

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MARINGÁ  
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS – DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

**QUÍMICA EXPERIMENTAL**  
**CURSOS: BIOQUÍMICA / ENGENHARIA DE ALIMENTOS**

**Jamais considere seus estudos como uma obrigação, mas como uma oportunidade invejável para aprender a conhecer a influência libertadora da beleza do reino do espírito, para o seu próprio prazer e para proveito da comunidade à qual seu futuro trabalho pertencer.**

**Albert Einstein**

MARINGÁ – PARANÁ  
2011

Bioa/EA

**Componente curricular:** Química Geral e Inorgânica (136 h T/P)

**Cursos:** Bioquímica (6071)

Engenharia de Alimentos (1588)

**Carga-horária Experimental: 68 h**

**Critério de avaliação:** Serão feitas 4 avaliações, cada uma composta de uma prova da parte teórica (peso 2) e uma prova da parte prática (peso 1)

A avaliação prática: prova escrita da parte experimental (80%) e média dos relatórios dos experimentos desenvolvidos no laboratório (20%).

Onde:

Prova escrita versando sobre conteúdo programático (valor: 0 → 10)

Média dos relatórios das aulas práticas (valor: 0 → 10)

## CURSOS: BIOQUÍMICA / ENGENHARIA DE ALIMENTOS

CURSO: \_\_\_\_\_

TURMA: \_\_\_\_\_

PROFESSOR: \_\_\_\_\_

<b>1º Bimestre</b>	<b>Data</b>
Prática 1: Apresentação do laboratório. Normas de segurança no laboratório. Normas de apresentação do relatório .....	
Prática 2: Erros e medidas – Algarismos significativos .....	
Prática 3: Instrumentos de Laboratório .....	
Prática 4: Calibração de instrumentos de medida: pipeta, bureta e termômetro .....	
Prática 5: Propriedades físicas da matéria: ponto de fusão .....	
Prática 6: Propriedades físicas da matéria: densidade de um sólido .....	
Prática 7: Técnicas de separação e purificação de substância: dissolução fracionada; filtração e evaporação .....	
<b>2º Bimestre</b>	
Prática 8: Técnicas de separação de misturas:	
8.A. Destilação simples e destilação por arraste de vapor .....	
8.B. Técnica de separação: Cromatografia sobre papel	
Prática 9: Técnica de purificação de sólidos: recristalização .....	
Prática 10: Determinação da fórmula de um hidrato .....	
Prática 11: Reações químicas: síntese de óxido ácido e óxido básico .....	
Prática 12: Reações químicas: dupla troca e complexação .....	
Prática 13: Preparação de soluções ácida e alcalina .....	
<b>3º Bimestre</b>	
Prática 14: Padronização de soluções ácida e alcalina .....	
Prática 15: Determinação da densidade e acidez total do vinagre .....	
Prática 16. Determinação do teor de NaOH na soda cáustica.....	
Prática 17. Determinação do teor de Mg(OH) <sub>2</sub> no leite magnésia.....	
Prática 18: Determinação da Vitamina C em sucos de frutas.....	
Prática 19: Determinação da velocidade de reação .....	
<b>4º Bimestre</b>	
Prática 20: Influência da temperatura e concentração no deslocamento do equilíbrio .....	
Prática 21: Influência da concentração de íons H <sup>+</sup> no equilíbrio químico .....	
Prática 22: Determinação da concentração de íons H <sup>+</sup> com indicadores .....	
Prática 23: Determinação da constante do produto de solubilidade .....	
Prática 24. Análise qualitativa pelo método macroanalítico.....	
Prática 25. Determinação de Cálcio e Proteínas no leite .....	
Prática 26. Fraudes no leite e Determinação da Acidez do leite.....	

SUMÁRIO

Materiais de laboratório

**1º Bimestre**

Prática 1: Apresentação do laboratório. Normas de segurança no laboratório. Normas de apresentação do relatório .....	04
Prática 2: Erros e medidas – Algarismos significativos .....	07
Prática 3: Instrumentos de Laboratório .....	10
Prática 4: Calibração de instrumentos de medida: pipeta, bureta e termômetro .....	13
Prática 5: Propriedades físicas da matéria: ponto de fusão .....	18
Prática 6: Propriedades físicas da matéria: densidade de um sólido .....	20
Prática 7: Técnicas de separação e purificação de substância: dissolução fracionada; filtração e evaporação .....	22

**2º Bimestre**

Prática 8: Técnicas de separação de misturas:	25
8.A. Destilação simples e destilação por arraste de vapor .....	25
8.B. Técnica de separação: Cromatografia sobre papel .....	28
Prática 9: Técnica de purificação de sólidos: recristalização .....	30
Prática 10: Determinação da fórmula de um hidrato .....	32
Prática 11: Reações químicas: síntese de óxido ácido e óxido básico .....	33
Prática 12: Reações químicas: dupla troca e complexação .....	35
Prática 13: Preparação de soluções ácida e alcalina .....	37

**3º Bimestre**

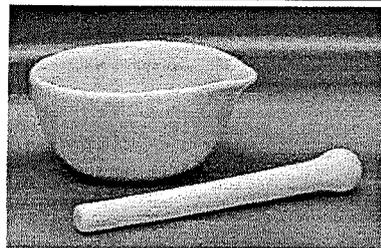
Prática 14: Padronização de soluções ácida e alcalina .....	39
Prática 15: Determinação da densidade e acidez total do vinagre .....	42
Prática 16: Determinação do teor de NaOH na soda cáustica.....	43
Prática 17: Determinação do teor de Mg(OH) <sub>2</sub> no leite magnésia.....	44
Prática 18: Determinação da Vitamina C em sucos de frutas.....	47
Prática 19: Determinação da velocidade de reação .....	49

**4º Bimestre**

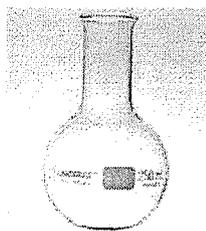
Prática 20: Influência da temperatura e concentração no deslocamento do equilíbrio .....	52
Prática 21: Influência da concentração de íons H <sup>+</sup> no equilíbrio químico .....	54
Prática 22: Determinação da concentração de íons H <sup>+</sup> com indicadores .....	55
Prática 23: Determinação da constante do produto de solubilidade .....	57
Prática 24. Análise qualitativa pelo método macroanalítico.....	59
Prática 25. Determinação de Cálcio e Proteínas no leite .....	62
Prática 26. Fraudes no leite e Determinação da acidez do leite.....	64

## MATERIAIS DE LABORATÓRIO

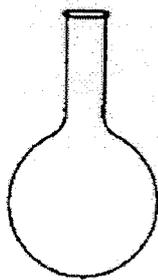
Bio/EA



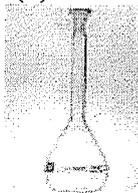
(1)



(2)



(3)



(4)



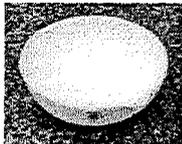
(5)



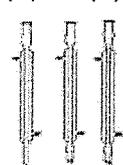
(6)



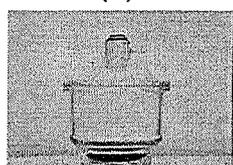
(7)



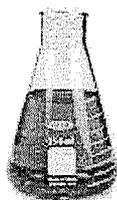
(8)



(9)



(10)



(11)



(12)



(13)



(14)

1) **ALMOFARIZ COM PISTILO**: usado na trituração e pulverização de sólidos em pequena escala.

2) **BALÃO DE FUNDO CHATO**: utilizado como recipiente para conter líquidos ou soluções, ou mesmo, fazer reações com desprendimento de gases. Pode ser aquecido sobre o tripé com tela de amianto.

3) **BALÃO DE FUNDO REDONDO**: utilizado principalmente em sistemas de refluxo e evaporação a vácuo, acoplado a um rotaevaporador.

4) **BALÃO VOLUMÉTRICO**: possui volume definido e é utilizado para o preparo de soluções com precisão em laboratório

5) **BÉQUER**: é de uso geral em laboratório. Serve para fazer reações entre soluções, dissolver substâncias sólidas, efetuar reações de precipitação e aquecer líquido. Pode ser aquecido sobre a tela de amianto.

6) **BURETA COM TORNEIRA DE VIDRO OU TEFLON**: aparelho utilizado em análises volumétricas não tão precisas. Apresenta tubo de parede uniforme para assegurar a tolerância estipulada com exatidão e gravação permanente em linhas bem delineadas a fim de facilitar a leitura de volume escoado.

7) **CADINHO**: peça geralmente de porcelana cuja utilidade é aquecer substâncias a seco, podendo fundi-las, suporta grande intensidade de calor (acima de 500°C), por isto pode ser levado diretamente ao bico de Bunsen. Pode ser feito de ferro, chumbo, platina e porcelana.

8) **CÁPSULA DE PORCELANA**: peça de porcelana usada para evaporar líquidos das soluções e na secagem de substâncias. Podem ser utilizadas em estufas desde que se respeite o limite de no máx. 500°C.

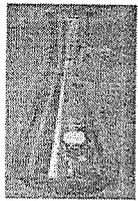
9) **CONDENSADOR**: utilizado na destilação, tem como finalidade condensar vapores gerados pelo aquecimento de líquidos. Os mais comuns são os de Liebig, como o da figura ao lado, mas há também o de bolas e serpentina.

10) **DESSECADOR**: usado para guardar substâncias em atmosfera com baixo índice de umidade.

11) **ERLENMEYER**: utilizado em titulações, aquecimento de líquidos e para dissolver substâncias e proceder reações entre soluções. Seu diferencial em relação ao béquer é que este permite agitação manual, devido ao seu afunilamento, sem que haja risco de perda do material agitado.

12) **FUNIL DE BUCHNER**: utilizado em filtrações a vácuo. Pode ser usado com a função de filtro em conjunto com o Kitassato.

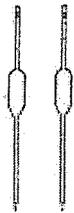
13) **FUNIL DE SEPARAÇÃO**: utilizado na separação de líquidos não miscíveis e na extração líquido/líquido.



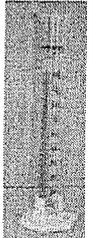
(15)



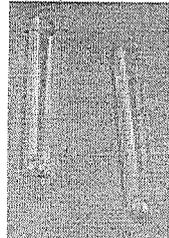
(16)



(17)



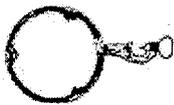
(18)



(19)



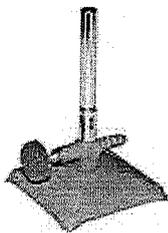
(20)



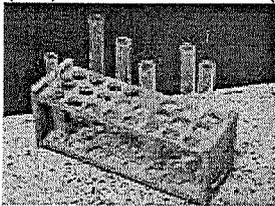
(21)



(22)



(23)



(24)



(25)



(26)



(27)



(28)

14) FUNIL DE HASTE LONGA: usado na filtração e para retenção de partículas sólidas. Não deve ser aquecido.

15) KITASSATO: Utilizado em conjunto com o funil de Büchner em filtrações a vácuo.

16) PIPETA GRADUADA: utilizada para medir pequenos volumes. Mede volumes variáveis. Não pode ser aquecida e não apresenta precisão na medida.

17) PIPETA VOLUMÉTRICA: usada para medir e transferir volume de líquidos, não podendo ser aquecida, pois possui grande precisão de medida. Mede um único volume, o que caracteriza sua precisão.

18) PROVETA OU CILINDRO GRADUADO: serve para medir e transferir volumes variáveis de líquidos em grandes quantidades se necessário. Pode ser encontrada em volumes de 25 até 1000 mL. Não pode ser aquecida.

19) TUBO DE ENSAIO: empregado para fazer reações em pequena escala, principalmente em testes de reação em geral. Pode ser aquecido com movimentos circulares e com cuidado diretamente sob a chama do bico de Bunsen.

20) VIDRO DE RELÓGIO: peça de vidro de forma côncava, é usada em análises e evaporações em pequena escala, além de auxiliar na pesagem de substâncias não voláteis e não higroscópicas. Não pode ser aquecida diretamente.

21) ANEL OU ARGOLA: usado como suporte do funil na filtração.

22) BALANÇA DIGITAL: usada para a medida de massa de sólidos e líquidos não voláteis com precisão de até quatro casa decimais.

23) BICO DE BUNSEN: é a fonte de aquecimento mais utilizada em laboratório. Mas contemporaneamente tem sido substituído pelas mantas e chapas de aquecimento. Deve-se evitar seu uso quando utilizamos substâncias inflamáveis dentro do recipiente que se quer aquecer.

24) ESTANTE PARA TUBO DE ENSAIO: é usada para suporte dos tubos de ensaio.

25) GARRA DE CONDENSADOR: usada para prender o condensador à haste do suporte ou outras peças como balões, erlenmeyers etc.

26) PINÇA DE MADEIRA: usada para prender o tubo de ensaio durante o aquecimento.

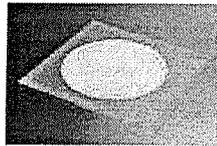
27) PINÇA METÁLICA (TENAZ): usada para manipular objetos aquecidos.

28) PISSETA OU FRASCO LAVADOR: usada para lavagens de materiais ou recipientes através de jatos de água, álcool ou outros solventes.

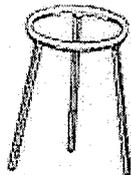
29) SUPORTE UNIVERSAL: utilizado em operações como



(29)



(30)



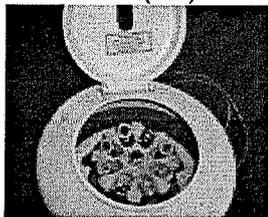
(31)



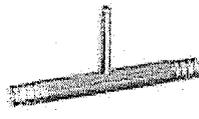
(32)



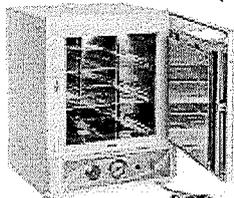
(33)



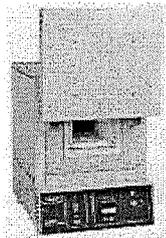
(35)



(35)



(37)



(38)



(39)

filtração, suporte para condensador, bureta, sistemas de destilação etc. Serve também para sustentar peças em geral.

30) TELA DE AMIANTO: suporte para as peças a serem aquecidas. A função do amianto é distribuir uniformemente o calor recebido pelo bico de Bunsen. Atualmente está sendo proibida sua comercialização, por ser o amianto cancerígeno.

31) TRIPÉ: sustentáculo para efetuar aquecimentos de soluções em vidrarias diversas de laboratório. É utilizado em conjunto com a tela de amianto.

32) ESPÁTULAS E COLHERES: utilizadas para transferência de sólidos, são encontradas em aço inox, porcelana, níquel, e osso.

33) CADINHO DE GOOCH: é utilizado em filtrações à vácuo de soluções de ácidos, soda cáustica, etc. e em gravimetria.

35) CENTRÍFUGA: serve para acelerar o processo de decantação.

36) TROMPA DE VÁCUO: dispositivos de vidro ou metal que se adaptam à torneira de água, cujo fluxo arrasta o ar produzindo "vácuo" no interior do recipiente ao qual estão ligados. Elas possuem um único sentido de passagem de água, por isso deve-se cuidar para a indicação no aparelho da posição que ficará para baixo (seta indicativa). Atualmente, estão sendo substituídas pelas bombas de vácuo que são muito mais eficazes.

37) ESTUFA: com controle de temperatura através de termostato é utilizada para secagem de material; costuma alcançar até 300°C.

38) MUFLA: produz altas temperaturas. É utilizada, em geral, para calcinação, alcançando até 1200°C.

39) MANTA DE AQUECIMENTO: serve para aquecimento em temperatura controlada. É utilizada, necessariamente, quando há presença de produtos inflamáveis dentro das vidrarias a aquecer.

**Prática 1: Conhecendo o laboratório. Normas de segurança no laboratório. Normas de apresentação do relatório**

**1.1. Normas de segurança no laboratório**

- 01- O laboratório é um lugar de trabalho sério. Trabalhe com atenção, método e calma.
- 02- Prepare-se para realizar cada experiência, lendo antes os conceitos referentes ao experimento e a seguir, leia o roteiro da experiência.
- 03- Respeite rigorosamente as precauções recomendadas.
- 04- Consulte seu professor cada vez que notar algo anormal ou imprevisto.
- 05- Use um avental apropriado.
- 06- Não fume, não beba e não coma no laboratório.
- 07- Faça apenas as experiências indicadas pelo professor. Experiências não autorizadas são proibidas.
- 08- Se algum ácido ou qualquer outro produto químico for derramado, limpe o local imediatamente com bastante água.
- 09- Não tocar os produtos químicos com as mãos, a menos que seu professor lhe diga que pode fazê-lo.
- 10- Nunca prove uma droga ou solução.
- 11- Para sentir o odor de uma substância, não coloque seu rosto diretamente sobre o recipiente. Em vez disso, com sua mão, traga um pouco do vapor até o seu nariz.
- 12- Não deixe vidro quente em lugar em que possam pegá-lo inadvertidamente. Deixe qualquer peça de vidro quente esfriar durante bastante tempo. Lembre-se que vidro quente tem a mesma aparência do vidro frio.
- 13- Só deixar o bico de Bünsen aceso quando estiver sendo utilizado.
- 14- Tenha cuidado com reagentes inflamáveis, não os manipule na presença de fogo.
- 15- Quando terminar o seu trabalho, feche com cuidado as torneiras de gás, evitando vazamento.
- 16- Não trabalhe com material imperfeito.
- 17- Observe com atenção as técnicas de aquecimento de líquidos.
- 18- Utilize sempre que necessário, materiais que possam garantir maior segurança no trabalho, tais como: pinças, luvas, óculos etc.
- 19- Comunique ao seu professor qualquer acidente, por menor que seja.
- 20- Jogue todos os sólidos e pedaços de papel usados num frasco ou cesto para isto destinado. Nunca jogue nas pias ou tanques, fósforo, papel de filtro ou qualquer sólido ainda que ligeiramente solúvel.
- 21- Leia com atenção o rótulo de qualquer frasco de reagente antes de usá-lo. Leia duas vezes para ter a certeza de que pegou o frasco certo. Segure o frasco pelo lado que contém o rótulo para evitar que o reagente escorra sobre este.
- 22- Nunca torne a colocar no frasco uma substância não usada. Não coloque objeto algum nos frascos reagentes, exceto os materiais destinados para este fim.
- 23- Conserve limpo seu equipamento e sua mesa. Evite derramar líquidos, mas, se o fizer, limpe imediatamente o local.
- 24- Ao término do período da aula, recolha o material utilizado e deixe-o na ordem em que o encontrou no início da aula, limpe as bancadas e lave as vidrarias usadas.
- 25- Cabelos longos devem ser atados ou amarrados. Não usar lenços atados no pescoço ou qualquer peça de vestuário solta.

26- Lavar as mãos sempre que necessário. Ao final das atividades de laboratório recomenda-se lavar as mãos, braços e faces (partes expostas do corpo).

### 1.2. Normas para apresentação de um relatório

- ✓ Primeira página / capa
- ✓ Introdução: teoria (incluir **objetivos**)
- ✓ Propriedades tóxicas dos compostos usados
- ✓ Materiais e métodos / Procedimento experimental
- ✓ Resultados e discussão
- ✓ Conclusão
- ✓ Referências Bibliográficas.

Lembre-se que o relatório deve ser escrito de tal forma que qualquer um seja capaz de, ao reproduzir a prática, entender seus fundamentos e interpretar seus resultados. **Usar redação própria.** Cópias de parágrafos de livros não são bem-vindas.

**Informações de capa:** Os trabalhos devem conter, **obrigatoriamente**, página de capa contendo os nomes: da universidade, centro, departamento, curso, disciplina, número da turma, título da prática, nomes dos membros da equipe (**nome e sobrenome**), RA, nome do professor, local e ano.

**Introdução:** Compreende os fundamentos teóricos da prática, encontrados **na literatura**. Redigir na forma de texto corrido, sem separação em itens. Destacar os pontos necessários para o correto entendimento e interpretação dos resultados obtidos. Conciso. Incluir os **objetivos**

**Procedimento** (Materiais e métodos): Roteiro das **atividades REAIS executadas**, com o verbo no passado e na forma impessoal, de modo que, baseada nesses relatos, qualquer pessoa possa repeti-lo. Quando necessário apresentar esquemas dos arranjos experimentais. Além disso, cada equipamento utilizado deverá ser claramente especificado. Não inclua os resultados obtidos experimentalmente ou cálculos realizados.

**Resultados:** Apresentar os resultados em **textos, tabelas e gráficos** de forma clara e concisa. Respeitar a seqüência de dados obtidos e dos cálculos efetuados. Quando for o caso de cálculos repetitivos, colocar apenas um exemplo de cada.

Tabelas e gráficos, sempre numerados, **devem** conter legendas auto-explicativas. Pelas normas, legendas de tabelas devem vir no topo das mesmas, enquanto que legendas de gráficos e outras figuras devem vir na parte inferior destes.

**Discussão** (pode ser junto com os resultados): Parte essencial do relatório. Comparar os seus resultados com os valores reais ou os da literatura de maneira crítica. Apontar e discutir as fontes de erros inerentes a prática, tanto nas partes teóricas quanto nas experimentais. Discutir desvios (precisão) e os erros (exatidão), principalmente os erros sistemáticos.

**Conclusão:** Apresentar a conclusão (ou conclusões) da prática (lembre-se dos objetivos do experimento).

**Referências Bibliográficas:** Devem conter todo o material bibliográfico consultado. É importante haver coerência na formatação. Segue abaixo exemplos de citação de: artigo de revista; de livro e de endereços eletrônicos na rede internet:

BIOG/EA

#### **Estruturas básicas:**

- 1- Sobrenome, iniciais dos nomes; *nome da revista*; volume; página, ano. Nº de páginas ou páginas consultadas.
- 2- Autor(es) ou editor(es); nome do livro por extenso; edição; editora; cidade; ano.
- 3- Site e a data de consulta.

#### **Exemplos:**

1. SILVA, J. R. M.; RAMOS, P. Q. e MEDEIROS, J.C. **J. Chem Educ.**; **34**, 152. 1967.
2. Lide, D. R. (editor); **Handbook of Chemistry and Physics**; 73<sup>a</sup> edição; Boca Raton: CRC, 1992.
3. www.visudyne.com, consultado em 01/09/2008.

Obs: Neste item jamais use: "e colaboradores" ou "et al." .

#### **Consulta de propriedades químicas e físicas:**

Hand Book. Weast, R.C. (editor). **CRC Handbook of Chemistry and Physics**. 58<sup>th</sup> edition, USA: CRC Press, 1977.

#### **Consulta de propriedades e periculosidade:**

Merck Index. Budavari, S. (editor). **The Merck Index**. 11<sup>th</sup> edition, USA: Merck & Co, 1989.

#### **Preparo de soluções / reagentes / técnicas:**

MORITA, T. e ASSUMPÇÃO, R.M.V. **Manual de Soluções, Reagentes & Solventes**, Brasil: Editora Edgard Blücher Ltda, 1972.

#### **Bibliografia Básica:**

LENZI, E.; FAVERO, L.O.B.; TANAKA, A.S.; VIANA FILHO, E. A.; SILVA, M. B. **Química Geral Experimental**. Rio de Janeiro: Freitas Bastos Editora, 2004. 390 p.

#### **1.3. Conhecendo o laboratório**

- a- **Laboratório**: saída de emergência; tomadas elétricas; registro de gás; pontos de água (torneiras; bancadas etc).
- b- **Capela**: janelas protetoras de vidro, exaustor etc.
- c- **Extintor**: ver onde se encontra; como funciona; para qual tipo de chama?
- d- **Chuveiro de segurança**: ver onde se encontra e como funciona.

## Prática 2: Erros e tratamento de dados experimentais

### 2.1. Introdução

Medir é um ato de comparar e esta comparação pode envolver erros dos instrumentos, do operador e do processo de medida, por exemplo. Assim, quando realiza-se uma medida deve-se estabelecer a confiança que o valor encontrado representa, porque todas as medidas físicas possuem um certo grau de incerteza..

#### 2.1.1. Erros Experimentais

Os erros são classificados em duas classes: erro sistemático (ou determinado) e erro aleatório (ou indeterminado). Os erros sistemáticos são aqueles que surgem de uma falha no projeto do experimento (erro de método ou de reagentes) ou do equipamento. Esse tipo de erro é reprodutível e se repetirá se a medida for realizada inúmeras vezes. Os erros aleatórios resultam de variáveis incontroláveis nas medidas e estes estão sempre presentes e não podem ser localizados ou corrigidos, mas podem ser submetidos a um tratamento estatístico (valor mais provável e precisão).

Em qualquer situação deve-se adotar um valor que melhor represente a grandeza medida e a margem de erro dentro da qual deve estar compreendido o valor real.

#### 2.1.2. Algarismos Significativos

O número de algarismos significativos é o número mínimo de dígitos necessários para expressar o valor de uma medida, em notação científica, sem perder a exatidão. O último algarismo significativo em uma medida terá sempre uma incerteza associada. Esse algarismo é também chamado de algarismo duvidoso e a incerteza mínima deverá ser de  $\pm 1$  no último dígito. Sempre que apresentamos o resultado de uma medida, este será representado pelos algarismos significativos.

#### 2.1.3. Operações com algarismos significativos

Há regras para operar com algarismos significativos. Se estas regras não forem obedecidas você poderá obter resultados que podem conter algarismos que não são significativos.

##### Adição e subtração

Considere o seguinte exemplo de adição:  $250,757 + 0,0648 + 53,6 = 304,4218$ . Para obter essa adição (ou subtração) com algarismos significativos, identifica-se o número com menor número de casas decimais. Neste caso é 53,6; que apresenta apenas uma casa decimal. Assim, o resultado, observando as regras de arredondamento, deve ser:

$$250,757 + 0,0648 + 53,6 = 304,4$$

##### Multiplificação de divisão

Para multiplicar ou dividir aplica-se a seguinte regra: Verificar qual o fator que apresenta o menor número de algarismos significativos e apresentar o resultado com a quantidade de algarismos igual a este fator, observando as regras de arredondamento.

Exemplo:  $6,78 \times 3,5 = 23,73 = 24$

#### 2.1.4. Valor médio e desvios

Quando se realiza uma medida e estima-se o valor situado entre as duas menores divisões do seu aparelho de medida, se pode obter diferentes valores para uma mesma medida, dependendo do operador.

Biong/EA

Por exemplo, ao medir uma distância  $x$  com uma régua foram encontrados diferentes valores, situados entre 5,80 e 5,90 cm, como mostrado na Tabela 2.1.

O postulado de Gauss diz que “O valor mais provável que uma série de medidas de igual confiança nos permite atribuir a uma mesma grandeza é a média aritmética dos valores individuais da série”. A média aritmética dos valores encontrados, isto é, o **valor médio** de  $x$ , é dado pela Equação 2.1.

Tabela 2.1. Valores obtidos para  $x$ (cm).

N	$x$ (cm)	$d(x_i - \bar{x})$	$S( x_i - \bar{x} )$
1	5,82	- 0,01	0,01
2	5,83	0,00	0,00
3	5,85	0,02	0,02
4	5,81	- 0,02	0,02
5	5,86	0,03	0,03
Média	$\bar{x} = 5,83$		$\bar{S} = 0,02$

Onde  $x_i$  é o valor individual de cada medida e  $N$  é o número de medidas.

O desvio ( $d$ ) de uma medida é calculado como sendo a diferença entre o valor experimental ou medido ( $x_i$ ) e o valor médio  $\bar{x}$ .

Por outro lado, o **desvio médio** ( $\bar{S}$ ) será dado pela média aritmética do valor absoluto dos desvios, dado pela Equação 2.2.

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^{i=N} x_i}{N} \quad (2.1)$$

$$\bar{S} = \frac{\sum_{i=1}^{i=N} S_i}{N} \quad (2.2)$$

Assim, o valor medido da distância  $x$  será expresso como:  $x = 5,83 \pm 0,02$  cm.

**Observação:** Ao realizar uma única medida, o desvio será a metade da menor divisão de escala do aparelho de medida.

### 2.1.5. Erro relativo e desvio (médio) relativo

O erro ou desvio (médio) relativo é dado pelo quociente adimensional entre o desvio (médio) e a magnitude da medida ( $\mu$  ou  $\bar{x}$ , respectivamente), conforme a Equação 2.3.

$$\%E = \frac{X_i - \bar{X}}{\bar{X}} \times 100 \quad \text{ou} \quad \%E = \frac{\bar{s}}{\bar{X}} \times 100 \quad \text{ou ainda,} \quad \%E = \frac{\bar{X} - \mu}{\mu} \times 100 \quad (2.3)$$

*desvio relativo*                      *desvio médio relativo*                      *erro relativo*

Sendo:

$\%E$  – porcentagem de erro ou do desvio (médio) relativo.

$X_i$  – uma medida do conjunto de medidas.

$\bar{X}$  – média aritmética entre as medidas.

$\bar{s}$  – desvio médio.

$\mu$  – valor considerado verdadeiro para aquela medida.

Os desvios (médios) relativos são geralmente apresentados em porcentagem. No caso da distância  $x$  o desvio médio relativo é:  $0,02/5,83 = 0,0034$  ou 0,34%.

### 2.1.6. Exatidão e precisão

Bioq/EA

Exatidão de uma medida está relacionada com o seu erro absoluto (aproximação do valor medido em relação ao valor verdadeiro da grandeza).

Precisão está relacionada com a concordância das medidas entre si (quanto maior a gradeza dos desvios, menor a precisão).

### 2.2. Procedimento

- a- Medir o comprimento de objetos a disposição para cálculos de área e volume, utilizando os instrumentos de medida de comprimento (régua) com diferentes escalas.
- b- Efetuar a leitura da pressão atmosférica e anotar o resultado corretamente.

## Prática 3: Instrumentos de Laboratório

Biog/EA

### 3.1. Introdução

Para executar uma determinada experiência em Química uma variedade de instrumentos simples, mas, com finalidades específicas, são utilizados. O uso depende dos objetivos e das condições em que a experiência será realizada. Nas atividades experimentais desta unidade serão apresentados alguns instrumentos de laboratório com a finalidade de aprender a utilizá-los corretamente, bem como, fazer a correta notação da leitura fornecida pelos instrumentos. Quando há necessidade de dados exatos, de volume e de temperatura os instrumentos deverão ser calibrados.

### Queimadores à gás

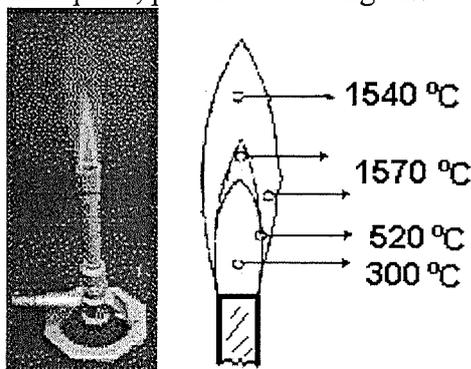
*Bico de Bunsen* - uma grande parte dos aquecimentos feitos em laboratório é efetuada utilizando-se queimadores de gases combustíveis, sendo o mais comumente usado o bico de Bunsen (Figura 3.1.a). O gás combustível é geralmente o GLP (gás liquefeito de petróleo). O comburente, via de regra, é o  $O_2$ , ar atmosférico.

*Regiões da chama* - uma chama apresenta diversas partes chamadas **zonas da chama**. A Figura 3.1.a e b mostra as estas zonas.

*Zona oxidante* - a chama apresenta uma coloração azul violeta, quase invisível onde os gases são expostos ao ar e sofrem combustão completa.

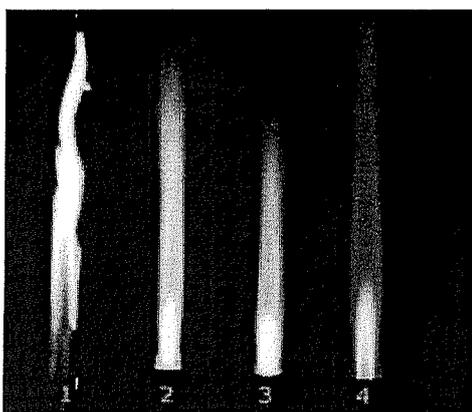
*Zona interna* - é a região contendo os gases que ainda não sofreram combustão, formando a *mistura comburente*.

*Zona redutora* - é a parte luminosa da chama (amarela) caracterizada por combustão incompleta, pela falta de oxigênio



(a)

(b)



(a)

(b)

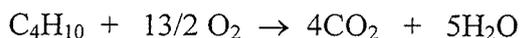


Figura 3.2. (a) Tipos de chama devido ao teor de oxigênio, (b) reações entre o oxigênio e o gás butano.

Dependendo do teor de oxigênio disponível, a chama pode apresentar vários níveis de oxidação, como pode ser verificado na Figura 3.2.a, onde são demonstrados vários tipos de chama. A chama amarela (Figura 3.2.a, chama 1 e 2) apresenta pequenas partículas de carbono que, incandescentes dão luminosidade à chama.

### Instrumentos volumétricos

O conhecimento de instrumentos de medição de volumes de líquidos é essencial para o Químico, bem como o correto uso e finalidade específica de cada um deles. Os materiais considerados volumétricos, pipetas (volumétrica e graduada), buretas, balões volumétricos e provetas, NÃO devem ser colocados em estufa, nem usados para aquecer líquidos ou lavados com materiais abrasivos.

Para se fazer a leitura do volume nos instrumentos volumétricos, devemos considerar a posição do menisco, Figura 3.3 (a), e a posição dos olhos para evitar erro de paralaxe, Figura 3.3 (b). As Figuras 3.3 (c) e (d) demonstram como a pipeta deve ser manuseadas.

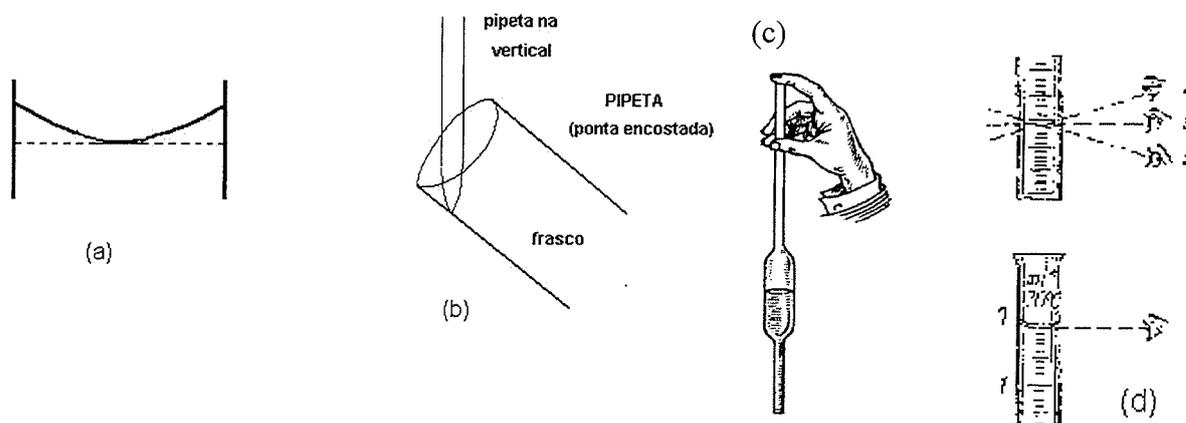


Figura 3.3. (a) Posição do menisco tangenciando a marca de aferição; (b) posição correta do frasco com a ponta da pipeta tocando a parede durante a transferência do líquido; (c) posição da pipeta (na vertical) para transferir o líquido e (d) posição dos olhos para fazer a leitura do volume e evitar o erro de paralaxe.

### 3.2. Objetivos

- Determinar e efetuar corretamente a leitura em instrumentos de medida de massa, de volume, de temperatura e de pressão.
- Utilizar adequadamente o bico de Bunsen.
- Utilizar adequadamente pipetas.
- Efetuar operações com algarismos significativos.
- Comparar a sensibilidade de diferentes instrumentos de mesma capacidade.

### 3.3. Procedimento

#### Experimento 01. Determinação de massa

- Determinar na balança semi-analítica a massa de um béquer ou de outro objeto disponível.

#### Experimento 02. Leitura em instrumentos de medida

- Adicionar, com um pisquete, cerca de 7 mL de água em uma proveta de 10,00 mL e efetuar a leitura, anotando corretamente o resultado.

- b- Adicionar, com um pissete, cerca de 85 mL de água em uma proveta de 100,00 mL e efetuar a leitura, anotando corretamente o resultado.
- c- Adicionar cerca de 50 mL de água em um béquer de 100,0 mL e efetuar a leitura da temperatura e anotar o resultado corretamente. O bulbo do termômetro não deve tocar as paredes do béquer.

**Experimento 03. Comparação da sensibilidade de instrumentos de mesma capacidade**

- a- Adicionar água, com auxílio de um pissete, em um balão volumétrico de 100,0 mL até a marca de aferição.
- b- Repetir o procedimento com uma proveta de 100,0 mL.
- c- Acrescentar, com auxílio de um conta-gotas, 3 gotas a mais de água destilada no balão volumétrico e 3 gotas a mais na proveta.
- d- Observar o deslocamento do menisco.

**Experimento 04. Manuseio do bico de Bunsen**

- a- Manter a janela de entrada de ar e o regulador de gás fechado e abrir a torneira do gás.
- b- Abrir lentamente o regulador de gás e acender o bico de Bunsen. Observar a combustão incompleta (chama amarela).
- c- Abrir a janela de entrada de ar e observar a modificação sofrida pela chama. Observar as regiões da chama.
- d- Colocar a ponta de um palito de fósforo na zona oxidante e observar sua rápida inflamação.
- e- Fechar a torneira de gás e o regulador de gás.

**Experimento 05. Uso da pipeta**

- a- Transferir para um béquer de 50,0 mL cerca de 30 mL de água.
- b- Colocar a ponta da pipeta graduada de 5,00 mL no interior do líquido e fazer sucção com o pipetador. A ponta da pipeta deve ficar abaixo da superfície do líquido.
- c- A sucção deve ser feita até o líquido ultrapassar o traço de referência da pipeta e limpar as paredes exteriores com papel absorvente.
- d- Deixar escoar o líquido lentamente até o traço de referência.
- e- Transferir o volume total da pipeta para um béquer de 50 mL mantendo a mesma na posição vertical. A ponta da pipeta deverá estar encostada na parede do béquer.
- f- Repetir o procedimento **b** e **c**, e com a pipeta adicionar dez gotas do líquido no béquer.
- g- Repetir os procedimentos **b** a **f** por mais uma vez.

## Prática 4: Calibração de instrumentos de medida: pipeta, bureta e termômetro

### 4.1. Introdução teórica

Qualquer medida está sujeita a erros. Os erros sistemáticos podem originar-se de:

- Erros de instrumentos
- Erros de método
- Erros pessoais

Uma das principais fontes de erros sistemáticos é a calibração de instrumentos. É necessário conferir se o instrumento em uso está corretamente calibrado ou aferido.

Esta atividade é peculiar de cada tipo de instrumento. Na química os instrumentos mais necessitados de aferição são as balanças, os termômetros e os instrumentos volumétricos, pipetas, buretas, provetas, e balões volumétricos.

#### 4.1.1. Calibração do termômetro

Para fins de calibração os instrumentos de medida de volume se dividem em dois grupos: instrumentos aferidos de transferência total (apresentam apenas uma aferição referente a sua capacidade volumétrica numa dada temperatura) e instrumentos volumétricos graduados (apresentam formas cilíndricas de diâmetros variáveis com aferição ao longo do cilindro indicando o volume correspondente de cada parte do cilindro).

O fundamento da calibração de um instrumento está no fato de a água pura a 3,98 °C possuir densidade igual 1,00g/mL. Logo, pela Equação 4.1, tem-se que

$$\rho = \frac{m}{V} \quad \therefore m = V \quad (4.1)$$

Nestas condições a massa é igual ao volume de água.

Na prática pesa-se a água na temperatura e à pressão ambiente e depois se fazem as correções necessárias.

#### 4.1.2. Calibração de instrumentos de medida de temperatura

Sabe-se que uma substância é identificada por suas propriedades (químicas, físicas, mecânicas etc.) características. Quando essas propriedades assumem um valor constante, para qualquer porção de amostra de um material, diz-se que o material é uma substância pura.

Propriedades físicas tais como temperatura de fusão, temperatura de ebulição, pressão de vapor, viscosidade, solubilidade etc. são propriedades constantes e inerentes a uma dada **substância pura**, respeitadas as condições experimentais de execução da medida. Dessa forma para calibração de termômetros utiliza-se deste fato, pois as temperaturas de fusão e de ebulição são exatamente conhecidas para inúmeras substâncias, em particular para a água. As dependências destas transições com a temperatura e a pressão ambiente são conhecidas e são encontradas na literatura.

Os químicos utilizam-se bastante de duas escalas de temperatura: a escala absoluta, termodinâmica ou escala Kelvin (K), utilizada em cálculos termodinâmicos e a escala Celsius (°C). A conversão de escalas é feita através da Equação 4.1.

$$T (K) = 273,15 + t (°C) \quad (4.1)$$

Para a calibração de instrumentos de medida de temperatura, os termômetros, deve-se lembrar que a temperatura é uma grandeza fundamental e sua unidade de medida depende da escala adotada. A escala termométrica é a seqüência ordenada de números que mediante a lei da correspondência entre a propriedade da substância termométrica (x) e o seu estado térmico real (t), definem uma função de graus de temperatura, os estados térmicos dos frios e dos

quentes. Esta lei de correspondência conduz a uma expressão matemática cuja dependência é linear, dada pela Equação 4.2.

$$t = ax + b \quad (4.2)$$

onde **a** e **b** são determinadas experimentalmente. Estas são chamadas, em geral de, **a**: coeficiente angular (ou inclinação) e **b**: coeficiente linear (ou intercepto).

São definidos dois pontos fixos de temperatura reais (*t*) associados a dois estados térmicos diferentes e facilmente realizáveis de uma substância, cuja propriedade termométrica (*x*) se vai medir. Em geral, esses pontos fixos, reais, são: o ponto de fusão (*t<sub>f</sub>*) do gelo e o ponto de ebulição (*t<sub>eb</sub>*) da água. Nesta escala de graus Celsius, ao *t<sub>f</sub>* atribui-se 0,00°C e ao ponto *t<sub>eb</sub>*, 100,00°C na pressão ambiente de 1,00 atm (760,0 mm Hg). Cuidado, a dependência da fusão com a pressão ambiente é quase nula, no entanto a *t<sub>eb</sub>* varia bastante com a pressão (deve-se buscar na literatura o valor da temperatura de ebulição da água na pressão correspondente, HandBook). Aos estados térmicos representados por *t<sub>f</sub>* e *t<sub>eb</sub>* está associada a variação da propriedade termométrica (*P*) *x<sub>f</sub>* e *x<sub>eb</sub>*. Para o caso do termômetro de mercúrio em graus Celsius pode-se estabelecer a lei da correspondência colocando os valores *t<sub>f</sub>* e *t<sub>eb</sub>* no eixo das ordenadas, *y* (correspondente a fusão e a ebulição reais na pressão ambiente) e os pontos correspondentes *x<sub>f</sub>* e *x<sub>eb</sub>* no eixo das abscissas, *x* (valores medidos com o termômetro em calibração), Figura 4.1.

Tendo a correspondência gráfica, pode-se utilizar 2 métodos para, a partir do valor experimental com o termômetro aferido, obter-se o valor de temperatura real.

**Método 1:** gráfico diretamente do valor experimental lido (abscissa, *x*) localiza-se no gráfico o valor real respectivo (ordenada, *y*) em *t* (°C) que corresponde a temperatura real corrigida;

**Método 2:** equação termométrica divide-se a altura ( $\Delta t$ ) pelo espaço ( $\Delta x$ ), correspondente ao coeficiente angular **a**, Equação 4.3, e coeficiente linear **b** pela igualdade com *t* (ou *y*) quando *x* = 0,0.

$$a = \text{tg}\theta = \frac{\text{cat.oposto}}{\text{cat.adjacente}} = \frac{\Delta y}{\Delta x} = \frac{y_2 - y_1}{x_2 - x_1} = \frac{\Delta t}{\Delta x} \quad (4.3)$$

Assim obtém-se a equação termométrica  $t$  (°C) = **a.x** + **b**. Substituindo nesta equação da reta qualquer valor de *x* (medido experimentalmente com o termômetro calibrado) ter-se-á por cálculo, o valor de *t* (°C), valor real.

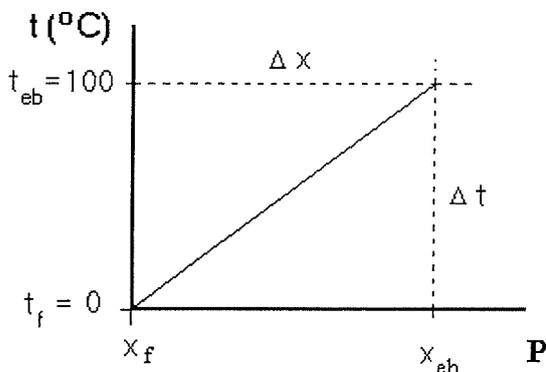


Figura 4.1. Curva de calibração de termômetros, a pressão de 1,00 atm para a água pura.

## 4.2 Objetivo

- Determinar a aferição correta de instrumentos de medida

Biog/EA

### 4.3. Procedimento

#### Experimento 01. Calibração de pipetas

- Determinar a massa de um béquer de 50,0 mL limpo e seco.
- Encher a pipeta com água destilada até a marca da graduação e limpar a parede exterior com papel absorvente.
- Transferir esta água para o béquer previamente pesado.
- Determinar a massa do béquer com a água.
- Determinar a temperatura da água usada na experiência. O bulbo do termômetro deve estar imerso na água. O termômetro não deve tocar as paredes do béquer
- Determinar o volume real escoado da pipeta ou bureta com auxílio da tabela de densidade da água (Tabela 4.1).

#### Experimento 02. Calibração de buretas

- Determinar a massa de um béquer de 50,0 mL limpo e seco.
- Encher uma bureta com água destilada. Abrir a torneira da bureta para encher a parte abaixo da mesma.
- Verificar se não há vazamentos e presença de bolhas. Eliminar as bolhas.
- Fixar a bureta em um suporte universal com a graduação voltada para o operador, Figura 4.2 (a).
- Completar o volume até que o menisco tangencie a marca.
- Abrir a torneira com a mão esquerda e transferir 5,00 mL da água para o béquer, observar a Figura 4.2 (b). Anotar o volume corretamente (2 casas depois da virgula).
- Pesar o béquer com a água. Anotar a massa.
- Sem eliminar a água do béquer transferir mais 5,00 mL. Anotar o volume transferido e pesar. Anotar a massa.
- Repetir o procedimento até transferir toda a água da bureta.

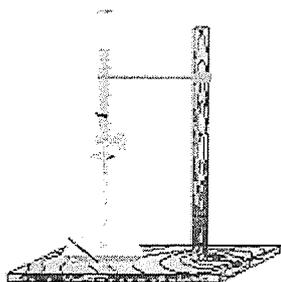
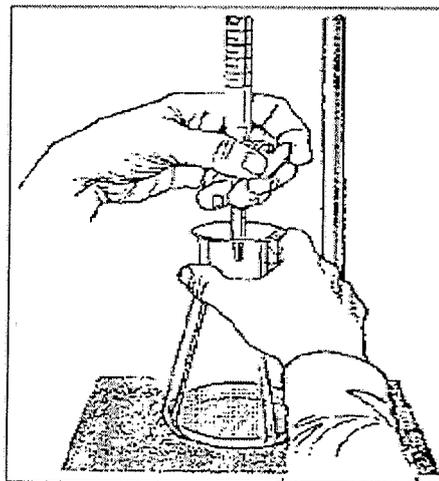


Figura 4.2.(a) Montagem do sistema para calibração da bureta

(b) Posição das mãos durante uso da bureta



#### Experimento 03. Calibração do termômetro

- Adicionar cerca de 50mL de uma mistura de gelo picado e água em um béquer de 100,0 mL e agitar bem;
- Introduzir um termômetro a ser calibrado, de modo que o bulbo do termômetro esteja completamente imerso na mistura e sem tocar nas paredes do béquer.
- Registrar a temperatura após a estabilização da mesma.
- Adicionar cerca 100 mL de água em um erlenmeyer de 250,0 mL.

- e- Adaptar um termômetro com o bulbo próximo à superfície do líquido, porém sem tocá-la.
- f- Aquecer a água até a ebulição.
- g- Registrar a temperatura observada.
- h- Efetuar a leitura da pressão atmosférica.
- i- Usar a Tabela 4.2 para determinar o ponto de ebulição real da água em função da pressão atmosférica.
- j- Adicionar em um béquer de 50,0 mL aproximadamente 40 mL de água e determinar a temperatura da mesma com o mesmo termômetro usado na calibração.
- k- Construir um gráfico, lançando na abscissa os valores observados dos pontos de fusão e ebulição da água e, na ordenada os valores reais.
- l- Utilizar o gráfico e a equação termométrica para calcular a temperatura real da água medida no item j.

BIOG/GA

Tabela 4.1 - Densidade Absoluta da água em função da temperatura em função da temperatura.

°C	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
10	0,999700	691	682	673	664	654	645	635	624	615
11	605	595	585	574	564	533	542	531	520	509
12	498	486	475	463	451	439	427	415	402	390
13	377	364	352	339	326	312	299	285	272	258
14	244	230	216	202	188	173	159	144	120	114
15	099	084	069	054	038	023	007	991	975	959
16	0,998943	926	910	893	877	860	843	826	809	792
17	774	757	739	722	704	686	668	650	632	613
18	595	576	558	539	520	501	482	463	444	424
19	405	385	365	345	325	305	285	265	244	224
20	203	183	162	141	120	099	078	056	035	013
21	0,997992	970	948	926	904	882	860	837	815	792
22	770	747	724	701	678	655	632	608	585	561
23	538	514	490	466	442	418	394	369	345	320
24	296	271	246	221	196	171	146	120	095	069
25	044	018	992	967	941	914	888	862	836	809
26	0,996793	756	729	703	676	649	621	594	567	540
27	512	485	457	429	401	373	345	311	289	261
28	232	204	175	147	118	089	060	031	002	973
29	0,995944	914	885	855	826	796	766	736	706	676
30	646	616	586	555	525	494	464	433	402	371

Tabela 4.2 - Ponto de ebulição da água em função da pressão

P(mmHg)	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
700	97,714	718	722	725	729	733	737	741	745	749
701	753	757	761	765	769	773	777	781	785	789
702	792	796	800	804	808	812	816	820	824	828
703	832	836	840	844	847	851	855	859	863	867
704	871	875	879	883	887	891	895	899	902	906
705	97,910	914	918	922	926	930	934	938	942	946
706	949	953	957	961	965	969	973	977	981	985
707	989	993	996	000	004	008	012	016	020	024
708	98,082	032	036	040	043	047	051	055	059	063
709	067	071	075	079	082	086	090	094	098	102
710	98,106	110	114	118	121	125	129	133	137	141
711	145	149	153	157	160	164	168	172	176	180
712	184	188	192	195	199	203	207	211	215	219
713	223	227	230	234	238	242	246	250	254	258
714	261	265	269	273	277	281	285	289	292	296
715	98,300	304	308	312	316	320	323	327	331	335
716	339	343	347	351	355	358	362	366	370	374
717	378	382	385	389	393	397	401	405	409	412
718	416	420	424	428	432	436	440	443	447	451
719	455	459	463	467	470	474	478	482	486	490
720	98,493	497	501	505	509	513	517	520	524	528
721	532	536	540	544	547	551	555	559	563	567
722	570	574	578	852	856	590	593	597	601	605
723	609	613	617	620	624	628	632	636	640	643
724	647	651	655	659	662	666	670	674	678	682
725	98,686	689	693	697	701	705	709	712	716	720
726	724	728	732	735	739	743	747	751	755	758
727	762	766	770	774	777	781	785	789	793	797
728	800	804	808	812	816	819	823	827	831	835
729	838	842	846	850	854	858	861	865	869	873
730	98,877	880	884	888	892	896	899	903	907	911
731	915	918	922	926	930	934	937	941	945	949
732	953	956	960	964	968	972	975	979	983	987
733	991	994	998	002	006	010	012	017	021	025
734	99,029	032	036	040	044	048	051	055	059	063

## Prática 5: Propriedades físicas da matéria: ponto de fusão

Biog/EA

### 5.1. Fundamentação teórica

As substâncias são conhecidas pela sua composição e também pelas suas propriedades. A cor, o ponto de fusão, o ponto de ebulição e densidade são exemplos de *propriedades físicas*. Uma *propriedade física* tem a característica de poder ser medida ou observada sem que a composição ou integridade da substância respectiva seja afetada.

Por outro lado, a afirmação “o hidrogênio gasoso arde em atmosfera de oxigênio para produzir água” descreve uma *propriedade química* do hidrogênio, pois para observarmos esta propriedade do hidrogênio temos de levar a cabo uma transformação química, neste caso a combustão. Em consequência da transformação química, a substância original desapareceu, para dar lugar a uma outra, no exemplo, água.

Todas as propriedades da matéria podem ser classificadas em *extensivas* e *intensivas*. O valor de uma propriedade *extensiva* depende da quantidade de matéria em questão. A massa, o comprimento e o volume são propriedades *extensivas*. Este tipo de propriedade é aditivo.

Pelo contrário, o valor de uma propriedade *intensiva* é independente da quantidade de matéria. A densidade, a temperatura são propriedades *intensivas*. É interessante ressaltar que a razão entre duas propriedades extensivas é uma intensiva, por exemplo, densidade (razão entre massa e volume) e concentração (razão entre quantidade de matéria e volume).

#### Ponto de fusão

Quando fornecemos calor a um sólido a sua temperatura aumenta, e portanto aumenta a energia vibracional e rotacional das moléculas, átomos ou íons que compõe o sólido. A um certo ponto, a energia cinética se torna bastante grande para superar a energia potencial das forças (covalentes, iônicas, van der Waals ou metálicas) que mantêm unidas as partículas no arranjo do cristal. A esta temperatura, então, esse arranjo ordenado é rompido e o sólido se funde, pois, a vibração das partículas é tão intensa que o calor é utilizado para romper as forças de ligação. Com isso, não há aumento na energia cinética e sim da energia potencial e a temperatura permanece constante.

A mudança do estado sólido para o estado líquido, através de calor, é o processo denominado fusão. A temperatura na qual o sólido se funde é a temperatura de fusão (característica de cada substância). Podemos definir o ponto de fusão de uma substância como sendo a temperatura na qual o sólido e o líquido coexistem.

Uma substância cristalina possui, geralmente, um ponto de fusão definido e, por isso, esta propriedade é bastante utilizada como critério de pureza de uma substância. A presença de impurezas produz, na maior parte dos casos, um alargamento na faixa de fusão, além de baixar a temperatura de fusão. Se durante a fusão da amostra, a variação de temperatura for de até 1°C, a substância é considerada pura.

A determinação do ponto de fusão de uma substância pode ser efetuada no laboratório, em um tubo capilar, utilizando-se um tubo Thiele como banho de aquecimento. A amostra a ser analisada é colocada em um tubo capilar preso ao termômetro por meio de um anel de borracha. A amostra deve estar próxima ao bulbo do termômetro e o anel de borracha deve estar acima do nível do líquido usado como banho.

Sabê-se que uma substância é identificada por suas propriedades características. Quando essas propriedades assumem um valor constante, para qualquer porção de amostra de um material, diz-se que o material é uma substância pura.

## 5.2. Objetivo

- Determinar o ponto de fusão do m-nitro benzaldeído e verificar se está puro.

## 5.3. Procedimento

- Introduzir a substância seca e pulverizada, em pequenas porções no tubo capilar fechado em uma das extremidades. Depois de colocar cada porção, deixar cair o capilar com a ponta fechada para baixo, em um tubo de vidro de 50 cm, aberto nas duas extremidades.
- Repetir a operação acima várias vezes até se obter, na parte inferior do capilar, uma coluna compacta de cerca de 3 mm.
- Fixar o tubo de Thiele com uma garra metálica ao suporte universal.
- Adicionar água ao tubo, que será usada como banho, até cerca de três centímetros acima da saída lateral.
- Fixar o capilar ao termômetro com auxílio de um anel de borracha de modo que a parte inferior do tubo contendo a amostra fique o mais próximo possível do bulbo do termômetro.
- Introduzir o sistema (tubo capilar e termômetro) do tubo de Thiele contendo água. O bulbo do termômetro deve ficar na altura da saída do braço lateral do tubo de Thiele, Figura 5.1.
- Aquecer **vagarosamente** o braço lateral tubo de Thiele (cerca de 2°C por minuto), observando o aspecto da amostra no capilar.
- Considerar como faixa de fusão a temperatura observada quando a amostra começa a se fundir até a mesma estar completamente líquida.
- Trocar a água do tubo de Thiele e repetir o procedimento mais duas vezes utilizando duas novas amostras e novos tubos capilares.
- Anotar a temperatura inicial e final de fusão para cada amostra.
- Calcular a temperatura de fusão média para a amostra.

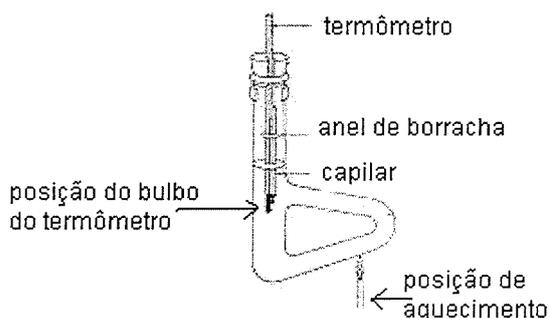


Figura 5.1. Demonstração da posição do termômetro e local de aquecimento no tubo de Thiele.

Bioq/EA

## Prática 6: Propriedades físicas da matéria: densidade de um sólido

### 6.1. Introdução

#### Massa

A massa é uma propriedade fundamental e intrínseca de qualquer amostra de matéria. Ela é uma medida direta de quanta matéria há na amostra. Valores de massas são, geralmente, determinados utilizando-se balanças, as quais permitem que massas de valor desconhecido sejam comparadas com massas padrões de corpos denominadas pesos.

#### Volume

O volume de uma amostra de matéria é o seu tamanho ou extensão tridimensional. Isto é, o volume de uma amostra de matéria nada mais é do que quanto de espaço a amostra ocupa. A determinação do volume de uma amostra de matéria nem sempre é simples. Se a amostra for sólida e possuir uma geometria bem definida, basta conhecer os parâmetros necessários para o cálculo de volume; por exemplo, no caso de uma amostra cúbica o valor do seu volume pode ser obtido determinando-se o comprimento  $l$  de um de seus lados, pois o volume é igual a este comprimento ao cubo, isto é demonstrado na Equação 6.1.

$$V = l^3 = l \times l \times l \quad (6.1)$$

#### Densidade

A densidade é uma propriedade intensiva da matéria, ou seja, seu valor independe da quantidade de matéria que há na amostra. Mas o que é densidade? Para entender o que é densidade, inicialmente cabe lembrar que toda amostra de matéria tem massa e ocupa espaço, ao mesmo tempo. Isto significa que, numa dada condição, se porções de matéria de um mesmo tipo tem volumes diferentes, necessariamente elas tem massas diferentes. Além disso, estas massas são diretamente proporcionais ao volume e vice-versa. Logo, quanto maior o volume ( $V$ ) de uma dada porção de matéria, maior será sua massa ( $m$ ), pois são grandezas diretamente proporcionais, ou seja,

$$m \propto V$$

A constante de proporcionalidade entre as duas grandezas, massa e volume, por convenção é denominada densidade e tem como símbolo a letra grega  $\rho$  (lê-se rô). Densidade, portanto, nada mais é que uma grandeza que expressa quanto há de massa por unidade de volume de uma dada porção de matéria. Portanto:

$$m = \rho \times V \quad \therefore \quad \rho = \frac{m}{V} \quad (6.2)$$

A densidade é uma propriedade física de extrema importância na caracterização, identificação e utilização de substâncias e materiais

### 6.2. Objetivo

- Determinar a densidade de um sólido irregular

### 6.3. Procedimento

- a- Colocar cerca de 7 mL de água em uma proveta de 10,00 mL. Ler corretamente o volume de água contido na proveta.
- b- Determinar a massa de uma das amostras de sólido em uma balança semi-analítica.

- c- Colocar, com cuidado, a amostra de sólido na proveta de modo que o mesmo fique imerso na água.
- d- Observar a variação do volume de água e anotar.
- e- Repetir com as demais amostras, os procedimentos **a, b, c, d**.
- f- Indicar os dados obtidos nas Tabelas 6.1 e 6.2, conforme amostra analisada.
- g- Determinar a densidade das amostras dos sólidos.
- h- Calcular a densidade média do sólido e comparar o valor dado na literatura. Calcule o erro percentual.
- i- Construir um gráfico, massa versus volume com os dados obtidos.
- j- Calcular através do gráfico a densidade do sólido e o erro percentual.
- k- Comparar os valores de densidade obtidos pela média e pelo gráfico.

#### 6.4. Resultados

Tabela 6.1. Resultados do experimento para as amostras de ferro.

Amostra n°	Massa do sólido (g)	Volume de água + sólido (mL)	Volume de água (mL)	Volume do sólido $\Delta V(\text{cm}^3)$	$\rho = m/V$ ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	s
1						
2						
3						
4						
5						

Tabela 6.2. Resultados do experimento para as amostras de cobre.

Amostra n°	Massa do sólido (g)	Volume de água + sólido (mL)	Volume de água (mL)	Volume do sólido $\Delta V(\text{cm}^3)$	$\rho = m/V$ ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	s
1						
2						
3						
4						
5						

**Prática 07: Técnicas de separação e purificação de substância: dissolução fracionada; filtração e evaporação**

**8.1. Introdução**

Nas atividades desta unidade serão realizadas operações muito comuns nos laboratórios de química, para proceder à separação de substâncias e de suas eventuais misturas ou impurezas, com o objetivo de purificá-las ou mesmo caracterizá-las.

A filtração consiste em separar líquidos de sólidos passando a mistura através de um material poroso que retém as partículas do sólido, Figura 8.1(filtração simples) e Figura 8.2 (filtração a vácuo). Os materiais mais utilizados são: papel filtro, algodão, funil vidro sinterizado, porcelana porosa, fibras de vidro ou amianto. Tal variedade deve-se ao fato de que na filtração, o corpo sólido não deve passar através do papel filtro ou penetrar em seus poros obstruindo-os e que o líquido não reaja com o material utilizado, nem o dissolva mesmo que parcialmente.

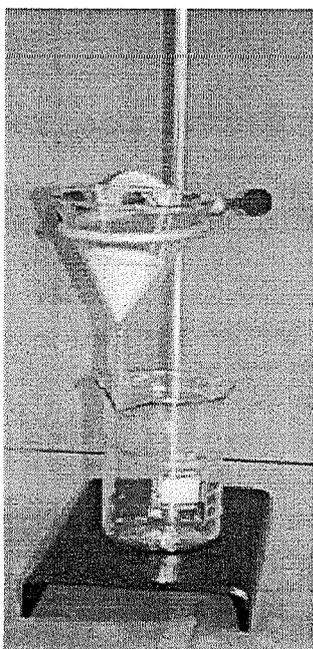
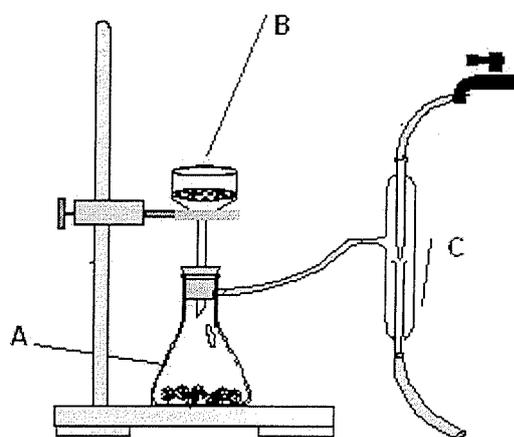


Figura 8.1. Representação do processo de filtração simples.



**filtração à vácuo**

Figura 8.2. Montagem de um sistema para filtração à vácuo: (a) kitassato; (b) funil de bückner; (c) trompa d'água.

O papel filtro utilizado no processo de filtração pode ser preparado de duas maneiras:

**Dobra simples até ¼ de círculo.**

Dobrar o papel filtro em duas partes e depois novamente em duas, conforme representado na Figura 8.3.

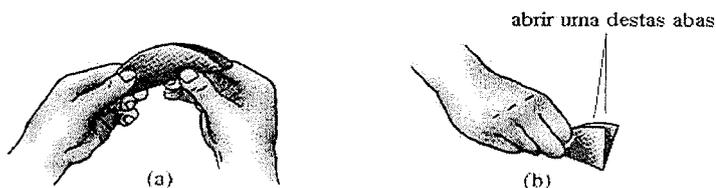


Figura 8.3. Dobrando o papel filtro na forma de um cone simples.

**Dobra múltipla para papel pregueado.**

Dobrar o papel em duas partes, depois novamente em quatro partes e redobrá-las até obter um total de dezesseis ou mais dobras, conforme demonstrado na Figura 8.4.

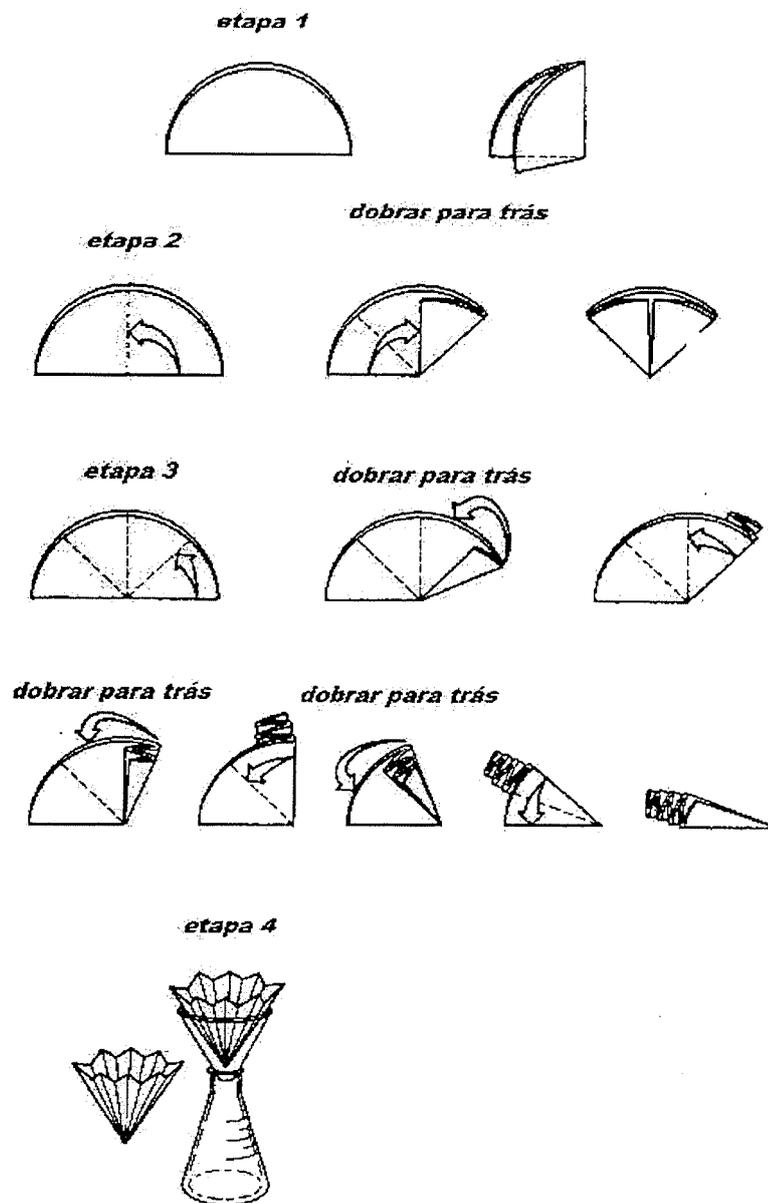


Figura 8.4. Dobrando papel filtro na forma de um cone pregueado.

**8.2. Objetivos**

- Separar os componentes de uma mistura heterogênea.
- Separar os componentes de uma mistura homogênea.
- Determinar a composição percentual de uma mistura de sal e areia.

**8.3. Procedimento**

**Experimento 01. Separação de uma mistura heterogênea**

- l- Determinar a massa de um papel filtro pregueado + vidro de relógio previamente etiquetado com o nome da equipe e data.
- m- Adicionar ao béquer que contem a mistura (sal + areia), cerca de 50 mL de água destilada e agitar a solução resultante com auxílio de um bastão de vidro.
- n- Fixar um aro metálico no suporte universal e adaptar o funil com o papel filtro pregueado.
- o- Transferir aos poucos e cuidadosamente a amostra (sal + areia + água) do béquer para o funil recolhendo o filtrado em uma proveta de 100,0 mL. Observar a técnica de filtração, Figura 8.5.
- p- Lavar o béquer e o funil com água destilada. Repetir esta operação tantas vezes quantas forem necessárias até que toda amostra seja transferida para o funil. **Cuidado, o volume de filtrado não deve ultrapassar a marca de aferição da proveta.**
- q- Anotar o volume de filtrado obtido na proveta.
- r- Retirar o papel filtro contendo a areia e colocá-lo sobre o vidro de relógio. Deixar a amostra secar totalmente na capela.
- s- Determinar a massa do papel + areia + vidro de relógio.

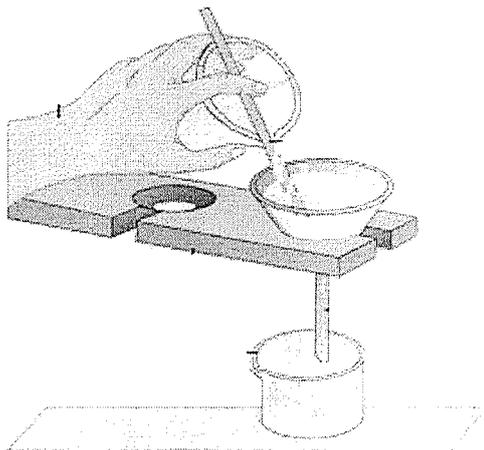


Figura 8.5. Técnica de filtração e lavagem de precipitado ou partículas sólidas em uma mistura.

### Experimento 02. Separação de uma mistura homogênea

- a – Montar um sistema de aquecimento com um tripé e uma tela de amianto.
- b- Secar uma cápsula de porcelana por 5 minutos. Transferir a cápsula com auxílio de uma pinça metálica para uma tela de amianto em cima da bancada. Deixar esfriar.
- c- Determinar a massa da cápsula de porcelana + vidro de relógio.
- d- Com um bastão de vidro homogeneizar o filtrado obtido no item f do Experimento 01.
- e- Transferir, com auxílio de uma pipeta volumétrica, 10,0 mL do filtrado para a cápsula de porcelana previamente seca.
- f- Colocar a cápsula de porcelana sobre a tela de amianto apoiada em um tripé.
- g- Cobrir a cápsula de porcelana com o vidro de relógio e com auxílio de um bico de Bunsen, aquecer a solução até a evaporação total a água, procurando evitar perdas.
- h- Deixar esfriar e determinar a massa da cápsula de porcelana + vidro de relógio + resíduo.
- i- Calcular a massa de sal e areia na mistura.
- j- Calcular a percentagem de sal e areia na mistura e o erro percentual utilizando os valores teóricos.

Biog/GA

## 2º BIMESTRE

### Aula 08. Técnicas de separação de misturas

#### 08.A. Destilação simples, fracionada, por arraste a vapor e sob pressão reduzida

##### 08.A.1. Introdução

A técnica de destilação baseia-se nos diferentes pontos de ebulição (e pressão de vapor) de componentes de uma mistura, principalmente as misturas homogêneas envolvendo líquidos miscíveis. Ao aquecer-se a mistura, o componente de menor ponto de ebulição volatiliza-se primeiro e devido a sua menor densidade (do vapor), sobe através da coluna de destilação sendo, posteriormente, condensado lateralmente onde é recolhido. A seguir, o segundo componente, de ponto de ebulição maior que o primeiro, porém menor que os demais, sendo o próximo, a ser destilado.

**Destilação simples:** é usado para separação de dois componentes de ponto de ebulição bem distintos. Trabalha-se em sistema aberto, pressão ambiente, Figura 8.1. Ex.: água destilada.

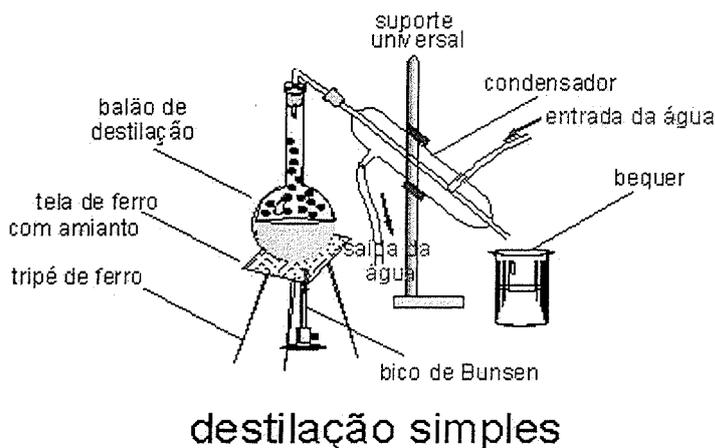


Figura 8.1. Equipamentos básicos para efetuar a destilação simples.

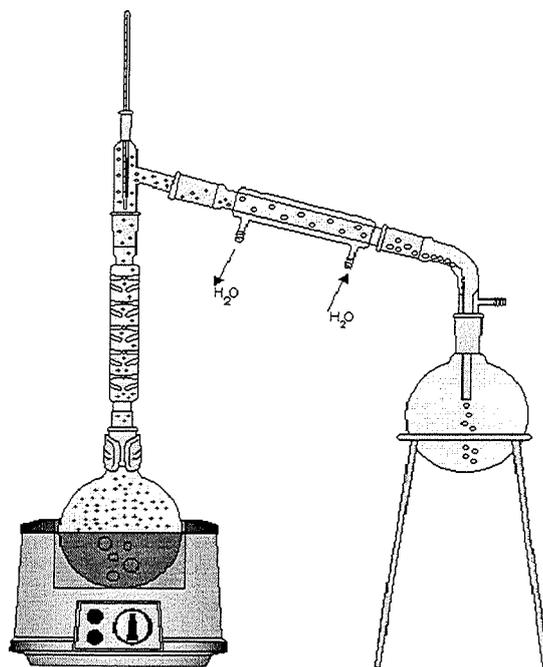


Figura 8.2. Equipamentos básicos para a destilação fracionada.

**Destilação fracionada:** é utilizada para separação de dois ou mais componentes sendo que as suas diferenças de pontos de ebulição são relativamente pequenas. Necessita de uma coluna de fracionamento adequada (zona de refluxo), Figura 8.2. Ex.: separação de solventes orgânicos.

**Destilação a pressão reduzida** (eventualmente chamada de destilação a vácuo): o ponto de ebulição é dependente da pressão ambiente aplicada sobre a substância, sendo que quanto menor essa pressão, mais facilmente atinge-se a ebulição, ou seja, menor é o ponto de ebulição desta substância. Dessa forma destila-se um componente a temperatura menor, facilitando a execução e a velocidade do procedimento e, no caso de componentes que se decompõe a temperaturas elevadas, preserva-se o mesmo. No aparato introduz-se um sistema que reduz a pressão (bomba ou trompa de vácuo). Ex.: separação de componentes diversos.

**Destilação por arraste a vapor:** é utilizada na extração de substâncias de muito baixa pressão de vapor (altas temperaturas de ebulição) e de baixas solubilidades no solvente empregado. No caso da água, utiliza-se de seu vapor (temperaturas próximas a 100 °C) que arrasta a substância a ser extraída de uma amostra qualquer. Após extração e condensação do vapor, a substância, devido à insolubilidade em água, separa-se (duas fases), sendo facilmente recolhida. Permite separar componentes a temperaturas muito inferiores as temperaturas de ebulição destes (evita-se decomposição), Figura 8.3. Ex.: extração de essências.

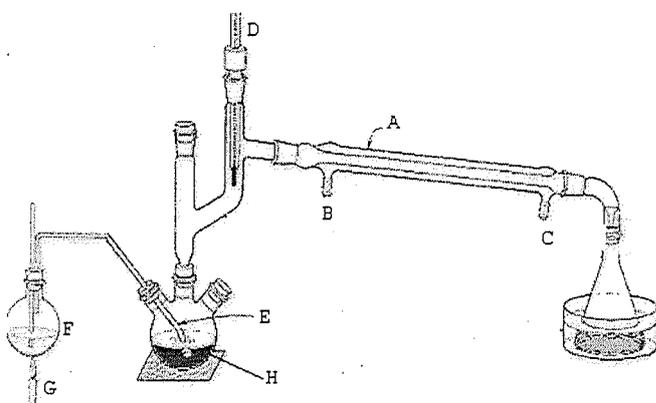


Figura 8.3. Equipamentos básicos para a destilação por arraste a vapor: (a) condensador; (b) saída da água de refrigeração; (c) entrada da água de refrigeração; (d) termômetro; (e) tubo condutor do vapor; (f) balão de fundo redondo, local onde o vapor é gerado; (g) bico de Bunsen; (h) balão de fundo redondo, local onde está depositado o material a ser retirado o óleo essencial.

**Obs.:** nesta prática serão manipulados solventes orgânicos inflamáveis, circuitos elétricos, etc. Cuidados especiais, citando-se alguns: nunca aquecer o balão com amostra até a secura; evitar ebulição tumultuada que pode ser realizada com a adição de pedaços/pérolas de vidro ou porcelana – material poroso, para facilitar a formação de bolhas de vapor; a água do destilador deve estar em sentido contrário ao fluxo de vapor; controlar o fluxo de destilação; evitar o uso de chamas nas proximidades; preferência pela capela; verificar sempre a voltagem da rede e do aparelho; efetuar controle de pressão; etc.

#### 8.A.2. Objetivos:

- Separar componentes de uma mistura através de destilação: (i) destilação simples; (ii) destilação fracionada; (iii) destilação por arraste de vapor e (iv) destilação sob pressão reduzida.

### 8.A.3. Procedimentos

#### Experimento 01. Destilação simples

- Montar a aparelhagem para destilação simples: balão de destilação, condensador e frasco para coletar o destilado, Figura 8.1.
- Adicionar ao balão de destilação pérolas de vidro ou cacos de porcelana e cerca de 100 mL da amostra a ser destilada.
- Ligar corretamente a água no sistema refrigerador (condensador).
- Iniciar o aquecimento. Observar.
- Anotar a temperatura no momento em que, as primeiras gotas do destilado alcançarem ao condensador.

#### Experimento 02. Destilação por arraste a vapor

- Montar a aparelhagem para destilação por arraste de vapor: balão que contém água e serve de gerador de vapor; balão de destilação com a amostra para a extração; condensador e frasco para a coleta de destilado, Figura 8.3.
- Colocar no balão gerador de vapor, um volume de água correspondente a mais ou menos 60% da capacidade total com pequenos pedaços de vidro/porcelana e observando o tubo de segurança (controle de excesso de pressão).

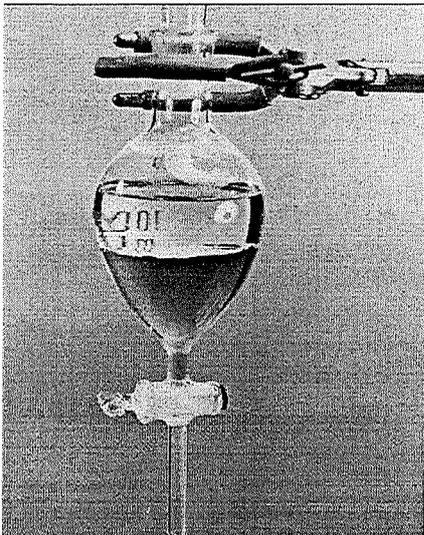


Figura 8.4. Funil de decantação ou de separação.

- Transferir certa quantidade de amostra, a ser trabalhada, para o balão de destilação e a seguir adicionar pequena quantidade de água nesta.
- Aquecer por alguns minutos o balão de destilação para evitar uma condensação excessiva do vapor ao entrar em contato com a água ali contida. Se for o caso, cobrir este balão com papel alumínio
- Aquecer suavemente a água do balão gerador de vapor, controlando o aquecimento de modo que a taxa de gotejamento do destilado seja de aproximadamente 1 a 2 gotas por segundo.
- Recolher o destilado em uma proveta de 100 mL.

Esperar por alguns minutos para as duas fases se separarem. Observe que a fase inferior (mais densa) pode ser facilmente retirada em um funil de separação (através da abertura da torneira do funil de separação), Figura 8.4.

## 8 B: Técnica de separação: Cromatografia sobre papel

### 8.B.1. Introdução

A cromatografia pode ser definida como um “método de separação dos componentes de uma mistura sobre um suporte estacionário, efetuando-se esta separação por meio de uma fase fluida móvel que transporta os componentes a velocidades diferentes ao longo do suporte”.

A simplicidade da operação e a sua sensibilidade são as grandes vantagens da **cromatografia sobre papel**, pois cerca de 1 µg ( $10^{-6}$ g) de material pode ser analisada depois da separação, em contraste com os métodos clássicos de análise, que requer uma quantidade muito maior. No método descendente, o solvente desce através da capilaridade e gravidade, e no método ascendente o solvente move papel acima por capilaridade. Substâncias orgânicas hidrofílicas (aminoácidos, fenóis, aminas, carboidratos, ácidos carboxílicos) e íons inorgânicos em geral (exceto terras raras e alguns poucos íons) podem ser separados por cromatografia sobre papel.

#### Forças que atuam na cromatografia sobre papel

Duas forças antagônicas agem assim que o solvente iniciar o fluxo sobre o papel: força de propulsão e força de retardamento.

► **Força de propulsão:** age no sentido de desviar as substâncias do seu ponto de origem, deslocando-o no sentido do fluxo do solvente.

► depende do **fluxo do solvente**

► e da **solubilidade da substância** no solvente.

◄ **Força de retardamento:** impede o movimento da substância pelo fluxo do solvente (força adesiva) e depende da adsorção e partição:

◄ **adsorção:** propriedade reversível e o adsorvente, (celulose) liberará, gradativamente parte da substância ao solvente; é uma força diferencial, algumas substâncias são mais adsorvidas que outras.

◄ **partição:** considera-se a existência de duas fases líquidas imiscíveis ou uma só fase (se não forem imiscíveis), uma o solvente, movendo em fluxo sobre o papel e a outra a água presente no papel (um papel seco de cromatografia contém de 6 a 12% de H<sub>2</sub>O ligado á celulose). A quantidade de soluto presente em cada solvente vai depender da solubilidade relativa do soluto em cada solvente. No equilíbrio o grau de partição é chamado de **coeficiente de partição** ou razão de distribuição.

A distância da origem percorrida pela substância é a resultante destas duas forças.

Na cromatografia, os componentes de uma mistura são identificados pela cor (às vezes há a necessidade do uso de reveladores). Colocando uma tira de papel pintada num frasco contendo álcool, é possível identificar os componentes da mistura. O álcool é absorvido gradativamente pela tira e, devido às diferentes solubilidade e tamanhos das moléculas, seus componentes "sobem" com diferentes velocidades, permitindo a identificação das substâncias.

Na cromatografia sobre papel utiliza-se um lápis para a marcação da origem do cromatograma. Esta linha, onde a amostra é aplicada deve ser um pouco acima da superfície do solvente. Mede-se o valor da relação abaixo,  $R_f$  (constante física) de cada composto, onde:

$$R_f = \frac{\text{distância percorrida pela amostra desde a origem}}{\text{distância percorrida pela frente do solvente}} \quad (8.1)$$

Os valores de  $R_f$  serão iguais para a mesma amostra se, o solvente é definido, a temperatura é fixa e a natureza do papel a mesma. Desta forma se reconhece os componentes particulares simplesmente pelo valor de seu  $R_f$ .

### 8.B.2. Objetivos

- Separar os componentes coloridos das tintas de canetas de diversas cores utilizando cromatografia sobre papel;
- Calcular valores de  $R_f$  para alguns componentes (cores) do cromatograma e comparar seus valores com os obtidos em cromatogramas de tintas de cores diferentes, para os mesmos componentes (cores).

### 8.3. Procedimento

#### Experimento 1. Separação dos componentes coloridos de tintas por cromatografia sobre papel ascendente

**Material/Reagentes:** Béquer (250 mL), Papel de filtro, Álcool, Caneta Hidrocor de diversas cores (Figura 8.5.a).

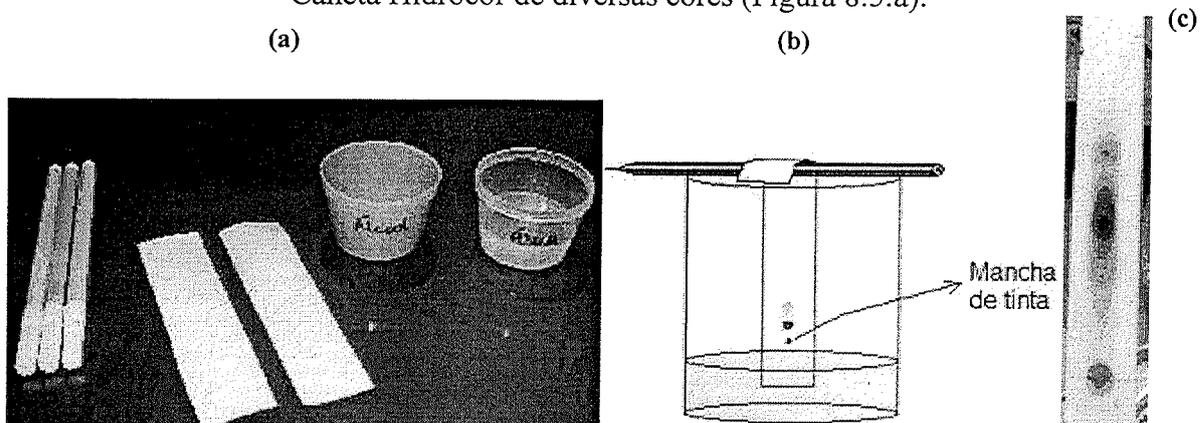


Figura 8.5. (a) Materiais e reagentes necessários para separar os componentes coloridos de tinta de caneta, por cromatografia sobre papel; (b) Esquema da prática; (c) e um exemplo de cromatograma de tinta de uma caneta Hidrocor.

#### Procedimento:

- Cortar o papel de filtro em tiras de aproximadamente 30 x 5 cm.
- Marca-se com lápis a linha base em toda largura do papel, a uns 5 cm de um extremo e,
- Com uma caneta hidrocor de certa cor de tinta, pintar um ponto (uma alíquota da mistura a separar = tinta) no centro da linha base.
- Suspende-se a tira de papel de filtro e coloca-se o mesmo em um béquer contendo um pouco de álcool (~ 50 mL) de modo que o extremo da tira de papel só submerja 1-2 cm no solvente, para que o ponto pintado com a tinta da caneta Hidrocor não entre em contato com o álcool diretamente (Figura 8.5.b)
- É importante que o béquer seja tampado. Observar durante alguns minutos.
- Desenhe ou tire uma foto do cromatograma obtido (exemplo: Figura 8.5.b).
- Tira-se o papel do béquer, marca-se a lápis a posição da frente do solvente e deixa-se secar a tira.
- Calcule o  $R_f$  para a última cor do cromatograma da tinta desta caneta hidrocor e compare o seu valor com o obtido para esta mesma cor no cromatograma da tinta de outra caneta hidrocor de cor diferente.

## Aula 09. Técnica de purificação de sólidos: recristalização

### 9.1. Introdução

É o método mais comum de purificação de substâncias sólidas, uma vez que tais substâncias raramente são puras quando obtidas a partir de uma reação ou encontradas na natureza. Baseia-se nas diferenças das solubilidades das substâncias sólidas em diferentes solventes e o fato de que a maioria das substâncias sólidas é mais solúvel em temperaturas mais altas. Assim o sucesso da recristalização depende muito da escolha do solvente. Um bom solvente deve apresentar as seguintes características:

- Dissolver grande quantidade da substância em temperatura elevada e pequena quantidade em temperaturas baixas.
- Dissolver impureza mesmo a frio, ou então não dissolvê-las mesmo a quente.
- Ao ser esfriado, o solvente deve produzir cristais bem formados do sólido purificado, os quais devem ser facilmente removidos da solução por filtração.
- Outros fatores, tais como a facilidade na manipulação, a toxicidade, a volatilidade e o custo também devem ser considerados.

A escolha do melhor solvente a ser usado na recristalização é realizada através de tentativas experimentais sistemáticas. Os seguintes testes são utilizados:

- Coloca-se, aproximadamente 0,1g da substância pulverizada em um tubo de ensaio.
- Adiciona-se o solvente, gota a gota, sob agitação contínua. Após haver adicionado cerca de 1 mL de solvente, aquece-se a mistura até a ebulição. Se a substância dissolver-se facilmente no solvente frio ou não se dissolver após o aquecimento, o solvente não é adequado.
- Se o composto se dissolver totalmente no solvente aquecido, esfriar o tubo para verificar se ocorre a cristalização.
- Se a cristalização não ocorrer rapidamente pode ser devido à ausência de germes adequados para o crescimento dos cristais. Neste caso, fricção fortemente as paredes internas do tubo com um bastão de vidro e esfriar. Se mesmo assim não ocorrer a cristalização o solvente é rejeitado. Se houver cristalização, o solvente é apropriado.
- Repetir o processo com outros solventes até encontrar o melhor deles.

A técnica de purificação por recristalização depende de duas filtrações: a primeira a quente retira impurezas insolúveis (impureza insolúvel e composto solúvel a quente) e deve ser realizada rapidamente (de preferência papel de filtro pregueado) e a segunda, a frio, separa os cristais de impurezas solúveis.

A qualidade dos cristais (retículo e pureza) irá depender do processo de cristalização. Quanto mais lento for o processo, maiores e mais puros serão os cristais formados.

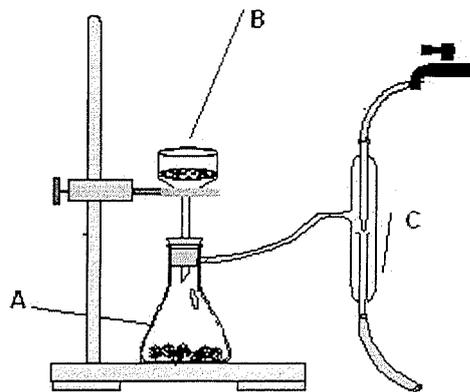
### 9.2. Objetivos

- Efetuar a purificação de um composto sólido (ácido benzóico) através da técnica de recristalização
- Calcular a porcentagem de recuperação do sólido.

### 9.3. Procedimentos

- a- Pesar cerca 3 g da substância a ser purificada em um frasco erlenmeyer de 250mL (registre o valor correto). Acrescentar uma pitada (ponta de espátula) de carvão ativo.
- b- Adicionar cerca de 80 mL de água (solvente apropriado) e aquecer até a ebulição. Utilize-se da garra para segurar o erlenmeyer.
- c- Adicionar se necessário, mais água, em pequenas porções, mantendo a ebulição e agitação até que a substância se dissolva completamente.

- d- Paralelamente, fixar um aro metálico no suporte universal e adaptar o funil contendo um papel de filtro pregueado. Antes da filtração, aqueça o funil com o papel em estufa (ou passe água fervente no funil antes da filtração).
- e- Após a dissolução completa da amostra, filtrar, em pequenas porções, rapidamente a solução a quente, (procure manter o máximo possível a amostra em ebulição), recolhendo o filtrado em béquer de 250 mL.
- f- Cobrir o béquer com um vidro de relógio e deixar a solução em repouso até a mesma atingir a temperatura ambiente. Caso a recristalização tenha ocorrido de maneira brusca, aqueça novamente essa solução dissolvendo os cristais, e deixe-a em repouso absoluto esfriando no tripé.
- g- Colocar, quando frio, o béquer em banho de gelo até completar o processo de cristalização.
- h- Determinar a massa de um papel filtro (antes verifique o tamanho para o funil de Büchner) + vidro de relógio previamente etiquetado com o nome da equipe, turma e professor.
- i- Filtrar em funil de Büchner os cristais formados. Lavar os cristais com pequenas porções de água destilada gelada.
- j- Aguardar alguns minutos, retirar o papel de filtro e deixar sobre o vidro de relógio. Deixar secar e determinar a massa do papel filtro + vidro de relógio + produto cristalizado.
- k- Determinar a massa da substância cristalizada e calcular a percentagem de perda do ácido benzóico no processo de purificação.



### filtração à vácuo

Figura 9.1. Montagem de um sistema para filtração a vácuo: (a) kitassato; (b) funil de bückner; (c) trompa d'água.

## Prática 10: Determinação da fórmula de um hidrato

### 10.1. Fundamentação teórica

Quando uma solução aquosa de um sólido iônico é evaporada até que se cristalize, o sólido cristalino resultante parece perfeitamente seco; entretanto quando aquecido desprende grande quantidade de água. Um sal cristalino que contenha uma quantidade definida e constante de água chama-se um *hidrato*, e a água presente no hidrato é chamada *água de hidratação*. Os hidratos têm uma composição constante, representada por suas fórmulas e, por isso são compostos químicos. Se uma solução aquosa de cloreto de cálcio é evaporada à secura, os cristais resultantes que se formam, contêm seis moléculas de água para cada  $\text{CaCl}_2$ , e são representados como  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ . Quando a água de cristalização é retirada de um *hidrato*, o sólido resultante chama-se um *sal anidro*. Muitos hidratos perdem água quando expostos ao ar seco ou quando aquecidos; mudando de forma e até mesmo de cor. Quando esse sal anidro é novamente exposto ao ar úmido à temperatura ambiente, ele torna a formar o hidrato original.

### 10.2. Objetivo

- Determinar a fórmula empírica de um sal hidratado (hidrato).

### 10.3 Procedimentos

- Colocar um cadinho limpo e seco, sobre um triângulo de porcelana apoiado num anel de ferro, fixado em um suporte universal (apenas usar o triângulo de porcelana se a chama do bico de Bunsen estiver perfeitamente azul, de outra forma usar a tela de amianto).
- Aquecer o cadinho, com bico de Bunsen, em chama azul por três a cinco minutos. Com auxílio de uma pinça metálica remover o cadinho do aquecimento e deixar esfriar sobre uma tela de amianto, na bancada.
- Determinar a massa do cadinho em uma balança semi-analítica.
- Colocar no cadinho cristais do hidrato,  $\text{CuSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ , até um quarto de sua capacidade (cerca de 3 g).
- Determinar novamente a massa do cadinho contendo o hidrato.
- Colocar o cadinho sobre o triângulo e aquecer suavemente até que a maior parte da água tenha sido eliminada. Manter este aquecimento por cerca de cinco minutos. Observar a mudança de cor do sal.
- Remover o cadinho do aquecimento, com auxílio de uma pinça metálica.
- Colocar sobre o cadinho o vidro de relógio deixar esfriar e determinar novamente a sua massa.
- Calcular o número de mols de moléculas de água na amostra e o número de mols de moléculas de água presente em um mol do hidrato.
- Escrever a fórmula do hidrato.
- Segurar o cadinho frio na mão, colocar algumas gotas de água. Observar.

**Observação:** Para ter certeza que toda água foi removida, aquecer novamente o cadinho até o mesmo ficar vermelho. Deixar esfriar e determinar novamente sua massa.

## Prática 11: Reações químicas: síntese de óxido ácido e óxido básico

### 11.1. Fundamentação teórica

Uma reação química é considerada uma síntese quando dois reagentes formam um único produto. De forma geral podemos representar a reação de síntese pela Reação (R-11.1):



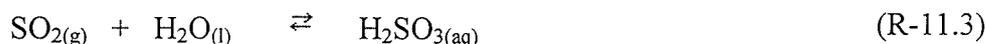
Os reagentes A e B podem ser substâncias simples ou compostas, enquanto o produto AB é sempre substância composta.

Experimentalmente pode-se observar a formação de um óxido ácido e um óxido básico. Estas formações são exemplos de reação de síntese.

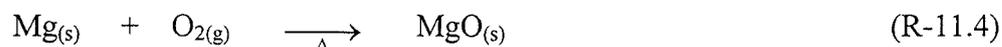
O enxofre queima em presença de oxigênio do ar, formando o dióxido de enxofre (SO<sub>2</sub>). Observar a Reação (R-11.2).



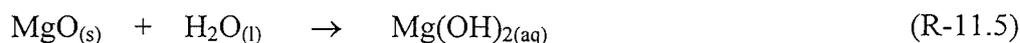
Este óxido é classificado como óxido ácido porque reagindo com água forma o ácido sulfuroso (H<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>).



O magnésio reage com oxigênio do ar, formando óxido de magnésio (MgO).



O óxido de magnésio, reage com a água formando uma base hidróxido de magnésio (Mg(OH)<sub>2</sub>), por isso é classificado como um óxido básico.



### 11.2. Objetivo

- Sintetizar um óxido ácido e um óxido básico.
- Identificar o caráter ácido e básico destes óxidos quando os mesmos reagem com a água.

### 11.3. Procedimentos

#### Experimento 01. Síntese de um óxido ácido

- Adicionar cerca de 100 mL de água destilada em um erlenmeyer de 250 mL.
- Colocar pequena quantidade de enxofre no dispositivo de combustão e iniciar a queima no bico de Bunsen (o enxofre queima com chama azulada).

**Observação:** evitar a inalação dos vapores de SO<sub>2</sub> produzidos (tóxico).

- Introduzir o sistema em combustão no erlenmeyer que contém água destilada, vedando-o adequadamente com auxílio de uma rolha.
- Deixar prosseguir a queima no erlenmeyer até que a chama seja extinta. O sistema deverá ser mantido fechado para que o gás formado possa reagir com a água.

**Observação:** evitar o contato do enxofre fundido com a solução.

- Descrever as evidências das reações ocorridas. Escrever as equações das reações.
- Reservar o obtido para o **Experimento 03**

Biog/EA

### **Experimento 02. Síntese de um óxido básico**

- a- Fixar uma fita de magnésio na pinça metálica, leva-la à chama do bico de Bunsen e deixar queimar totalmente. Evitar a perda da cinza formada.
- b- Transferir cuidadosamente a cinza para o tubo de ensaio contendo cerca de  $\frac{3}{4}$  de água destilada.
- c- Agitar a solução com um bastão de vidro para dissolver o material sólido.
- d- Descrever as evidências das reações ocorridas. Escrever as equações das reações.
- e- Reservar o obtido para o **Experimento 03**.

### **Experimento 03 Identificação do caráter ácido e básico dos óxidos obtidos nos ítems anteriores**

- a- Dispor tubos de ensaio em duas séries (**A** e **B**) de cinco tubos cada e enumerá-los de **1A-5A** e **1B-5B**.
- b- Adicionar aos tubos **1A** e **1B**, 3,00 mL de água destilada; aos tubos **2A** e **2B**, 3,00 mL de solução 0,1 mol/L de ácido clorídrico (HCl); aos tubos **3A** e **3B**, 3,00 mL de solução 0,1 mol/L de hidróxido de sódio (NaOH); aos tubos **4A** e **4B**, 3,00 mL de solução da síntese do **Experimento 01** e aos tubos **5A** e **5B**, 3,00 mL de solução da síntese do **Experimento 02**.
- c- Adicionar aos tubos da série **A**, duas gotas de indicador fenolftaleína e observar a coloração da solução.
- d- Adicionar aos tubos da série **B**, duas gotas de indicador vermelho congo e observar a coloração da solução.
- e- Identificar o caráter ácido ou básico das soluções preparadas, comparando-as com os tubos que contêm solução de ácido clorídrico e solução de hidróxido de sódio.

## Prática 12: Reações químicas: dupla troca e complexação

### 12.1. Fundamentação teórica

Reações químicas que ocorrem em solução aquosa são comuns tanto em laboratório como no mundo ao nosso redor. Quando soluções aquosas de dois eletrólitos diferentes são misturadas, é freqüente a precipitação de um sólido insolúvel. Para identificar o sólido deve-se saber quais são os compostos iônicos solúveis em água e quais são insolúveis.

Quando um sólido iônico se dissolve em água há uma forte interação entre as moléculas polares da água e os íons carregados que formam o sólido. O grau de solubilização depende de um balanço entre duas forças, ambas elétricas em natureza.

a- A de atração entre as moléculas da água e os íons do sólido, a qual tende a trazer o sólido para a solução. Se este fator predomina, espera-se que este composto seja muito solúvel em água.

b- A força de atração entre íons de cargas opostas que tende a mantê-los no estado sólido. Se este é o fator principal, espera-se que a solubilidade em água seja baixa.

Além dos compostos normais iônicos, outra função química relevante é a dos compostos de coordenação metálicos, ramo inserido na química de complexos inorgânicos. Estes se caracterizam por um íon metálico central ligado covalentemente a vários ligantes. O número de coordenação define o número de ligantes ao redor do íon metálico central.

### 12.2. Objetivos

- Prever, com auxílio da tabela de solubilidade, as reações que ocorrem com formação de precipitado.
- Identificar o ligante na reação de complexação.

### 12.3. Procedimento.

#### Experimento 01. Reações de dupla troca

- a- Numerar 7 tubos de ensaio de 1 a 7.  
b- Transferir, com auxílio de uma pipeta graduada, 3,00 mL de cada solução para um tubo de ensaio limpo e seco, como indicado abaixo. Observar.

Tubo 1	Hidróxido de amônio $\text{NH}_4\text{OH}$	+	Nitrato de ferro (III) $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$
Tubo 2	Nitrato de chumbo $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$	+	Iodeto de potássio $\text{KI}$
Tubo 3	Sulfato de cobre (II) $\text{CuSO}_4$	+	Cloreto de bário $\text{BaCl}_2$
Tubo 4	Hidróxido de amônio $\text{NH}_4\text{OH}$	+	Ácido clorídrico $\text{HCl}$
Tubo 5	<b>Hidróxido de sódio</b> $\text{NaOH}$	+	<b>Cloreto de bário</b> $\text{BaCl}_2$
Tubo 6	Cloreto de ferro (III) $\text{FeCl}_3$	+	Hidróxido de sódio $\text{NaOH}$
Tubo 7	<b>Cromato de potássio</b> $\text{K}_2\text{CrO}_4$	+	<b>Cloreto de bário</b> $\text{BaCl}_2$

- c- Para cada reação anotar as evidências observadas de que houve reação (mudança de cor, formação de gases e precipitados, mudança de temperatura, etc.)
- d- Para cada reação química realizada, escrever a equação molecular, equação iônica completa e a equação iônica líquida, todas equilibradas e identificar, qual o composto que precipita.

**Experimento 02. Reação de Complexação**

- a- Enumerar três tubos de ensaio de 1 a 3.
- b- Adicionar 5,00 mL de solução 0,1 mol/L de sulfato de cobre (CuSO<sub>4</sub>) aos tubos 1, 2 e 3.
- c- Acrescentar ao tubo 1, gota a gota, 0,25 mL (5 gotas) de solução 0,7 mol/L de hidróxido de amônio (NH<sub>4</sub>OH). Agitar e observar.
- d- Acrescentar ao tubo 2, gota a gota, 0,25 mL (5 gotas) de solução 0,1 mol/L de hidróxido de sódio (NaOH). Observar e comparar com o tubo 1.
- e- Acrescentar ao tubo 1, mais solução de NH<sub>4</sub>OH, gota a gota, (cerca de 10 mL). Observar.
- f- Acrescentar ao tubo 2, cerca de 10 mL de solução de NaOH. Observar.
- g- Acrescentar ao tubo 3, 0,25 mL (5 gotas) de solução de NaOH. Agitar. Acrescentar, gota a gota, aproximadamente 5 mL de solução 0,1 mol/L de cloreto de amônio (NH<sub>4</sub>Cl). Observar.
- h- Escrever equações químicas balanceadas para as reações e explicar o que ocorre em cada tubo após a adição de cada reagente.

**Tabela 12.1. Solubilidade de algumas substâncias químicas.**

Solubilidade em água		
Substância	Regra geral	Exceções
Nitratos (NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> ) Cloratos (ClO <sub>3</sub> <sup>-</sup> ) Permanganatos (MnO <sub>4</sub> <sup>-</sup> ) Sais de metais alcalinos, sais de Amônia (NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> )	Solúveis	
Acetatos (C <sub>2</sub> O <sub>2</sub> <sup>2-</sup> )	Solúvel	Ag <sup>+(*)</sup>
Fluoreto (F <sup>-</sup> )	Insolúvel	Ag <sup>+</sup> , NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> , alcalinos (Li <sup>+</sup> , Na <sup>+</sup> , K <sup>+</sup> , Rb <sup>+</sup> , Cs <sup>+</sup> )
Cloreto (Cl <sup>-</sup> )	Solúvel	Ag <sup>+</sup> , Pb <sup>2+</sup> , Hg <sup>2+(*),</sup>
Brometo (Br <sup>-</sup> )	Solúvel	Ag <sup>+</sup> , Pb <sup>2+</sup> , Hg <sup>2+(*),</sup>
Iodeto (I <sup>-</sup> )	Solúvel	Ag <sup>+</sup> , Pb <sup>2+</sup> , Hg <sup>2+(*),</sup>
Hidróxido (OH <sup>-</sup> )	Insolúvel	Alcalinos, Ba <sup>2+*</sup> , Ca <sup>2+*</sup>
Sulfeto (S <sup>2-</sup> )	Insolúvel	NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> , alcalinos, alcal. Ter. (Be <sup>2+</sup> , Mg <sup>2+</sup> , Ca <sup>2+</sup> ,
Sulfato (SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> )	Solúvel	Ba <sup>2+</sup> , Ra <sup>2+</sup> )
Cromato (CrO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> )	Insolúvel	Pb <sup>2+</sup> , Ba <sup>2+(*),</sup> Sr <sup>2+(*),</sup> Ca <sup>2+(*),</sup> NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> , Cu <sup>+</sup> , Mn <sup>2+</sup> , alcalinos
Carbonato (CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> ) Borato (BO <sub>3</sub> <sup>-</sup> ) Fosfato (PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> ) Oxalato (C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <sup>2-</sup> ) Sulfito (SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> ) Cianeto (CN <sup>-</sup> ) Arseniatos (AsO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> ) Ferricianetos [Fe(CN) <sub>6</sub> <sup>3-</sup> ] Ferrocianetos [Fe(CN) <sub>6</sub> <sup>4-</sup> ]	Insolúvel	

(\*) Parcialmente solúvel

## Prática 13: Preparação de soluções ácida e alcalina

### 13.1. Fundamentação teórica

Uma solução pode ser definida como uma mistura homogênea de duas ou mais substâncias. Ser homogênea significa que as partículas das diferentes espécies apresentam tamanhos moleculares com diâmetros inferiores a 50 Å (referência geralmente empregada) e estão aleatoriamente distribuídas (uniformidade). Concentração é a relação entre soluto e o solvente (ou a solução). Essas relações podem ser expressas de diferentes maneiras:

- relação massa do soluto/volume de solução em porcentagem m/v. (unidade, %):

$$C_{\%(volume)} = \frac{m_{soluto}}{V_{solução}} \times 100 \quad (13.1)$$

- relação volume/volume em porcentagem v/v, entre dois líquidos. (unidade, %):

$$C_{\%(volume/volume)} = \frac{V_{liq1}}{V_{liq2}} \times 100 \quad (13.2)$$

- relação quantidade de matéria (mol)/volume de solução. Relação muito usada pelos químicos, chamada de *CONCENTRAÇÃO EM QUANTIDADE DE MATÉRIA* ou simplesmente *CONCENTRAÇÃO* (unidade, mol/L):

$$C_{(mol/L)} = \frac{n_{soluto}}{V_{solução} \text{ (litros)}} = \frac{m_{soluto}}{MM_{soluto} \times V_{solução} \text{ (litros)}} \quad (13.3)$$

- relação quantidade de matéria (mol)/massa do solvente. Relação denominada *MOLALIDADE*. Pelo fato de não aparecer o termo de volume, é uma relação que não depende da temperatura (usada em determinações termodinâmicas). (unidade, mol/kg):

$$M = \frac{n_{soluto}}{m_{solvente} \text{ (kilos)}} = \frac{m_{soluto}}{MM_{soluto} \times m_{solvente} \text{ (kilos)}} \quad (13.4)$$

### 13.2 Objetivo:

- Preparar soluções ácidas e básicas de concentração aproximadamente 0,10 mol/L.

### 13.3 Procedimentos

#### Experimento 01. Preparação de 250,0 mL de solução 0,10 mol /L de Hidróxido de sódio (NaOH)

- Calcular a massa de reagente necessária para preparar a solução, a partir das informações disponíveis no rótulo do frasco de hidróxido de sódio.
- Pesar a quantidade necessária de reagente em um béquer de 100,0 mL.
- Adicionar ao béquer cerca de 50 mL de água destilada e com auxílio de um bastão de vidro solubilizar o soluto. Esperar o estabelecimento do equilíbrio térmico com o ambiente.
- Transferir a solução, com auxílio de um funil e um bastão de vidro, para um balão volumétrico de 250,0 mL.
- Lavar repetidas vezes, com água destilada, o béquer, o funil e o bastão de vidro, vertendo as águas de lavagem para o balão volumétrico.
- Adicionar água destilada ao balão volumétrico até que o menisco inferior do líquido tangencie a marca de aferição do mesmo.
- Tampar o balão e inverter o mesmo, de modo a homogeneizar a solução.
- Transferir a solução do balão para um frasco estoque de polietileno limpo e seco.
- Rotular o frasco.

**Experimento 02. Preparação de 250,0 mL de solução 0,10 mol /L de Ácido clorídrico (HCl)**

- a- Calcular o volume de solução de ácido clorídrico concentrado necessário para preparar a solução a partir das informações disponíveis no rótulo do frasco do ácido concentrado.
- b- Adicionar cerca de 50 mL de água destilada em um béquer de 100,0 mL.
- c- Medir o volume necessário de ácido concentrado, na capela, utilizando uma pipeta graduada de 5,00 mL e um pipetador.
- d- Transferir lentamente o ácido para o béquer, agitando a solução com auxílio de um bastão de vidro. Esperar o estabelecimento do equilíbrio térmico com o ambiente.

**Observação: Verter sempre o ácido sobre a água.**

- e- Transferir a solução, com auxílio de um funil e um bastão de vidro, para um balão volumétrico de 250,0 mL.
- f- Lavar repetidas vezes, com água destilada, o béquer, o funil e o bastão de vidro, vertendo as águas de lavagem para o balão volumétrico.
- g- Adicionar água destilada ao balão volumétrico até que o menisco inferior do líquido tangencie a marca de aferição do mesmo.
- h- Tampar o balão e inverter o mesmo de modo a homogeneizar a solução.
- i- Transferir a solução do balão para um frasco estoque de vidro limpo e seco.
- j- Rotular o frasco.

**Experimento 03. Preparação de 100,0 mL de solução 0,10 mol /L de Ácido oxálico (H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)**

- a- Calcular a massa de ácido oxálico necessária para preparar a solução, a partir das informações disponíveis no rótulo do frasco de ácido oxálico.
- b- Pesar a quantidade necessária de reagente em um béquer de 100,0 mL.
- c- Adicionar ao béquer cerca de 50 mL de água destilada e com auxílio de um bastão de vidro solubilizar o soluto.
- d- Transferir a solução, com auxílio de um funil e um bastão de vidro, para um balão volumétrico de 100,0 mL.
- e- Lavar repetidas vezes, com água destilada, o béquer, o funil e o bastão de vidro, vertendo as águas de lavagem para o balão volumétrico.
- f- Adicionar água destilada ao balão volumétrico até que o menisco inferior do líquido tangencie a marca de aferição do mesmo.
- g- Tampar o balão e inverter o mesmo, de modo a homogeneizar a solução.
- h- Transferir a solução do balão para um frasco estoque de vidro limpo e seco.
- i- Rotular o frasco.

## 3º BIMESTRE

**Prática 14: Padronização de soluções ácida e alcalina****14.1. Fundamentação teórica****14.1.1. Padronização**

Em química, padronizar uma solução significa torná-la *solução padrão*. A análise da quantidade de um constituinte de interesse (amostra) é determinada, através da reação desta espécie química com outra substância em solução, chamada *solução padrão*, cuja concentração é exatamente conhecida. Sabendo-se qual a quantidade da *solução padrão* necessária para reagir totalmente com a amostra e a reação química que ocorre entre as duas espécies, têm-se condições para calcular a concentração da outra substância analisada (amostra). O processo pelo qual a *solução padrão* é introduzida no meio reagente é conhecido como *titulação*. Em uma *padronização* a reação química que ocorre entre a *solução padrão* e a amostra que está sendo analisada devem preencher certos requisitos:

- Ser extremamente rápida. Após cada adição de titulante a reação deve novamente atingir o equilíbrio rapidamente, pois em caso contrário o processo de titulação seria inconvenientemente lento e a detecção do seu ponto final seria extremamente difícil e não muito rápida.

- Ser completa no ponto de equivalência do sistema químico. Este critério permite uma localização satisfatória do ponto final do processo.

- Possuir uma equação química bem definida e que descreve bem o fenômeno ocorrido. Reações paralelas entre o titulante e o titulado e/ou outras espécies químicas presentes no meio são totalmente indesejáveis e constituem-se em grave causa de erro.

- Permitir o uso de meios satisfatórios para a detecção do ponto final do processo. Muitos sistemas permitem o uso de *indicadores* visuais para tal fim.

**14.1.2. Solução padrão**

A *solução padrão* a ser usada em uma análise volumétrica deve ser cuidadosamente preparada, pois caso contrário, a determinação resultará errada. Pode-se em alguns casos preparar soluções de concentração exatamente conhecidas pesando-se com precisão, algumas substâncias muito puras e estáveis e dissolvendo-as, com um solvente adequado, por exemplo, água, em balões volumétricos aferidos. As substâncias que são utilizadas para preparar uma *solução padrão* são chamadas *padrões primários* e, devem apresentar as seguintes características:

- Ser de fácil obtenção, purificação e secagem.
- Ser fácil de testar e eliminar eventuais impurezas.
- Ser estável ao ar sob condições ordinárias, senão por longos períodos, pelo menos durante a pesagem
- Possuir grande massa molar, pois desta forma o erro relativo na pesagem seria pequeno e desprezível.

Os padrões primários alcalinos mais comuns são: carbonato de sódio,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ; tetraborato de sódio decahidratado (bórax),  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ; e, os padrões primários ácidos mais comuns são: ácido oxálico dihidratado,  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ; ftalato ácido de potássio,  $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ .

No entanto este procedimento, muitas vezes, não pode ser seguido porque com a substância com a qual se pretende preparar a *solução padrão* não é um *padrão primário*. Nestes casos deve-se preparar uma solução desta substância com uma concentração próxima da desejada e, em seguida, padronizá-la contra um padrão. Esta padronização pode ser feita por vários métodos:

- Titulação de um certo peso de padrão primário adequado com a solução preparada. Ex.: Padronização de uma solução de ácido clorídrico (HCl) contra um certo peso de carbonato de sódio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ).

- Titulando-se um certo volume de uma solução de um *padrão secundário* de concentração conhecida. Ex.: Titulação de uma solução de HCl contra uma solução de NaOH padronizada (*padrão secundário*).

O ponto final da titulação corresponde ao momento físico e químico em que o ponto de equivalência foi alcançado. O meio mais simples que permite identificar o ponto final é uma mudança física, ou química. Em geral para estudos analíticos de ácidos e bases usam-se os indicadores coloridos que mudam de cor com o pH.

#### 14.2. Objetivo:

- Determinar a concentração real (corrigida) das soluções de ácido clorídrico (HCl) e hidróxido de sódio (NaOH).

#### 14.3. Procedimento

##### Experimento 01. Padronização de solução de ácido clorídrico (HCl)

- Lavar a bureta duas ou três vezes com pequenas quantidades de ácido clorídrico, HCl, (*solução problema*), escoando todo líquido antes da adição do novo volume.
- Fixar a bureta de 25,00 mL, com auxílio de uma garra metálica, a um suporte universal, enchê-la até um pouco acima do zero da escala, com a solução titulante (*solução problema*), Figura 15.1 (a).
- Abrir a torneira para preencher a extremidade inferior da bureta; zerar de modo que a base do menisco do líquido na bureta tangencie a marca zero da escala. Observar se não houve formação de bolhas abaixo da torneira. Se houver bolha elimina-la.
- Transferir para um erlenmeyer de 250,0 mL a massa de carbonato de sódio,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , (*padrão primário*) contida em um envelope de papel alumínio. Anotar a massa do carbonato de sódio.
- Acrescentar ao erlenmeyer cerca de 50 mL de água destilada e duas gotas de indicador alaranjado de metila. Homogeneizar a solução.

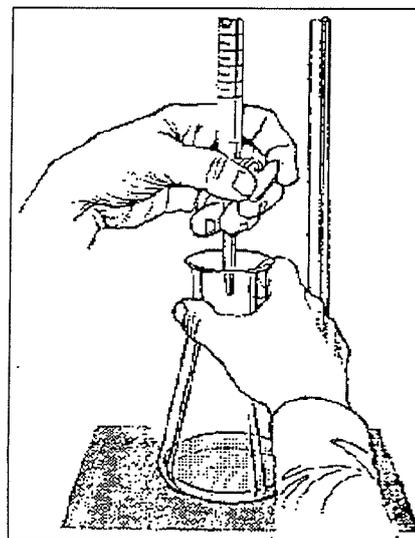
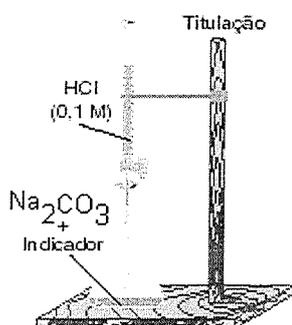


Figura 14.1. (a) Montagem do sistema para realizar uma titulação; (b) posição das mãos durante a titulação.

- Colocar o erlenmeyer sob a bureta e escoar a solução titulante, gota a gota, até a mudança de coloração; durante a titulação controlar a torneira com a mão esquerda e agitar o erlenmeyer continuamente com a mão direita (Figura 14.1 (a) e (b)). É recomendável

- lavar as paredes do erlenmeyer com pequenas quantidades de água destilada, especialmente a parte superior onde podem ter restado pequenas porções de titulante. Caso haja dúvida quanto a ter sido ou não atingido o ponto final, fazer a leitura do volume de titulante contido na bureta, adicionar mais uma gota e observar o resultado.
- g- Ler com exatidão o volume de titulante gasto na neutralização (**Lembre-se que a bureta de 25 mL exige 2 casas após a virgula**).
  - h- Repetir duas vezes o processo, a fim de obter o volume médio gasto na neutralização.
  - i- Calcular a concentração real, em mol/L, da solução de ácido clorídrico (HCl).

#### **Experimento 02 Padronização da solução de hidróxido de sódio (NaOH).**

- a- Lavar a bureta duas ou três vezes com pequenas quantidades de ácido clorídrico, HCl (*padrão secundário*), escoando todo líquido antes da adição do novo volume. (**No caso de nossa aula a bureta já contém HCl, portanto basta completar com a solução até a marca inicial**).
- b- Fixar a bureta de 25,00 mL, com auxílio de uma garra metálica, a um suporte universal, enchê-la até um pouco acima do zero da escala, com a solução titulante (*padrão secundário*).
- c- Abrir a torneira para preencher a extremidade inferior da bureta; zerar de modo que a base do menisco do líquido na bureta tangencie a marca zero da escala.
- d- Transferir, com auxílio de uma pipeta volumétrica, 10,0 mL da solução de hidróxido de sódio (NaOH) de concentração aproximadamente 0,10 mol/L para um erlenmeyer de 250,0 mL.
- e- Acrescentar ao erlenmeyer cerca de 50 mL de água destilada e três gotas de indicador fenolftaleína. Homogeneizar a solução.
- f- Colocar o erlenmeyer sob a bureta e escoar a solução titulante, gota a gota, até a mudança de coloração; durante a titulação controlar a torneira com a mão esquerda e agitar o erlenmeyer continuamente com a mão direita, Figura 14.1 (a) e (b). É recomendável lavar as paredes do erlenmeyer com pequenas quantidades de água destilada, especialmente a parte superior onde podem ter restado pequenas porções de titulante. Caso haja dúvida quanto a ter sido ou não atingido o ponto final, fazer a leitura do volume de titulante contido na bureta, adicionar mais uma gota e observar o resultado.
- g- Ler com exatidão o volume de titulante gasto na neutralização.
- h- Repetir duas vezes o processo, a fim de obter o volume médio gasto na neutralização.
- i- Calcular a concentração real, em mol/L, da solução de hidróxido de sódio (NaOH).

## Prática 15: Determinação da densidade e acidez total do vinagre

Biog/EA

### 15.1. Objetivos

- Determinar a densidade do vinagre
- Determinar a acidez total de uma amostra de vinagre

### 15.2 Procedimentos

#### Experimento 01. Densidade do vinagre

- a- Determinar a massa de um balão volumétrico de 25,00 mL, limpo e seco, em balança semi-analítica.
- b- Adicionar a amostra de vinagre ao balão volumétrico até que o menisco inferior do líquido tangencie a marca de aferição do mesmo.
- c- Determinar a massa do balão volumétrico contendo a amostra de vinagre.
- d- Calcular a massa de vinagre presente em 25,00 mL da amostra de vinagre.
- e- Calcular a densidade, em g/mL, da amostra de vinagre.

#### Experimento 02. Acidez total do vinagre

- a. Lavar a bureta duas ou três vezes com pequenas quantidades de solução de hidróxido de sódio (NaOH), *padrão secundário*, escoando todo líquido antes da adição do novo volume.
- b. Fixar a bureta de 25,00 mL com auxílio de uma garra metálica em um suporte universal, enchê-la até um pouco acima do zero da escala, com solução titulante (*padrão secundário*).
- c. Abrir a torneira para preencher a extremidade inferior da bureta; zerar de modo que a base do menisco do líquido na bureta tangencie a marca zero da escala.
- d. Transferir, com auxílio de uma pipeta volumétrica, 2,00 mL de uma amostra de vinagre para um erlenmeyer de 250,0 mL.
- e. Acrescentar ao erlenmeyer cerca de 50 mL de água destilada e três gotas de indicador fenolftaleína. Homogeneizar a solução.
- f. Colocar o erlenmeyer sob a bureta e escoar a solução titulante, gota a gota, até a mudança de coloração; durante a titulação controlar a torneira com a mão esquerda e agitar o erlenmeyer continuamente com a mão direita. É recomendável lavar as paredes do erlenmeyer com pequenas quantidades de água destilada, especialmente a parte superior onde podem ter restado pequenas porções de titulante. Caso haja dúvida quanto a ter sido ou não atingido o ponto final, fazer a leitura do volume de titulante contido na bureta, adicionar mais uma gota e observar o resultado.
- g. Ler com exatidão o volume de titulante gasto na neutralização. (**Lembre-se que a bureta de 25,00 mL exige 2 casas após a virgula**).
- h. Repetir mais duas vezes o processo, a fim de obter o volume médio gasto na neutralização.
- i. Calcular a massa a percentagem (m:v) de ácido acético no vinagre e comparar com o rótulo do frasco.

## Prática 16: Determinação do teor de NaOH na soda cáustica

Biog/EA

### 16.1. Objetivo

- Determinar o teor de hidróxido de sódio na soda cáustica.

### 16.2. Procedimento

- Lavar a bureta duas ou três vezes com pequenas quantidades de solução ácido oxálico ( $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ), *padrão primário*, escoando todo líquido antes da adição do novo volume.
- Fixar a bureta de 25,00 mL, com auxílio de uma garra metálica, a um suporte universal, enchê-la até um pouco acima do zero da escala, com a solução titulante (*padrão primário*).
- Abrir a torneira para preencher a extremidade inferior da bureta; zerar de modo que a base do menisco do líquido na bureta tangencie a marca zero da escala.
- Transferir, com auxílio de uma pipeta volumétrica, 10,0 mL da solução de soda cáustica previamente preparada para um erlenmeyer de 250,0 mL. Anotar a massa de soda cáustica e o volume total da solução de soda.
- Acrescentar ao erlenmeyer cerca de 50 mL de água destilada e três gotas de indicador fenolftaleína. Homogeneizar a solução.
- Colocar o erlenmeyer sob a bureta e escoar a solução titulante, gota a gota, até a mudança de coloração; durante a titulação controlar a torneira com a mão esquerda e agitar o erlenmeyer continuamente com a mão direita. É recomendável lavar as paredes do erlenmeyer com pequenas quantidades de água destilada, especialmente a parte superior onde podem ter restado pequenas porções de titulante. Caso haja dúvida quanto a ter sido ou não atingido o ponto final, fazer a leitura do volume de titulante contido na bureta, adicionar mais uma gota e observar o resultado.
- Ler com exatidão o volume de titulante gasto na neutralização. (**Lembre-se que a bureta de 25,00 mL exige 2 casas após a vírgula**).
- Repetir duas vezes o processo, a fim de obter o volume médio gasto na neutralização.
- Calcular a percentagem (m:m) de hidróxido de sódio na amostra de soda cáustica.

Biog/EA

## Prática 17: Determinação do teor de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ no leite de magnésia

### 17.1. Aspecto Teórico

#### 17.1.1. Antiácidos

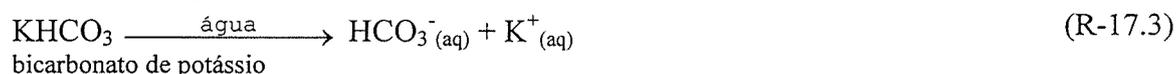
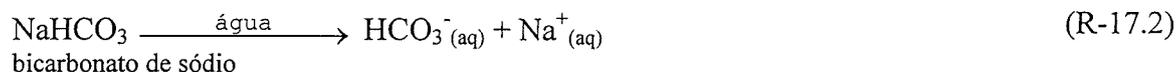
Algumas perturbações gástricas causadas por uma produção excessiva de ácido estomacal (HCl), são muito comuns. Por isso, existem à venda, nas farmácias e drogarias, inúmeros antiácidos, embora suas composições pouco variem. Os antiácidos mais comuns contêm pelo menos uma das seguintes substâncias: monohidrogenocarbonato de sódio ( $\text{NaHCO}_3$ ); carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ); carbonato de magnésio ( $\text{MgCO}_3$ ); hidróxido de alumínio ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ); hidróxido de magnésio ( $\text{Mg}(\text{OH})_2$ ) e trissilicato de magnésio ( $\text{Mg}_2\text{Si}_3\text{O}_8$ ).

As reações que conferem ação antiácida a cada uma destas substâncias e a alguns outros menos comuns são mostrados através das reações químicas abaixo, nas quais o ácido clorídrico do estômago é consumido.

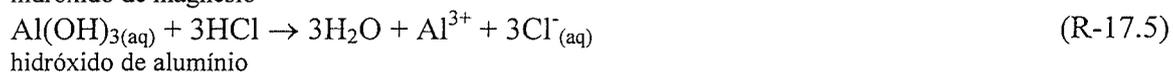
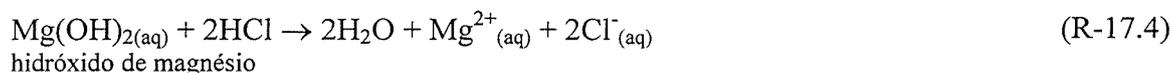
A Equação (R-17.1) mostra a reação do íon bicarbonato com o ácido clorídrico.



O ânion bicarbonato pode ser obtido pela dissolução do bicarbonato de sódio ou de potássio em água, Reações (R-17.2) e (R-17.3).



O próprio íon hidróxido,  $\text{HO}^-$ , pode ser usado para neutralizar o HCl, desde que seja proveniente de uma base que não agrida as paredes do sistema digestivo. Neste caso podem ser usado os hidróxidos de magnésio, ( $\text{Mg}(\text{OH})_2$ ) ou de alumínio ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ). Estes hidróxidos são pouco solúveis em água ( $\text{Mg}(\text{OH})_2$ ,  $K_{\text{ps}} = 8,9 \cdot 10^{-12}$ ;  $\text{Al}(\text{OH})_3$ ,  $K_{\text{ps}} = 5 \cdot 10^{-33}$ ), portanto o paciente ingere uma suspensão de hidróxido dos referidos metais. Estes hidróxidos em contato com o HCl do estômago reagem segundo as Reações (R-17.4) e (R-17.5) neutralizando-o.

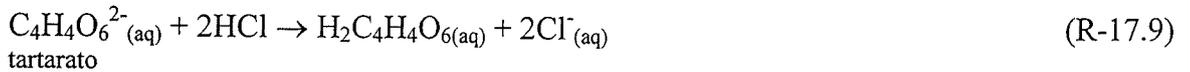
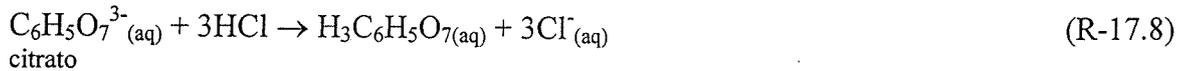
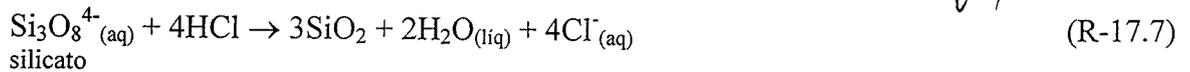


O íon carbonato,  $\text{CO}_3^{2-}$ , que também apresenta reação básica, neutraliza o HCl, Reação (R-17.6). O íon carbonato pode ser obtido a partir do carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) ou do carbonato de magnésio ( $\text{MgCO}_3$ ), ou do diidroxicarbonato de sódio e alumínio ( $\text{NaAl}(\text{OH})_2\text{CO}_3$ ).



As Reações (R-17.7), (R-17.8) e (R-17.9) mostram outras possibilidades de neutralização do HCl estomacal. Onde: o íon silicato pode ser proveniente do silicato de magnésio ( $\text{Mg}_2\text{Si}_3\text{O}_8$ ); o íon citrato do citrato de sódio,  $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ ; o íon tartarato do tartarato de sódio ( $\text{Na}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ ).

Biog / EA



### 17.1.2. Leite de magnésia

O leite de magnésia é uma suspensão de hidróxido de magnésio usado como anti-ácido e laxante suave.

Como muitos remédios a dose a ser ministrada é muito pequena, na ordem de mg ou  $\mu\text{g}$ , a este é adicionado outras substâncias inertes, isto é, que não exerce atividade curativa no organismo, mas aumenta o volume ou a massa do medicamento ao ser adicionado. Portanto um medicamento é composto de:

- princípio ativo – substância que vai agir no organismo, curando a doença, sanando ou diminuindo os sintomas;
- q.s.p. (quantidade suficiente para) – substância inerte do ponto de vista fisiológico, que é adicionado ao princípio ativo, em quantidade suficiente para completar a dose que deve ser ingerida pelo paciente.

Por exemplo: O leite de magnésia possui 8% de hidróxido de magnésio, ou aproximadamente 1200 mg de hidróxido de magnésio em 15 mL de suspensão. Os 1200 mg de  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  é o princípio ativo. A água é adicionada para completar os 15 mL (1 colher de sopa) que é a dose recomendada, a água neste caso é o q.s.p.

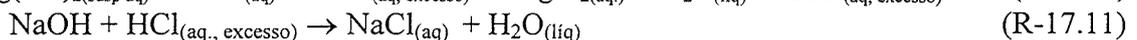
Eventualmente são também adicionados substâncias para dar cor e sabor, para tornar o remédio mais atrativo, principalmente para as crianças.

### 17.1.3. Retrotitulação

Uma titulação consiste na determinação da quantidade de uma espécie química, substância ou íon em solução (solução problema), medindo-se a quantidade de um reagente de concentração conhecida (titulante) necessária para reagir completamente com toda a espécie. Entretanto, algumas vezes, a espécie química em solução ou a reação utilizada tem características que não recomendam a sua titulação direta desse modo. É o que ocorre com substâncias que são pouco solúveis, que se degradam com a luz ou temperatura, que reagem com componentes do ar ou se volatilizam (como é o caso do  $\text{I}_2$ ), isto tudo faz com que a determinação do ponto de equivalência seja de visualização difícil, ou que ocorram perdas durante a titulação.

O hidróxido de magnésio é uma substância pouco solúvel em água. Sua solubilidade é da ordem de 9 mg/litro de água. Portanto, o leite de magnésia é uma suspensão de hidróxido de magnésio em água, por isso é que o frasco sempre deve ser agitado antes de ser utilizado. Portanto, o procedimento adotado é fazer com que a reação de neutralização do hidróxido de magnésio ocorra totalmente através da adição de uma quantidade excessiva (perfeitamente conhecida) da solução ácida padronizada (padrão secundário). Em seguida, o excesso de ácido (o que não reagiu com o hidróxido de magnésio) é titulado com uma solução básica padronizada (padrão secundário). Esse procedimento de determinação da quantidade do excesso adicionado é conhecido como retrotitulação ou titulação indireta.

As equações químicas equilibradas para as reações envolvidas nesse procedimento de retrotitulação são as Reações (R-17.10) e (R-17.11).



Bioq/EA

O indicador usado nesta titulação é a fenolftaleína. A mudança de cor é do incolor para o rosa, o intervalo de pH de viragem é de 8,3 (incolor) - 9,8 (vermelha). A Figura 17.1 traz as fórmulas estruturais da fenolftaleína,  $C_6H_4COO.C(C_6H_4OH)_2$ , em meio ácido e meio básico.

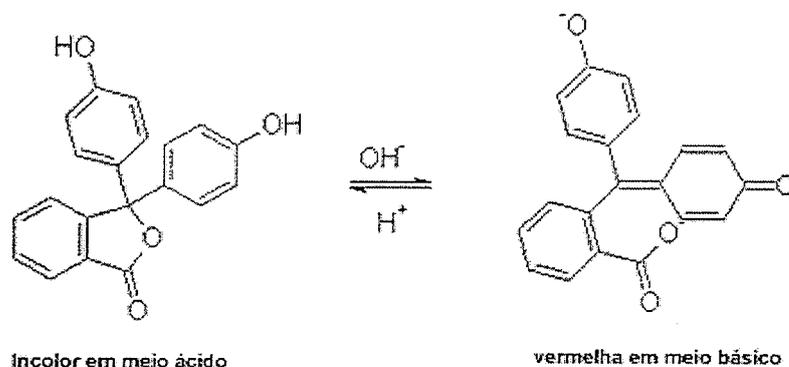


Figura 17.1. Estruturas da fenolftaleína em meio ácido e meio básico.

### 17.2. B.Objetivo:

- Determinar o teor de hidróxido de magnésio,  $Mg(OH)_2$ , no leite de magnésia.

### 17.3. B.Procedimento:

- Agitar vigorosamente o frasco que contém o leite de magnésia para homogeneizar.
- Pesar, em um erlenmeyer de 250 mL limpo e seco, cerca de 0,3 g de leite de magnésia (aproximadamente quatro gotas). Anotar a massa exata de leite de magnésia adicionada.
- Adicionar ao erlenmeyer cerca de 20 mL de água destilada.
- Adicionar ao erlenmeyer, com auxílio de uma bureta, cerca de 15 mL de solução 0,10 mol/L de ácido clorídrico (HCl). Anotar o volume exato de HCl adicionado.
- Homogeneizar a solução e adicionar três gotas de indicador fenolftaleína.
- Titular o excesso de HCl com solução 0,10 mol/L de hidróxido de sódio, NaOH, (*padrão secundário*).
- Repetir o experimento pelo menos por mais uma vez.
- Calcular a percentagem de hidróxido de magnésio,  $Mg(OH)_2$ , no leite de magnésia e comparar com o valor do frasco.

Biog/EA

## Prática 18: Determinação da Vitamina C em sucos de frutas

### 18.1. Introdução

As vitaminas são substâncias essenciais, possuem as mais variadas estruturas químicas e não são sintetizadas pelo organismo humano. Pouco se conhece a respeito do que acontece com esses compostos durante o processamento e armazenamento dos alimentos. Sabe-se que as vitaminas podem ser parcial ou totalmente destruídas, não só quimicamente, por ações de compostos oxidantes e redutoras, mas também por contaminação enzimática, com inevitável perda do valor nutritivo.

A *Vitamina C* (*Ácido L – ascórbico*) é encontrada em concentrações variáveis em todas as plantas superiores. Fontes ricas dessa vitamina são os vegetais verdes frescos e frutas cítricas.

Tabela 18.1. Teor de vitamina C em alguns alimentos

Alimentos	Vit. C(mg/100g)
Brócolos	150
Repolho roxo	60
Repolho branco	40
Couve flor	60
Limão	80
Goiaba	200
Laranja	50
Tangerina	30
Acerola	Pesquisar
Camu-camu	Pesquisar

Fonte: *Introdução à Química de Alimentos*

Quimicamente, a vitamina C é a lactona do ácido derivado de um monossacarídeo, e na realidade essa vitamina pertence à classe dos carboidratos. Possui fórmula empírica  $C_6H_8O_6$  e a seguinte estrutura química:

### 18.2 Objetivo

- Determinar o teor de vitamina C em diferentes frutos

### 18.3. Procedimento

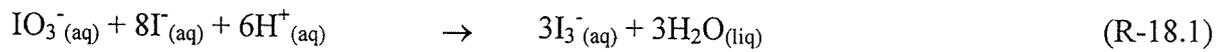
- Espremer uma fruta (laranja, limão tangerina) em um béquer. Filtrar o suco, se necessário.
- Pesar em um erlenmeyer de 250 mL, limpo e seco, cerca de 10 g da amostra. Anotar o valor da massa corretamente.
- Adicionar ao erlenmeyer 1,00 mL de solução 10% de iodeto de potássio (KI) e 1,00 mL de solução 1% de amido. Homogeneizar.
- Titular com solução 0,01 mol/L de iodato de potássio ( $KIO_3$ ) até a solução ficar azul. Anotar o volume de titulante utilizado.
- Aguardar alguns minutos para verificar se a cor azul se mantém. Caso a coloração desapareça continuar a titulação até que a coloração permaneça.
- Calcular o teor de vitamina C em mg/100 g de amostra e comparar com o valor da literatura.

### 18.4. Cálculos

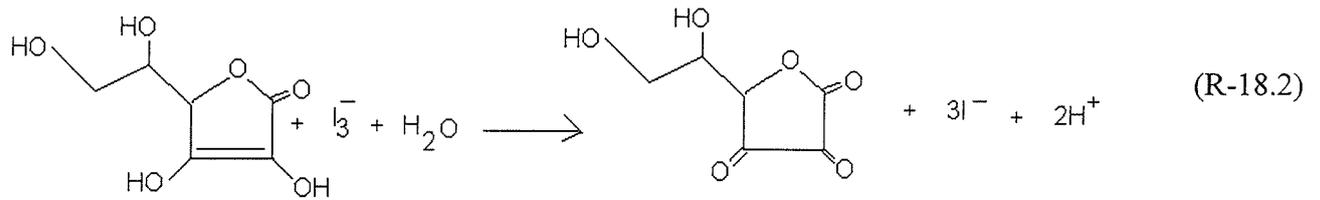
Considerando a reação de formação do iodo na solução, (R-18.1), mais a Reação (R-

Biog/EA

18.2), que são as reações necessárias para se efetuar os cálculos.



O íon  $\text{I}_3^-$  é o titulante gerado na solução ao adicionar-se iodato de potássio ( $\text{KIO}_3$ ) em uma solução de  $\text{I}^-$ , conforme mostra a Reação (R-18.1). O íon  $\text{I}_3^-$  reage com o ácido ascórbico segundo a Reação (R-18.2), aqui transcrita.



Com os dados obtido no experimento e as Reações (R-18.1) e (R-18.2) é possível calcular o teor de vitamina C no suco analisado.

Biog/EA

## Prática 19: Determinação da velocidade de reação

### 19.1. Introdução

Nesta unidade serão analisados fatores que alteram a velocidade da reação do íon permanganato ( $\text{MnO}_4^-$ ) em meio ácido com o íon oxalato ( $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ ), Reação (R-19.1).



Das espécies envolvidas na reação, apenas a solução de íons  $\text{MnO}_4^-$  apresenta coloração violeta, que lhe é característica, as demais soluções são incolores. Desta maneira, a velocidade da reação pode ser observada em função do tempo necessário para que se de o tempo de descoloramento da solução  $\text{MnO}_4^-$ .

### 19.2. Objetivo

- Verificar a influencia da concentração dos reagentes, temperatura e catalisador na velocidade de uma reação química de oxidação-redução.

### 19.3 Procedimentos

#### Experimento 01 Influência da concentração dos reagentes

- Adicionar em um erlenmeyer de 250,0 mL, limpo e seco, 4,00 mL de solução 0,04 mol/L de permanganato de potássio ( $\text{KMnO}_4$ ), com uma pipeta graduada. Numerar este erlenmeyer como erlenmeyer 1.
- Adicionar a outro erlenmeyer de 250,0 mL, limpo e seco, com pipeta graduada, 10,0 mL de solução 2,5 mol/L de ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) e 5,00 mL de solução 0,50 mol/L de ácido oxálico ( $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ).
- Transferir o conteúdo do erlenmeyer que contém a mistura ( $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ) para o erlenmeyer 1, que contém, a solução de  $\text{KMnO}_4$ . Agitar e deixar em repouso. **Começar a marcar o tempo imediatamente após a mistura das soluções até o instante que a mistura se tornar incolor.**
- Anotar o tempo de descoloramento na Tabela 20.1 abaixo.
- Repetir os procedimentos acima para as erlenmeyers 2, 3, 4 e 5 adicionando água (verificar o volume de água a ser adicionado na Tabela 20.1 e medir a água com uma proveta) ao erlenmeyer que contém  $\text{KMnO}_4$  antes de transferir conteúdo do erlenmeyer que contém a mistura  $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ , como indicado na **Tabela 20.1**.
- Guardar o erlenmeyer 4 para utilizar no Experimento 03 deste experimento.**
- Calcular a concentração, em mol/L, do íon permanganato,  $\text{MnO}_4^-$ , nos erlenmeyers e anotar os resultados na Tabela 20.4.
- Calcular a velocidade média de reação para cada erlenmeyer e anotar os resultados na Tabela 20.4.
- Traçar um gráfico  $[\text{MnO}_4^-]$  versus tempo de descoloramento.
- Calcular a velocidade média para a reação em um dado intervalo de tempo.
- Calcular a velocidade instantânea para o instante determinado pelo professor.

Tabela 19.1. Resultados do experimento demonstrando a influência da concentração do  $\text{MnO}_4^-$  na velocidade de reação (R-20.1).

Erlenmeyer	$\text{H}_2\text{SO}_4$ (2,5mol/L) mL	$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (0,50 mol/L) mL	$\text{H}_2\text{O}$ mL	$\text{KMnO}_4$ (0,04 mol/mL) mL	t(s)
1	10,0	5,00	-	4,00	
2	10,0	5,00	10,0	4,00	
3	10,0	5,00	20,0	4,00	
4	10,0	5,00	35,0	4,00	
5	10,0	5,00	50,0	4,00	

### Experimento 02. Influência da temperatura

- Anotar na Tabela 20.2, o resultado do tempo de descolorimento da solução do erlenmeyer 4 realizado no Experimento 01 desta aula, para o erlenmeyer 1.
- Determinar a temperatura da mistura contida no erlenmeyer 4. Anotar na Tabela 20.2 para o erlenmeyer 1.
- Adicionar a um erlenmeyer de 250,0 mL limpo e seco, 4,00 mL de solução 0,04 mol/L de permanganato de potássio ( $\text{KMnO}_4$ ). Numerar este erlenmeyer como 2.
- Adicionar a outro erlenmeyer de 250,0 mL limpo e seco, com pipeta graduada 10,0 mL de solução 2,5 mol/L de ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) e 5,00 mL de solução 0,50 mol/L de ácido oxálico ( $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ) e 35 mL de água. Aquecer esta mistura até aproximadamente 20 °C acima da temperatura determinada no erlenmeyer 4. Anotar a temperatura correta na Tabela 20.2, erlenmeyer 2.
- Transferir o volume de solução do erlenmeyer que contém a mistura ( $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 + \text{água}$ ) para o erlenmeyer 2 (que contém a solução de  $\text{KMnO}_4$ ), agitar e deixar em repouso. Marcar o tempo de descolorimento da solução imediatamente após a mistura.
- Repetir os procedimentos acima para a erlenmeyer 3 (como indicado na Tabela 20.2), aquecendo a mistura ( $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 + \text{água}$ ) aproximadamente 30 °C acima da temperatura determinada no erlenmeyer 4. Anotar a temperatura correta na Tabela 20.2, erlenmeyer 3.
- Calcular a concentração do íon permanganato e velocidade média de reação para os três erlenmeyer, e registrar os resultados na Tabela 19.5.

Tabela 19.2. Resultados do experimento demonstrando a influência da temperatura na velocidade de reação.

Erlenmeyer	$\text{H}_2\text{SO}_4$ (2,5mol/L) mL	$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (0,50 mol/L) mL	$\text{H}_2\text{O}$ mL	T °C	$\text{KMnO}_4$ (0,04 mol/mL) mL	t(s)
1	10,0	5,00	35	Ambiente	4,00	
2	10,0	5,00	35	+ 20 °C	4,00	
3	10,0	5,00	35	+ 30 °C	4,00	

### Experimento 03. Efeito do catalisador

- Anotar o resultado do tempo de descolorimento da solução do erlenmeyer 4 realizado no Experimento 01, no erlenmeyer 1 da Tabela 20.3.
- Adicionar a um erlenmeyer de 250,0 mL limpo e seco, 4,00 mL de solução 0,04 mol/L de permanganato de potássio ( $\text{KMnO}_4$ ), com a uma pipeta graduada, 35,0 mL de água destilada medido na proveta e 5 gotas de sulfato de manganês ( $\text{MnSO}_4$ ), numerar como erlenmeyer 2, como indicado na Tabela 20.3.
- Adicionar a outro erlenmeyer de 250,0 mL limpo e seco, com uma pipeta graduada, 10,0 mL de solução 2,5 mol/L de ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) e 5,00 mL de solução 0,50 mol/L de ácido oxálico ( $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ) com uma pipeta graduada.
- Transferir o volume de solução do erlenmeyer que contém a mistura ( $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 + \text{MnSO}_4$ ) para o erlenmeyer 2 que contém, a solução de  $\text{KMnO}_4$  e água, agitar e deixar em repouso. Marcar o tempo de descolorimento da solução imediatamente após a mistura. Anotar o resultado do tempo na Tabela 20.3.
- Adicionar a um erlenmeyer de 250,0 mL limpo e seco, 4,00 mL de solução 0,04 mol/L de permanganato de potássio ( $\text{KMnO}_4$ ), com a uma pipeta graduada, numerar como erlenmeyer 3. Adicionar a este erlenmeyer o conteúdo erlenmeyer 4, que foi guardado do Experimento 01, agitar e deixar em repouso. Marcar o tempo de descolorimento da solução imediatamente após a mistura. Anotar o resultado do tempo na Tabela 20.3.
- Calcular a concentração do íon permanganato e velocidade média de reação para o três erlenmeyer e registrar na Tabela 19.6.

Biog/EA

Tabela 19.3. Resultados do experimento 03 demonstrando a influência do catalisador na velocidade de reação.

Erlenmeyer	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (2,5mol/L) mL	H <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> (0,50 mol/L) mL	H <sub>2</sub> O mL	MnSO <sub>4</sub>	KMnO <sub>4</sub> (0,04 mol/mL) mL	t(s)
1(*)	10,0	5,00	35		4,00	
2	10,0	5,00	35	5 gotas	4,00	
3	Conteúdo do erlenmeyer 4				4,00	

#### 19.4. Resultados

Tabela 19.4. Resultados dos cálculos do experimento demonstrando a influência da concentração do MnO<sub>4</sub><sup>-</sup> na velocidade de reação.

Erlenmeyer	[MnO <sub>4</sub> <sup>-</sup> ] mol/L	t(s)	v mol/Ls
1			
2			
3			
4			
5			

Tabela 19.5. Resultados dos cálculos do experimento demonstrando a influência da temperatura na velocidade de reação.

Erlenmeyer	[MnO <sub>4</sub> <sup>-</sup> ] mol/L	t(s)	v mol/Ls
1			
2			
3			

Tabela 19.6. Resultados do experimento 03 demonstrando a influência do catalisador na velocidade de reação.

Erlenmeyer	[MnO <sub>4</sub> <sup>-</sup> ] mol/L	t(s)	V mol/Ls
1(*)			
2			
3			

**Prática 20: Influência da temperatura e concentração no deslocamento do equilíbrio****20.1. Introdução**

Uma das características importantes das reações químicas é a sua extensão. É frequente uma reação iniciar-se e, em seguida seus produtos reagirem, recuperando os reagentes. Há condições para se detectar, mesmo macroscopicamente, a presença dos reagentes e produtos, em um sistema em que os processos direto e inverso parecem ter cessado. Tais condições podem favorecer a formação dos produtos ou dos reagentes. Um dos fatores que determinam este comportamento é a tendência dos sistemas se estabilizarem no estado de menor energia possível. Outro fator é a tendência à máxima desordem, pois esta é mais natural que a ordem. O primeiro fato denomina-se entalpia e o segundo, entropia. A combinação de ambas as tendências da origem, nos sistemas químicos, há uma situação que se denomina Equilíbrio Químico.

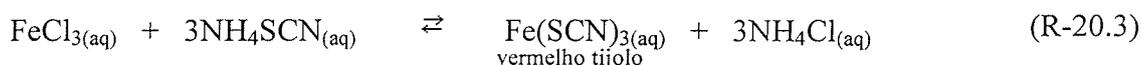
Os equilíbrios químicos são dinâmicos e sensíveis às mudanças ou às perturbações. Esta perturbação pode ser o aumento ou diminuição da concentração dos reagentes ou produtos, aumento ou diminuição do volume do frasco que contém que contém as substâncias em equilíbrio (apenas para substâncias gasosas), o aumento ou diminuição da temperatura, entre outros. Existe uma regra geral conhecida como **princípio de Le Châtelier** que é utilizada para analisar qualitativamente os efeitos da perturbação sobre o equilíbrio químico.

*“Se sobre um sistema em equilíbrio é imposta uma perturbação (ação qualquer) externa, o sistema reagirá no sentido de neutralizar esta perturbação” (Le Châtelier).*

A reação reversível envolvendo os gases  $\text{NO}_2$  e  $\text{N}_2\text{O}_4$  é muito utilizada para mostrar o deslocamento do equilíbrio químico proposto por Le Châtelier. O dióxido de nitrogênio ( $\text{NO}_2$ ), um gás poluente de coloração marrom avermelhado pode ser obtido pela reação de decomposição de nitrato de chumbo ( $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ ) quando aquecido; Reação (R-20.1). Esta reação quando realizada em um sistema fechado, o  $\text{NO}_2$  produzido reage para formar tetróxido de dinitrogênio ( $\text{N}_2\text{O}_4$ ) e estabelecer o equilíbrio mostrado na Reação (R-20.2)



O estudo do deslocamento do equilíbrio pela variação da concentração também pode ser feito através da alteração da cor de uma solução. Por exemplo, quando envolve a formação de complexos, a reação entre cloreto de ferro (III) ( $\text{FeCl}_3$ ) e tiocianato de amônio ( $\text{NH}_4\text{SCN}$ ) que pode ser representada pela Reação (R-20.3).

**20.2. Objetivos**

- Verificar a influência da temperatura no equilíbrio químico
- Verificar a influência da concentração no equilíbrio químico

### 20.3. Procedimentos

#### Experimento 01. Influência da temperatura no equilíbrio químico

- a- Colocar cerca de 0,5 g (não é necessário pesar) de nitrato de chumbo ( $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ ) em dois tubos de ensaio limpo e seco.
- b- Segurar um dos tubos com uma pinça de madeira e aquecer na chama do bico de Bunsen. Manter o tubo inclinado e movimenta-lo para que o aquecimento seja uniforme.
- c- Observar, dentro do tubo, a formação de um gás marrom-avermelhado, o dióxido de nitrogênio ( $\text{NO}_2$ ). Evite cheira-lo, pois é altamente tóxico.
- d- Apagar a chama do bico de Bunsen quando o tubo estiver cheio de gás, tampar o tubo com uma rolha e coloca-lo na estante para esfriar.
- e- Repetir os procedimentos acima para o outro tubo de ensaio.
- f- Colocar água em um béquer de 250 mL até 2/3 da sua capacidade e aquecer até a ebulição.
- g- Colocar água em outro béquer de 250 mL até a metade de sua capacidade e acrescentar algumas pedras de gelo.
- h- Mergulhar um dos tubos no béquer com água quente e o outro no béquer com água gelada. Observar a coloração de cada tubo.
- i- Inverter a posição dos tubos, colocando o que estava na água quente na água fria e vice-versa. Observar a coloração de cada tubo.

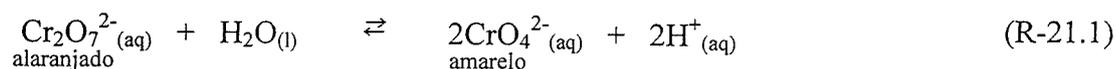
#### Experimento 02. Influência da concentração no equilíbrio químico

- a- Adicionar em um béquer de 250,0 mL, 20,0 mL de solução 0,010 mol/L de tiocianato de amônio ( $\text{NH}_4\text{SCN}$ ), e 10,0 mL de solução de cloreto de ferro (III) ( $\text{FeCl}_3$ ) e 100,0 mL de água destilada. (**Observação: Para a realização desta experiência todas as equipes utilizarão esta mesma solução, já que se encontra preparada**).
- b- Enumerar três tubos de ensaio de 1 a 3.
- c- Adicionar a cada um dos tubos, 5,00 mL da solução preparada no **ítem a**. O tubo 1 será usado como referência (padrão).
- d- Adicionar ao tubo 2, com um conta-gotas, 15 gotas de solução saturada de cloreto de amônio ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ). Observar a alteração da coloração comparando com a coloração do tubo 1.
- e- Adicionar ao tubo 3, um cristal de tiocianato de amônio ( $\text{NH}_4\text{SCN}$ ). Observar a alteração da coloração comparando com a coloração do tubo 1.

## Prática 21: Influência da concentração de íons $H^+$ no equilíbrio químico

### 21.1. Introdução

O equilíbrio entre os íons  $Cr_2O_7^{2-}$  e  $CrO_4^{2-}$  será usado para estudar a influência do pH em determinados equilíbrios químicos.



É importante considerar que na presença de íons Bário ( $Ba^{2+}(\text{aq})$ ) os íons dicromato ( $Cr_2O_7^{2-}$ ) formam dicromato de bário, bastante solúvel; na presença de íons cromato ( $CrO_4^{2-}$ ) formam cromato de bário, pouco solúvel.

### 21.2. Objetivo

- Influência da concentração de íon hidrogênio ( $H^+$ ) no equilíbrio

### 21.3 Procedimento

- Preparar seis tubos de ensaio e numerá-los de 1 a 6
- Adicionar 2,00 mL de solução de cromato de potássio ( $K_2CrO_4$ ) aos tubos 1, 2 e 3. Aos tubos 4, 5 e 6, adicionar 2,00 mL de dicromato de potássio ( $K_2Cr_2O_7$ ). Observar suas cores.
- Adicionar ao tubo 1, 2,00 mL de solução de ácido clorídrico (HCl). Observar e anotar qualquer indicio de reação como mudança de cor, formação de ppt, etc.
- Adicionar ao tubo 4, 2,00 mL de solução de hidróxido de sódio (NaOH). Idem
- Adicionar aos tubos 2, 3, 5 e 6, 2,00 mL de solução de cloreto de bário ( $BaCl_2$ ).
- Adicionar ao tubo 2, mais 2,00 mL de solução de ácido clorídrico (HCl).
- Adicionar ao tubo 3, mais 2,00 mL de solução de hidróxido de sódio (NaOH).
- Adicionar ao tubo 5, mais 2,00 mL de solução de ácido clorídrico (HCl).
- Adicionar ao tubo 6, mais 2,00 mL de solução de hidróxido de sódio (NaOH).
- Deixar o tubo de ensaio em repouso e observar o que ocorre após a adição de cada reagente.
- Escrever equações químicas balanceadas para a reação que ocorre em cada tubo após a adição de cada reagente.

## Prática 22: Determinação da concentração de íons $H^+$ com indicadores

### 22.1. Introdução

Tratando-se de soluções aquosas de ácidos e bases, exprimimos freqüentemente a concentração de íons hidrogênio ( $H^+$ ) e do íon hidroxila ( $OH^-$ ), em termos do logaritmo negativo da concentração. Por definição, o logaritmo negativo de íons  $H^+$  é o pH.:

$$pH = -\log[H^+]$$

A expressão equivalente para a concentração de íons hidroxila é:

Uma vez que o produto iônico da água, a temperatura ambiente é  $1,0 \times 10^{-14}$ , o pH da água pura é 7, pois:

$$[H^+] = 1,0 \times 10^{-7} \text{ mol/L} \quad \therefore \quad -\log 1,0 \times 10^{-7} = 7$$

Segue-se que,

$$pH + pOH = 14$$

Quando o pH é menor que 7, a solução é ácida, e quando pH é maior que 7, a solução é básica.

### 22.2. Objetivos

- Determinar a faixa de viragem dos indicadores: alaranjado de metila, alaranjado IV, carmin índigo e amarelo de alizarina R.
- Determinar a concentração de íons hidrogênio ( $H^+$ ) de uma solução.
- Calcular a constante de ionização,  $K_a$ , do ácido acético ( $HC_2H_3O_2$ ).

### 22.3 Procedimento

#### Experimento 01. Preparação de soluções padrão ácida e básica

- Dispor dez tubos de ensaio limpo e seco em duas séries (**A** e **A'**) de cinco tubos cada e numerá-los de **1A-5A** e **1A'-5A'**.
- Adicionar ao tubo **1A**, com uma pipeta graduada, 10,00 mL de solução 1,0 mol/L de ácido clorídrico (HCl).
- Transferir 1,00 mL da solução do tubo **1A** para o tubo **2A** e adicionar 9,00 mL de água destilada. **Homogeneizar a solução.**
- Transferir 1,00 mL da solução do tubo **2A** para o tubo **3A** e adicionar 9,00 mL de água destilada. **Homogeneizar a solução.**
- Transferir 1,00 mL da solução do tubo **3A** para o tubo **4A** e adicionar 9,00 mL de água destilada. **Homogeneizar a solução.**
- Transferir 1,00 mL da solução do tubo **4A** para o tubo **5A** e adicionar 9,00 mL de água destilada. Homogeneizar a solução.
- Transferir metade da solução contida no tubo **1A** para o tubo **1A'**. Repetir o mesmo procedimento com os tubos **2A**, **3A**, **4A** e **5A** perfazendo, assim, duas séries com cinco tubos cada. (Obs.: Não é necessário usar pipeta.)
- Dispor dez tubos de ensaio limpo e seco em duas séries (**B** e **B'**) de cinco tubos cada e numerá-los de **1B-5B** e **1B'-5B'**.
- Preparar soluções padrão básica, partindo de uma solução 1,0 mol/L de hidróxido de sódio (NaOH), repetindo cada um dos **itens** acima.
- Adicionar à cada tubo da série **A** da solução de ácido clorídrico, duas gotas de indicador alaranjado IV, e adicionar a cada tubo da série **A'** da solução de ácido clorídrico, duas gotas do indicador alaranjado de metila. Agitar e observar a coloração da solução de cada tubo e cada série.
- Adicionar a cada tubo da série **B** da solução de hidróxido de sódio, duas gotas de indicador índigo carmin, e adicionar a cada tubo da série **B'** da solução de hidróxido de

sódio, duas gotas de indicador amarelo de alizarina R. Agitar e observar a coloração da solução de cada tubo em cada série.

- l- Construir uma tabela para anotar as cores observadas em cada uma das séries das soluções padrão.
- m- Calcular o pH da solução inicial, a concentração, em mol/L, e o pH da solução de ácido clorídrico (HCl) após cada diluição.
- n- Calcular o pH da solução inicial, a concentração, em mol/L, e o pH da solução de hidróxido de sódio (NaOH) após cada diluição.
- o- Determinar a faixa de viragem de cada indicador utilizado.

### Experimento 02. Determinação da concentração de íons hidrogênio, ( $H^+$ ), em uma solução

- a- Adicionar em um tubo de ensaio limpo e seco, cerca de 4 mL de solução da amostra desconhecida (solução problema).
- b- Acrescentar ao tubo duas gotas de indicador fenolftaleína para verificar se a solução problema é ácida ou básica.
- a- Tomar dois tubos de ensaio limpo e seco e numerá-los de 1 e 2.
- b- Adicionar aos tubos 1 e 2 cerca de 4 mL da solução problema.
- c- Adicionar duas gotas de um dos indicadores ao tubo 1 e duas gotas do outro indicador ao tubo 2 (se a amostra for ácida utilizar os indicadores adicionados às soluções de HCl, e a amostra for básica utilizar os indicadores às soluções de NaOH).
- d- Determinar o pH e a concentração de íons  $H^+$  na solução problema comparando sua coloração com a coloração das soluções padrões dos tubos 1A e 1A' (se a solução problema ácida) ou 1B e 1B' (se a solução problema for básica).

### Experimento 03. Determinação da constante de ionização, $K_a$ , do ácido acético

- a- Adicionar em dois tubos de ensaio limpo e seco cerca de 4 mL de solução 0,10 mol/L de ácido acético ( $HC_2H_3O_2$ ).
- b- Adicionar a um dos tubos duas gotas de indicador alaranjado IV e ao outro tubo, duas gotas de alaranjado de metila.
- c- Comparar a coloração da solução dos dois tubos com as dos tubos das soluções padrão ácida (séries A e A').
- d- Anotar o valor da concentração de íons hidrogênio ( $H^+$ ) comparando as cores dos tubos que contem as amostras com os tubos das séries A e A'.
- e- Calcular a constante de ionização,  $K_a$ , do ácido acético ( $HC_2H_3O_3$ ).

## Prática 23: Determinação da constante do produto de solubilidade

### 23.1. Introdução

Quando se adiciona um sal pouco solúvel em água suficiente para produzir uma solução saturada, estabelece-se um equilíbrio entre a fase sólida e os íons presentes na solução.



Esse equilíbrio é heterogêneo, de modo que quando se escreve a expressão da constante de equilíbrio, é necessário incluir apenas aquelas substâncias com concentrações molares variáveis. A constante para este tipo de equilíbrio denomina-se *constante do produto de solubilidade*,  $K_{ps}$ , sendo expresso por:

$$K_{ps} = [M^+] [X^-]$$

Podemos enunciar o princípio do produto de solubilidade do seguinte modo: “Em qualquer solução aquosa de um composto iônico pouco solúvel, o produto das concentrações dos íons em solução, cada um, elevado a um expoente igual ao coeficiente estequiométrico da equação química equilibrada é uma constante,  $K_{ps}$ , tem um valor fixo a uma dada temperatura, independentemente das concentrações dos íons individuais”.

### 23.2. Objetivos

- Determinar a solubilidade, em mol/L, do cloreto de chumbo ( $PbCl_2$ ).
- Determinar a constante do produto de solubilidade do cloreto de chumbo ( $PbCl_2$ )

### 24.3 Procedimentos

#### Experimento 01. Determinação da solubilidade molar do $PbCl_2$ a temperatura ambiente

- Aquecer com bico de Bunsen a cápsula de porcelana por cerca de cinco minutos. Após, remover a cápsula do aquecimento e deixar esfriar (sobre uma tela de amianto na bancada) até a temperatura ambiente.
- Colocar cerca de 40 mL de solução saturada de cloreto de chumbo ( $PbCl_2$ ) em um béqueres de 50 mL.
- Registrar a temperatura da solução, que deve ser igual à temperatura ambiente.
- Adicionar pequena quantidade de  $PbCl_{2(s)}$  no béquer para se certificar que a solução está saturada.
- Pesar a cápsula de porcelana fria juntamente com o vidro de relógio.
- Transferir com uma pipeta volumétrica, 10,00 mL da parte sobrenadante da solução de  $PbCl_2$  do béquer para a cápsula de porcelana.
- Cobrir a cápsula com o vidro de relógio e sobre uma tela de amianto no tripé, com auxílio do bico de Bunsen, evaporar cuidadosamente a água da solução até a secura.
- Deixar a cápsula com o vidro de relógio e o resíduo esfriar até a temperatura ambiente.
- Determinar a massa da cápsula de porcelana juntamente com um vidro de relógio e o resíduo, em uma balança semi-analítica. Anotar a massa.
- Calcular a solubilidade molar (solubilidade em mol/L) do cloreto de chumbo ( $PbCl_2$ ) à temperatura ambiente.
- Calcular a constante do produto de solubilidade,  $K_{ps}$ , do cloreto de chumbo ( $PbCl_2$ ), à temperatura ambiente.

Bioq/EA

**Experimento 02. Determinação da solubilidade molar do  $\text{PbCl}_2$ ,  $40,0\text{ }^\circ\text{C}$  acima da temperatura ambiente.**

- a- Aquecer com bico de Bunsen outra cápsula de porcelana por cerca de cinco minutos. Após, remover a cápsula do aquecimento e deixar esfriar até à temperatura ambiente.
- b- Pesar a cápsula de porcelana fria juntamente com o vidro de relógio.
- c- Colocar cerca de 40 mL de solução saturada de cloreto de chumbo ( $\text{PbCl}_2$ ) em um béquer de 50,0 mL.
- d- Aquecer o béquer contendo a solução saturada a  $40,0\text{ }^\circ\text{C}$  acima da temperatura determinada no Experimento 01, item c.
- e- Certificar se a solução continua saturada, observando se há resíduo sólido no fundo do béquer.
- f- Transferir com uma pipeta volumétrica, 10,00 mL da parte sobrenadante da solução de  $\text{PbCl}_2$  do béquer para a cápsula de porcelana.
- g- Cobrir a cápsula com o vidro de relógio e sobre uma tela de amianto no tripé, com auxílio do bico de Bunsen, evaporar cuidadosamente a água da solução até a secura.
- h- Deixar a cápsula com o vidro de relógio e o resíduo esfriarem até a temperatura ambiente.
- i- Determinar a massa da cápsula de porcelana juntamente com um vidro de relógio e o resíduo, em uma balança semi-analítica. Anotar a massa.
- j- Calcular a solubilidade molar (solubilidade em mol/L) do cloreto de chumbo ( $\text{PbCl}_2$ ) à temperatura determinada.
- k- Calcular a constante do produto de solubilidade,  $K_{ps}$ , do cloreto de chumbo ( $\text{PbCl}_2$ ), à temperatura determinada.

Biog/EA

## Prática 24: Análise qualitativa pelo método macroanalítico

### 24.1. Objetivo

- Separar e identificar os íons ferro ( $\text{Fe}^{3+}$ ), cromo ( $\text{Cr}^{3+}$ ) e alumínio ( $\text{Al}^{3+}$ ).

### 24.2. Procedimentos

#### Parte 01. Preparação da amostra (Esta amostra já está preparada)

Adicionar a um béquer de 250,0 mL limpo e seco 5 mL de solução de cloreto de ferro (III), 5 mL de solução de cloreto de cromo (III) e 5 mL de solução de cloreto de alumínio. Adicionar água ao béquer até completar o volume de 100 mL. Observar a coloração de cada solução antes da mistura. (**Observação:** cada equipe utilizará 10 mL desta amostra).

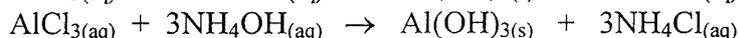
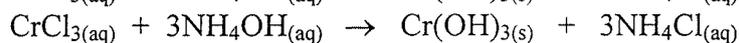
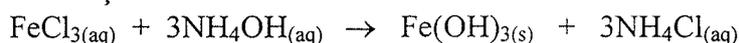
#### Parte 02. Precipitação dos íons $\text{Fe}^{3+}$ , $\text{Cr}^{3+}$ e $\text{Al}^{3+}$

**Obs.:** Separar esses íons de outros como  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$  e outros.

- Transferir 10 mL de amostra com uma proveta para um béquer de 100,0 mL e diluir a 50,0 mL.
- Adicionar ao béquer 5,0 mL de solução de cloreto de amônio ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) com uma proveta. Aquecer até a fervura e adicionar solução de hidróxido de amônio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) até solução básica. Agitar. Observar a formação de precipitado.
- Adicionar cerca de 100 mL de água destilada em um béquer de 250,0 mL. Adicionar ao béquer aproximadamente 5 mL de solução de  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , aquecer. Esta solução quente será utilizada para lavar o precipitado.
- Filtrar a amostra em papel filtro pregueado e lavar o precipitado com água quente em presença de  $\text{NH}_4\text{Cl}$ .

#### Observações:

##### I – Reações



II – A adição de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  com  $\text{NaOH}$  forma uma solução tampão de  $\text{pH} \approx 9$  o que impede a precipitação de magnésio ( $\text{Mg}(\text{OH})_2$ ), caso o  $\text{Mg}^{2+}$  esteja presente.

III – Teste para solução básica: adicionar uma gota de fenolftaleína num pedaço de papel filtro ou vidro de relógio, e com um conta-gotas tirar 1 ou 2 gotas da solução e colocar sobre a fenolftaleína.

IV - Como o precipitado é coloidal a lavagem com água quente em presença de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  é para evitar a peptização do precipitado.

#### Parte 03. Separação de $\text{Fe}(\text{OH})_{3(\text{s})}$ , de $\text{Cr}(\text{OH})_{3(\text{s})}$ e $\text{Al}(\text{OH})_{3(\text{s})}$

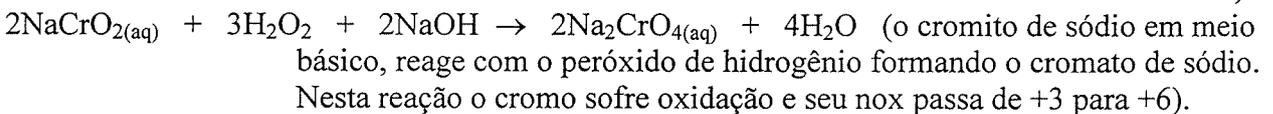
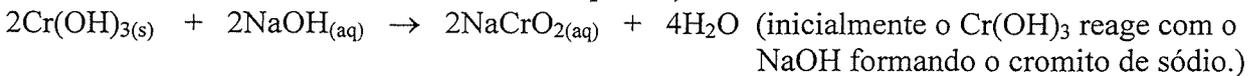
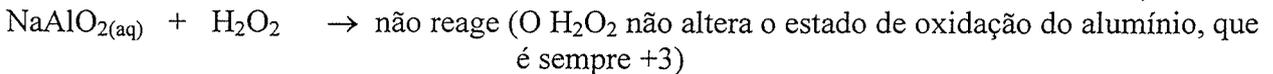
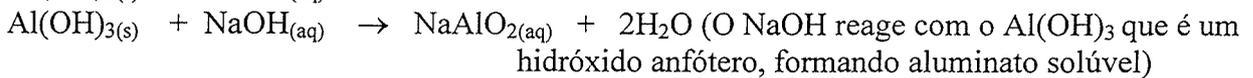
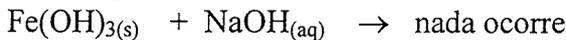
- Transferir, com jatos de água do pisquete, o precipitado obtido na Parte 2-d para um béquer de 250 mL.
- Adicionar ao béquer 10 mL de solução de hidróxido de sódio ( $\text{NaOH}$ ) 1,0 mol/L, e 5 mL de peróxido de hidrogênio ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) a 3 %. Aquecer durante cinco minutos com agitação ocasional.
- Filtrar em papel pregueado e lavar o precipitado com água quente em presença de  $\text{NH}_4\text{Cl}$ . Reserve o filtrado.

Biog/EA

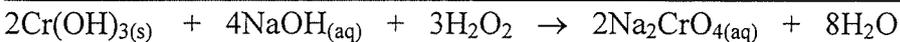
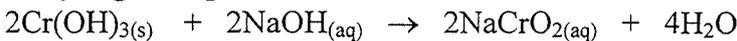
### Observação:

I – A transferência do precipitado não precisa ser total, pois a análise é qualitativa.

### II – Reações



### Reação global para o cromo:



III – O  $\text{Fe(OH)}_3$  não é um hidróxido anfótero, portanto não reage com o NaOH, não desfazendo o precipitado

IV – Cores da solução: o aluminato ( $\text{AlO}_2^-$ ) é incolor e o cromato ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ) é amarelo.

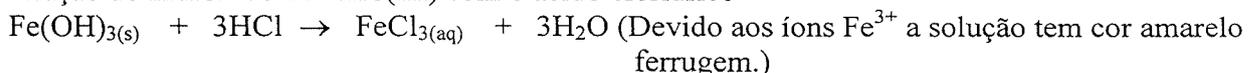
### Parte 04. Dissolução do precipitado e identificação do $\text{Fe}^{2+}$

- Com jatos de água do pissete, transferir o precipitado obtido na parte 03-c para um béquer de 250 mL e diluir a 50 mL de água.
- Adicionar ácido clorídrico (HCl) até dissolver totalmente o precipitado (um leve aquecimento facilita a dissolução).
- Transferir 1,0 mL da solução obtida no item b para um tubo de ensaio e adicionar cerca de 1 mL de tiocianato de amônio,  $\text{NH}_4\text{SCN}$ , o aparecimento da cor vermelha (sangue) identifica o íon  $\text{Fe}^{3+}$ .
- Transferir 1,0 mL da solução obtida no item b para um tubo de ensaio e adicionar gotas de ferricianeto de potássio, o aparecimento de um precipitado azul indica a presença de ferro.

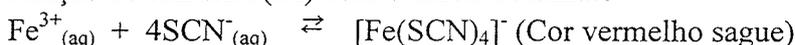
### Observações:

#### I – Reações

Reação do hidróxido de ferro(III) com o ácido clorídrico



Reação do íon ferro(III) com o ânion tiocianato



Reação entre o íon ferro (III) e o íon ferricianeto

Biog/EA

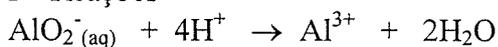


#### Parte 05. Separação do íon $\text{Al}^{3+}$ do íon $\text{CrO}_4^{2-}$

- Adicionar HCl ao filtrado guardado da parte 03 até pH ácido (abaixo de 3).
- Adicionar  $\text{NH}_4\text{OH}$  até pH básico. Fazer o teste da fenolftaleína.
- A formação de um precipitado gelatinoso branco (quase incolor), identifica a presença do alumínio.
- Filtrar em papel filtro pregueado lavando o precipitado com água quente em presença de  $\text{NH}_4\text{Cl}$ . Reserve o filtrado.

#### Observação:

I – Reações



#### Parte 06. Identificação do $\text{Cr}^{3+}$

- Em um tubo de ensaio adicionar 1 mL do filtrado obtido na parte 05-d.
- Observar a cor. Cor amarela indica a presença de cromato ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ).
- Adicionar ao tubo 0,5 mL de cloreto de bário ( $\text{BaCl}_2$ ). A formação de um precipitado amarelo claro (creme) indica a presença de cromato ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ).

#### Observação

I – Reação



Biog/EA

## **Prática 25: Determinação de Cálcio e Proteínas no leite**

### **25.A. Determinação de Cálcio no leite**

#### **25.1. Objetivo**

- Determinar o teor de cálcio em uma amostra de leite.

#### **25.2. Procedimento**

##### **Experimento 01. Determinação de Cálcio no leite**

- a- Pesar 10,00 g de leite em um erlenmeyer de 250,0 mL.
- b- Acrescentar à amostra aproximadamente 50 mL de água destilada.
- c- Evitar deixar qualquer quantidade (por menor que seja) do leite nas paredes do frasco.
- d- Adicionar 15,0 mL de solução tampão pH 10, usar uma proveta de 25,0 mL.
- e- Adicionar antes da titulação (não antes), uma pitada (ponta de espátula) de negro de calcon 1% em NaCl sólido, ao erlenmeyer.
- f- Titular a amostra com solução 0,025 mol/L de EDTA até o ponto de viragem (de rosa para azul).
- g- Calcular o teor de cálcio, em mg/100g de leite, presente na amostra.

##### **Experimento 02. Prova em branco**

- a- Repetir o procedimento do Experimento 01, substituindo o leite por 10,0 mL de água.

### **25.B. Determinação de Proteínas no leite**

#### **25.1. Objetivo:**

- **Determinar o teor de proteínas no leite.**

#### **25.2. Procedimento.**

##### **Experimento 1. Determinação do teor de caseína no leite.**

- a- Dobrar um papel filtro pregueado e determinar a massa de um vidro de relógio juntamente com o papel filtro.
- b- Transferir para um béquer de 250 mL, limpo e seco 100,0 mL de uma amostra de leite.
- c- Aquecer a amostra de leite até a temperatura de 38,0° C.
- d- Retirar a amostra de leite do aquecimento e adicionar 10,0 mL de solução 0,50 mol/L de ácido clorídrico (HCl) pH  $\approx$  4. Observar a formação de grumos.
- e- Filtrar em papel pregueado. Recolher o filtrado em um béquer de 250 mL limpo e seco. Reservar o filtrado (soro).
- f- Transferir o papel filtro contendo o sólido para o vidro de relógio previamente pesado.
- g- Deixar a amostra secar e determinar o teor de caseína na amostra de leite.
- h- Calcular a massa, em g/L, de caseína no leite. Comparar com valor dado na literatura e calcular o erro percentual.

Biog/EA

**Experimento 2. Determinação do teor de albumina no leite.**

- a- Dobrar um papel filtro pregueado e determinar a massa de um vidro de relógio juntamente com o papel filtro.
- b- Transferir para um tubo de ensaio 5,00 mL de filtrado (soro) obtido no **ítem 2.1 e**. Reservar esta amostra para ser utilizada posteriormente.
- c- Colocar outro vidro de relógio sobre o béquer que contém o filtrado obtido em **2.1 e** e aquecer suavemente. Deixar ferver por cerca de 8 minutos.
- d- Deixar a amostra esfriar até a temperatura ambiente e observar a formação de grumos.
- e- Filtrar em papel pregueado. Transferir o papel filtro contendo o sólido para o vidro de relógio previamente pesado.
- f- Deixar a amostra secar e determinar o teor de albumina na amostra de leite.
- g- Calcular a massa, em g/L, de albumina no leite. Comparar com valor dado na literatura e calcular o erro percentual.

Biog/EA

## **Prática 26. Fraudes no leite e Determinação da acidez do leite**

### **26.A. Fraudes no leite**

#### **26.1. Objetivos**

- Determinar a presença de substâncias estranhas no leite.

#### **26.2. Procedimento**

##### **Experimento 1. Determinação da presença de ácido salicílico**

- a- Adicionar ao tubo de ensaio de que contém 5,00 mL de **soro** obtido anteriormente de 3 a 5 gotas de solução 0,10 mol/L de cloreto de ferro (III) ( $\text{FeCl}_3$ ).
- b- Observar o aparecimento de uma coloração que vai do rosa até o violeta, que indica a presença do ânion salicilato.

##### **Experimento 2. Determinação da presença de amido**

- a- Transferir, com auxílio de uma pipeta graduada, 5,00 mL da amostra de leite para um tubo de ensaio limpo e seco.
- b- Aquecer o tubo de ensaio em banho-maria por cerca de cinco minutos.
- c- Acrescentar ao tubo de ensaio cinco gotas de solução de iodo. Agitar e observar. O aparecimento da coloração azul, roxa ou quase preta indica a presença de amido.

##### **Experimento 3. Determinação da presença de ácido bórico**

- a- Transferir, com auxílio de uma pipeta graduada, para um tubo de ensaio limpo e seco, 5,00 mL da amostra de leite.
- b- Adicionar ao tubo de ensaio 3 gotas de indicador fenolftaleína.
- c- Adicionar ao tubo de ensaio, com auxílio de uma pipeta graduada, 1,5 mL de solução 0,10 mol/L de hidróxido de sódio ( $\text{NaOH}$ ) até o aparecimento da coloração levemente rosa.
- d- Adicionar ao tubo, gota a gota, 10 gotas de glicerina. O desaparecimento da coloração rosa indica a presença de ácido bórico.

**Observação: Os procedimentos acima devem ser efetuados para o leite fraudado e não fraudado, os resultados devem ser comparados e anotados.**

### **26.B. Determinação da acidez do leite**

#### **26.1. Objetivos:**

- Determinação da densidade do leite
- Determinação da acidez total do leite

#### **26.2. Procedimento**

##### **Experimento 1. Densidade do leite**

- a- Determinar a massa de um balão volumétrico de 25,0 mL, limpo e seco, em balança semi analítica.
- b- Adicionar ao balão a amostra de leite até que a parte inferior do menisco do líquido tangencie a marca de aferição do mesmo.

- c- Determinar a massa do balão volumétrico contendo a amostra de leite.
- d- Calcular a massa de leite presente em 25,0 mL de amostra.
- e- Calcular a densidade, em g/mL, da amostra de leite.

### **Experimento 2. Determinação da acidez total do leite.**

- a- Lavar a bureta duas ou três vezes com pequenas quantidades de solução de hidróxido de sódio (NaOH), (*padrão secundário*), escoando todo líquido antes da adição do novo volume.
- b- Fixar a bureta de 25,00 mL, com auxílio de uma garra metálica, a um suporte universal, enchê-la até um pouco acima do zero da escala, com a solução titulante (*padrão secundário*).
- c- Abrir a torneira para preencher a extremidade inferior da bureta; zerar de modo que a base do menisco do líquido na bureta tangencie a marca zero da escala.
- d- Transferir, com auxílio de uma pipeta volumétrica, 20,0 mL da amostra de leite para um erlenmeyer de 250,0 mL.
- e- Acrescentar ao erlenmeyer cerca de 10 mL de água destilada e três gotas de indicador fenolftaleína. Homogeneizar a solução.
- f- Colocar o erlenmeyer sob a bureta e escoar a solução titulante, gota a gota, até a mudança de coloração; durante a titulação controlar a torneira com a mão esquerda e agitar o erlenmeyer continuamente com a mão direita. É recomendável lavar as paredes do erlenmeyer com pequenas quantidades de água destilada, especialmente a parte superior onde pode ter restado pequenas porções de titulante. Caso haja dúvida quanto a ter sido ou não atingido o ponto final, fazer a leitura do volume de titulante contido na bureta, adicionar mais uma gota e observar o resultado.
- g- Ler com exatidão o volume de titulante gasto na neutralização.
- h- Repetir duas vezes o processo, a fim de obter o volume médio gasto na neutralização.
- i- Determinar a acidez do leite em percentagem de ácido láctico.