químico, como um risco físico.

Estes são armazenados em cilindros. Um vazamento no cilindro ou sistema de canalização cria um risco em potencial para uma intoxicação, um incêndio ou uma explosão. Os cilindros de gás são identificados pela cor, segundo NBR 12176:1999.

Cilindro de gás indicando a posição onde se encontra a classificação de acordo com a cor do tipo de gás e sua fórmula.



NBR 12176:1999

- **LÍQUIDOS SÓLIDOS INFLAMÁVEIS:**

• A inflamabilidade depende dos seguintes parâmetros:

- ***Ponto de Ignição ou Ponto de Fulgor (flash point):*** temperatura acima da qual uma substância desprende suficiente vapor para produzir fogo quando em contato com o ar e uma fonte de ignição (centelha, chama aberta).

- ***Ponto de Autoignição:*** temperatura acima da qual uma substância desprende vapor suficiente para produzir fogo espontaneamente quando em contato com o ar.

• Os líquidos inflamáveis são classificados conforme abaixo representado:

GRUPO DE RISCO	PONTO DE FULGOR	PONTO DE EBULIÇÃO
I	< 23°C	≤ 35°C
II	< 23°C	< 35°C
III	Entre 23°C e 26°C	> 35°C

LÍQUIDO INFLAMÁVEL	PONTO DE FULGOR (°C)	PONTO DE EBULIÇÃO (°C)	GRUPO DE RISCO
Éter etílico	-45	35	I
Acetaldeído	-38	21	I
Benzeno	-11	80	II
Álcool etílico	13	78	II
Clorobenzeno	28	132	III
Ácido acético	39	48	III

• Sólidos facilmente inflamáveis: Ex: hidretos metálicos

➢ **SUBSTÂNCIAS TÓXICAS E INFECTANTES:**

• As substâncias tóxicas podem ser encontradas em diferentes estados físicos: gases e vapores, líquidos, sólidos e aerodispersóides (poeira, fumo, névoas e neblinas).

• As principais vias de acesso de uma substância tóxica ao organismo são: inalação, absorção cutânea, ingestão e injeção.

• Os efeitos tóxicos podem ser classificados como: agudo, crônico ou cumulativo, local, sistêmico, ação combinada, antagonismo e tolerância.

• Nosologia das substâncias tóxicas: irritantes, corrosivas, asfixiantes, anestésicos, carcinógenos, mutagenos e teratogenos.

DEFINIÇÕES IMPORTANTES

- *Agente tóxico:* substância que cause grave dano ou morte, através de uma interação físico-química com o tecido vivo.

- *Toxicidade:* é a capacidade que uma substância tem de produzir dano a um organismo vivo, quando entra em contato com o mesmo.

- *DL_{50}:* é a dose única de uma substância química que causa a morte de 50% dos animais de uma dada população de organismos expostos, em condições experimentais definidas.

Classificação de Toxidade Baseada em valores de DL_{50}

Categoria	**DL_{50} oral para ratos (mg/Kg massa corpórea)**
Muito Tóxico	Menor que 25
Tóxico	De 25 a 200
Nocivo	De 200 a 2000

Comparação entre DL_{50} de Algumas Substâncias Potencialmente Tóxicas

Substância	**DL_{50} (mg/Kg)***
Vitamina C	11900
Cloreto de sódio	3000
DDT	100
Nicotina	80

- *Limite de tolerância:* é a concentração de uma determinada substância química, presente no ambiente de trabalho, sob o qual os trabalhadores podem ficar expostos durante toda sua vida laboral, sem sofrer efeitos adversos à sua saúde. Essa concentração é expressa em partes por milhão (ppm) ou miligramas por metro cúbico (mg/m^3).
- *Limite de tolerância – Média ponderada pelo tempo:* representa a concentração média ponderada, existente durante a jornada de trabalho, ou seja, pode ter valores acima do limite fixado, desde que, sejam compensados por valores abaixo deste, acarretando uma média ponderada igual ou inferior ao limite de tolerância.
- *Valor teto:* é a concentração máxima, permitida no ar, de uma substância tóxica, não podendo ser ultrapassada em nenhum momento da jornada de trabalho.

- **SUBSTÂNCIAS RADIOATIVAS:**

• Radioatividade é a propriedade que alguns tipos de átomos instáveis apresentam de emitir energia e partículas subatômicas, o que se convenciona chamar de decaimento radioativo ou desintegração nuclear.

• A radioatividade tem três campos de aplicação para fins pacíficos: médico, quando se aproveita sua capacidade de penetração e perfeita definição do feixe emitido para o tratamento de tumores e diversas doenças da pele e dos tecidos em geral; industrial, nas áreas de obtenção de energia nuclear mediante procedimentos de fissão ou ruptura de átomos pesados; e científico, para o qual fornece, com mecanismos de bombardeamento de átomos e aceleração de partículas, meios de

aperfeiçoar o conhecimento sobre a estrutura da matéria nos níveis de organização subatômica, atômica e molecular.

- **SUBSTÂNCIAS CORROSIVAS:**

• Substâncias que quando em contato com tecidos vivos ou materiais podem exercer sobre eles efeitos destrutivos.

O contato desses produtos com a pele e os olhos pode causar severas queimaduras, motivo pelo qual deverão ser utilizados **equipamentos de proteção individual** compatíveis com o produto envolvido.

Ácidos	Bases	Simples de elementos químicos	Sais
Anidrido acético	Hidróxido de amônio	Bromo	Cloreto de alumínio
Fluorídrico	Hidróxido de sódio	Cloro	Cloreto férrico
Fórmico	Hidrazina	Flúor	Fluoreto de sódio
Oxálico	Hidroxilamina	Fósforo	
Tricloroacético	Óxido de cálcio	Iodo	
Sulfúrico	Trietilamina		

FIQUE ATENTO

Explosivo: evitar choques, fricção, faíscas, fogo e calor.

Oxidantes: evitar todo contato com substâncias comburentes.

Inflamável: manter longe de chamas, faíscas e fontes de calor.

Tóxico: evitar qualquer contato com o corpo humano. Em caso de mal estar procurar imediatamente um médico. No caso de substâncias cancerígenas e mutagênicas, ver indicações especiais.

Corrosivo: evitar contato com os olhos, pele e roupa mediante medidas protetoras especiais. Não inalar os vapores. Em caso de acidente ou mal estar, procurar imediatamente um médico.

Irritante: evitar contato com os olhos e a pele. Não inalar os vapores.

3 – INFORMAÇÕES DE SEGURANÇA

Informações de Segurança

Os rótulos QM e Quimex trazem informações de segurança aceitas internacionalmente.

1 **Símbolos de periculosidade**
Chamam a atenção do usuário para as principais características de periculosidade de cada produto.

2 **Primeiros Socorros**
Medidas emergenciais que podem ser tomadas antes de encaminhar o acidentado ao atendimento médico mais próximo.
Juntamente com o acidentado deve ser levado o nome completo do produto e a respectiva ficha de segurança de produto químico.

3 **WGK**
Classificação alemã indicativa do potencial de perigo de poluição quando o produto é despejado em águas
0-substância não perigosa para a água
1-substância fracamente perigosa para a água
2-substância perigosa para a água
3-substância muito perigosa para a água

4 **Frases R / S**
Códigos numéricos de frases que resumem os Riscos e medidas de Segurança indicadas em cada produto específico.

5 **Classe de risco ONU**
Classificação adotada para produtos perigosos tendo como base o tipo de risco indicado pelas "Recomendações para o transporte de produtos perigosos das Nações Unidas".

6 **Código ONU**
Números de quatro dígitos que definem cuidados de segurança para transportes em geral.
Aplicam-se à famílias de produtos ou produtos individuais quando necessário.
Outorgados por especialistas das Nações Unidas são reconhecidos internacionalmente.

4 – INCÊNDIO

Para que haja fogo é necessário que existam os seguintes fatores:

- Combustível
- Calor
- Comburente (ex: oxigênio)

O fogo é um processo químico que obedece rigorosamente a Lei das proporções Definitivas ou Lei de Proust.

Condições para a combustão

De 0 a 8% de Oxigênio	Não ocorre
De 8 a 13% de Oxigênio	Lenta
De 13 a 21% de Oxigênio	Viva

➢ CUIDADOS PARA EVITAR INCÊNDIOS

- Assegurar o bom estado dos quadros da rede elétrica.
- Assegurar o uso adequado das tomadas conforme recomendações especificadas em "normas básicas para uso de equipamento elétrico".
- Armazenamento dos bujões de gás em local bem ventilado fora do prédio. Tolera-se o uso de bujões de até 13 kg no interior do prédio em áreas seguras.
- Solventes químicos não podem ser armazenados próximos a fornos, estufas e locais aquecidos.
- Os laboratórios devem ser fechados adequadamente, porém, permitindo o acesso à Brigada de Incêndio, visto que o incêndio pode se alastrar e ameaçar a Instituição como um todo.

➢ EQUIPAMENTOS PARA CONTROLAR INCÊNDIOS

Extintores de incêndio para produtos químicos (extintores PQS de pó), eletricidade (extintores de CO_2) e para papéis (extintores de água pressurizada) devem estar à disposição. Em instalações que utilizam muito equipamento elétrico, deve-se ter um maior número de extintores para eletricidade; em locais que contenham muitos produtos químicos, deverá haver mais extintores PQS. Os dois podem ser utilizados em ambos os casos, porém procurando sempre utilizar o mais adequado.
Os extintores devem estar dentro do prazo de validade e fixados em locais de fácil acesso, como por exemplo, nos corredores. Em locais de maior periculosidade, recomenda-se que haja um extintor a cada 10m. Também se recomenda a colocação de um extintor dentro dos laboratórios que contenham muitos solventes ou equipamentos elétricos.

➢ COMO PROCEDER EM CASO DE INCÊNDIO

- Se forem percebidos indícios de incêndios (fumaça, cheiro de queimado, estalidos, etc.), aproxime-se a uma distância segura para ver o que está queimando e a extensão do fogo.
- Dê o alarme pelo meio disponível aos responsáveis.
- Se não souber combater o fogo, ou não puder dominá-lo, saia do local, fechando todas as portas e janelas atrás de si, mas sem trancá-las, desligando a eletricidade, alertando os demais ocupantes do andar e informando os laboratórios vizinhos da ocorrência do incêndio.
- Não perca tempo tentando salvar objetos, salve sua vida.
- Mantenha-se vestido, pois a roupa protege o corpo contra o calor e a desidratação.
- Procure alcançar o térreo ou as saídas de emergência do prédio, sem correr.
- Jamais use o elevador, pois a energia é normalmente cortada, e ele poderá ficar parado, sem contar que existe o risco dele abrir justamente no andar em chamas.
- É da responsabilidade de cada chefe de laboratório conhecer os disjuntores

de suas instalações.

- **CLASSES DE INCÊNDIOS**

- **Classe "A":** Materiais que queimam em superfície e em profundidade. Exemplos: madeira, papel, tecido.
- **Classe "B":** Os líquidos inflamáveis. Queimam na superfície. Exemplos: álcool, gasolina, querosene.
- **Classe "C":** Equipamentos elétricos e eletrônicos energizados. Exemplos: computadores, televisores, motores.
- **Classe "D":** Materiais que requerem agentes extintores específicos. Exemplos: pó de zinco, sódio, magnésio.

- **TIPOS DE EXTINTORES**

Procure controlar as chamas com o extintor de incêndio adequado

- **Extintor de água pressurizada-gás:**

Indicado com ótimo resultado para incêndios de Classe "A". Contra-indicado para as Classes "B" e "C".

Modo de usar: Rompa o lacre e aperte o gatilho, dirigindo o jato para a base do fogo

- **Água-gás:**

Este tipo possui uma pequena ampola de ar comprimido. Abra o registro da ampola de gás e dirija o jato para a base do fogo.

Processo de extinção: Resfriamento.

- **Extintor de espuma:**

Indicado com ótimo resultado para incêndios de classe "B" e com bom resultado para a classe "A". Contra indicado para a classe "C".

Modo de usar: Aproxime-se com segurança do líquido em chamas, inverta a posição do extintor (posicione-o de cabeça para baixo) e dirija o jato para um anteparo, de modo que a espuma gerada cubra o líquido como uma manta.

Processo de extinção: Abafamento. Um processo secundário é o resfriamento (umidificação).

- **Extintor de pó químico seco**

Indicado com ótimo resultado para incêndios de classe "C" e sem grande eficiência

para a classe "A". Não possui contra-indicação.
Modo de usar: Rompa o lacre e aperte o gatilho, dirigindo o jato para base do fogo.
Processo de extinção: Abafamento.

- **Extintor de gás-carbônico**

Indicado para incêndios de classe "C" e sem grande eficiência para a classe "A".
Não possui contra indicação.
Modo de usar: Rompa o lacre e aperte o gatilho, dirigindo o difusor para a base do fogo. Não toque no difusor, pois com a passagem de gás por ele, ele poderá gelar e agarrar a pele ao ser tocado.
Processo de extinção: Abafamento.

Obs.: Incêndios de classe "D" requerem extintores específicos podendo, em alguns casos, ser utilizado o de gás carbônico (CO_2) ou pó químico seco (PQS).

4 – RESÍDUOS QUÍMICOS

Caracterizar e classificar um material residual significa identificar as propriedades ou características daquele material que possam causar danos ao homem e ao meio ambiente. Esta ação subsidia diretamente a tomada de decisões técnicas e econômicas em todas as fases do manejo do material. Assim materiais residuais caracterizados como ***perigosos*** devem sofre manuseio, estocagem, segregação, rotulagem e tratamento criteriosos, ao passo que materiais ***não perigosos*** podem ser manejados com menor grau de complexidade. Rejeitos considerados perigosos devem ser necessariamente tratados antes da disposição final, enquanto que rejeitos considerados não perigosos podem ser descartados no ambiente após a devida consideração da legislação ambiental vigente.

➢ **Definições:**

- **<u>Material residual:</u>** termo usado para abranger, genericamente, qualquer resíduo ou rejeito produzido por uma fonte geradora.

- **Resíduo:** é um material residual remanescente de alguma apropriação, processo ou atividade e que, em princípio, possui um potencial de uso, para o próprio gerador ou não, com ou sem tratamento.
- **Rejeito:** é um material residual remanescente de alguma apropriação, processo ou atividade, porém, inservível, já que não apresenta possibilidade técnica ou econômica de uso, com ou sem tratamento, devendo ser tratado para descarte no meio ambiente.
- **Resíduo perigoso**: material (substância ou mistura de substâncias) com potencial de causar danos a organismos vivos, materiais, estruturas ou ao meio ambiente; ou ainda, que pode tornar-se perigoso por interação com outros materiais
- **Danos**: explosão, fogo, corrosão, toxicidade a organismos ou outros efeitos deletérios.

➢ Resíduos perigosos mais usuais Em laboratórios químicos compreendem:

. solventes orgânicos

. resíduos de reações

. reagentes contaminados, degradados ou fora do prazo de validade

. soluções-padrão

. fases móveis de cromatografia

➢ **Classificação do material residual**

No Brasil, o processo para classificar um material residual como perigoso deve seguir o recomendado pela ABNT NBR 10.004 e a consulta a seus oito anexos, apresentam, entre outros atos normativos, listagens de resíduos perigosos.

Segundo a NBR 10.004:2004 os resíduos são classificados em:

a) Classe I: Perigosos

São aqueles que podem apresentar riscos à saúde pública ou ao meio ambiente, em função de suas características de inflamabilidade, corrosividade, reatividade, toxicidade ou patogenicidade.

b) Classe II: Não Perigosos .

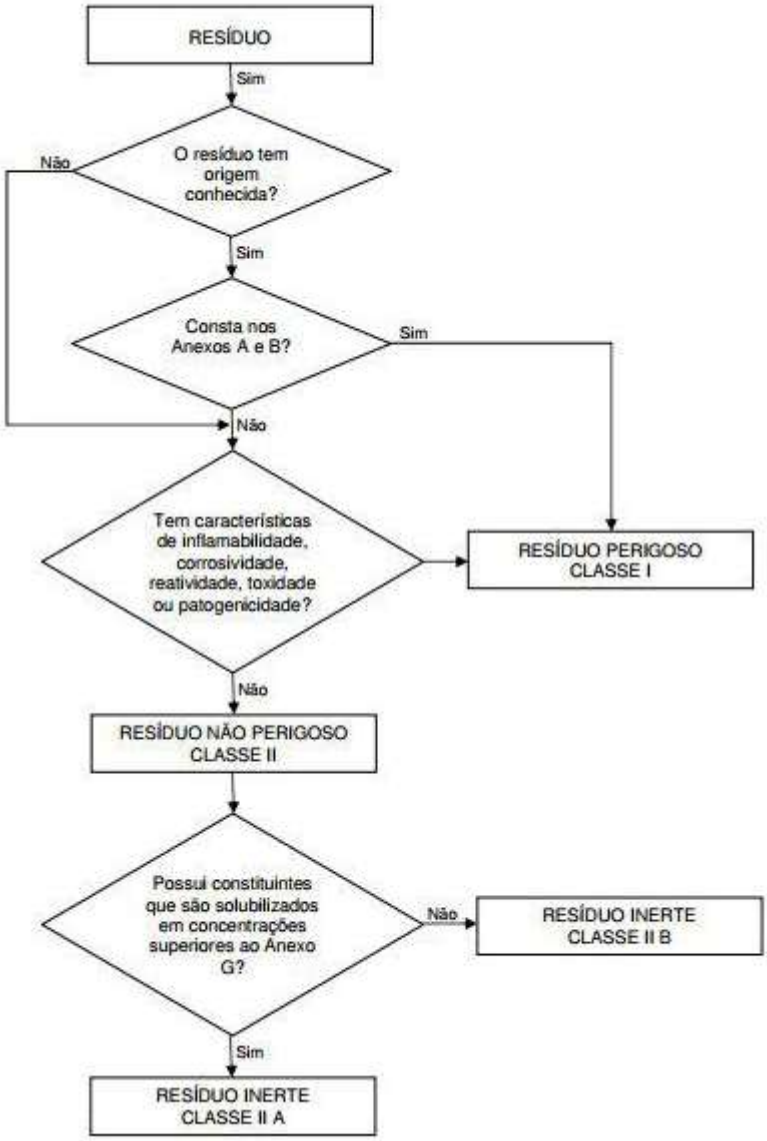
Classe II A: Não Inertes

São resíduos que não apresentam periculosidade, porém, não são inertes e podem ter propriedades como combustibilidade, biodegradabilidade ou solubilidade em água .

Classe II B: Inertes

São resíduos que, submetidos ao teste de solubilização, não apresentam nenhum de seus constituintes solubilizados em concentrações superiores aos padrões de potabilidade da água.

Fluxograma do processo de classificação do resíduo



Fonte: ABNT NBR 10.004,2004.

- **Segregação de resíduos perigosos**

Definição de grupos de resíduos: deverão ser definidos considerando-se, além das peculiaridades do inventário, as características fisico-químicas, periculosidade, compatibilidade e o destino final dos resíduos.

Classes de resíduos químicos que devem ser adotadas:

Inorgânicos

- ➔ soluções aquosas de metais pesados
- ➔ ácidos
- ➔ bases
- ➔ sulfetos
- ➔ cianetos
- ➔ mercúrio metálico (recuperação)
- ➔ sais de prata (recuperação)

Orgânicos

Para descarte (incineração/co-processamento):

- ➔ solventes não halogenados, < 5% água
- ➔ solventes não halogenados, > 5% água
- ➔ solventes halogenados
- ➔ peróxidos orgânicos
- ➔ pesticidas e outros de alta toxicidade aguda ou crônica

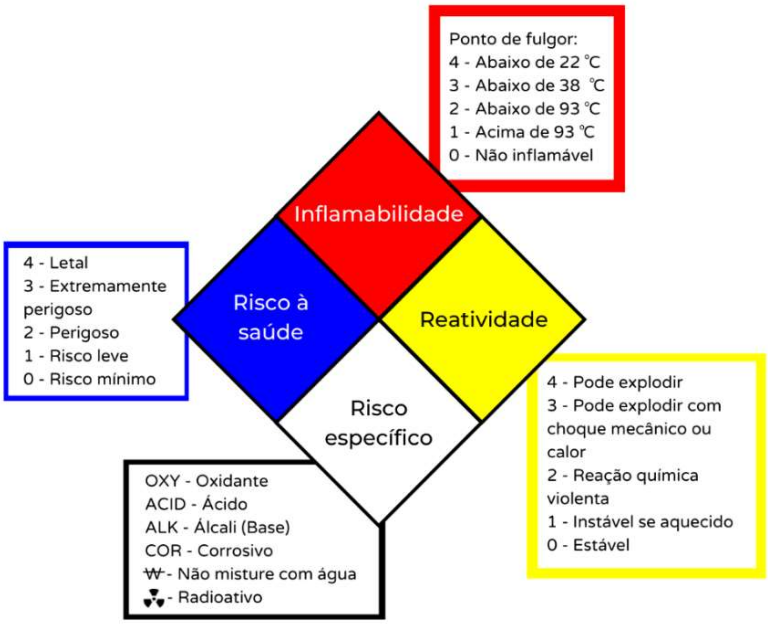
Para recuperação (se houver possibilidade de formação de misturas azeotrópicas, avaliar o custo/benefício da recuperação)

- ➔ solventes clorados
- ➔ acetatos e aldeídos
- ➔ hidrocarbonetos
- ➔ álcoois e cetonas

- **Diagrama de Hommel**

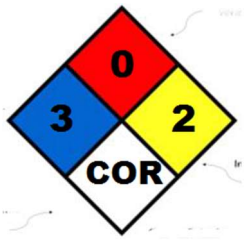
Será adotada a simbologia de risco do NFPA (*National Fire Protection Association*), dos EUA, também conhecida como diagrama de Hommel. Nesta simbologia, cada um dos losangos expressa um tipo de risco, a que será atribuído um grau de risco variando entre 0 e 4, conforme explicitado a seguir.

Diagrama de Hommel



Exemplos

Perclorato de amônio



Ácido sulfúrico

- **Tratamento de materiais residuais**

Métodos de Tratamento	
Tratamento químico	• neutralização ácido-base • precipitação química •oxidação redução • absorção em carvão ativado • troca iônica
Tratamento físico	• remoção física: destilação, evaporação, extração por solvente, extração por arraste a vapor, troca iônica, precipitação, cristalização, filtração, adsorção, osmose reversa • microencapsulamento •estabilização
Tratamento térmico	• incineração • co-processamento • combustão em caldeiras e fornos •detonação • vitrificação
Tratamento biológico	• bioremediação
Disposição no solo	• aterro industrial

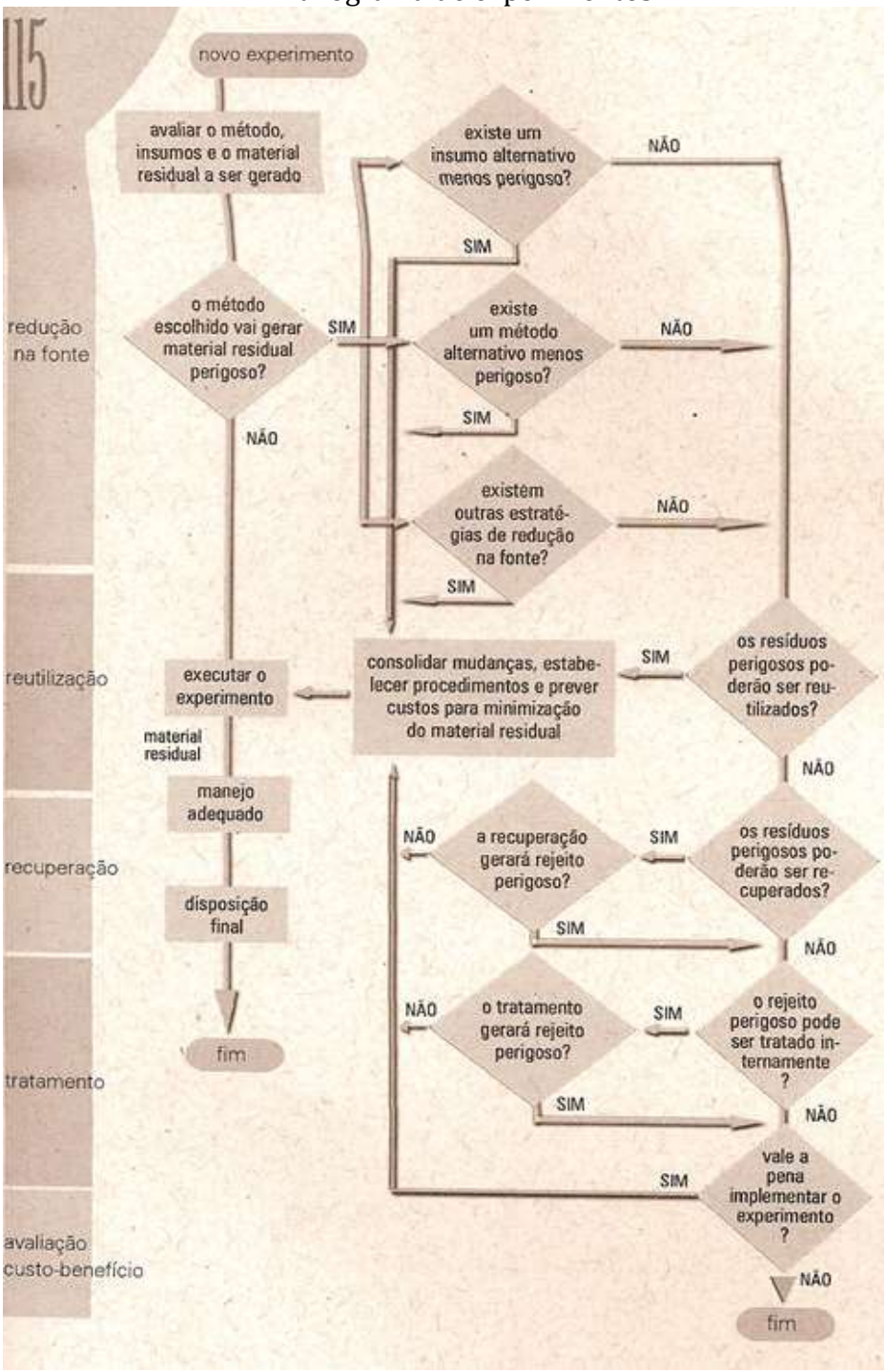
4 – SUBSTITUIÇÃO DE MÉTODOD E MATERIAIS

Processos químicos são tradicionalmente geradores de problemas ambientais devido ao manejo de substâncias reconhecidamente perigosas que, muitas vezes, são descartadas de forma inadequada no ambiente. Entretanto, a **química verde** surgiu como uma proposta de minimizar a geração de resíduos e é definida como "a criação, o desenvolvimento e a aplicação de produtos e processos químicos para reduzir ou eliminar o uso e a geração de substâncias tóxicas".

A minimização de materiais residuais começa com decisões corretas na hora de planejar os experimentos e ensaios. É necessário avaliar previamente todo o potencial de periculosidade que envolve a adoção de um determinado experimento e, se prejudicial ao homem ou ao ambiente, pesquisar sobre métodos equivalentes alternativos, substituição de produtos por outros menos perigosos e mesmo verificar a possibilidade de reaproveitamento do material residual gerado. O

planejamento de experimentos é uma das mais importantes estratégias de redução na fonte e deve ser incentivada em todo laboratório que faça uso de produtos químicos perigosos.

Fluxograma de experimentos



5 – PRIMEIROS SOCORROS

- **Queimaduras:**

a) Queimaduras causadas por calor seco (chama ou objetos aquecidos):

Queimaduras leves, refrescar com água fria, secar e aplicar pomada de picrato de butesina. No caso de queimaduras graves, refrescar com água fria e cobrir com gase esterilizada umedecida com solução aquosa de bicarbonato de sódio 5 %. Contactar um médico imediatamente.

b) Queimaduras por ácidos:

Lavar imediatamente o local com água corrente em abundância durante cinco minutos. Em seguida, lavar com solução saturada de bicarbonato de sódio e novamente com água. Secar e aplicar mertiolate. OBS: No caso de a queimadura ser muito severa lavar apenas com bastante água e procurar um médico.

c) Queimaduras por álcalis:

Lavar a área atingida imediatamente com bastante água corrente durante cinco minutos. Tratar com solução aquosa de ácido acético 1 % e lavar novamente com água. Secar e aplicar mertiolate.

OBS: No caso de a queimadura ser grave lavar apenas com água e procurar um médico.

- **Álcalis nos olhos:**

Lavar com água corrente em abundância durante quinze minutos.

Depois disso, aplicar solução aquosa de ácido bórico 1%.

- **Intoxicações por inalação de gases:**

Remover a vítima para um ambiente arejado, deixando-a descansar.

- **Ingestão de substâncias tóxicas:**

Administrar o "antídoto universal", que possui a seguinte composição: 2 partes de carvão ativo, 1 parte de óxido de magnésio e 1 parte de ácido tânico (pirogalol). Essa mistura deve ser conservada seca até o momento de ser usada; na ocasião do emprego deve-se dissolver uma colher de sopa da mistura em meio copo de água morna.

6 – REFERÊNCIAS BIBIOGRÁFICAS

1 - Golgher, M.; *Segurança em Laboratório*, CRQ-MG, Belo Horizonte-MG, **2006**.

2 - www.cetesb.sp.gov.br, acessado em 13/04/2022.

3 – Figueiredo, D.V.; *Manual para Gestão de Resíduos Perigosos de Instituições de Ensino e Pesquisa*; Conselho Regional de Química de Minas Gerais, Belo Horizonte, **2006.**

7 – QUESTÕES

1) Qual a diferença entre a combustão lenta e a viva?

2) Atenção especial deve ser dada na organização de um almoxarifado de produtos químicos. Cite três produtos químicos incompatíveis entre si e que, portanto, não podem ser armazenados próximos uns dos outros. Explique por quê.

AULA PRÁTICA N° 02

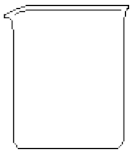
Reconhecimento de vidrarias e equipamentos em geral

Antes de iniciar qualquer experimento em um laboratório químico, é importante familiarizar-se com os equipamentos disponíveis, conhecer seu funcionamento, indicação de uso e a maneira correta de manuseá-lo.

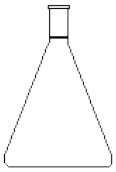
Grande maioria dos equipamentos utilizados nos laboratórios é de vidro, portanto é necessário muito cuidado ao manuseá-los. Estes podem ser de vidro comum, pirex ou de quartzo fundido. A seguir apresentaremos alguns equipamentos básicos utilizados rotineiramente em laboratórios de química e suas funções.

1 – VIDRARIAS

Tubos de ensaio: utilizados para realização de reações químicas em pequena escala, principalmente testes qualitativos. Podem ser aquecidos em movimentos circulares diretamente sob a chama do Bico de Busen e de forma que a extremidade aberta não esteja virada para uma pessoa.

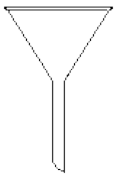


Béquer: utilizado para dissolver uma substância em outra, preparar soluções em geral, aquecer líquidos, dissolver substâncias sólidas e realizar reações.

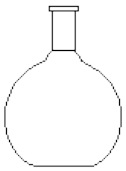


Erlenmeyer: devido ao seu gargalo estreito, é utilizado para dissolver substâncias, agitar soluções e aquecer líquidos sobre a tela de amianto. Integra várias montagens como filtrações, destilações e titulações.

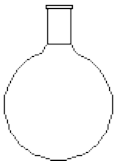
Kitassato: frasco com saída lateral, utilizados em "filtrações a vácuo", ou seja, nas quais é provocado um vácuo parcial dentro dos recipiente para acelerar o processo de filtração.



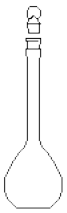
Funil comum: utilizado em filtrações simples, com o auxílio de um papel de filtro, e transferir líquidos de um recipiente para outro.



Balão de fundo chato: utilizado para aquecer brandamente líquidos ou soluções, realizar reações com desprendimentos de gás e armazenar líquidos ou soluções.



Balão de fundo redondo: utilizado para aquecer líquidos ou soluções e realizar reações em geral. É também utilizado em sistemas de refluxo e evaporação a vácuo, acoplado à *Rotavapor*.



Balão volumétrico: utilizado para preparar e diluir soluções com volumes precisos e prefixados. Não pode ser aquecido, pois possui grande precisão de medida. Equipamento calibrado.

Proveta: utilizada para medir volumes de líquidos sem grande precisão.

Vidro de relógio: utilizado normalmente na pesagem e no transporte de substâncias químicas. É também utilizado para cobrir, por exemplo, cápsula de porcela de modo a proteger os sólidos e evitar perda de reagentes.

Pipeta graduada: utilizado para medir volumes variáveis de líquidos com boa precisão. Não pode ser aquecida.

Pipeta volumétrica: utilizada para medir, com grande precisão, um volume fixo de líquidos. Não pode ser aquecida. Equipamento calibrado.

Bureta: utilizada para medida precisa de volume de líquidos. Permite o escoamento controlado de líquido através da torneira. Equipamento utilizado em titulações. Não pode ser aquecida. Equipamento calibrado.

Funil de separação/ decantação: utilizado para separar líquidos imiscíveis e na extração líquido-líquido. Também é conhecido como funil de bromo.

Condensador: utilizado para condensar os vapores produzidos no processo de destilação ou aquecimento sob refluxo. Existem condensadores de Liebig ou de tubo reto, de bolas e de serpentina.

Dessecador: utilizado para guardar substâncias em atmosfera com baixa umidade. Contém substâncias higroscópicas, ou seja, que absorvem a umidade do meio.

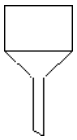
Bastão de vidro/baqueta: utilizado para agitação de soluções e de líquidos, na dissolução de sólidos, no auxílio para transferência de líquidos de um recipiente para outro, etc.

Tubo de Thiele: utilizado na determinação do ponto de fusão das substâncias. Existem equipamentos eletrônicos para este fim.

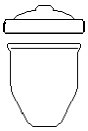
Bolinhas de vidro: utilizadas em montagens de refluxo e destilação para evitar a superebulição (fenômeno em que um líquido ferve a uma temperatura maior que seu ponto de ebulição). Pode também ser de porcelana.

Placa de Petri: utilizada para secagem de substâncias. É um recipiente raso com tampa. Em Biologia são utilizadas para desenvolvimento de culturas de fungos ou bactérias.

2 – UTENSÍLIOS DE PORCELANA



Funil de Büchner:utilizado em filtrações a vácuo em conjunto com o kitassato.

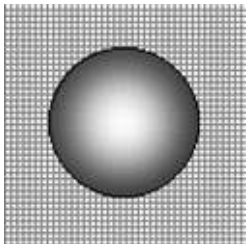


Cadinho: utilizado para calcinações de substâncias, no aquecimento e fusão de sólidos a altas temperaturas. Pode também ser constituído de ferro, prata ou platina.

Cápsula: utilizado na evaporação de líquidos. Pode ser aquecido diretamente na chama.

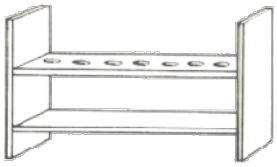
Almofariz e pistilo: utilizado para trituração e pulverização de sólidos. Constituído de ágata

3 – UTENSÍLIOS GERAIS



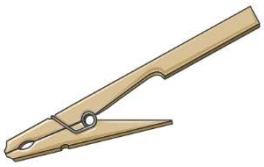
Tela de amianto: tela metálica (de aço), com o centro recoberto em amianto ou cerâmica, utilizada para distribuir uniformemente o calor recebido da chama do bico de Busen para todo o recipiente.

Argola ou anel: utilizado para suporte de funil vidro em montagens de filtração, decantação, etc.

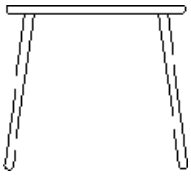


Suporte para tubos de ensaio: utilizado para sustentação de tubos de ensaio.

Garra metálica: utilizada para fixar os diversos equipamentos, mantendo a montagem estável.



Pinça de madeira: utilizada para segurar tubos de ensaio.

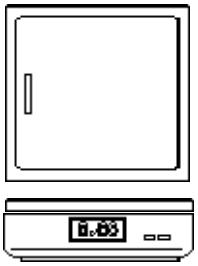


Tripé: utilizado para dar sustentação à tela de amianto ou ao triângulo de porcelana.

Suporte universal: utilizado para dar sustentação à tela de amianto ou ao triângulo de porcelana.

Pinça metálica: utilizado para segurar objetos aquecidos.

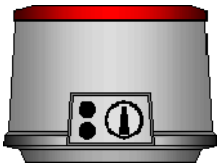
Piseta ou frasco lavador: utilizado para lavagem de diversos materiais. Normalmente contém água destilada.



Pipetador de borracha ou pêra: utilizado para encher pipetas por sucção, principalmente no caso de líquidos voláteis, irritantes ou tóxicos.

Agitador magnético: utilizado para agitar soluções e líquidos. Podem ser só de agitação e/ou com aquecimento.

Estufa: utilizado para secagem de materiais em geral, principalmente vidrarias.



Manta aquecedora: utilizado para aquecimento de líquidos inflamáveis contidos em um balão de fundo redondo.

Capela: utilizada para manusear substâncias gasosas, tóxicas, irritantes, etc.

Espátula: utilizada para transferência de substâncias sólidas.

Centrífuga: utilizado para separação de misturas imiscíveis do tipo sólido-líquido, quando o sólido se encontra finamente disperso no líquido.

Bomba de vácuo: utilizada para reduzir a pressão no interior de um recipiente.

- **Balança**

Utilizado para determinação de massa. As balanças mais comuns são mecânicas ou eletrônicas. As balanças mecânicas mais precisas têm sua sensibilidade restrita a uma ordem de grandeza de 0,01g. As eletrônicas podem ter precisão de 0,0001g. Em ambos os casos, a capacidade máxima de uma balança não ultrapassa muito o limite de 10000 ou 20000 vezes o valor da sensibilidade. Em todas as balanças, pesagens próximas da capacidade máxima acarretam erros de tendência, além da redução da vida útil do instrumento. Para boa utilização, devem estar niveladas e ter manutenção e calibração periódica.

Balança Eletrônica

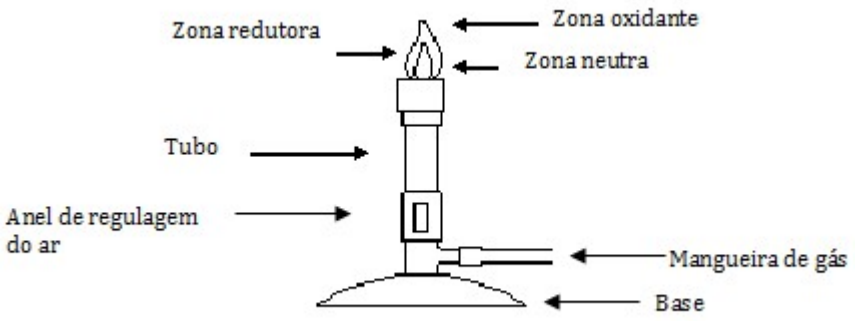
- **Bico de Bünsen:**

É utilizado como fonte de calor destinada ao aquecimento de **materiais não inflamáveis**. Possui como combustível normalmente o G.L.P (butano e propano) e como comburente o gás oxigênio do ar atmosférico que em proporção otimizada permite obter uma chama de alto poder energético.

Possui na sua base um regulador de entrada de ar, a chama torna-se amarela e relativamente fria (com temperatura mais baixa). A esta temperatura a combustão é incompleta.

Com o aumento da entrada de ar a chama torna-se azul, mais quente e forma um cone interior distinto, mais frio.

Bico de Bünsen



<u>Zona neutra</u>: é uma zona interna próxima da boca do tubo, limitada por uma "camada" azulada que contém os gases que ainda não sofreram combustão. É a região de menor temperatura da chama (300 ºC a 530 ºC).

<u>Zona redutora</u>: é uma zona intermediária, luminosa, que fica acima da zona neutra e forma um pequeno "cone", onde se inicia a combustão do gás. Nesta zona forma-se monóxido de carbono, que se decompõe por ação do calor dando origem a pequenas partículas de carbono, que, sendo incandescentes, dão luminosidade à chama e espalham-se sobre a tela de amianto na forma de "negro de fumo". Região da chama de temperatura intermediária (530 ºC a 1540 ºC).

<u>Zona oxidante</u>: zona externa de cor violeta-pálido, quase invisível, que compreende toda a região acima e ao redor da zona redutora. Os gases que são expostos ao ar sofrem combustão completa, formando gás carbônico e água. Região de maior temperatura (1540 ºC).

4 – QUESTÕES

1) Qual a diferença entre os tipos de vidro (comum, pirex e quartzo fundido) utilizados na fabricação de vidrarias?
2) Cite pelo menos duas substâncias higroscópicas que poderiam ser colocadas em um dessecador.
3) Quando deve ser usada uma pipeta volumétrica? E a graduada?
4) Pesquisar a respeito da composição do gás de rua e do G.L.P. (gás liquefeito de petróleo).
5) Qual a função da tela de amianto?

AULA PRÁTICA N° 03

Técnicas de Medidas e Tratamento de Dados Experimentais

A interpretação e análise dos resultados são feitas a partir do levantamento e registro dos dados. Para isso, precisamos estar atentos a alguns elementos que são também muito importantes para a apresentação de um trabalho, quais sejam: tabelas, unidades, algarismos significativos, erros e notação científica.

1 – TABELAS

O primeiro passo é dar à tabela um título que seja uma síntese do seu conteúdo. No corpo dela devem ser indicados os seus componentes.

Um exemplo é colocado a seguir:

Tabela 1: Teor de vitamina C em algumas frutas (100g)

Fruta	Teor de vitamina C (mg)
Abacaxi	27,20
Banana	16*
Goiaba	183,50
Laranja	57*
Laranja lima	29,10
Limão	53,00
Mamão	79*
Manga	27,70
Melão	94*
Morango	64*
Pêssego	26,80
Tangerina	42*

*Tabela Brasileira de Composição de Alimentos – TACO

Fonte: Tabela Brasileira de Composição de alimentos/NEPA-UNICAMP-Campinas, 2004.

2 – UNIDADES

É preciso prestar especial atenção às unidades. O sistema mais utilizado atualmente pelos cientistas é o chamado *Sistema Internacional*, abreviado por SI. Um resultado experimental deve ser expresso através de algarismos e unidades. Os algarismos indicam o erro ou incerteza de um resultado, enquanto que as unidades especificam o que está sendo medido.

- Arredondamento: em uma operação que envolva muitas medidas ou cálculos, recomenda-se fazer o arredondamento apenas no resultado final.

A redução do número de dígitos de um número por arredondamento obedece às seguintes regras:

1) Se o dígito a ser eliminado é maior do que 5, o dígito precedente é aumentado de uma unidade. *Ex:* 25,57 é arredondado para 25,6.

2) Se o dígito a ser eliminado é menor do que 5, o dígito precedente é mantido.
Ex: 25,54 é arredondado para 25,5.

3) Se o dígito a ser eliminado é igual a 5, o arredondamento será feito para se obter um número par. Ex: 25,75 é arredondado para 25,8 e 25,65 será arredondado para 25,6.

- Notação Científica: Na utilização das unidades de medidas para números muito pequenos, será muito importante adotar a *Notação Científica*. Suponhamos que você esteja efetuando uma medida de algum elemento observado ao microscópio, obtendo 25 μm, isto é, 25 micrômetros. Quanto vale essa medida em metros?

$$25\ \mu m = 0{,}000025\ m$$

Exatamente por ser muito pequeno, esse número dá trabalho para ser escrito em unidades do SI. Ele pode ser representado por $2{,}5 \times 10^{-5}$ m.
Suponhamos agora que o valor da energia de uma transição eletrônica seja 358.000 J/mol. Esse número pode também ser representado por $E = 358 \times 10^{3}$ J/mol ou E = 358 KJ/mol.

Para números muito grandes ou muito pequenos, mais importante que conhecê-los com precisão, é saber a sua ordem de grandeza, isto é, a potência de dez mais próxima de seu valor real.

3 – ERROS

A diferença entre o valor obtido experimentalmente e o valor verdadeiro da grandeza é chamada **erro**. De acordo com sua natureza, os erros podem ser classificados em 2 classes:

a) Erros Sistemáticos ou Determinados: são erros que em princípio pode-se "aliviá-los nas medidas", ou seja, eliminá-los ou aplicar fatores de correção, desde que constantes. Entre os erros sistemáticos mais comuns temos: erros instrumentais, erros devido à presença de impurezas, erros de operação, erros pessoais, etc.

b) Erros Casuais ou Indeterminados ou Acidentais: são erros devido a variações ao acaso, de causas não conhecidas exatamente, em geral irregulares e pequenas e de difícil controle do operador, como: umidade, temperatura, iluminação, pureza dos reagentes, etc.

4 – PRECISÃO E EXATIDÃO

Quando se repete certa medida, não se obtém, em geral, o mesmo resultado, pois cada ato de medida está sujeito a erros experimentais. Os valores obtidos diferem ligeiramente uns dos outros.

A **precisão** da medida refere-se ao grau de concordância dos resultados individuais dentro de uma série de medidas (reprodutibilidade da medida). A **exatidão** refere-se ao grau de concordância do valor experimental com o valor verdadeiro (fidelidade da medida). Para indicar a precisão de um número medido (ou dos cálculos sobre os números medidos) utiliza-se o conceito de **algarismos significativos**. Os algarismos significativos são os algarismos no valor de uma medida (ou no resultado de cálculos com valores de medidas) que incluem todos os algarismos exatos mais o algarismo seguinte, que tem uma incerteza na medida.

Figura 1. Precisão x exatidão.

Podemos elevar a precisão de uma medida aumentando o número de determinações (a média de várias determinações merece mais confiança do que uma só determinação), enquanto a exatidão só pode ser alcançada, eliminando-se os erros sistemáticos.

A notação por algarismos significativos possui uma limitação. Ao anotar uma medida com quatro algarismos significativos, sabemos que o último é duvidoso, mas não sabemos em qual extensão ele o é. Por exemplo, a medida 25,52 poderia ser expressa como 25,52±0,01; 25,52±0,02; 25,52±0,03; etc. O número que vem depois do sinal é denominado ***desvio avaliado ou erro absoluto***, e por convenção corresponde à *menor divisão da escala do instrumento de medida dividida por dois*. Em instrumentos digitais, o desvio é a própria sensibilidade do instrumento. Por exemplo, no caso de uma medida realizada numa balança digital de sensibilidade igual a 0,01g, a massa medida foi de 5,35g. Portanto, a forma correta de anotar este resultado é (5,35±0,01)g.

Quando o valor contendo o desvio avaliado é anotado, por exemplo, 25,52±0,01, estamos fornecendo mais informações para o leitor do que anotando simplesmente o valor observado (25,52), pois se leva em consideração a precisão do instrumento de medida.

5 – ESTIMATIVAS DOS ERROS EXPERIMENTAIS

Em geral, é difícil avaliar a exatidão de uma medida. Naturalmente, se conhecermos o valor verdadeiro (ou valor aceito ou valor teórico), poderemos calcular facilmente o erro, que geralmente é expresso em porcentagem.

(valor experimental - valor calculado)x100/valor calculado

Se o valor teórico não for conhecido, deve-se medir várias vezes e por diferentes métodos a mesma grandeza, para se ter uma ideia da exatidão. A reprodutibilidade de uma medida usando sempre o mesmo método permite avaliar a precisão da mesma. Por meio de tratamento estatístico adequado dos resultados calcula-se o chamado desvio padrão das medidas.

6 – REPRESENTAÇÃO DOS DADOS EXPERIMENTAIS

Partindo-se do princípio de que todos os resultados foram obtidos, resta-nos trabalhar os dados, lançando-os em gráficos, relacionando-os por meio de equações matemáticas, comparando-os com valores teóricos conhecidos, dando, de maneira justa e clara, uma forma final para a atividade. Os gráficos apresentam muitas vezes vantagens, exibindo pontos de máxima, de mínima, inflexões ou outras características que podem passar despercebidas nas equações e nas tabelas. O traçado de um gráfico deve observar os seguintes detalhes:

a) Escolha apropriada das escalas, tanto das ordenadas quanto das abcissas, de modo que a figura fique bem distribuída e os pontos possam ser facilmente localizados. Quando o valor inicial de uma medida for alto quando comparado ao acréscimo que cada um de seus valores sofrerá na seqüência, o gráfico pode começar "quebrado" no eixo em que a variável for lançada.

b) As escalas devem trazer a identificação da variável, juntamente com suas unidades correspondentes. Deve-se colocar na abscissa (eixo x) a variável independente, acompanhada de sua unidade, e na ordenada (eixo y), a variável dependente e sua unidade.

c) A curva deve passar o mais próximo possível de todos os pontos constantes no gráfico, sendo desnecessário que ela passe por todos eles. Uma vez localizado o ponto no gráfico, costuma-se fazer um círculo em volta do mesmo, a fim de que não seja esquecido ao se traçar a curva. Um exemplo de gráfico é mostrado na Figura 2.2

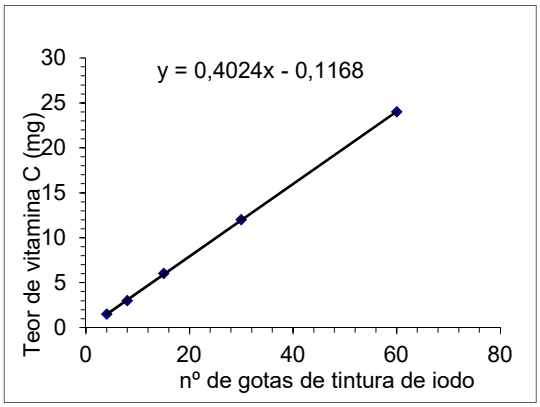


Figura 2. Curva de calibração para análise de vitamina C.

As anotações obtidas dos experimentos poderão permitir uma análise qualitativa ou quantitativa. Por exemplo, colocando-se em contato determinadas substâncias, algumas das manifestações esperadas numa reação química poderão ser observadas:

- eliminação de um gás;
- formação de um precipitado;
- mudança de cor e aspecto;
- absorção ou liberação de energia.

Essas manifestações são apenas qualitativas; sabe-se que a reação química aconteceu se uma ou mais de uma dessas manifestações aconteceu.

Quando, entretanto, o experimento envolver a coleta de dados numéricos, caracteriza-se uma análise quantitativa, neste caso alguns passos deverão ser cumpridos para que a análise e conclusão possam ser executadas satisfatoriamente.

6 – PARTE EXPERIMENTAL

6.1 – OBJETIVOS

Reconhecer os principais equipamentos e vidrarias de uso corrente em laboratório químico, bem como a maneira correta de empregá-los. Utilizar a notação científica para expressar as medidas determinadas corretamente.

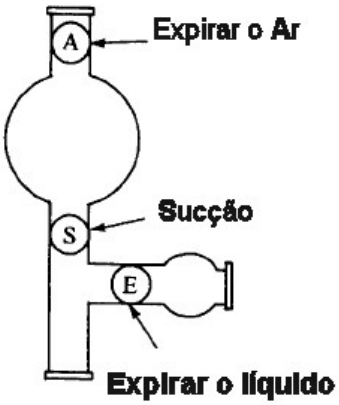
6.2 – MATERIAIS E REAGENTES

Funil de vidro, papel de filtro, suporte universal, anel ou argola, 2 béqueres de 100 mL, bastão de vidro, bureta, suporte para bureta, erlenmeyer de 100 mL, balança, vidro de relógio, espátula, proveta de 50 mL, pipeta volumétrica de 10 mL, balão volumétrico de 25 mL, pipeta graduada, pêra de borracha, líquido X.

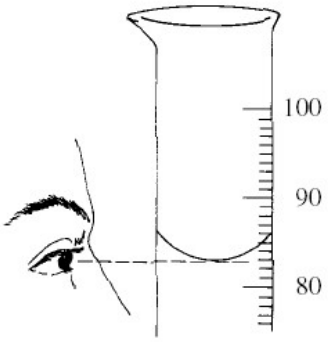
6.3 – PROCEDIMENTOS

6.3.1 – MEDIDAS DE VOLUME E UTILIZAÇÃO DA PÊRA

Esquema de utilização de uma pêra de borracha



Leitura do menisco



***OBS:** Para realizar as medidas de volume não se esqueça de verificar o **menisco.**

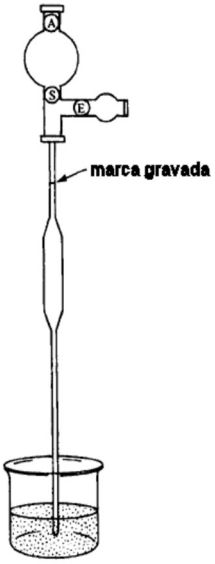


Figura 3. Usando a pera de boracha para pipetar um líquido.

a) Com o auxílio de uma pipeta graduada e de uma pêra, meça 10 mL de água destilada contida no béquer e transfira para um erlenmeyer de volume apropriado.

b) Meça o volume contido no erlenmeyer preparado na letra **a** utilizando uma pipeta volumétrica. Compare os resultados obtidos. Eles são coincidentes?

c) Utilizando uma garra, prenda uma bureta de 25 mL ou de 50 mL a um suporte universal.
d) Medir a quantidade máxima de água que um tubo de ensaio pode conter utilizando um béquer, uma proveta e uma bureta. Compare os resultados obtidos. Eles são coincidentes? Por que?
e) Com o auxílio de um béquer, preencha uma bureta com água destilada. Acerte o zero. Deixe escoar 12 mL de água para um erlenmeyer. Anote a capacidade, juntamente com os respectivos desvios, de cada um dos seguintes aparelhos:
1- Bureta
2- Proveta
3- Pipeta graduada.

f) Meça 25 mL de água numa proveta e transfira-a quantitativamente para um balão volumétrico de 25 mL. Os resultados são coincidentes? Por quê?

6.3.2 – UTILIZAÇÃO DA BALANÇA PARA PESAR SÓLIDOS

a) Utilizando um almofariz com pistilo, triture bastões de giz branco ($CaSO_4$) até a completa pulverização do mesmo.
b) Utilizando a balança disponível e com o auxílio de um vidro de relógio e uma espátula, pese 0,300 g do giz pulverizado. Anote o valor da massa pesado, com o respectivo desvio.
c) Transfira o pó de giz pesado para um béquer e adicione, com o auxílio de uma proveta, 25 mL de água destilada. Agite a mistura com um bastão de vidro.
d) Guarde essa mistura para o próximo procedimento.
e) Classifique essa mistura como homogênea ou heterogênea.

6.3.3 – REALIZANDO UMA FILTRAÇÃO SIMPLES: PROCESSO DE SEPARAÇÃO DE UMA MISTURA HETEROGÊNEA SÓLIDO-LÍQUIDO

a) Faça uma montagem para a realização de uma filtração simples utilizando o seguinte material: suporte universal, anel ou argola, funil de haste longa, papel de filtro dobrado corretamente e béquer.

b) Filtre a mistura de $CaSO_4$ e água preparada anteriormente.

c) Liste o material necessário para a realização de uma filtração a vácuo e explique qual a vantagem de sua utilização.

6.3.4 – DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE DE UMA SOLUÇÃO DESCONHECIDA

a) Medir a massa de dois béqueres de 100 mL. Numerar e anotar corretamente as massas. Adicionar a um deles 10 mL de um líquido desconhecido (X) medido com uma pipeta graduada e no outro adicionar 10 mL do líquido medido no próprio béquer. Usando a tabela abaixo, tente identificar o líquido em termos de sua densidade. Relacionar sua identificação com a precisão dos aparelhos utilizados nas suas medidas. Sugira outras propriedades físicas que possam ser utilizadas para a identificação do líquido.

Tabela 2.2. Propriedades físicas de algumas substâncias.

Substância	Temperatura de fusão / °C	Temperatura de ebulição / °C	Solubilidade em água	Densidade / g mL^{-1}
acetona	-95	56	solúvel	0,79
tetracloreto de carbono	-23	76,5	Pouco solúvel	1,59
etanol	-112	78	solúvel	0,79
água	0	100	---------	1,00
benzeno	5,5	80,1	Pouco solúvel	0,88

7 – QUESTÕES

1) Qual é a sensibilidade e o desvio avaliado de uma régua, cuja menor divisão é 0,1 cm?

2) Entre as medidas abaixo, qual é a mais precisa e a menos precisa? Justifique sua resposta. a) (2,5±0,1) mL b) (3,00±0,01) mL c) (1,8±0,5) mL

3) Todos os aparelhos abaixo relacionados possuem capacidade para medir 50 mL: pipeta graduada, cuja sensibilidade é 0,1 mL; pipeta volumétrica; bureta cuja menor graduação é 0,1 mL; proveta, cujo desvio avaliado é 0,5 mL; e béquer, cuja menor divisão é 5 mL. Qual(is) instrumento(s) sugerido(s) poderia(m) ser usado(s) para medir:

a) 10,0 mL

b) 20,00 mL

c) 25,000 mL

8 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1- F. Leite, *Validação em Análise Química*, 3ª edição, Editora Átomo, Campinas - SP, 1998, p.37-38.

2- T. L. Brown, H. E. J. Lemay, B. E. Bursten, *Química – A Ciência Central*, 9ª edição, Pearson Prentice Hall, São Paulo, 2005.

3- F.A. Betthelein, J.M. Landsberg, *Laboratory Experiments for General, Organic and Biochemistry*, Fourth edition, Hartcourt College, 2000.

AULA PRÁTICA N° 04

Cromatografia

A cromatografia é uma técnica utilizada para analisar, identificar ou separar os componentes de uma mistura. A cromatografia é definida como a separação de dois ou mais compostos diferentes por distribuição entre fases, uma das quais é estacionária e a outra móvel.

A mistura é adsorvida em uma fase fixa, e uma fase móvel flui continuamente sobre a mistura adsorvida. Pela escolha apropriada da fase fixa e da fase móvel, além de outras variáveis, pode-se fazer com que os componentes da mistura sejam arrastados ordenadamente. Aqueles que interagem pouco com a fase fixa são arrastados facilmente e aqueles com maiores interações ficam mais retidos. As interações envolvidas são: formação de sais, coordenação, ligação hidrogênica, dipolo-dipolo, forças de dispersão de London..

Dependendo da natureza das duas fases envolvidas têm-se diversos tipos de cromatografia:

- sólido-líquido (coluna, camada fina, papel);
- líquido-líquido (HPLC)
- gás-líquido (CG)

1 – CROMATOGRAFIA EM CAMADA DELGADA

A cromatografia em camada fina (ou delgada) é uma técnica simples, barata e muito importante para a separação rápida e análise qualitativa ou quantitativa de pequenas quantidades de material. Ela é usada para determinar a pureza do composto, identificar componentes em uma mistura comparando-os com padrões; acompanhar o curso de uma reação pelo aparecimento dos produtos e desaparecimento dos reagentes, e ainda para isolar componentes puros de uma mistura.

Na cromatografia de camada delgada a fase líquida ascende por uma camada fina do adsorvente estendida sobre um suporte (placa de vidro, de alumínio ou de plástico). Sobre a placa espalha-se uma camada fina de adsorvente (sílica gel, alumina, celulose). Após a aplicação da amostra, a placa é colocada verticalmente em um recipiente fechado (cuba cromatográfica) que contém uma pequena quantidade

de solvente. O solvente (eluente) este eluirá pela camada do adsorvente por ação capilar.

A Figura abaixo mostra um esquema da cromatografia em camada delgada.

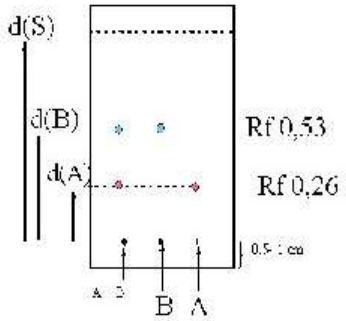


Figura 1. Cromatografia em camada delgada.

A amostra é colocada na parte inferior da placa, através de aplicações sucessivas de uma solução da amostra com um pequeno capilar, formando uma mancha circular. À medida que o solvente sobe pela placa, a amostra é compartilhada entre a fase líquida móvel e a fase sólida estacionária. Durante este processo, os diversos componentes da mistura são separados. As substâncias menos polares avançam mais rapidamente que as substâncias mais polares. Esta diferença na velocidade resultará em uma separação dos componentes da amostra. Quando estiverem presentes várias substâncias, cada uma se comportará segundo suas propriedades de solubilidade e adsorção, dependendo dos grupos funcionais presentes na sua estrutura. Cada mancha corresponde a um componente presente na mistura original.

Depois que o solvente atingiu o topo da placa, esta é retirada da cuba. Quando os componentes são substâncias coloridas, as manchas são visíveis. Quando os compostos são incolores a placa deve ser “revelada” usando um “revelador”, por exemplo: vapores de iodo (reage com compostos orgânicos formando complexos de cor amarela); nitrato de prata (para derivados halogenados), 2,4-dinitrofenilidrazina (para cetonas e aldeídos), verde de bromocresol (para ácidos), ninhidrina (para aminas), etc.

Um parâmetro freqüentemente usado em cromatografia é o "fator de retenção" de um composto, abreviado como Rf. Na cromatografia de camada fina, o Rf é função da fase estacionária usada e do eluente. Ele é definido como a razão entre

a distância percorrida pela mancha do componente e a distância percorrida pelo eluente.

Portanto:

$$Rf = d_C / d_S$$

Onde:

d_C = distância percorrida pelo componentes da mistura.

d_S = distância percorrida pelo eluente.

Quando as condições de medida forem completamente especificadas, o valor de Rf é constante para qualquer composto dado e correspondente a uma propriedade física. Este valor deve apenas ser tomado como guia, já que existem vários compostos com o mesmo Rf.

Sob uma série de condições estabelecidas para a cromatografia em camada fina, um determinado composto percorrerá sempre uma distância fixa relativa à distância percorrida pelo solvente. Estas condições são:

1- O sistema de solvente utilizado;
2- O adsorvente usado;
3- Espessura da camada adsorvente;
4- Quantidade relativa do material.

2 – CROMATOGRAFIA EM COLUNA

A cromatografia em coluna é uma técnica de partição entre duas fases, sólida e líquida, baseada na capacidade de adsorção e solubilidade. A fase estacionária deve ser um material insolúvel na fase líquida associada. As mais usadas são a sílica gel (SiO_2) e a alumina (Al_2O_3). A mistura a ser separada é colocada na coluna com um eluente menos polar e vai-se aumentando gradativamente a polaridade do eluente e consequentemente o seu poder de arraste de substâncias mais polares. Uma seqüência de eluentes normalmente utilizada é: *hexano, éter etílico, acetato de etila, etanol, metanol, água e ácido acético.*

O fluxo de solvente deve ser contínuo. Os diferentes componentes da mistura mover-se-ão com velocidade distintas dependendo de sua afinidade relativa pelo adsorvente (grupos polares interagem melhor com o adsorvente) e também pelo

eluente. A capacidade de um determinado eluente em arrastar um composto adsorvido na coluna depende da polaridade do solvente com relação ao composto. Em geral, os compostos apolares passam através da coluna com uma velocidade maior do que os compostos polares, porque os primeiros têm menor afinidade com a fase estacionária. Se o adsorvente escolhido interagir fortemente com todos os compostos da mistura, ela não se moverá. Por outro lado, se for escolhido um solvente muito polar, todos os compostos podem ser eluídos sem serem separados. Por uma escolha cuidadosa das condições, praticamente qualquer mistura pode ser separada (Figura abaixo).

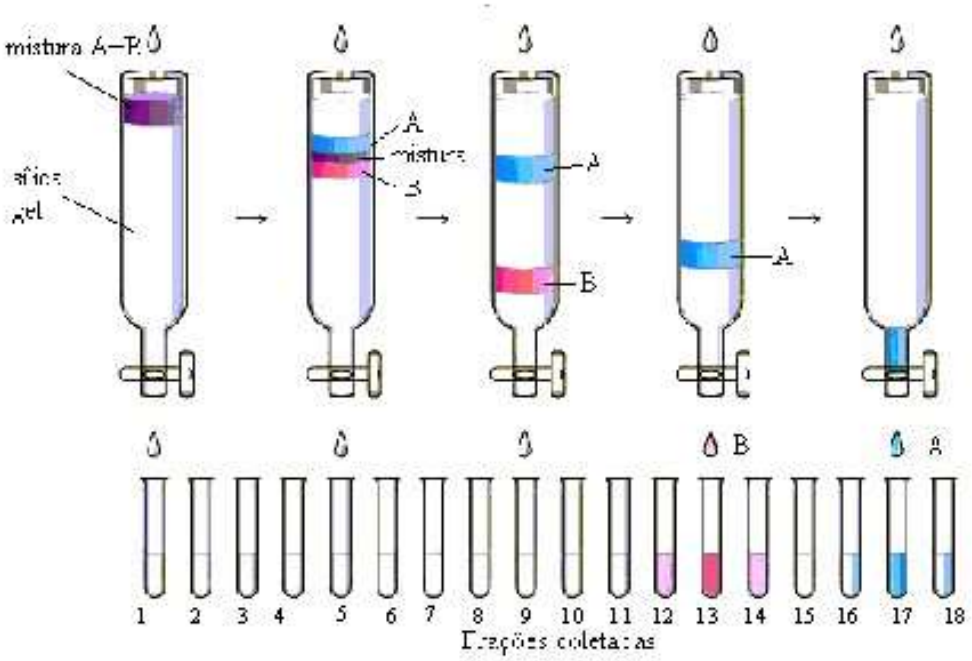


Figura 2. Cromatografia em coluna.

Outros adsorventes sólidos para cromatografia de coluna em ordem crescente de capacidade de retenção de compostos polares são: *papel, amido, açúcares, sulfato de cálcio, sílica gel, óxido de magnésio, alumina e carvão ativo*. Ainda, a alumina usada comercialmente pode ser ácida, básica ou neutra. A alumina ácida é útil na separação de ácidos carboxílicos e aminoácidos; a básica é utilizada para a separação de aminas.

3 – PARTE EXPERIMENTAL

3.1 – OBJETIVOS

Separação dos corantes azul de metileno e alaranjado de metila

3.2 – MATERIAIS E REAGENTES

Bateria contendo tubos de ensaio, capilares, 1 cuba cromatográfica, 1 placa para cromatografia, 1 coluna para cromatografia, provetas de 10 mL, béqueres, algodão, sílica gel 60 (70-230 mesh) para cromatografia em coluna, etanol, régua.

3.3 – PROCEDIMENTOS

3.3.1 – CROMATOGRAFIA EM CAMADA DELGADA (CCD)

a) Faça uma placa cromatográfica de camada fina dos corantes alaranjado de metila e azul de metileno

b) Aplique a amostra do corante na parte inferior da placa, a aproximadamente 0,5 cm da base da placa de sílica-gel, fazendo 3 (três) spots. Um para cada corante nas laterais da placa e um spot no centro contendo a mistura dos dois corantes.

c) Coloque 10 mL de etanol (designado como eluente) dentro de uma cuba cromatográfica.

d) Coloque a placa dentro cuba cromatográfica e feche a tampa. O nível de eluente deve estar **abaixo** do nível das manchas na placa.

e) Após a eluição, retire a placa da cuba e deixe-a secar.

f) Calcule os Rf obtidos em cada experimento, utilizando uma régua para medir as distâncias percorridas pelo solvente e pelas manchas.

3.3.2 – CROMATOGRAFIA EM COLUNA

a) Separar por coluna cromatográfica uma mistura de 0,5mL dos corantes alaranjado de metila e azul de metileno. Utilizar o etanol como eluente.

a) Adapte um pequeno chumaço de algodão na parte inferior da coluna, com cuidado para não compactá-lo demais e obstruir a saída.

b) Preencha 1/3 da coluna com sílica-gel (3 g ou 10 g). Compacte a coluna golpeando-a suavemente com tapas leves.

***OBS:** de acordo com a coluna utilizada, a quantidade de sílica pode variar. Se for coluna de 1 cm, usar 3g. Se for coluna de 4 cm, usar 10g.

4 – QUESTÕES

1) O que representa o Rf? Como ele é calculado?
2) Quais são as aplicações da CCD?
3) Explique o que é uma série eluotrópica?.
4) Para que serve um revelador em cromatografia?

5 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1) A.R.M. Oliveira, F. Simonelli, F.A. Marquers, *Química Nova na Escola* **1998**, *7,* 38.
2) R. Morrison, R. Boyd, *Química Orgânica*, Fundação Calouste Guilberkian, 13ª Edição, 1996.
3) H. G. O. Becker et al., *ORGANIKUM Química Orgânica Experimental*, Fundação Calouste Gulkenkian, 2ª Edição, Lisboa, 1997.

AULA PRÁTICA N° 05

Reações Químicas

Reação química é uma transformação onde uma espécie de matéria, ou mais de uma, se transforma em uma nova espécie de matéria ou em diversas novas espécies de matéria. As mudanças que ocorrem em qualquer reação envolvem, simplesmente, a reorganização dos átomos (*lei da conservação da massa - Lavoisier*).

Podemos representá-la usando a **equação química equilibrada**, que mostra as quantidades relativas dos **reagentes** (substâncias que se combinam na reação) e dos **produtos** (substâncias que se formaram). Esta relação entre as quantidades dos reagentes e produtos químicos é a **estequiometria**, e os coeficientes das fórmulas, na equação equilibrada, são os **coeficientes estequiométricos**.

Numa equação química indicam-se os estados físicos dos reagentes e produtos. O símbolo (s) indica sólido, (g) indica gás e (l) líquido.

As reações químicas podem ser divididas em dois grupos:

a) reações químicas em que há transferência de elétrons e

b) reações químicas em que não há transferência de elétrons.

Conforme sua natureza podem ainda serem classificadas como reações de: síntese, decomposição ou análise, deslocamento ou simples troca, dupla troca, oxidação-redução, exotérmicas e endotérmicas.

Para a realização de algumas reações, será necessária a utilização do Bico de Bunsen.

O bico de Bunsen é utilizado no laboratório como fonte de calor para diversas finalidades, como: aquecimento de soluções, estiramento e preparo de peças de vidro, entre outros. Possui como combustível normalmente o G.L.P (butano e propano) e como comburente oxigênio do ar atmosférico que em proporção otimizada permite obter uma chama de alto poder energético.

A Figura abaixo mostra um esquema que representa um bico de Bunsen e a chama por ele gerada, bem como suas respectivas regiões.

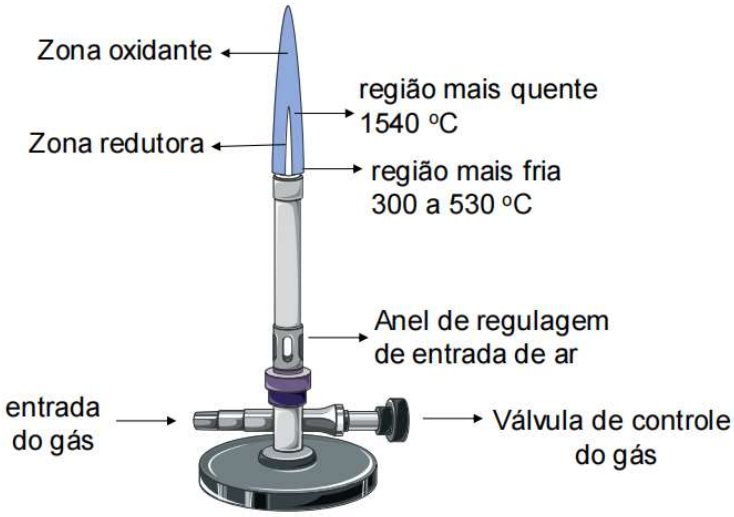


Figura 1. Representação de um queimador de gás (Bico de Bunsen).

O queimador de gás ou bico de bunsen é composto por:

1 - Tubo;

2- Base;

3- Anel de regulagem;

5- Mangueira de gás.

Zonas da chama:

- Zona Oxidante ou zona externa: região violeta pálida, quase invisível, onde os gases sofrem combustão total.

- Zona Redutora ou intermediária: região luminosa onde os gases sofrem combustão incompleta por deficiência de oxigênio.

- Zona Neutra ou interna (c): zona limitada por uma "casca azulada", onde os gases ainda não sofreram combustão.

A utilização do Bico de Bunsen implica na seguinte sequência de operações:

a) Abra a válvula de entrada de gás que fica na bancada;

b) Regule o dispositivo de entrada de ar de forma que fique meio aberto;

c) Acenda o fósforo;

d) Abra a válvula que permite o acesso do gás ao queimador, aproximando o palito de fósforo aceso na extremidade do queimador;

e) Ajuste a altura da chama regulando a entrada de gás;

f) Ajuste a cor da chama regulando a entrada de ar (uma chama azul tendo um cone interno é a mais adequada).

1 – PARTE EXPERIMENTAL

1.1 – OBJETIVOS

Conhecer e representar, através de equações químicas balanceadas, os tipos de reações químicas mais comuns.

1.2 – MATERIAIS E REAGENTES

Bico de Bunsen, tubos de ensaio, termômetro, pinça de madeira, papel de tornassol vermelho e azul, pinça metálica, pinça de madeira, bastão de vidro, papel de filtro, pipeta de 5mL, pêra de borracha, vidro de relógio, balança, espátula, pêra de borracha, piseta contendo água destilada, pipeta conta-gotas, 1 béquer de 100 mL.

Fita de magnésio, ácido clorídrico concentrado, hidróxido de amônio concentrado, solução de cloreto de sódio 0,2 mol L^{-1}, solução de nitrato de prata 0,1 mol L^{-1}, solução de carbonato de sódio 0,2 mol L^{-1}, fenolftaleína 1% m/v, solução de ácido clorídrico 1 mol L^{-1}, solução de hidróxido de sódio l mol/L, solução de hidróxido de cálcio, cloreto de amônio sólido, sódio metálico.

1.3 – PROCEDIMENTOS

1.3.1 - Síntese do Óxido de Magnésio: colocar no bico de Bunsen um pedaço de fita de magnésio de 1 cm. Observar a formação de um pó branco que é o óxido de magnésio.

OBS: Não fixar a visão na luz emitida por esta reação.

Equação química:

1.3.2 - Síntese do Cloreto de Amônio: na capela, com um conta-gotas, adicionar l mL de HCl concentrado em um tubo de ensaio. Em outro tubo adicionar a mesma quantidade de hidróxido de amônio concentrado. Mergulhar a ponta de um bastão de vidro no tubo com HCl. Aproximar esta ponta até l cm acima da superfície da solução de hidróxido de amônio sem tocá-la. Observe. Forma-se uma suspensão de cloreto de amônio dispersa no ar.

Equação química:

OBS: *A amônia é obtida pela decomposição do hidróxido de amônio, conforme representado:* $NH_4OH_{(aq)} \xrightarrow{\Delta} H_2O_{(l)} + NH_{3(g)}$

1.3.3 - Decomposição de Cloreto de Amônio: em um tubo de ensaio, colocar alguns cristais de cloreto de amônio e aquecer diretamente na chama. Aproximar da boca do tubo, com o auxílio de uma pinça, um pequeno pedaço de papel de tornassol vermelho umedecido. Observe e anote.

Equação química:

1.3.4 - Obtenção do carbonato de cálcio: coloque, num tubo de ensaio, 1 mL de solução de hidróxido de cálcio. Faça borbulhar gás carbônico durante alguns minutos soprando em uma pipeta. Observe e anote.

Equação química:

1.3.5 - Deslocamento de Hidrogênio: em um tubo de ensaio contendo cerca de 3 mL de uma solução de HCl 1 mol/L adicionar um pedaço de fita de magnésio de aproximadamente 0,5 cm. Observar o que ocorre.

Equação química:

1.3.6 - Reação de Dupla Troca: adicione em um tubo de ensaio 1 mL de NaCl 0,2 mol L^{-1}. Em outro tubo de ensaio adicione 1 mL de $AgNO_3$ mol L^{-1}. Misture o conteúdo dos dois tubos e observe.

Equação química:

1.3.7 - Reação Exotérmica /Neutralização Ácido-Base: adicione em um tubo de ensaio 1 mL de HCl l mol/L e com o auxílio de um termômetro meça a temperatura da solução. Em um outro tubo de ensaio coloque a mesma quantidade de NaOH 1 mol/L. Misture o conteúdo dos dois tubos rapidamente e meça a temperatura.

Temperatura do HCl: _____°C

Temperatura da mistura: _____°C

Equação química:

1.3.8 - Reação Endotérmica/ Dissolução de NH_4Cl: adicione 2 mL de água destilada em um tubo de ensaio e anote a temperatura. Acrescente, ao tubo de ensaio, aproximadamente 200 mg de cloreto de amônio e anote novamente a temperatura.

T (H_2O): _____°C

T ($NH_4Cl + H_2O$): _____°C

Equação química:

2 – QUESTÕES

1) Cite um exemplo de reação química que ocorre no seu dia a dia.

2) Quais as evidências que indicam a ocorrência de reações químicas?

3) O que é um precipitado?

4) Defina o que é uma reação de neutralização

5) Quais das reações efetuadas podem ser classificadas como reações de oxirredução? Reescreva-as, identificando em cada reação os números de oxidação de reagentes e produtos, a espécie oxidante e a redutora.

6) Explique o que é fenômeno físico e fenômeno químico.

3 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1- A . I. Voguel, *Química Analítica Qualitativa*, 5a Edição, Editora Mestre Jou, São Paulo, 1981.

2- J. C. Kotz, P. M. Treichel Jr., *Química Geral*, Ed. Thomson, 5ª edição, 2003.

3- T. L. Brown, H. E. LeMay, B. E. Bursten, J.R. Burdge; *Química- A ciência central*, 9ª edição, Pearson Prentice Hall, São Paulo, 2005.

AULA PRÁTICA N° 06

Identificação de Cátions e de Ânions

A identificação química de uma substância (A) consiste em geral na transformação em outra substância (B) com características conhecidas, por meio de um composto conhecido (R), chamado de reagente.

$$\mathbf{A + R \rightarrow B}$$

A identificação de uma substância pode ser feita:

1) por via úmida: as reações são feitas com substâncias em solução;

2) por via seca: ensaios de chama, etc.

Para as reações de identificação de solução são usadas em geral soluções que produzem um efeito macroscópico (mudança de cor, formação de precipitado, liberação de gás) facilmente visível ou que afetem o olfato. Algumas reações são específicas e são utilizadas como teste da presença ou ausência de determinado íon.

Para as reações de identificação por via seca pode ser utilizado o ensaio de chama. Estes podem ser realizados na chama do Bico de Bunsen onde na chama os cátions de sais voláteis transformam-se em átomos livres.

O teste de chama baseia-se no fato de que quando uma certa quantidade de energia é fornecida a um determinado elemento químico, alguns elétrons da camada de valência absorvem esta energia passando para um estado de energia mais elevado, o que chamamos de estado excitado. Quando um desses elétrons excitados retorna ao estado fundamental, emite uma quantidade de energia radiante, igual àquela absorvida, cujo comprimento de onda é característico da diferença de energia entre o estado fundamental de energia e o estado excitado. Assim, a luz de um comprimento de onda particular ou cor, é utilizada para identificar o referido elemento.

O espectro da radiação eletromagnética na região do visível é mostrado na Figura abaixo. Pode ser observado que cada faixa de comprimento de onda da radiação corresponde a uma cor. Cada comprimento de onda da radiação está relacionado à diferença de energia entre estado excitado e fundamental no átomo.

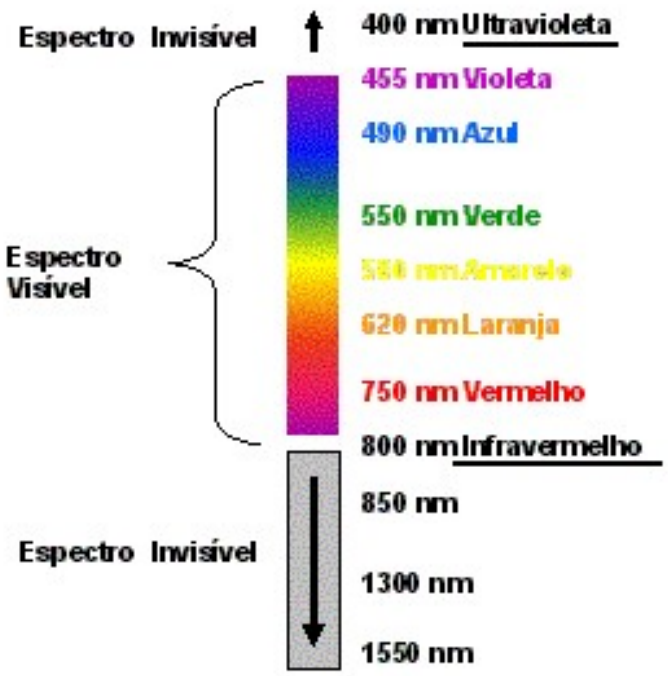


Figura 1. Comprimentos de onda de radiação eletromagnética característicos de várias regiões do espectro eletromagnético.

A temperatura da chama do bico de Bunsen é suficiente para excitar uma quantidade de elétrons de certos elementos que emitem luz ao retornarem ao estado fundamental de cor e intensidade, que podem ser detectados com considerável certeza e sensibilidade através da observação visual da chama.

A cor observada é decorrente destas transições eletrônicas, em espécies de vida curta, que se formam momentaneamente na chama, que é rica em elétrons. Por exemplo, no caso do sódio, os íons são temporariamente reduzidos a seus átomos.

$$Na^+ + \text{elétron} \rightarrow Na$$

A linha D do sódio, na realidade um dubleto com máximos em 589,0nm e 589,6nm, decorre da transição eletrônica $3s^1 \rightarrow 3p^1$, num átomo de sódio formado na chama.

Estes absorvem e depois emitem radiação eletromagnética com comprimentos de onda que correspondem às transições entre os níveis de energia dos átomos.

1 – PARTE EXPERIMENTAL

1.1 – OBJETIVOS

Identificar cátions e ânions por via úmida e via seca.

1.2 – MATERIAIS E REAGENTES

Bico de Bunsen, fósforo, bateria contendo tubos de ensaio, pipetas conta-gotas, pisseta, fio de níquel-cromo, pinça, 2 vidros de relógio, bico de Bunsen, fósforo, fio de platina ou níquel-cromo, pinça, pisseta.

Ácido clorídrico 0,1 mol L^{-1}, solução de nitrato de prata 0,1 mol L^{-1}, cromato de potássio 0,05 mol L^{-1}, carbonato de sódio 0,1 mol L^{-1}, soluções de cloreto de lítio (LiCl), cloreto de potássio (KCl), cloreto de sódio (NaCl), cloreto de bário ($BaCl_2$), cloreto de cálcio ($CaCl_2$), cloreto de estrôncio ($SrCl_2$), ferrocianeto de potássio ($K_4[Fe(CN)_6]_3$), tiocianato de amônio ($(NH_4)SCN$), sulfato de sódio (Na_2SO_4), iodeto de potássio (KI), cloreto férrico ($FeCl_3$), cloreto de cobalto ($CoCl_2$).

1.3 – PROCEDIMENTOS

1.3.1 – VIA ÚMIDA

a) Colocar, em um tubo de ensaio, 5 gotas da solução do cátion ou ânion e 5 gotas da solução reagente. Para a primeira reação, utilize 5 gotas da solução de cloreto de bário e em seguida adicione 5 gotas da solução de cromato de potássio.

b) Observar e anotar as alterações macroscópicas ocorridas no sistema, e escrever a fórmula química do produto.

Tabela: Reações características de alguns cátions.

Cátions	Reagentes	Alterações nos produtos
Ba^{2+}	5 gotas de $BaCl_2$ + 5 gotas de K_2CrO_4	
Sr^{2+}	5 gotas de $SrCl_2$ + 5 gotas de K_2CrO_4	
Ca^{2+}	5 gotas de $CaCl_2$ + 5 gotas de Na_2CO_3	
Fe^{3+}	5 gotas de $FeCl_3$ + 3 gotas de $[Fe(CN)_6]^{4-}$ Excesso de $[Fe(CN)_6]^{4-}$	
Co^{2+}	5 gotas de $CoCl_2$ + 3 gotas de $(NH_4)SCN$	

Tabela: Reações características de alguns ânions.

Ânions	Reagentes	Alterações nos produtos
CO_3^{2-}	5 gotas de Na_2CO_3 + 5 gotas de $HCl_{(aq)}$	
SCN^-	5 gotas de $(NH_4)SCN$ + 2 gotas de $FeCl_3$	
Cl^-	5 gotas de NaCl + 5 gotas de $AgNO_3$	
I^-	5 gotas de KI + 5 gotas de $AgNO_3$	
SO_4^{2-}	5 gotas de Na_2SO_4 + 5 gotas de $BaCl_2$	

c) Escreva as reações químicas balanceadas das reações observadas.

1.3.2 – VIA SECA

Os ensaios na chama do bico de Bunsen são feitos utilizando-se um fio de platina ou níquel-cromo limpo na chama oxidante de um bico de Bunsen, da seguinte maneira:

a) Tocar com o fio a solução cujo cátion quer se identificar e coloca-se a ponta do fio na região mais fria da chama oxidante. A prova será positiva se a chama azulada mudar de cor.

b) Para proceder o teste com o outro sal, passar o fio na solução de ácido clorídrico diluído e levar a chama. Repetir este procedimento pelo menos 2 vezes, ou até perceber que o fio está limpo e pode ser novamente utilizado para a determinação da cor de outro cátion.

c) Anote os resultados na Tabela abaixo.

Tabela: Relação entre os cátions e suas cores características no ensaio da chama.

Cátion	Sódio Na^+	Potássio K^+	Cálcio Ca^{2+}	Estrôncio Sr^{2+}	Bário Ba^{2+}
Coloração na chama					

2 – QUESTÕES

1- Porque as colorações observadas na chama são diferentes para cada cátion?

2- Os resultados seriam diferentes se os sais utilizados estivessem em solução aquosa? Explique.

3-Qual a distinção entre a química analítica qualitativa e a química analítica quantitativa?

3 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1- D.F. Trindade et al; *Química básica experimental,* Ícone editora. São Paulo, 1998.

2- J Basset, R. C. Denney, G. H. JefFery, J. Mendham, *Análise Inorgânica Qualitativa*, Ed Guanabara Dois, Rio de Janeiro, 1981.

3- A . I. Voguel, *Química Analítica Qualitativa*, 5a Edição, Editora Mestre Jou, São Paulo, 1981.

AULA PRÁTICA N° 07

Estequiometria de Reações Químicas

A fórmula química de uma substância indica a espécie e o número relativo dos átomos que se combinam para formar a substância, enquanto as equações químicas indicam as substâncias que reagem e as que são produzidas, bem como a relação molar das mesmas na reação.

Em condições idênticas, uma reação química obedece sempre às mesmas relações ponderais, ou seja, obedece a uma determinada estequiometria. A **estequiometria**, portanto, relaciona-se com as informações **quantitativas** que podem ser tiradas de uma reação química. Havendo excesso de um dos reagentes, este excesso não reage, podendo ser recuperado.

Um método simples para determinar a estequiometria de uma reação é o **<u>método das variações contínuas</u>**. Consideremos a sua aplicação no caso de 2 substâncias "A" e "B" (que podem ser moléculas ou íons) que reagem formando o composto A_xB_y.

$$\mathbf{x\,A + y\,B \longrightarrow A_xB_y} \qquad \textbf{(equação 1)}$$

O problema consiste em determinar os valores de **x** e **y**. Para isso, devem ser efetuados diversos ensaios, misturando-se quantidades variáveis de A e B, de tal modo que a soma das concentrações iniciais de A e B na mistura seja sempre a mesma (mesmo número de mols total de A e B, para um mesmo volume final de mistura, em todos os ensaios). A quantidade de produto que se forma em cada ensaio deve ser medida, por meio de algum processo adequado.

O método consiste, portanto, em se verificar em qual dos ensaios se obtém a maior quantidade de produto. A relação entre os números de mols de A e B usados neste ensaio nos dá a relação entre x e y. No caso particular da equação 1, este resultado nos fornece, também, a fórmula do composto A_xB_y.

O método das variações contínuas é de aplicação ampla, podendo ser usado para diferentes tipos de sistemas. Assim, no caso em que se forma um produto gasoso, pode-se medir o volume de gás obtido; se a reação é exotérmica, pode-se

determinar a quantidade de calor liberada; em outros casos, pode-se utilizar uma série de métodos instrumentais, em que mede se a variação de alguma propriedade físico-química do sistema, por exemplo: medidas calorimétricas, potenciométricas, condutométricas, etc.

Outro aspecto da estequiometria é a determinação de uma quantidade desconhecida de um reagente. Neste caso, este reagente deve reagir totalmente com um outro, cuja quantidade gasta pode ser determinada. Através da quantidade de reagente gasta pode-se, então, determinar a quantidade do produto que se forma. As técnicas frequentemente empregadas são: volumetria (titulação) e gravimetria (pesagem de sólidos, precipitados).

1 – PARTE EXPERIMENTAL

1.1 – OBJETIVOS

Determinar a estequiometria de uma reação aplicando o método das variações contínuas.

1.2 – MATERIAIS E REAGENTES

Tubos de ensaio, bateria para tubos de ensaio, pipetas de 10 mL, bastão de vidro, papel milimetrado, régua, solução 0,5 mol/L de cloreto de bário (A), solução 0,5 mol/L de cromato de potássio (B).

1.3 – PROCEDIMENTOS

a) Coloque em uma bateria, cinco tubos de ensaio e numere-os.
b) Conforme tabela abaixo, adicione em cada tubo de ensaio as quantidades respectivas das soluções A e B.

Tubo de Ensaio / Solução (mL)	1	2	3	4	5
Solução (A)	1	2	3	4	5
Solução (B)	5	4	3	2	1
Altura do Precipitado (cm)					

c) Com o auxílio de um bastão de vidro, misture cada um dos tubos de ensaio e deixe decantar por aproximadamente 20 minutos.
d) Meça com uma régua a altura do precipitado em cada tubo. Como o produto formado é pouco solúvel, pode-se, também, filtrar os precipitados formados e pesá-los (para isso é necessário antes da pesagem lavá-los com água destilada e álcool etílico e colocá-los na estufa à temperatura de 100-110ºC durante 15 minutos).

2 – QUESTÕES

1) Com os dados obtidos, construa um gráfico representando na abcissa os volumes (em mL) das soluções A e B e na ordenada, a altura dos precipitados (em cm).
2) Baseando-se no método das variações contínuas, determine a estequiometria da reação química ocorrida.
3) Escreva a equação química que representa essa reação.
4) Cite as causas de erros que podem alterar o resultado da experiência feita. Que outro procedimento poderia ser adotado para melhoria dos resultados obtidos?

3 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1) Russel J. B. *Química Geral*, 2ª Edição, Editora Makron Books do Brasil, São Paulo, **1994**, v. 1, p. 51.
2) Brown, T. L, LeMay, H. E. Jr., Bursten, B. E. *Química - Ciência Central*, 7ª Edição, Editora LTC, Rio de Janeiro, **1999**.
3) Kotz, C. J., Treichel, P. Jr. Tradução de Horácio Macedo, *Química & Reações Químicas*, 3ª Edição, Editora LTC, v. 1, **1998**, p. 134.

AULA PRÁTICA N° 08

Equilíbrio Químico

A condição na qual as concentrações de todos os reagentes e produtos em um sistema fechado param de variar com o tempo é chamada de *equilíbrio químico*. O equilíbrio químico ocorre quando as reações opostas ocorrem em velocidades iguais: a velocidade na qual os produtos são formados a partir dos reagentes é igual a velocidade na qual os reagentes são formados a partir dos produtos. Para que o equilíbrio químico ocorra, nem os reagentes nem os produtos podem escapar do sistema.

Considerando uma reação hipotética, onde as letras minúsculas correspondem aos respectivos coeficientes estequiométricos da reação:

$$\boldsymbol{a}\mathbf{A} + \boldsymbol{b}\mathbf{B} \leftrightarrows \boldsymbol{c}\mathbf{C} + \boldsymbol{d}\mathbf{D}$$

Para esta reação hipotética, a constante de equilíbrio é dada pela expressão:

$$K = \frac{[C]^c.[D]^d}{[A]^a.[B]^b}$$

A constante de equilíbrio pode ser dada em termos de concentração dos reagentes e produtos (K_c), e é utilizada quando estamos trabalhando com soluções.

A constante de equilíbrio também pode ser expressa em termos de pressão (K_p), quando estamos tratando de gases.

A constante de equilíbrio é função da temperatura, ou seja, é constante em determinada temperatura.

Suponha que depois de atingido o equilíbrio, uma certa quantidade de um dos reagentes, A, por exemplo, seja adicionada à solução. Para que a relação dada por K_c se mantenha constante é necessário ocorrer o que chamamos de **deslocamento de equilíbrio**. Portanto, para manter o valor de K_c constante, o equilíbrio é deslocado no sentido de aumentar as concentrações de C e D, e diminuir a concentração de B, restabelecendo novamente o equilíbrio.

O estado de equilíbrio de um sistema pode ser alterado por variações da temperatura, pressão e concentração dos reagentes. Essa alteração pode ser

prevista pelo Princípio de Le Chatelier: *"Quando um sistema em equilíbrio é submetido a uma ação, o equilíbrio se desloca no sentido de contrabalançar esta ação"*.

1 – PARTE EXPERIMENTAL

1.1 – OBJETIVOS

Caracterização do estado de equilíbrio e verificação do Princípio de Le Châtelier.

1.2 – MATERIAIS E REAGENTES

Tubos de ensaio, pipeta graduada de 10 mL, pêra de borracha, papel indicador de pH, bateria contendo tubos de ensaio, conta-gotas de plástico, bico de Bunsen, pinça de madeira.

Soluções aquosas de: ácido acético 0,5 mol/L, acetato de sódio sólido, solução aquosa de hidróxido de amônio 0,5 mol/L, cloreto de amônio sólido, NaOH 0,5 mol/L, K_2CrO_4 0,05 mol/L, $K_2Cr_2O_7$ 0,05 mol/L, NaOH 1 mol/L, HC1 1 mol/L, $AgNO_3$ 0,1 mol/L, NaCl 0,5 mol/L, solução alcoólica de fenolftaleína 1% m/v.

1.3 – PROCEDIMENTOS

1.3.1 – <u>Caracterização do Estado de Equilíbrio do Sistema 1</u>: Efeito de adição de reagentes

$$\underset{\text{amarelo}}{2\ CrO_4^{2-}{}_{(aq)}} + 2\ H^+ \rightleftharpoons \underset{\text{alaranjado}}{Cr_2O_7^{2-}{}_{(aq)}} + H_2O_{(l)}$$

a) Prepare dois tubos de ensaio da seguinte forma:

Tubo 1- 2 mL de solução de K_2CrO_4 0,05 mol/L

Tubo 2- 1 mL de solução de $K_2Cr_2O_7$ 0,05 mol/L.

Guarde-os para comparação das cores nos itens b) e c).

b) Em um tubo de ensaio adicione 1 mL de solução de cromato de potássio 0,05 mol/L. Em seguida adicione aproximadamente 10 gotas (0,5 mL) de solução de HCl 1 mol/L. Compare a cor da solução com os tubos 1 e 2. Explique o que ocorreu.

c) Ao mesmo tubo de ensaio do item anterior adicione, gota a gota, 2 mL de solução de NaOH l mol/L. Agite e compare novamente a cor da solução com os tubos l e 2.

(Leve em consideração a diluição provocada). Explique o que ocorreu em termos do deslocamento do equilíbrio.

1.3.2 – Caracterização do Estado de Equilíbrio do Sistema 2: Efeito do íon comum

$$CH_3COOH_{(aq)} + H_2O_{(l)} \rightleftharpoons CH_3COO^-_{(aq)} + H_3O^+_{(aq)}$$

a) Em um tubo de ensaio adicione 2 mL de solução de ácido acético 0,5 mol/L e meça o pH utilizando o papel de indicador universal. Compare a cor da obtida com a da escala padrão e anote o valor do pH correspondente. Em seguida, adicione uma ponta de espátula de acetato de sódio sólido. Verifique novamente o pH correspondente após a adição. Explique o que ocorreu baseado no Princípio de Le Chatelier.

1.3.3 – Caracterização do Estado de Equilíbrio do Sistema 3: Efeito do íon comum

$$NH_{3(g)} + H_2O_{(l)} \rightleftharpoons NH_4^+{}_{(aq)} + OH^-{}_{(aq)}$$

a) Em um tubo de ensaio adicione 3 mL de solução aquosa de amônia 0,5 mol/L e meça o pH utilizando o papel de indicador universal. Anote os resultados. Em seguida, adicione uma ponta de espátula de cloreto de amônio sólido. Verifique o pH correspondente após a adição e anote a coloração do sistema. Explique o que ocorreu segundo o Princípio de Le Chatelier.

1.3.4 – Caracterização do Estado de Equilíbrio do Sistema 4: Efeito da temperatura

$$NH_{3(g)} + H_2O_{(l)} \rightleftharpoons NH_4^+{}_{(aq)} + OH^-{}_{(aq)} \quad \Delta H < 0$$

a) Em um tubo de ensaio adicione 1 mL de solução aquosa de amônia 0,5 mol/L e 1 gota de fenolftaleína (tubo 1). Em seguida, proceda à diluição desta solução coletando 1 gota da solução do tubo 1 e coloque num outro tubo de ensaio (tubo 2) contendo 2 mL de água destilada. Aqueça a solução do tubo 2 **levemente** à chama de um bico de Bunsen até verificar alguma mudança no sistema. Anote o resultado. Em seguida, esfrie o tubo de ensaio na água da torneira. Anote o resultado. Explique

o que ocorreu segundo o Princípio de Le Chatelier.

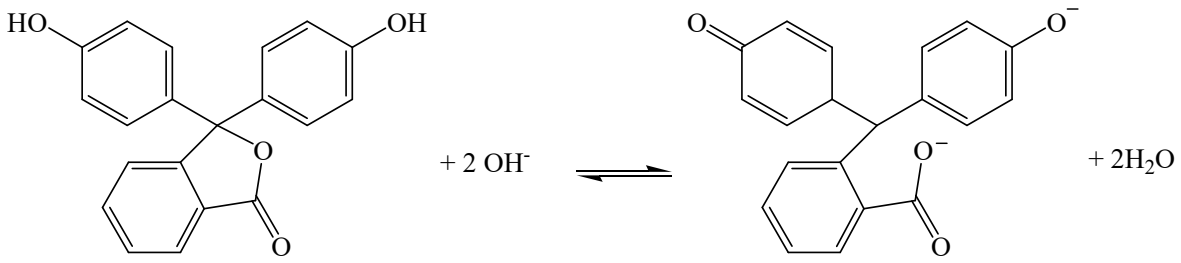
1.3.5 –Caracterização do Estado de Equilíbrio do Sistema 5: Efeito da Solubilidade

a) Em um tubo de ensaio adicione 2 mL de solução cromato de potássio 0,02 mol/L e em seguida 1 mL de solução de nitrato de prata 0,1 mol/L. Observe a coloração do precipitado formado. Ao mesmo tubo adicione gotas de solução de cloreto de sódio até que alguma mudança macroscópica aconteça no sistema. Explique o que aconteceu através de equações químicas apropriadas que representem as reações ocorridas baseando-se no Princípio de Le Chatelier.

Equações Químicas:

$$2\ H_2O_{(l)} \rightleftharpoons H_3O^+_{(aq)} + OH^-_{(aq)}$$

Fenolftaleína:



Incolor (HInd) Vermelho (Ind^-)

2 – QUESTÕES

1) Escreva as expressões das constantes de equilíbrio para as reações:

a) $2\ CrO_4^{2-}{}_{(aq)} + 2\ H^+_{(aq)} \rightleftharpoons Cr_2O_7^{2-}{}_{(aq)} + H_2O_{(l)}$

b) $NH_{3(g)} + H_2O_{(l)} \rightleftharpoons NH_4^+{}_{(aq)} + OH^-{}_{(aq)}$

c) $Ca^{2+}{}_{(aq)} + CO_3^{2-}{}_{(aq)} \rightarrow CaCO_{3(s)}$

d) $N_{2(g)} + 3\ H_{2(g)} \rightleftharpoons 2\ NH_{3(g)}$

2) Qual a cor de uma solução contendo íons cromato se diminuirmos o pH para 2? E se aumentarmos o pH para 12?

3) De que maneira o aumento na temperatura poderá afetar os seguintes equilíbrios:

a) $H_{2(g)} + Br_{2(g)} \rightleftharpoons 2\ HBr_{(g)} + 70{,}29\ kJ$

b) $CO_{2(g)} + 2\ SO_{3(g)} \rightleftharpoons CS_{2(g)} + 4\ O_{2(g)} - 1108{,}76\ kJ$

4) Qual é o efeito sobre a concentração de cada substância nos sistemas indicados a seguir, quando são adicionados os reagentes:

Reação	**Reagente Adicionado**
a) $SO_{2(g)} + NO_{2(g)} \rightleftharpoons NO_{(g)} + SO_{3(g)}$	SO_2
b) $H_{2(g)} + Br_{2(g)} \rightleftharpoons 2\ HBr_{(g)}$	H_2

5) Pesquise porque não se deve descartar os resíduos de cromo na pia do laboratório.

3 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1- J. C. Kotz, P. M. Treichel Jr., *Química Geral*, Ed. Thomson, 5ª edição, 2003.

2- T. L. Brown, H. E. J. Lemay, B. E. Bursten, *Química – A Ciência Central*, 9ª edição, Pearson Prentice Hall, São Paulo, 2005.

AULA PRÁTICA N° 09

Preparo e Diluição de Soluções

Uma solução é uma mistura homogênea de duas ou mais substâncias. As soluções podem ser de gases, líquidos e sólidos. Cada uma das substâncias em uma solução é chamada de componentes da solução. A substância presente em maior quantidade é normalmente chamada de **solvente**, enquanto o componente que existir em
menor quantidade é chamado de **soluto**.

O comportamento das soluções depende não só da natureza dos solutos, mas também de suas concentrações. A **concentração** em quantidade de matéria de uma solução (**C**) é utilizada para designar uma certa quantidade de matéria do soluto dissolvida em certa quantidade de matéria de solvente.

$$\textit{Concentração em quantidade de matéria} = \frac{\textit{quantidade de matéria de soluto}}{\textit{volume de solução em litros}}$$

Por exemplo, uma solução de concentração em quantidade de matéria igual a 1,0 mol L^{-1} contém 1,0 mol de soluto em cada litro de solução.

Para o preparo de soluções a vidraria utilizada é o **balão volumétrico**. Este possui um traço de aferição situado no gargalo, que determina o limite da capacidade do mesmo. Quando o solvente atingir o traço de aferição, observa-se a formação de um menisco.

O preparo de soluções deve seguir a seguinte ordem:

1) Pesar ou medir o soluto;

2) Dissolver o soluto, em um béquer, usando pequena quantidade do solvente;

3) Transferir quantitativamente para um balão volumétrico;

4) Completar o volume com o solvente;

5) Homogeneizar a solução;

6) Padronizar a solução preparada, quando necessário.

7) Guardar as soluções em recipientes adequados e rotulados.

As soluções podem apresentar caráter ácido, neutro ou básico. Um modo simples de saber ou comprovar estas propriedades químicas é através de soluções de indicadores ou papel indicador universal de pH. Existem vários indicadores ácido-base, porém trabalharemos apenas com o papel de tornassol, o papel indicador universal e solução de fenolftaleína. O papel de tornassol azul fica vermelho em meio ácido e o papel de tornassol vermelho fica azul em meio básico. A solução de fenolftaleína permanece incolor em meio ácido e fica rosa em solução básica.

As soluções utilizadas em laboratório são em geral compradas ou preparadas de forma concentrada, e são denominadas *soluções estoque*. O ácido clorídrico, por exemplo, é comprado como uma solução 12 mol L^{-1} (HCl concentrado). As soluções de concentrações mais baixas podem ser obtidas pela adição de água, processo denominado **diluição**. É importante ressaltar que quando o solvente é adicionado à solução, a quantidade de matéria do soluto permanece inalterada.

1 – PARTE EXPERIMENTAL

1.1 – OBJETIVOS

Preparar soluções aquosas de NaOH e HCl, realizar uma diluição e determinar qualitativamente o pH destas soluções.

1.2 – MATERIAIS E REAGENTES

Balança, 2 béqueres de 100 mL, bastão de vidro, vidro de relógio, espátula, 2 balões volumétricos de 50 mL e 1 balão volumétrico de 100 mL, vidro de relógio, proveta de 10 mL, espátula de porcelana, bateria contendo tubos de ensaio, pipeta graduada, pipeta volumétrica de 10 mL, papel indicador de pH (0-14), papel de tornassol azul, papel de tomassol vermelho, hidróxido de sódio, ácido clorídrico concentrado, fenolftaleína (solução alcoólica 1%p/v), 2 frascos de plástico, rótulos.

1.3 – PROCEDIMENTOS

1.3.1 – <u>Preparação de 100 mL de solução de NaOH a 0,1 mol L^{-1}</u>

a) Calcule a massa de NaOH necessária para preparação da solução.

b) Pese o NaOH vidro de relógio.

c) Coloque-o em um béquer de 100 mL, contendo cerca de 20 mL de água destilada e dissolva-o com o auxílio de um bastão de vidro.

d) Transfira esta solução para um balão volumétrico de 100 mL "**quantitativamente**".

e) Mantenha a temperatura igual à ambiente, por resfriamento e agitação constantes, complete o volume do balão com água destilada até o traço de aferição.

f) Agite o balão para homogeneizar a solução.

g) Guarde a solução preparada no frasco de plástico devidamente rotulado, contendo o nome do grupo, data e tipo de solução preparada, para uso na próxima aula.

1.3.2 – Preparação de 50 mL de solução de HCl a 0,1 mol L^{-1}

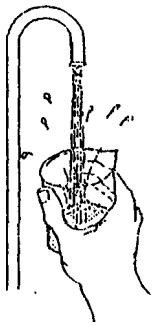
a) Calcule o volume de HCl necessário para preparação da solução.

b) Com o auxílio de uma pipeta graduada de volume apropriado e uma pêra de borracha, meça o volume calculado e transfira-o para um balão volumétrico de 50 mL já contendo cerca de 1/5 do volume final da solução, de água destilada.

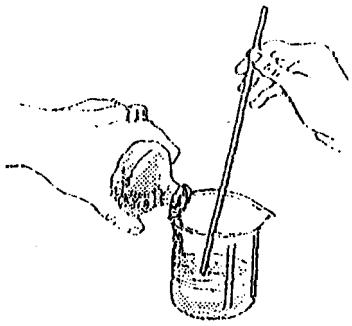
c) A seguir, complete o volume do balão até a marca de aferição, com água destilada.

d) Agite o balão para homogeneizar a solução.

e) Guarde a solução preparada no frasco de plástico devidamente rotulado, contendo o nome do grupo, data e tipo de solução preparada, para uso posterior.



Nunca ponha água sobre o ácido.



Verta o ácido sobre a água lentamente e sob agitação constante.

1.3.3 – Diluição de solução

a) Meça, com a pipeta volumétrica,10mL de uma solução de HCl 0,1mol.L^{-1}

b) Transfira este volume para um balão volumétrico de 50 mL.

c) Complete com água até o traço de aferição.

d) Agite o balão para homogeneizar a solução.

e) Calcule a concentração da solução preparada.

f) Proceda aos testes de pH utilizando esta solução.

1.3.4 – Determinação qualitativa do pH

a) Em um tubo de ensaio, adicione cerca de 5 mL da solução de NaOH preparada.

b) Mergulhe a ponta de um papel de tornassol vermelho nessa solução. Faça também o teste com papel de tornassol azul. Anote seu resultado.

c) Meça o pH da solução usando papel indicador.

d) Adicione, ao tubo de ensaio, algumas gotas de fenolftaleína. Verifique se houve mudança de cor.

e) Repita os procedimentos a, b, c e d, para a solução preparada de HCl e também para a solução diluída de HCl. Anote seu resultado.

f) Calcule o pH das soluções de NaOH e HCl preparadas e verifique se estes resultados estão de acordo com os obtidos experimentalmente.

Dados para a realização dos cálculos:

$$pH = -\log [H^+]; \qquad pOH = -\log [OH^-];$$

Na temperatura ambiente, pH + pOH = 14.

2 – QUESTÕES

1) O que se entende por "concentração de uma solução"?

2) O que é uma substância higroscópica?

3) Por que não se deve completar o volume de solução, em um balão volumétrico, antes da solução ser resfriada?

4) Quais devem ser as massas de KOH, a serem pesadas, para preparar as seguintes soluções: a) 250 mL de solução 0,1 mol.L^{-1} e b) 2 litros de solução 0,25 mol.L^{-1}.

5) Calcule o volume de uma solução de ácido sulfúrico 6 $mol.L^{-1}$ necessário para preparar 500 mL de concentração 0,5 $mol.L^{-1}$.

6) Que volume de ácido nítrico concentrado deve ser utilizado para preparar 250 mL de uma solução 0,1 $mol.L^{-1}$. Dados: HNO_3 conc. = 65% p/p; d = 1,5 g/mL.

7) Quais os cuidados que devem ser tomados ao pipetar HCl concentrado?

8) Por que saem vapores do frasco de ácido clorídrico concentrado quando este é aberto?

9) Por que não é conveniente pesar o HCl conc.?

3 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1- T. L. Brown, H. E. J. Lemay, B. E. Bursten, *Química – A Ciência Central*, 9ª edição, Pearson Prentice Hall, São Paulo, 2005.

AULA PRÁTICA N° 10

Titulação de Soluções

A **titulação** é a operação que determina o volume de uma solução padrão necessário para reagir com uma solução cuja concentração se deseja determinar. A solução padrão é aquela solução cuja concentração é exatamente conhecida.

A padronização de soluções de ácidos e bases pode ser feita pelo método direto ou indireto e permite a determinação da concentração exata das soluções padrão.

O <u>método direto</u> consiste na preparação da solução padrão a partir de um padrão primário. O padrão primário deve necessariamente apresentar algumas características, tais como: ser sólido, existir em alto grau de pureza, poder ser seco sem decomposição e reagir quantitativamente com o soluto da solução a ser padronizada. Os principais padrões primários, em volumetria por neutralização são: biftalato de potássio, ácido oxálico e carbonato de sódio. O <u>método indireto</u> consiste na utilização de uma solução já padronizada por meio do método direto, como é o caso de soluções de NaOH e HCl.

Na titulação de soluções cuja concentração de deseja determinar é empregado a **volumetria**. A volumetria consiste na medida do volume de uma solução padrão, inicialmente preparada, para reagir <u>quantitativamente</u> com um volume conhecido de uma solução cuja concentração se deseja determinar, ou o contrário. A volumetria de neutralização ocorre quando no sistema químico estão envolvidos unicamente ácido e base.

A reação que se verifica é denominada de neutralização e segundo Arrhenius pode ser representada como mostrado abaixo.

$$H_3O^+ + OH^- \rightleftharpoons 2\,H_2O$$

Abaixo está representado o esquema utilizado numa titulação.

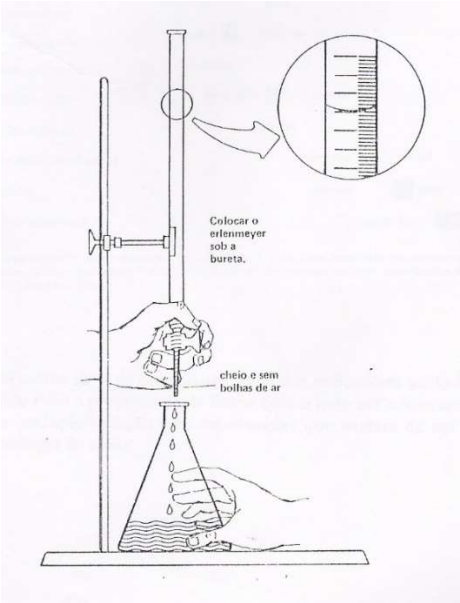


Figura 1. Titulação

A solução padrão (colocada na bureta) é adicionada até o ponto em que a quantidade do padrão seja equivalente à quantidade de substância que se analisa (colocada no erlenmeyer). Este ponto é denominado **ponto de equivalência**. O ponto de equivalência, em geral, ocorre sem nenhuma mudança visual no sistema. Por isso, para se verificar o ponto de equivalência, adiciona-se ao sistema um reagente auxiliar denominado **indicador**.

O gráfico a seguir representa a curva de titulação de um ácido forte por uma base forte.

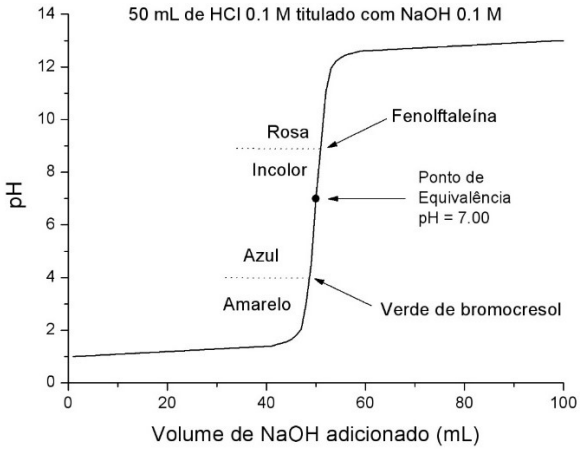


Figura 2. Curva de titulação de ácido forte por base forte. A curva é a da titulação de 50,0 mL de HCl 0,100 *M* por NaOH 0,100 *M*. Estão indicadas a faixa de pH de mudança da cor do verde de bromocresol e da fenolftaleína. Os dois indicadores mudam de cor na tregião em que o pH se altera rapidamente (a parte quase vertical da curva)

- **<u>Indicadores ácido-base</u>:**

Os indicadores ácido-base são substâncias de caráter fracamente ácido ou básico que sofrem mudanças visíveis (mudança de cor) devido às variações de $[H^+]$ nas proximidades do ponto de equivalência. O ponto em que ocorre esta mudança de cor denomina-se **ponto final da titulação**.

Assim podemos dizer que um indicador ácido-base é uma substância que apresenta uma variação de cor dentro de uma região determinada de pH, conhecida como zona de viragem ou zona de transição.

O ponto final não coincide necessariamente com o ponto de equivalência. A diferença entre estes dois pontos constitue o erro da titulação. Esse erro é tanto menor quanto mais o ponto final se aproxima do ponto de equivalência.

A proximidade entre o ponto final e o ponto de equivalência depende do indicador utilizado. Por esta razão é de grande importância para precisão do método titulométrico a escolha conveniente do indicador. A escolha adequada do indicador é feita através das curvas de titulação.

Abaixo estão representados vários indicadores ácido-base e as respectivas faixas de pH em que ocorre a mudança de cor.

Indicador	**Cor em pH ácido**	**Região de transição (pH aproximado)**	**Cor em pH básico**
Violeta de metila	Amarelo	0.0-1.6	Azul-violeta
Azul de timol	Vermelho	1.2-2.8	Amarelo
Amarelo de metila	Vermelho	2.9-4.0	Amarelo
Azul de bromofenol	Amarelo	3.0-4.6	Violeta
Laranja de metila	Vermelho	3.1-4.4	Amarelo
Verde de bromocresol	Amarelo	3.8-5.4	Azul
Vermelho de metila	Vermelho	4.2-6.3	Amarelo
Púrpura de bromocresol	Amarelo	5.2-6.8	Violeta
Azul de bromotimol	Amarelo	6.0-7.6	Azul
Vermelho de fenol	Amarelo	6.6-8.0	Vermelho

Azul de timol	Amarelo	8.0-9.6	Azul
Fenolftaleína	Incolor	8.2-10.0	Rosa
Timolftaleína	Incolor	9.4-10.6	Azul
Amarelo de alizarina	Amarelo	10.1-12.0	Laranja-vermelho
Carmin de índigo	Azul	11.4-13.0	Amarelo

Existem outros tipos de indicadores, além dos indicadores ácido-base, como por exemplo o amido (forma com o iodo um adsorvato de cor azul) e indicadores de oxidação-redução (substâncias que mudam de cor em função do potencial de oxidação do meio).

1 – PARTE EXPERIMENTAL

1.1 – OBJETIVOS

Determinar a concentração exata de uma solução de ácido e uma de base, através do método volumétrico.

1.2 – MATERIAIS E REAGENTES

Bureta de 25 mL, suporte para bureta, pipeta volumétrica de 10 mL, funil pequeno de colo curto, erlenmeyers de 250 mL, garra, solução padrão de HCl 0,1 mol/L e de NaOH 0,1 mol/L.

1.3 – PROCEDIMENTOS

a) Lave uma bureta de 25 mL com água destilada e, em seguida, duas vezes com pequenas porções de aproximadamente 3 mL de uma solução padrão de NaOH 0,1 mol/L (concentração conhecida – solução padrão). Despreze as lavagens. Prenda a bureta a um suporte apropriado. Com o auxílio de um funil, encha a bureta com a solução de NaOH 0,1 mol/L até um pouco acima do traço que indica zero mL. Retire as bolhas de ar que possam ter ficado no bico da bureta ou aderidas às suas paredes internas. Abrindo a torneira da bureta, deixe escoar a solução até que a parte inferior do menisco coincida com a referência do zero mL.

b) Coloque em um erlenmeyer de 250 mL, 10,00 mL de uma solução de HCl 0,1 mol/L preparada na aula anterior (concentração aproximada). Adicione à solução do erlenmeyer 3 gotas de solução alcoólica a 1% de fenolftaleína e agite em seguida.
c) Deixe escoar, lentamente, a solução da bureta sobre a solução do erlenmeyer, agitando-o sempre, até que persista uma coloração levemente rósea. Anote o volume de NaOH 0,1 mol/L adicionado.
d) Repita mais duas vezes a titulação. Tire a média dos volumes de NaOH 0,1 mol/L gastos, os quais não devem diferir de 0,1 mL. Com os dados obtido calcule a concentração da solução de HCl utilizada.
e) Repita o procedimento utilizando como solução padrão HCl 0,1mol/L.

2 – QUESTÕES

1) Escreva a equação da reação de padronização do HCl.
2) Na padronização de NaOH foi utilizado o biftalato de potássio como padrão primário. Escreva a equação da reação de padronização do NaOH.
3) O que é o ponto de equivalência de uma titulação?
4) Como se observa o ponto final de uma titulação?
5) Calcule a $[H^+]$ e $[OH^-]$ em uma solução obtida pela mistura de 50 mL de HCl 0,20 mol/L e 48 mL de NaOH 0,22 mol/L
6) CO_2 e NaOH podem ser utilizados como padrão primário? Por que?
7) Calcule o pH da solução preparada pela adição de 15 mL de NaOH 0,1 mol/L a 25 mL de HCl 0,1 mol/L.

3 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1- D.F. Trindade et al; *Química básica experimental,* Ícone editora. São Paulo, 1998.

2- J Basset, R. C. Denney, G. H. JefFery, J. Mendham, *Análise Inorgânica Qualitativa*, Ed Guanabara Dois, Rio de Janeiro, 1981.

3- A . I. Voguel, *Química Analítica Qualitativa*, 5a Edição, Editora Mestre Jou, São Paulo, 1981.

AULA PRÁTICA N° 11

Solução Tampão: Acidez e Alcalinidade de Reserva

Em muitos processos físico-químicos e biológicos é necessário que o pH do meio seja mantido dentro de limites muito estreitos. A manutenção de um grau especificado de acidez é efetivada pelo emprego de uma solução tampão, também conhecida como solução amortecedora: "Buffer" (inglês) ou "Puffer" (alemão).

Uma solução tampão é a que resiste à modificação da concentração de íon hidrogênio, ou de pH, mesmo quando lhe adicionamos um ácido forte ou uma base forte. A água pura quase não tem capacidade de resistir à modificação do pH quando recebe um ácido forte ou uma base forte.

Uma solução de acetato de sódio, porém, não têm o pH alterado apreciavelmente pela adição de um ácido forte, pois têm alcalinidade de reserva. Também uma solução de cloreto de amônio é pouco afetada pela adição de uma pequena quantidade de base forte, pois tem acidez de reserva.

As soluções de um ácido fraco e um dos seus sais de base forte ou uma solução de base fraca e um de seus sais de ácido forte possuem ao mesmo tempo acidez e alcalinidade de reserva. São soluções tampão.

A capacidade de uma solução resistir à mudança de pH pode ser vista no comportamento da mistura de ácido acético e acetato de sódio. A solução contém grande concentração de ácido acético não ionizado, conferindo-lhe acidez de reserva. Possui elevada concentração de íons acetato provenientes do sal, conferindo-lhe a alcalinidade de reserva.

Quando um ácido forte é adicionado, ocorre:

• Consumo de íons hidrogênio, pêlos íons acetato, logo a acidez não aumenta (alcalinidade de reserva).

Quando uma base forte é adicionada, ocorre:

• Consumo de íons hidróxidos, pelas moléculas integras do ácido acético, logo a alcalinidade não aumenta (acidez de reserva).

Assim, o máximo de ação tamponante ocorre quando o ácido e o sal estão misturados em proporção equimolar.

Para se calcular o pH de uma solução tampão, formada pela concentração conhecida de um ácido fraco, a qual se adicionou uma quantidade determinada de

solução de seu sal de base forte, em concentração conhecida, ou para se calcular a razão sal/ácido para se obter um tampão de pH determinado, emprega-se a equação de Henderson - Hasselbach:

$$pH = pKa - \log\frac{[Ácido]}{[Sal]} \quad \text{ou} \quad pH = pKa + \log\frac{[Sal]}{[Ácido]}$$

Uma solução tampão opera com o máximo da ação tampão quando a razão entre a concentração do sal e do ácido é igual à unidade. Quanto mais afastada da unidade esta razão estiver, menor será a eficiência do tampão.

1 – PARTE EXPERIMENTAL

1.1 – OBJETIVOS

Preparar e estudar uma solução tampão de ácido acético- acetato de sódio frente à adição de ácido e base fortes.

1.2 – MATERIAIS E REAGENTES

Bastão de vidro, 3 béqueres, 3 erlenmeyers de 125 mL, 1 erlenmeyer de 250 mL, bureta de 25 mL, suporte para bureta, solução de ácido acético 0,1 mol L^{-1}, solução de acetato de sódio 0,1 mol, solução padrão de NaOH 0,1 mol L^{-1}, solução padrão de H_2SO_4 0,05 mol L^{-1}, soluções dos indicadores timolftaleína (solução alcoólica 0,1%) e alaranjado de metila (solução 0,2%), pêra de borracha, peagâmetro, 2 pipetas graduadas de 10 ml.

1.3 – PROCEDIMENTOS

1.3.1 – <u>ACIDEZ DE RESERVA</u>

a) Utilize 3 erlenmeyers de 125 mL e numere-os de 1 a 3.

b) Distribua as soluções preparadas de ácido acético e acetato de sódio nos erlenmeyeres conforme a proporção mostrada na Tabela abaixo:

Tabela: Soluções tampões de ácido acético/ acetato de sódio.

Erlenmeyer	**1**	**2**	**3**
Acetato de sódio (mL)	3	5	7
Ácido acético (mL)	7	5	3

c) Use a equação de Henderson Hasselbach, calcule o pH das soluções **1**, **2** e **3**, onde K_a CH_3COOH= $1{,}8x10^{-5}$. Anote estes valores na Tabela abaixo.

d) Meça o pH das soluções **1**, **2** e **3** utilizando um peagâmetro. Anote os valores na Tabela 9.2.

Tabela: Valores de pH determinados para as soluções preparadas.

Erlenmeyer	**Solução**	**pH calculado**	**pH experimental**
1	Sol.3/7		
2	Sol. 5/5		
3	Sol. 7/3		

e) Colocar 3 gotas de timolftaleína em todos os erlenmeyeres.

f) Titule com solução padrão de hidróxido de sódio 0,1 mol L^{-1}, anotando o volume gasto para obter uma coloração azul (pH ~10) na Tabela abaixo.

Tabela: Acidez de reserva:

Amostra	**Solução**	**Volume gasto de NaOH(mL)**
1	Sol.3/7	
2	Sol. 5/5	
3	Sol. 7/3	

1.3.2 – <u>ALCALINIDADE DE RESERVA</u>

a) Prepare novamente três erlenmeyers contendo as soluções tampão, como mostrado na Tabela 8.1.

b) Adicione 3 gotas de alaranjado de metila.

c) Titule com solução padrão de ácido sulfúrico 0,05 mol L^{-1}, anotando os volumes gastos para obter a coloração vermelha (pH ~ 3) na Tabela abaixo.

Tabela: Alcalinidade de reserva.

Amostra	Solução	Volume gasto de H_2SO_4 (mL)
1	Sol.3/7	
2	Sol. 5/5	
3	Sol. 7/3	

2 – QUESTÕES

1) Qual das soluções apresenta maior acidez de reserva? Como você chegou a esta conclusão?

2) Qual das soluções apresenta maior alcalinidade de reserva?

3) Qual das soluções apresenta maior poder tampão?

4) Calcule o pH da solução formada pela adição de 35 mL de ácido acético 0,15 mol L^{-1} a 25 mL de acetato de sódio 0,1 mol L^{-1}. Dado: K_a CH_3COOH= $1,8x10^{-5}$.

3 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. D. C. Harris, *Análise Química Quantitativa*, 5ª Edição, LTC, Rio de Janeiro, 2001.

2- T. L. Brown, H. E. J. Lemay, B. E. Bursten, *Química – A Ciência Central*, 9ª edição, Pearson Prentice Hall, São Paulo, 2005.