

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

QUÍMICA GERAL EXPERIMENTAL
CURSOS: BACHARELADO E LICENCIATURA EM QUÍMICA

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 – PR
2013

Componente curricular: Química Geral Experimental

Carga-horária: 68 h

Ementa: Normas de segurança e técnicas de laboratório. Instrumentação, obtenção de dados experimentais e seu tratamento estatístico. Obtenção, separação, purificação e propriedades de substância, Análise química.

Critério de avaliação: Serão feitas 4 avaliações anuais, cada uma composta de uma prova escrita e relatórios dos experimentos desenvolvidos no laboratório.

$$A_n = (T_n \times 0,8 + R \times 0,2)$$

Onde:

T = prova escrita versando sobre conteúdo programático (valor: 0 → 10)

n = 1, 2, 3

R = média dos relatórios das aulas práticas (valor: 0 → 10)

SUMÁRIO

	P.
Materiais de laboratório	01
1º BIMESTRE	
Aula 1: Apresentação do laboratório. Normas de segurança no laboratório. Normas de apresentação do relatório	04
Aula 2: Reconhecimento de instrumental de laboratório: bico de gás, vidros e água destilada	07
Aula 3: Observação científica: vela	09
Aula 4: Tratamento científicos de dados e Algarismos significativos	10
Aula 5: Reconhecimento de instrumental de laboratório: instrumentos de medidas de volume	13
Aula 6 : Calibração de instrumentos volumétricos	15
Aula 7 : Calibração de termômetros	17
2º BIMESTRE	
Aula 8: Propriedades físicas da matéria: ponto de fusão	19
Aula 9: Propriedades físicas da matéria: densidade de um sólido	21
Aula 10: Propriedades físicas e químicas da matéria: solubilidade. Determinação do teor de álcool na gasolina	23
Aula 11: Técnicas de separação e purificação de substância: dissolução fracionada; filtração e evaporação	24
Aula 12: Técnicas de separação de mistura.....	27
12.A. Destilação simples; destilação fracionada e destilação por arraste de vapor	27
12.B. Técnica de separação: Cromatografia sobre papel	29
Aula 13: Técnica de purificação de sólidos: recristalização	32
Aula 14: Determinação da fórmula de um hidrato	34
3º BIMESTRE	
Aula 15: Reações químicas: síntese de óxidos	35
Aula 16: Reações químicas: reação de deslocamento; reação de decomposição; reação de síntese	37
Aula 17: Reações químicas: precipitação e complexação	40
Aula 18: Preparação de soluções ácida e alcalina	41
Aula 19: Padronização de soluções ácida e alcalina	43
Aula 20: Determinação da densidade e acidez total do vinagre	47
Aula 21: Determinação do teor de NaOH na soda cáustica.....	48
4º BIMESTRE	
Aula 22: Determinação da velocidade de reação	49
Aula 23: Equilíbrio Químico: efeito da temperatura e da concentração	52
Aula 24: Equilíbrio Químico: efeito da concentração de íons H ⁺	54
Prática 25: Determinação da concentração de íons H ⁺ com indicadores	55
Aula 26: Determinação da constante do produto de solubilidade	57
Aula 27: Espontaneidade de uma reação de óxido-redução	59
Aula 28: A corrosão do ferro	61

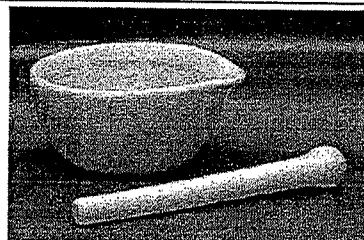
CURSOS: LICENCIATURA E BACHARELADO EM QUÍMICA

TURMA: _____

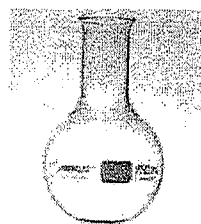
PROFESSOR: _____

1º BIMESTRE	Data
Aula 1: Apresentação do laboratório. Normas de segurança no laboratório. Normas de apresentação do relatório	
Aula 2: Reconhecimento de instrumental de laboratório: bico de gás, vidros e água destilada	
Aula 3: Observação científica: vela	
Aula 4: Tratamento científicos de dados e algarismos significativos	
Aula 5: Reconhecimento de instrumental de laboratório: instrumentos de medidas de volume	
Aula 6 : Calibração de instrumentos volumétricos	
Aula 7 : Calibração de termômetros	
2º BIMESTRE	
Aula 8: Propriedades físicas da matéria: ponto de fusão	
Aula 9: Propriedades físicas da matéria: densidade de um sólido	
Aula 10: Propriedades físicas e químicas da matéria: solubilidade. Determinação do teor de álcool na gasolina	
Aula 11: Técnicas de separação e purificação de substância: dissolução fracionada; filtração e evaporação	
Aula 12: Técnicas de separação de mistura: 12.A. Destilação simples; destilação fracionada e destilação por arraste de vapor	
12.B. Técnica de separação: Cromatografia sobre papel.....	
Aula 13: Técnica de purificação de sólidos: recristalização	
Aula 14: Determinação da fórmula de um hidrato	
3º BIMESTRE	
Aula 15: Reações químicas: síntese de óxidos	
Aula 16: Reações químicas: reação de deslocamento; reação de decomposição; reação de síntese	
Aula 17: Reações químicas: precipitação e complexação	
Aula 18: Preparação de soluções ácida e alcalina	
Aula 19: Padronização de soluções ácida e alcalina	
Aula 20: Determinação da densidade e acidez total do vinagre	
Aula 21: Determinação do teor de NaOH na soda cáustica.....	
4º BIMESTRE	
Aula 22: Determinação da velocidade de reação	
Aula 23: Equilíbrio Químico: efeito da temperatura e da concentração	
Aula 24: Equilíbrio Químico: efeito da concentração de íons H^+	
Aula 25: Determinação da concentração de íons H^+ com indicadores	
Aula 26: Determinação da constante do produto de solubilidade	
Aula 27: Espontaneidade de uma reação de óxido-redução	
Aula 28: A corrosão do ferro	

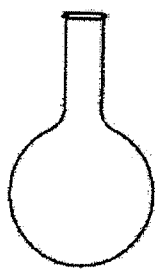
MATERIAIS DE LABORATÓRIO



(1)



(2)



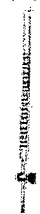
(3)



(4)



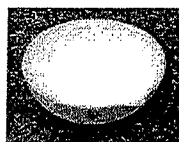
(5)



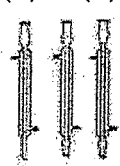
(6)



(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.

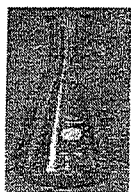
9) **CONDENSADOR:** utilizado na destilação, tem como finalidade condensar vapores gerados pelo aquecimento de líquidos. Os mais comuns são os de Liebig, como o da figura ao lado, mas há também o de bolas e serpentina.

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.

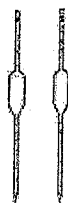
13) **FUNIL DE SEPARAÇÃO:** utilizado na separação de líquidos não miscíveis e na extração líquido/líquido.



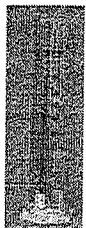
(15)



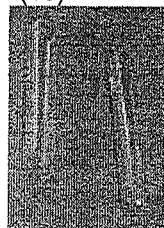
(16)



(17)



(18)



(19)



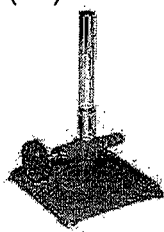
(20)



(21)



(22)



(23)



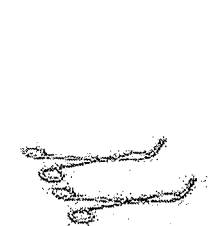
(24)



(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.

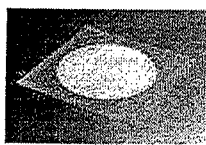
27) PINÇA METÁLICA (TENAZ): usada para manipular objetos aquecidos.

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

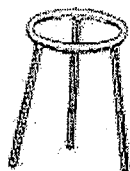
29) SUPORTE UNIVERSAL: utilizado em operações como



(29)



(30)



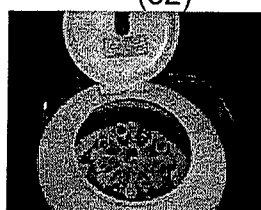
(31)



(32)



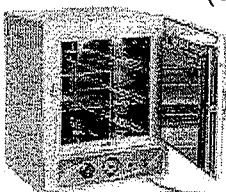
(33)



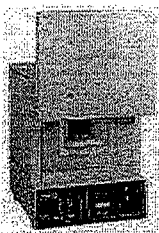
(35)



(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.

1º BIMESTRE

Aula 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 Bunsen 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 esorra 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. Trabalhos experimentais

- Organizar-se antes da prática: ler roteiros, efetuar cálculos prévios etc.
- Registrar seus dados e resultados em local apropriado.
- Calculadora.
- Verificar o grau de periculosidade das substâncias.
- Entregar relatórios de práticas anteriores no início de cada aula.

1.3. Normas de apresentação do 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: disciplina, turma, título do trabalho, nomes dos membros da equipe (**nome e sobrenome**) e nome do professor.

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 **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:

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**; 73ª 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**. 58th edition, USA: CRC Press, 1977.

Consulta de propriedades e periculosidade:

Merck Index. Budavari, S. (editor). **The Merck Index**. 11th 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.

1.4. Conhecendo o laboratório

Nesta aula você deverá tomar conhecimento do laboratório e seus acessórios "in loco".

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

Aula 02. Reconhecimento de instrumental de laboratório: bico de gás, manipulação de vidros e água destilada

2.1. Introdução

Queimadores de gases combustíveis são extremamente comuns em laboratórios químicos, sendo o mais comumente usado o bico de Bunsen. O gás combustível geralmente é o GLP (gás liquefeito de petróleo). O comburente normal é o O₂, proveniente do ar atmosférico.

Regiões da chama – uma chama apresenta diversas partes chamadas **zonas da chama**, Figura 2.1 (a) e (b).

Zona oxidante – a chama apresenta uma coloração azul, quase invisível onde os gases são expostos ao ar e sofrem combustão completa (Produto principal: CO₂, H₂O), Figura 2.1(c).

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 chama apresenta pequenas partículas de carbono que, incandescentes dão luminosidade (cor amarela) à chama (Produtos principais: CO e C, H₂O), Figura 2.1(c).

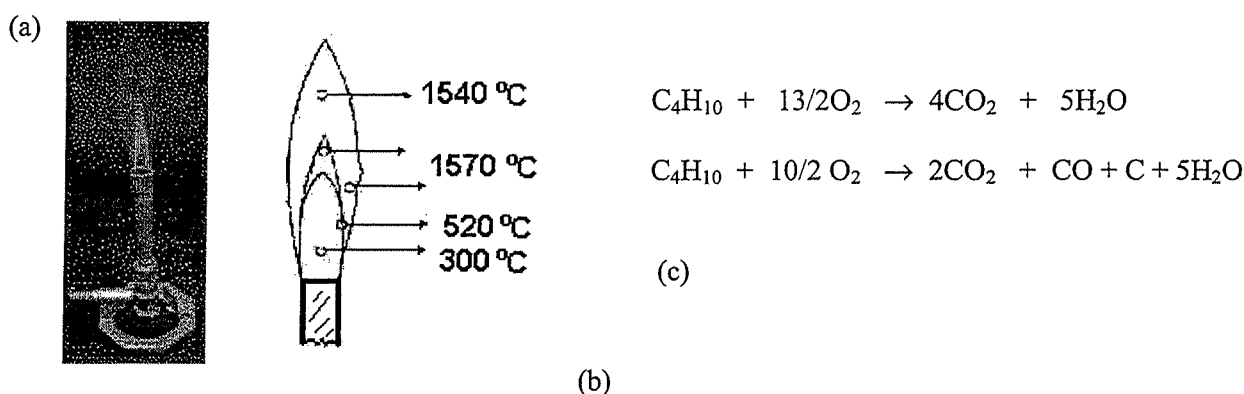


Figura 2.1. (a) Bico de Bunsen aceso mostrando as zonas de uma chama oxidante; (b) temperaturas nas diversas zonas da chama; (c) reações que ocorrem na chama entre o combustível e comburente.

2.2. Objetivos

- Aprender o uso de bico de gás.
- Manipular tubos de vidro.
- Tomar conhecimento sobre a água destilada.

2.3. Procedimentos

Experimento 01. Bico de gás: Bunsen e Meeker

- Por segurança retirar inflamáveis perigosos das proximidades, líquidos orgânicos, bolsas, etc. Localizar extintores, verificar procedimentos contra fogo, etc.
- Manusear o bico de gás desligado: observar as partes do bico; controles de gás (diretamente na mangueira e bico); controle de fluxo de gás combustível e do comburente (oxigênio). Ligar a válvula central de gás da bancada ou do laboratório.
- Abrir a válvula de gás do bico mantendo a entrada de oxigênio fechada e simultaneamente

acendendo a chama.

- d- Constatar na chama: regiões de aquecimento (zona oxidante e redutora), cor da chama, temperatura, fluxo de comburente e combustível, etc.
- e- Fechar a válvula de gás do bico e verificar a extinção da chama. Fechar as válvulas de gases das bancadas.

Experimento 02. Trabalhos com vidro / tubo de vidro comum

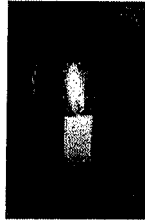
- a- Cortar o tubo de vidro com lima triangular ou outro material. Eliminar rebarbas das bordas com aquecimento.
- b- Dobrar o tubo na chama; fazer capilares; fechar o capilar; soldar vidros.

Obs: cuidados com queimaduras

Experimento 03. Mostrar o destilador de água.

Tomar conhecimento sobre as diferenças entre a água destilada e a comum.

Aula 03. Observação científica: A vela



3.1. Objetivos:

- Inicialmente exercitar a observação de um fenômeno e efetuar registros.
- Além da observação, em um segundo momento, efetuar hipóteses (inclusive com conhecimentos prévios), experimentar, comparar e concluir.

3.2 Procedimentos

Passo 01: Vela apagada

Primeiro momento, observar e registrar.

Passo 02: Vela acesa

Primeiro momento, observar e registrar.

Passo 03: Vela apagada e acesa

Utilizar-se de experimentos para compreensão do funcionamento de uma vela.

Passo 04:

- Formular uma hipótese para o funcionamento da vela.
- Testar a hipótese / experimentação.
- Conclusão: comprovando a hipótese e transforma-la em tese.
- Generalização.
- Divulgação.

Aula 04. Tratamento científico de dados e algarismos significativos

4.1. 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 se realiza uma medida deve-se manter a incerteza em níveis baixos e toleráveis, e também, deve-se estabelecer a confiança que o valor encontrado representa.

4.1.1. Erros Experimentais

Os erros são classificados em duas classes principais: **erro sistemático** (determinado) e **erro indeterminado** (aleatório, casual, ou estatístico). Os erros sistemáticos são aqueles que surgem de uma falha no projeto do experimento (método, teoria/equação não perfeita, idealidade etc.) ou do equipamento. Esse tipo de erro é reprodutível, ou seja, se a medida for realizada n vezes (do mesmo modo) este erro irá se repetir n vezes. Por outro lado, os erros indeterminados resultam de variáveis incontrolláveis nas medidas experimentais estando sempre presentes, sendo aleatórios e fortuitos. Para “limpar” este tipo de erro, basta repetir n vezes o experimento, podendo-se desconsiderar resultados muito discrepantes da média. 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. Assim esta se falando sobre erro, incerteza e exatidão (sempre em relação ao valor real).

O erro absoluto de uma medida é calculado como sendo a diferença entre o valor experimental ou medido e o valor adotado pela literatura (normalmente considerado como o valor real). O erro relativo é dado pelo módulo da diferença entre o valor real e o obtido, dividido pelo valor real. O erro percentual é o relativo multiplicado por 100.

4.1.2. 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 ± 1 no último dígito. Sempre que apresentamos o resultado de uma medida, este será representado pelos algarismos significativos. De modo geral, o número de algarismos significativos expressa a precisão de uma medida.

Em instrumentos eletrônicos, exemplo balanças, é comum estar escrito o valor da incerteza daquele instrumento na sua parte frontal ($\pm \sigma$) que deve ser levado em conta em uma medida individual simples; balanças semi-analíticas (de prato superior) costumam ser de $\pm 0,01$ g ou $\pm 0,001$ g, ou seja, possuem, respectivamente, 2 ou 3 algarismos significativos após a vírgula, enquanto que a balança analítica costuma ser de $\pm 0,0001$ g, fornecendo 4 algarismos significativos após a vírgula. Expressando o dado: **valor $\pm \sigma$** (unidades).

Por outro lado, em uma medida individual de instrumento com escalas, exemplo: régua, a probabilidade de que as medidas estejam dentro de um dado intervalo com confiança de 95,4% é dado por $\sigma = \pm l/2$, onde l é a menor divisão da escala. Assim se expressa: **valor $\pm l/2$** (unidades). Nestes casos a incerteza é dada pelo último algarismo significativo, sendo este dígito chamado de casa de incerteza (algarismo duvidoso), sendo obrigatória sua apresentação em medidas científicas.

Operações com algarismos significativos

Há regras para operar com algarismos significativos. Se estas regras não foram 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, sendo que o resultado final deverá conter esse número de casas decimais. Neste caso é 53,6; que apresenta apenas uma casa decimal. Assim, o resultado, observando-se as regras de arredondamento, deve ser:

$$\text{Ex.: } 250,757 + 0,0648 + 53,6 = 304,4$$

Multipliação de divisão

Para multiplicar ou dividir aplica-se a seguinte regra: Verificar qual o fator que apresenta o menor número de algarismos significativos (**lembrar que algarismos significativos não são casas depois da vírgula**) e apresentar o resultado com a quantidade de algarismos igual a este fator, observando as regras de arredondamento.

$$\text{Ex.: } 6,78 \times 3,5 = 23,73 = 24$$

Obs: uma regra prática é efetuar as operações com todos os algarismos e, ao final, apresentar seu valor com coerência, respeitada as limitações de suas medidas, portanto com algarismos significativos.

Valor médio e desvio

Quando se realiza um conjunto de medidas é usual obter-se o valor médio. Por exemplo, ao medir a distância x com instrumentos de medidas de comprimento, foram encontrados os valores mostrados na Tabela 4.1, a título de exemplificação.

Tabela 4.1. Valores obtidos para $x(\text{cm})$.

N	x_i (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	$\bar{x} = 5,83$		$\bar{S} = 0,02$

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 \bar{x} , dado pela Equação 4.1, onde x_i é o valor individual de cada medida da distância x e N é o número de medidas. Assim, o valor médio da distância será expresso como: $\bar{x} = 5,83$ cm. Entretanto os valores individuais apresentam desvios em relação a este valor médio. O desvio médio (s) é dado pela média aritmética dos desvios absolutos. Entretanto, na prática, é muito importante o chamado **desvio padrão** (σ) que é expresso pela Equação 4.2.

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^{i=N} x_i}{N} \quad (4.1)$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum (\bar{x} - x_i)^2}{N - 1}} \quad (4.2)$$

Para calcular o desvio padrão necessitam-se dos dados de desvio S_i e S_i^2 conforme ilustrados na Tabela 4.2.

Dessa forma tem-se que $\sigma = 0,021$. A medida da distância x é finalmente expressa da seguinte forma: $\bar{x} = 5,83 \pm 0,02$ cm

Tabela 4.2. Dados referentes ao cálculo do desvio padrão (σ).

x (cm)	$S_i = (\bar{x} - x_i)$ cm	$(S_i)^2 (10^{-4})$ cm ²
5,82	- 0,01	1
5,83	0,00	0
5,85	- 0,02	4
5,81	0,02	4
5,86	0,03	9
		$\Sigma (S_i)^2 = 18 \times 10^{-4}$ cm ²

Decorrente do desvio padrão, tem-se o **coeficiente de correlação** (cv), que expressa a grandeza do desvio em relação ao valor médio medido, dado pela Equação 4.3.

$$cv = \frac{\sigma}{x} \times 100 = 0,34 \quad (4.3)$$

Uma observação importante é que ao discutirem-se **desvios** estamos falando sobre reprodutibilidade e precisão, ou seja, comparações das medidas individuais com o valor médio.

Em resumo:

- Erro é o quanto o valor medido se aproxima do valor real (aliado a exatidão).
- Desvio é o quanto os valores individuais se desviam do valor médio (aliado a precisão).

4.2. Objetivos

- Efetuar corretamente medidas de comprimento com régua de várias escalas.
- Efetuar medidas de massa em balanças semi-analíticas.

4.3. Procedimentos

Experimento 01

- Medir o comprimento de objetos a disposição para cálculos de área e volume, utilizando os instrumentos de medida de comprimento (régua) com diferentes escalas.

Experimento 02.

- Determinar a massa de um grão de cada um dos cereais disponíveis, tomando o grão que melhor represente a sua amostragem.

4.4. Resultados e cálculos

- Apresentar os resultados de medidas de comprimento em tabelas para cada régua. Calcular o volume do objeto usado no experimento.
- Apresentar os resultados em tabelas para cada cereal usando os dados de todas as equipes. Use os procedimentos, formatações e notações científicas. Em cada tipo de cereal, calcular a massa média, o desvio médio (s), o desvio padrão (ou estatístico, σ) e o coeficiente de variação (cv): valor $\pm \sigma$.

Aula 05. Reconhecimento de instrumental de laboratório: instrumentos de medida de volume

5.1. Introdução

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 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 nos instrumentos volumétricos deve-se considerar a posição do menisco, Figura 5.1(a), e a posição dos olhos para se evitar o erro de paralaxe, Figura 5.1(d), as Figuras 5.1 (b) e (c) demonstram como a pipeta deve ser manuseada.

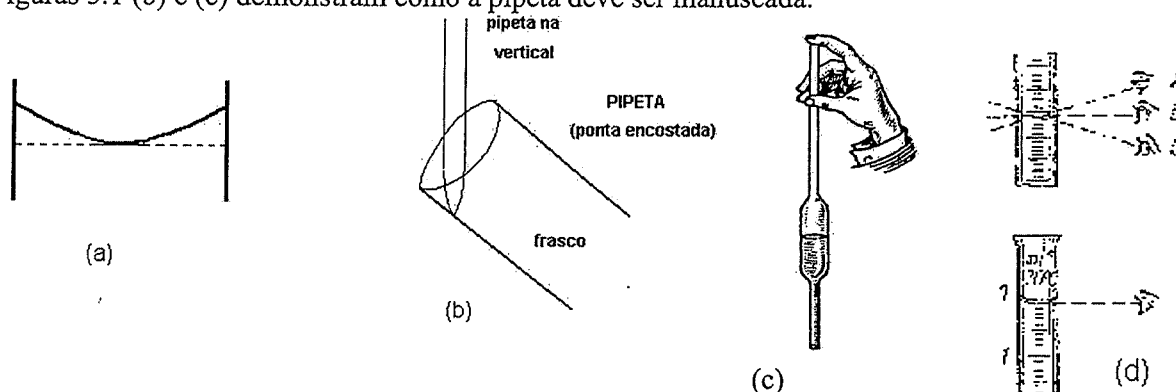


Figura 5.1. (a) Posição do menisco tangenciando a marca de aferição, (b) posição correta do frasco, e a ponta da pipeta tocando a parede durante a transferência do líquido, (c) posição da pipeta (na vertical) para transferir o líquido, (d) posição dos olhos para fazer a leitura do volume e evitar o erro de paralaxe.

5.2. Objetivo

- Efetuar corretamente a leitura em instrumentos de medida de volume.
- Utilizar adequadamente pipetas.
- Comparar a sensibilidade de diferentes instrumentos de medida de volume de mesma capacidade.

5.3. Procedimentos

Experimento 01. Manusear pipetas graduada e volumétrica. Conhecer as diferenças entre os dois tipos de pipetas

- Transferir para um béquer de 50 mL cerca de 30 mL de água destilada.
- Colocar a ponta da pipeta volumétrica de 5 mL no interior do líquido e fazer sucção com um pipetador. A ponta da pipeta deve ficar abaixo da superfície do líquido.
- A sucção deve ser feita até o líquido ultrapassar o traço de aferição da pipeta.
- Posicionar a pipeta na vertical e com a ponta encostada no béquer (parte seca e com ângulo aproximado de 45°) deixar escoar o líquido lentamente até a marca de aferição.
- Transferir o volume total da pipeta (5,00 mL) para outro béquer de 50 mL mantendo a mesma na posição vertical, ponta encostada e angulada em relação ao béquer (parte seca), levantando o dedo indicador. O único caso em que se deve assoprar a pipeta é quando esta possui um traço na parte superior, ou uma marca fosqueada com jato de areia. Nos demais casos, deixar o volume restante na pipeta.

Experimento 02. Medidas individuais de um instrumento (a proveta ou cilindro graduado).

- a- Com um conta-gotas adicionar 20 gotas de água em uma proveta de 10 mL. Ler o volume resultante.
- b- Apresente o valor lido respeitando os algarismos significativos e o erro residual sistemático (σ_r) com confiança de 95,4% ($\sigma_r = l/2$, onde l é a menor divisão da escala): **valor $\pm \sigma_r$**

Experimento 03. Verificação qualitativa da sensibilidade de um instrumento

- a- Encher um balão volumétrico de 25 mL com água até a marca da aferição. Repetir o procedimento com a proveta de 25 mL. Com um conta-gotas, ou pipeta, adicionar 3 gotas de água no balão e 3 gotas na proveta.
- b- Observar o menisco e apontar qual instrumento é mais sensível. Justifique a razão desta afirmação. Pela lógica, qual seria mais exato?

Experimento 04. Verificação da sensibilidade e da precisão de um instrumento

- a- Ordenar sobre a bancada provetas de 10, 25, 50, 100, 250 mL e adicionar a cada uma delas 9,0 mL de água com auxílio da pipeta graduada.
- b- Fazer um quadro com os valores lidos, apresentando a menor divisão da escala (l), o erro residual sistemático com intervalo de 95,4 % de confiança ($\sigma_r = l/2$). Aponte justificando sua resposta:
 - a) a proveta mais sensível (justifique);
 - b) a proveta mais precisa (justifique);

Aula 06. Calibração de instrumentos volumétricos

6.1. Introdução

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 são usados muitos instrumentos aferidos, mas, entre os mais necessitados estão a balança, o termômetro e os instrumentos de medida de volume, tais como: balões volumétricos, pipetas volumétricas, buretas, etc.

A calibração de instrumentos de volume pode ser feita diferentemente nos dois grupos distintos existentes: de instrumentos aferidos de transferência total (apresentam apenas uma marca de aferição referente à sua capacidade volumétrica numa dada temperatura) e instrumentos volumétricos graduados (várias marcações). O fundamento da calibração de um instrumento está no fato de a **água pura** a dada temperatura possuir densidade exatamente conhecida. As Equações 6.1 e 6.2 mostram as relações entre volume e densidade.

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (6.1) \quad V = \frac{m}{\rho} \quad (6.2)$$

Na prática determina-se a massa de água que ocupa o volume do instrumento a ser calibrado na temperatura ambiente e utilizando a densidade da água naquela temperatura (encontrada na literatura, **HandBook**), calcula-se o volume real.

6.2. Objetivo

- Calibrar instrumentos de medidas de volume.

6.3. Procedimentos

Experimento 01. Efetuar a calibração / aferição de um balão volumétrico

- Evitando segurar diretamente com as mãos sujas (umidade, gordura, etc), determinar a massa do balão volumétrico de 25 mL, limpo e seco. Registrar.
- Adicionar água destilada até que o menisco coincida com a marca.
- Determinar a massa do conjunto. Registrar.
- Determinar a temperatura da água.
- Calcule o volume correto do balão a partir da densidade tabelada para a água na temperatura de trabalho.

Experimento 02. Efetuar a calibração / aferição de uma pipeta volumétrica

- Evitando segurar diretamente com as mãos sujas (umidade, gordura etc.), determinar a massa de um béquer de 50 mL. Registrar.
- Encher a pipeta com água destilada até que o menisco coincida com a marca e limpar a parede externa com papel absorvente.
- Transferir a água para o béquer.
- Determinar a massa do conjunto. Registrar.
- Determinar a temperatura da água.
- Calcule o volume correto da pipeta. Repetir.

Experimento 03. Buretas. Efetuar treinamento de uso.

- Determinar a massa de um béquer de 50,0 mL limpo e seco.

- b- Encher uma bureta com água destilada. Abrir a torneira da bureta para encher a parte abaixo da mesma.
- c- Verificar se não há vazamentos e presença de bolhas. Eliminar as bolhas.
- d- Fixar a bureta em um suporte universal com a graduação voltada para o operador, Figura 6.1.
- e- Completar o volume até que o menisco tangencie a marca.
- f- Abrir a torneira com a mão esquerda e transferir 5 mL da água para o béquer, observar a Figura 6.2. Anotar o volume corretamente (2 casas depois da virgula).
- g- Pesar o béquer com a água. Anotar a massa.
- h- Sem eliminar a água do béquer transferir mais 5 mL. Anotar o volume transferido e pesar. Anotar a massa.
- i- Repetir o procedimento até transferir toda a água da bureta.

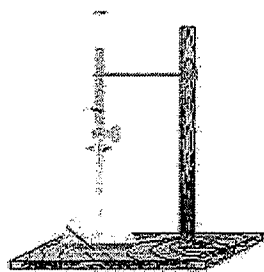


Figura 6.1. Montagem do sistema para calibração da bureta

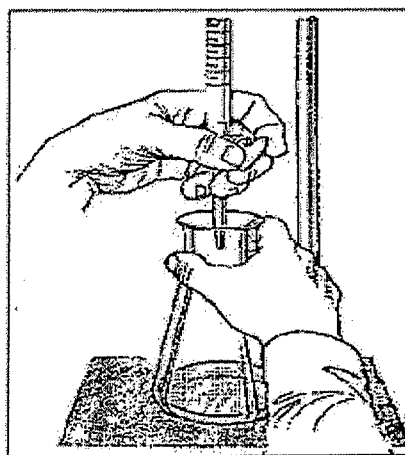


Figura 6.2. Posição das mãos durante uso da bureta

Aula 07. Calibração de termômetros

7.1 Introdução

Sabe-se que uma substância é identificada por suas propriedades (químicas, físicas, físico-químicas) 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 ($^{\circ}\text{C}$). A conversão de escalas é feita através da Equação 7.1.

$$T (\text{K}) = 273,15 + t (^{\circ}\text{C}) \quad (7.1)$$

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 7.2.

$$t = ax + b \quad (7.2)$$

onde a e b são determinadas experimentalmente, e, 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_f) do gelo e o ponto de ebulição (t_{eb}) da água. Nesta escala de graus Celsius, ao t_f atribui-se $0,00^{\circ}\text{C}$ e ao ponto t_{eb} , $100,00^{\circ}\text{C}$ na pressão ambiente de $1,00 \text{ atm}$ ($760,0 \text{ mm Hg}$). Cuidado, a dependência da fusão com a pressão ambiente é quase nula, no entanto, a t_{eb} 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_f e t_{eb} está associada a variação da propriedade termométrica (P) x_f e x_{eb} . Para o caso do termômetro de mercúrio em graus Celsius pode-se estabelecer a lei da correspondência colocando-se os valores t_f e t_{eb} no eixo das ordenadas, y (correspondentes à fusão e à ebulição reais na pressão ambiente, respectivamente) e os pontos correspondentes x_f e x_{eb} no eixo das abscissas, x (valores medidos com o termômetro em calibração), Figura 7.1.

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 $t (^{\circ}\text{C})$ que corresponde a temperatura real corrigida;

Método 2: equação termométrica divide-se a altura (Δt) pelo espaço (Δx), correspondente ao coeficiente angular a , Equação 7.3, e coeficiente linear b pela igualdade com t (ou y) quando $x = 0,0$.

$$a = \text{tg}\theta = \frac{\text{cat.oposto}}{\text{cat.adjacente}} = \frac{\Delta y}{\Delta x} = \frac{y_2 - y_1}{x_2 - x_1} = \frac{\Delta t}{\Delta x} \quad (7.3)$$

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

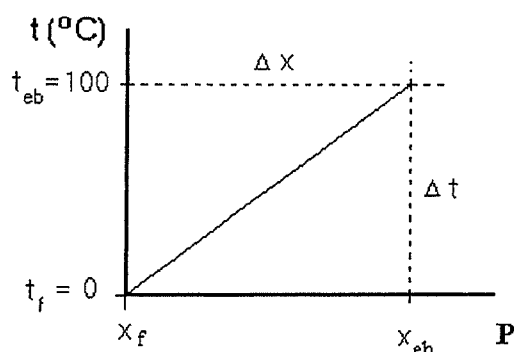


Figura 7.1. Curva de calibração de termômetros, a pressão de 1,00 atm para a água pura.

7.2. Objetivos

- Calibrar um termômetro.
- Calcular a equação termométrica para o termômetro calibrado.

7.3. Procedimentos

- Adicionar cerca de 50mL de uma mistura de gelo picado e água em um béquer de 100 mL e agitar bem;
- Introduzir o 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 mL.
- Adaptar um termômetro com o bulbo próximo à superfície do líquido, porem sem tocá-la.
- Aquecer a água até a ebulição mantendo preso o termômetro com o bulbo próximo a superfície da água, mas sem tocá-la.
- Registrar a temperatura observada.
- Efetuar a leitura da pressão atmosférica.
- Localizar o ponto de ebulição real da água em função da pressão atmosférica (lembre-se que o ponto de fusão é pouco afetado pela pressão atmosférica).
- Adicionar em um béquer de 50 mL aproximadamente 40 mL de água a temperatura ambiente e determinar a temperatura da mesma com o mesmo termômetro usado na calibração.
- Construir um gráfico, lançando na abscissa x os valores observados experimentalmente dos pontos de fusão e ebulição da água (termômetro a ser calibrado) e, na ordenada y os valores reais (segundo a literatura, na pressão atmosférica local).
- Utilizar os métodos: gráfico e pela equação termométrica, para calcular a temperatura real da água no ambiente medida no item j.

2º BIMESTRE

Aula 08. Propriedades físicas da matéria: ponto de fusão

8.1. 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, portanto aumenta a energia vibracional e rotacional das moléculas, átomos ou íons que compõem o sólido. Em 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 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.

Sabe-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.

8.2. Objetivo

- Determinar o ponto de fusão do m-nitro benzaldeído.

8.3. Procedimentos

- 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, Figura 8.1.
- 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 8.1.
- 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. Usar novos capilares.
- Anotar a temperatura inicial e final de fusão para cada amostra.
- Calcular a temperatura de fusão média para a amostra.

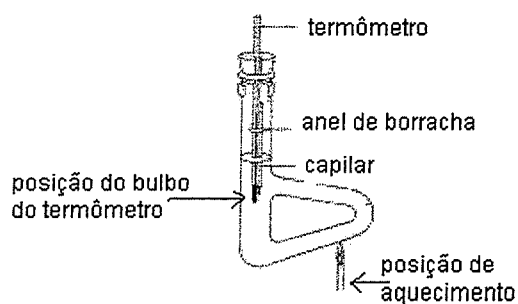


Figura 8.1. Demonstração da posição do termômetro e local de aquecimento no tubo de Thiele.

Aula 09. Propriedades físicas da matéria: densidade de um sólido

9.1. 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 valores desconhecidos sejam comparadas com massas padrões de corpos denominados 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 9.1.

$$V = l^3 = l \times l \times l \quad (9.1)$$

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 ρ (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.

9.2. Objetivo

- Determinar a densidade de um sólido irregular

9.3. Procedimentos

- 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 9.1 e 9.2, conforme amostra analisada.
- g- Determinar a densidade das amostras dos sólidos.
- h- Calcular a densidade média do sólido e comparar com o valor dado na literatura e 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.

9.4. Resultados

Tabela 9.1. Resultados do experimento para as amostras de ferro.

Amostra n°	$m_{\text{(sólido)}/g}$	$V_{\text{(água + sólido)}/mL}$	$V_{\text{(água)}/mL}$	$V_{\text{(sólido)}/cm^3}$	$\rho = m/V \text{ (g/cm}^3\text{)}$	$S_i = (\rho_m - \rho_i)$	$(S)^2$
1							
2							
3							
4							
5							

Onde: m=massa; V = volume; ρ = densidade; S = desvio.

Tabela 9.2. Resultados do experimento para as amostras de cobre.

Amostra n°	$m_{\text{(sólido)}/g}$	$V_{\text{(água + sólido)}/mL}$	$V_{\text{(água)}/mL}$	$V_{\text{(sólido)}/cm^3}$	$\rho = m/V \text{ (g/cm}^3\text{)}$	$S_i = (\rho_m - \rho_i)$	$(S)^2$
1							
2							
3							
4							
5							

Onde: m=massa; V = volume; ρ = densidade; S = desvio.

Aula 10. Propriedades físicas e químicas da matéria: solubilidade. Determinação do teor de álcool na gasolina

10.1. Objetivos

- Testar a solubilidade do álcool e da gasolina em água.
- Determinar a quantidade de álcool presente na gasolina comercializada nos postos de abastecimento e verificar se ela está dentro dos padrões estabelecidos por lei.

10.2 Procedimentos

Experimento 01: Teste de solubilidade.

- a- Adicionar em um tubo de ensaio limpo e seco uma amostra de gasolina com aproximadamente 2 cm de altura (não é necessário usar pipeta, coloque o líquido diretamente no tubo).
- b- Repetir o procedimento acima utilizando uma amostra de álcool.
- c- Adicionar em cada tubo de ensaio a mesma quantidade de água. Fechar os tubos de ensaio com filme PVC.
- d- Agitar vigorosamente os tubos e deixa-los em repouso por alguns minutos. Observar.

Experimento 02: Determinação de álcool na gasolina

- a- Adicionar em uma proveta de 100,0 mL, 25,0 mL de gasolina. Anotar corretamente o volume.
- b- Adicionar na mesma proveta 25,0 mL de água perfazendo um volume total de 50,0 mL.
- c- Fechar a proveta com filme PVC e agita-la vigorosamente. Após, deixá-la em repouso por alguns instantes.
- d- Observar as duas fases formadas, a orgânica e a aquosa e medir seus volumes.
- e- Calcular a percentagem de álcool na gasolina tomando como referência a fase aquosa.

Observações:

- 1- Os procedimentos que você realizou são os mesmos efetuados nos postos de abastecimento para verificar se a gasolina que chega, nos caminhões tanque, está dentro das especificações estabelecidas por lei.
- 2- **Verifique:** qual a percentagem de álcool na gasolina permitida por Lei? (Anotar o número da lei)
A gasolina analisada no laboratório estava dentro das especificações?

Aula 11. Técnicas de separação e purificação de substância: dissolução fracionada; filtração e evaporação

11.1. 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 11.1 (filtração simples) e Figura 11.2 (filtração a vácuo). Os meios filtrantes mais utilizados são: papel filtro, algodão, 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 meio filtrante ou penetrar em seus poros obstruindo-os e que o líquido não reaja com o material utilizado, nem o dissolva mesmo que parcialmente.

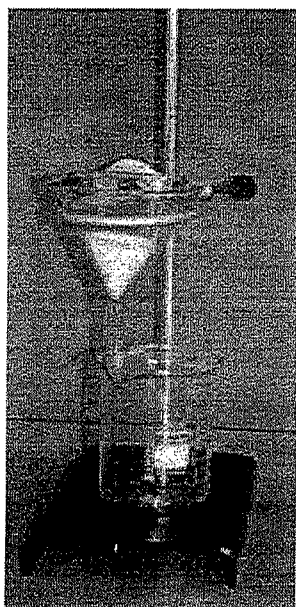
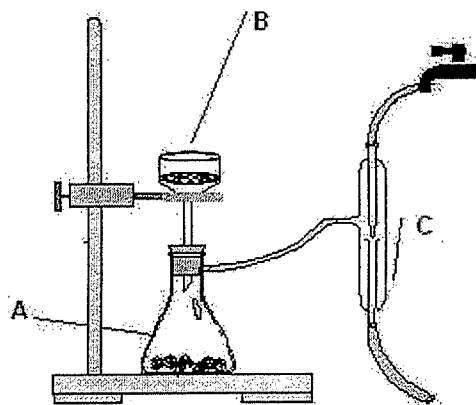


Figura 11.1. Representação do processo de filtração simples.



filtração à vácuo

Figura 11.2. Montagem de um sistema para filtração à vácuo: (a) kitassato; (b) funil de Büchner; (c) trompa d'água.

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

Dobra simples até $\frac{1}{4}$ de círculo.

Dobrar o papel filtro em duas partes e depois novamente em duas, conforme representado na Figura 11.3.

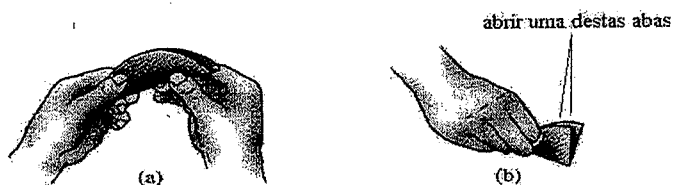


Figura 11.3. Dobrando o papel filtro na forma de um cone simples.

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 11.4.

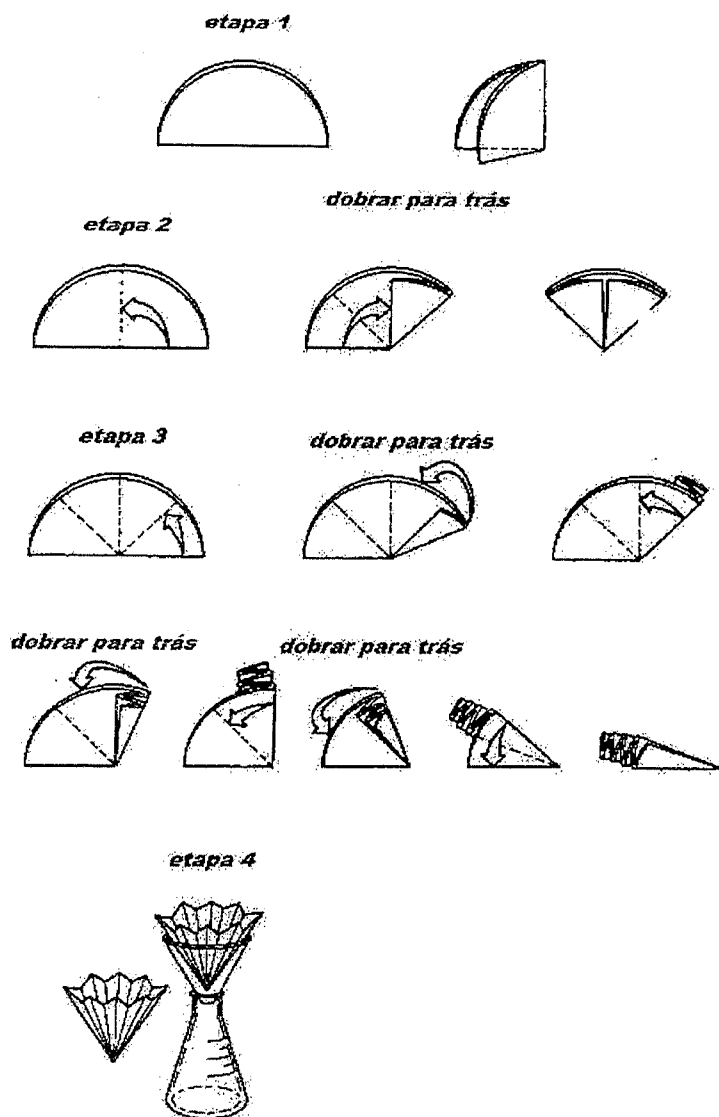


Figura 11.4. Dobrando papel filtro na forma de um cone pregueado.

11.2. 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.

11.3. Procedimento

Experimento 01. Separação de uma mistura heterogênea

- a- Determinar a massa de um papel filtro pregueado + vidro de relógio previamente etiquetado com o nome da equipe e data.
- b- 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.
- c- Fixar um aro metálico no suporte universal e adaptar o funil com o papel filtro pregueado.
- d- 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 11.5.
- e- 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.**
- f- Anotar o volume de filtrado obtido na proveta.
- g- Retirar o papel filtro contendo a areia e colocá-lo sobre o vidro de relógio. Deixar a amostra secar totalmente na capela.
- h- Determinar a massa do papel + areia + vidro de relógio.

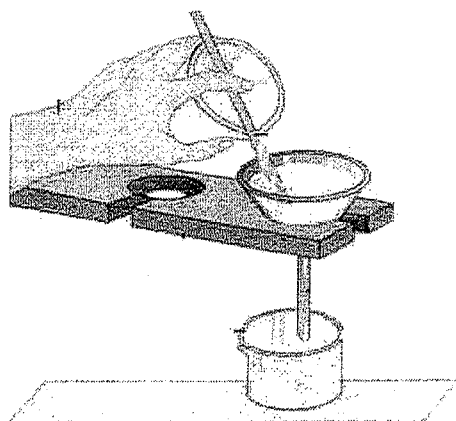


Figura 11.5. Técnica de filtração e lavagem de precipitado ou partículas sólidas em uma mistura.

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.

Aula 12. Técnicas de separação de misturas

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

12.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 será 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 12.1. Ex.: água destilada.

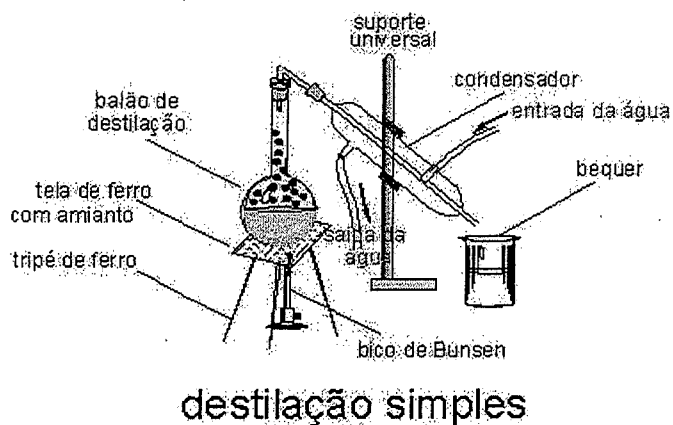


Figura 12.1. Equipamentos básicos para efetuar a destilação simples.

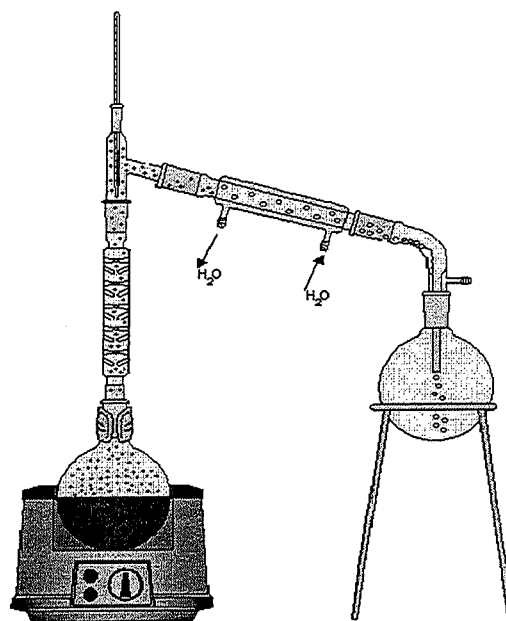


Figura 12.2. Equipamentos básicos para a destilação fracionada.

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 12.2. 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, portanto separar componentes a temperaturas muito inferiores as temperaturas de ebulição destes (evita-se decomposição), Figura 12.3. Ex.: extração de essências.

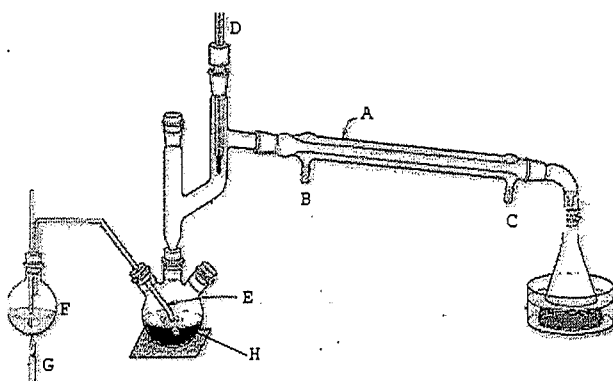


Figura 12.3. Equipamentos básicos para a destilação por arraste a vapor: (a) condensador; (b) saída da água de refrigeração; (c) entrada da água de refrigeração; (d) termômetro; (e) tubo condutor do vapor; (f) balão de fundo redondo, local onde o vapor é gerado; (g) bico de Bunsen; (h) balão de fundo 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.

12.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.

12.A.3. Procedimentos

Experimento 01. Destilação simples

- Montar a aparelhagem para destilação simples: balão de destilação, condensador e frasco para coletar o destilado, Figura 12.1.
- 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 alcançam o condensador.

Experimento 02. Destilação por arraste a vapor

- a- 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 12.3.
- b- 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 12.4. Funil de decantação ou de separação.

- c- Transferir certa quantidade de amostra a ser trabalhada para o balão de destilação e a seguir adicionar pequena quantidade de água nesta.
- d- 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
- e- 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.
- f- 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 12.4.

12 B: Técnica de separação: Cromatografia sobre papel

12.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 $1 \mu\text{g}$ (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 H₂O 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:

$$R_f = \frac{\text{distância percorrida pela amostra desde a origem}}{\text{distância percorrida pela frente do solvente}} \quad (12.1)$$

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 simplismente pelo valor de seu R_f .

12.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).

12.3. Procedimento

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

Material/Reagentes: Béquero (250 mL), Papel de filtro, Álcool, Caneta Hidrocor de diversas cores (Figura 12.5.a).

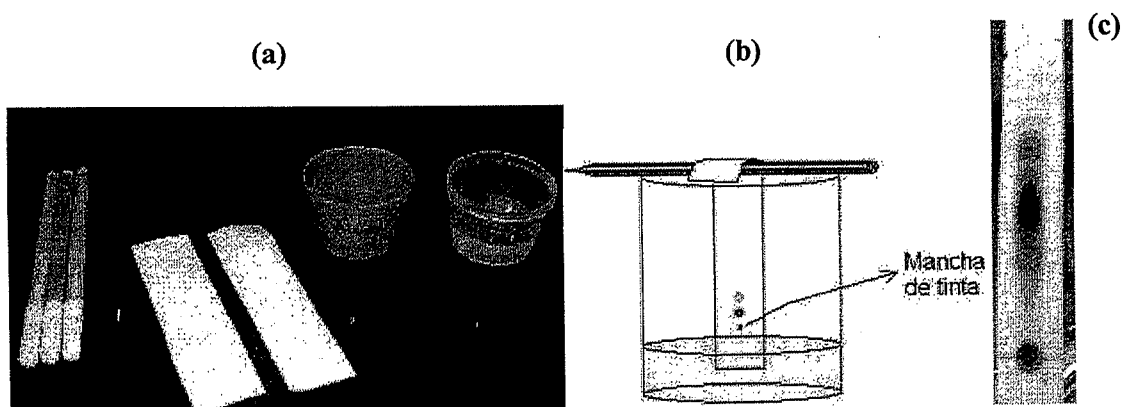


Figura 12.5. (a) Materiais e reagentes necessários para separar os componentes coloridos de tinta de caneta, por cromatografia sobre papel;
 (b) Esquema da prática;
 (c) e um exemplo de cromatograma de tinta de uma caneta Hidrocor.

Procedimento:

- a- Cortar o papel de filtro em tiras de aproximadamente 30 x 5 cm.
- b- Marca-se com lápis a linha base em toda largura do papel, a uns 5 cm de um extremo e,
- c- Com uma caneta hidrocor de certa cor de tinta, pintar um ponto (uma alíquota da mistura a separar = tinta) no centro da linha base.
- d- 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 12.5.b)
- e- É importante que o béquer seja tampado. Observar durante alguns minutos.
- f- Desenhe ou tire uma foto do cromatograma obtido (exemplo: Figura 12.5.b).
- g- Tira-se o papel do béquer, marca-se a lápis a posição da frente do solvente e deixa-se secar a tira.
- h- 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 13. Técnica de purificação de sólidos: recristalização

13.1. 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 cerca de 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, friccione 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 à quente) e deve ser realizada rapidamente (de preferência papel de filtro pregueado) e a segunda, à 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.

13.2. Objetivos

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

13.3. 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.

87/19/11

Aula 14. Determinação da fórmula de um hidrato

14.1. 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 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.

14.2. Objetivo

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

14.3. Procedimentos

- Colocar um cadinho limpo e seco, sobre um triângulo de porcelana apoiado num anel metálico, 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 à 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.

3º BIMESTRE

Aula 15. Reações Químicas: síntese de óxidos

15.1. Introdução

Função Química é um conjunto de substâncias com propriedades químicas semelhantes. As principais funções da Química Inorgânica são: Ácidos, Bases, Sais, Óxidos, Peróxidos e Hidretos.

Os óxidos são extremamente importantes tanto no cotidiano como nas atividades industriais. Quase todos os elementos químicos podem formar óxidos, que são caracterizados pela presença de oxigênio como elemento mais eletronegativo e com número de oxidação (nox) -2 , (M_yO_z). Na natureza são encontrados muitos minerais que são metais na forma de óxidos.

Os óxidos são compostos que apresentam características químicas e físicas das mais distintas. Entre as características físicas tem-se diversidade nos pontos de fusão e ebulição, afetando o estado físico de sua matéria (sólido ou líquido ou gasoso). Em meio aquoso verifica-se que o caráter ácido-base varia bastante, tendo-se os óxidos de natureza ácida, básica, anfótera, mista e neutra.

Naturalmente, há a formação de óxidos devido à reação direta com o oxigênio presente no ar e nos processos de síntese também é o oxigênio que é utilizado, devido à sua natureza altamente oxidante.

Obtenção do dióxido de enxofre (SO_2):

O enxofre queima em presença de oxigênio do ar, formando o dióxido de enxofre (SO_2), que é um gás nas condições ambientes, Reação (R-15.1). O gás SO_2 é bastante tóxico.



Obtenção do óxido de magnésio (MgO):

O magnésio reage com oxigênio do ar, formando o óxido de magnésio (MgO) que é um sólido.



15.2. Objetivos:

- Sintetizar óxidos e identificar o caráter ácido-básico destes quando reagem com a água.

15.3. Procedimentos

Experimento 01. Síntese do óxido de enxofre

- Adicionar cerca de 100mL 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_2 produzidos (tóxico).

- Introduzir o sistema em combustão na parte superior de um erlenmeyer que contém água destilada, sem submergir o dispositivo/enxofre na água, e imediatamente, vedar o erlenmeyer com uma rolha.
- Deixar prosseguir a queima, agora dentro do erlenmeyer, até que a chama seja extinta. O sistema deverá ser mantido fechado para que o gás formado possa reagir com a água e se solubilizar na água.

- e- Reservar essa solução para fazer a análise do caráter ácido-base.

Experimento 02. Síntese do óxido de magnésio

- a- Segurar uma pinça metálica com uma fita de magnésio presa na ponta; levar a fita de magnésio à chama do bico de gás e deixar queimar totalmente. Evitar a perda da cinza formada. **Evitar olhar diretamente para chama enquanto o magnésio queima.**
- b- Transferir cuidadosamente a cinza para o tubo de ensaio contendo cerca de $\frac{3}{4}$ de água destilada.
- c- Agitar a solução para dissolver o material sólido. Aquecer se necessário.
- d- Reservar essa solução para fazer a análise do caráter ácido-base.

Experimento 03. Identificação do caráter ácido-básico dos óxidos obtidos

- a- Dispor tubos de ensaio em duas séries (**A** e **B**) de cinco tubos cada e enumerá-los de **1A a 5A** e **1B a 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 SO₂ e aos tubos **5A** e **5B**, 3,00 mL de solução da síntese do MgO.
- 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.

Aula 16. Reações Químicas: reação de deslocamento; reação de decomposição; reação de síntese

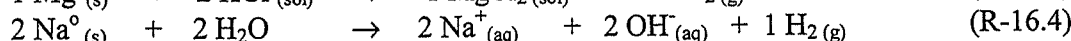
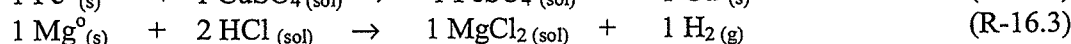
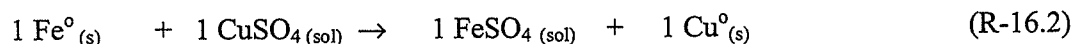
16.1. Introdução

Neste experimento será realizada a síntese da água através da reação direta entre o hidrogênio (H_2) e o oxigênio (O_2). Para a execução do experimento é necessário conhecer dois tipos de reações, a de deslocamento e a de decomposição que serão utilizadas na obtenção dos reagentes de partida.

Reação de deslocamento: são representadas pelo deslocamento simples dado pela Reação (R-16.1).



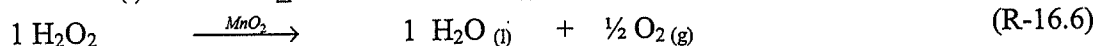
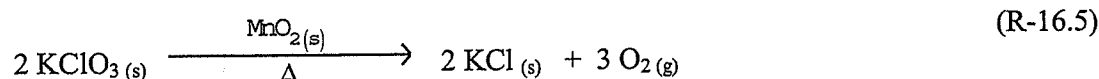
Onde em geral o reagente B é um metal. Como exemplo de reações de deslocamento tem-se as Equações (R-16.2) à (R-16.4).



Reação de decomposição:

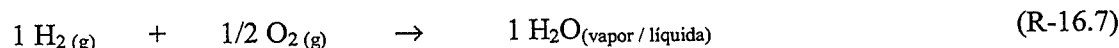
(1) vários compostos químicos são instáveis quando submetidos ao aquecimento, sofrendo o processo de decomposição térmica, Reação (R-16.5);

(2) outros sofrem decomposição bastando a presença de um catalisador, Reação (R-16.6)



Reação de síntese:

A reação de **obtenção da água** é dada pela Reação (R-16.7).



16.2. Objetivos

- Obter os gases H_2 e O_2 a partir de reações de deslocamento e de síntese.
- Sintetizar a água a partir dos gases oxigênio e hidrogênio.
- Observar a reação do Na e água

16.3. Procedimentos

Experimento 01: Reação de deslocamento de sódio metálico com água.

- a- Sobre um vidro de relógio, cortar um pedaço pequeno de sódio metálico observando a superfície da cortada. Secar com papel de filtro;
- b- Colocar cerca de 60 mL de água em um béquer;
- c- Adicionar o sódio metálico no béquer, observar;
- d- Adicionar duas gotas de fenolftaleína na solução do bequer.

Experimento 02: Obtenção do oxigênio

a- Seguir as informações dadas na Figura 16.1.

b- Recolher o $O_2(g)$ até ocupar 1/3 do volume do copo erlenmeyer ou da proveta.

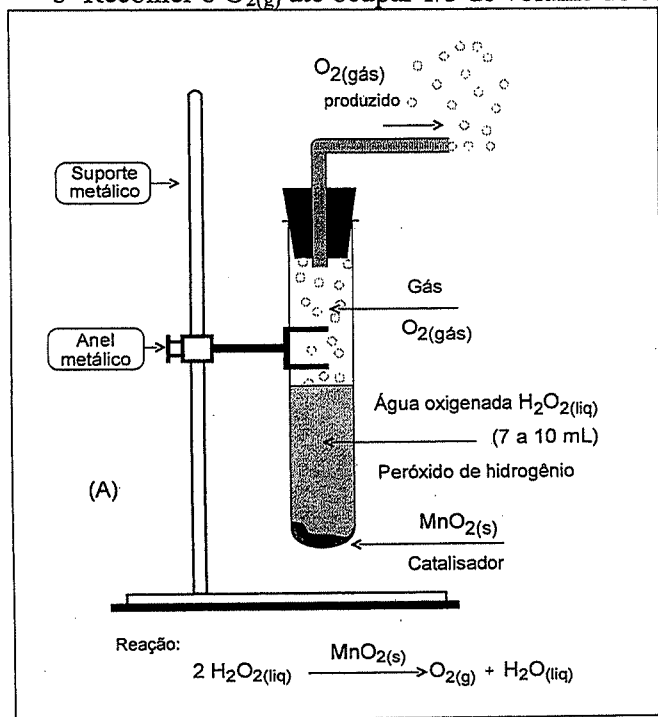


Figura 16.1. Produção de oxigênio a partir do peróxido de hidrogênio, $H_2O_2(liq)$ com catalisador $MnO_2(s)$ (A) que deve ser acoplado a parte coletora do gás (B) da Figura 16.2.

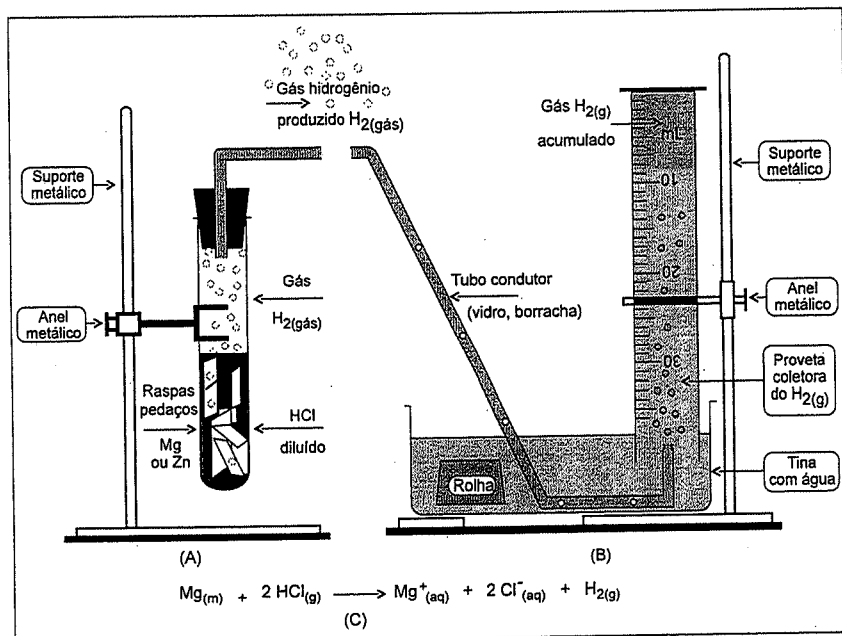


Figura 16.2. Produção de hidrogênio: (A) unidade produtora (raspas de Zn, ou Mg, reagindo com ácido clorídrico diluído); (B) unidade coletora do gás hidrogênio; (C) reação química da produção.

Experimento 03: Obtenção do hidrogênio

a- Cortar um pedaço de fita de magnésio e colocar num tubo de ensaio contendo ácido clorídrico, HCl , $\pm 50\%$ (v:v), conforme Figura 16.2. Observar.

- b- Antes de iniciar a coleta do gás deixar fluir para eliminar o ar que a tubulação guardava.
- c- Recolher o $H_{2(g)}$ até ocupar $2/3$ do volume do copo erlenmeyer ou da proveta, Figura 16.2. Se for em um copo erlenmeyer de 250-mL, que é mais resistente, também recolher até encher $2/3$ do seu volume previamente aferido. Pode ser recolhido no mesmo copo erlenmeyer aferido, onde foi recolhido o gás oxigênio.
- d- Tampar o recipiente, (ou, o copo erlenmeyer) com uma rolha de borracha de preferência e mantê-lo emborcado, isto é, de boca para baixo, com o auxílio de um suporte metálico.

Experimento 04: Síntese da água

Cuidado: a reação de formação da água a partir de hidrogênio e oxigênio é explosiva (implosiva).

- a- Envolver com uma toalha o copo erlenmeyer contendo os gases misturados (na proporção de 2 partes de $H_{2(g)}$ para 1 parte de $O_{2(g)}$, em volumes), para proteger-se da explosão.

Atenção: *A mistura é explosiva (implosiva) e pode quebrar o vidro do copo erlenmeyer e espalhar estilhaços.*

- b- Destampar o mesmo cuidadosamente diante da chama do bico de Bunsen.

- c- Observar

16.4. Resumo das reações do experimento

Tabela 16.1 Quadro-resumo de todas as reações químicas balanceadas da prática.

Procedimento	Reagentes		Produtos
Exp. 02	$H_2O_{2(l)}$	$\xrightarrow[\Delta]{MnO_{2(s)}}$	
Exp. 03	$Mg_{(m)} + HCl_{(aq)}$	\longrightarrow	
Exp. 04	$H_{2(g)} + O_{2(g)}$	\longrightarrow	
Exp. 01	$Na_{(s)} + H_2O_{(l)}$	\longrightarrow	

- a) Balancear as equações pelo método do balanço de massa.
- b) Descrever as evidências de que houve reação.

Aula 17. Reações Químicas: reações de precipitação e complexação

17.1. Introdução

Reações químicas que ocorrem em solução aquosa são comuns tanto em laboratório como na natureza ao nosso redor. Quando soluções aquosas de dois eletrólitos diferentes são misturadas e ocorre precipitação (sólido insolúvel) tem-se separação dos compostos, neste caso, a reação é chamada de reação de dupla troca. Para se identificar o sólido é necessário saber quais são os compostos iônicos solúveis e insolúveis em água.

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, processo este conhecido por hidratação quando o solvente é a água (solvatação é o termo geral aplicado ao processo quando envolve qualquer solvente). O grau de solubilização depende de um balanço entre duas forças, ambas elétricas em natureza.

- 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.
- 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.

17.2. Objetivos

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

17.3. Procedimentos

Experimento 01. Reações iônicas de precipitação

- Transferir, com auxílio de uma pipeta graduada, cerca de 3 mL de cada solução (0,1 mol/L) para um tubo de ensaio limpo e seco, como indicado abaixo. Observar
- Para cada reação química realizada escrever a equação molecular, equação iônica completa e a equação iônica líquida, todas balanceadas.

Tubo 1	Hidróxido de amônio NH_4OH	+	Nitrato de ferro (III) $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$
Tubo 2	Nitrato de chumbo $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$	+	Iodeto de potássio KI
Tubo 3	Sulfato de cobre (II) CuSO_4	+	Cloreto de bário BaCl_2
Tubo 4	Hidróxido de amônio NH_4OH	+	Ácido clorídrico HCl
Tubo 5	Hidróxido de sódio NaOH	+	Cloreto de bário BaCl_2
Tubo 6	Cloreto de ferro (III) FeCl_3	+	Hidróxido de sódio NaOH
Tubo 7	Cromato de potássio K_2CrO_4	+	Cloreto de bário BaCl_2

Experimento 02. Reação de complexação

- Enumerar três tubos de ensaio de 1 a 3.
- Adicionar 5,00 mL de solução 0,1 mol/L de sulfato de cobre (CuSO_4) aos tubos 1, 2 e 3.
- Acrescentar ao tubo 1, gota a gota, 0,25 mL (5 gotas) de solução 0,7 mol/L de hidróxido de amônio (NH_4OH). Agitar e observar.
- 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.
- Acrescentar ao tubo 1, mais solução de NH_4OH , gota a gota, (cerca de 10 mL). Observar.
- Acrescentar ao tubo 2, idêntica quantidade de solução de NaOH . Observar.
- Acrescentar ao tubo 3, 0,25 mL (5 gotas) de solução 0,1 mol/L de hidróxido de sódio (NaOH). Agitar. Acrescentar, gota a gota, aproximadamente 5 mL de solução 0,1 mol/L de cloreto de amônio (NH_4Cl). Observar.
- Escrever equações químicas equilibradas para as reações e explicar o que ocorre em cada tubo após a adição de cada reagente.

Tabela 17.1. Solubilidade de algumas substâncias químicas.

Solubilidade em água		
Substância	Regra geral	Exceções
Nitratos (NO_3^-) Cloratos (ClO_3^-) Permanganatos (MnO_4^-) Sais de metais alcalinos, sais de Amônia (NH_4^+)	Solúveis	
Acetatos ($\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$)	Solúvel	$\text{Ag}^{+(*)}$
Fluoreto (F^-) Cloreto (Cl^-) Brometo (Br^-) Iodeto (I^-) Hidróxido (OH^-) Sulfeto (S^{2-}) Sulfato (SO_4^{2-}) Cromato (CrO_4^{2-})	Insolúvel Solúvel Solúvel Solúvel Insolúvel Insolúvel Solúvel Insolúvel	Ag^+ , NH_4^+ , alcalinos (Li^+ , Na^+ , K^+ , Rb^+ , Cs^+) Ag^+ , Pb^{2+} , $\text{Hg}^{2+(*)}$ Ag^+ , Pb^{2+} , $\text{Hg}^{2+(*)}$ Ag^+ , Pb^{2+} , $\text{Hg}^{2+(*)}$ Alcalinos, Ba^{2+*} , Ca^{2+*} NH_4^+ , alcalinos, alcal. Ter. (Be^{2+} , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Ba^{2+} , Ra^{2+}) Pb^{2+} , $\text{Ba}^{2+(*)}$, $\text{Sr}^{2+(*)}$, $\text{Ca}^{2+(*)}$ NH_4^+ , Cu^+ , Mn^{2+} , alcalinos
Carbonato (CO_3^{2-}) Borato (BO_3^-) Fosfato (PO_4^{3-}) Oxalato ($\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$) Sulfito (SO_3^{2-}) Cianeto (CN^-) Arseniatos (AsO_4^{2-}) Ferricianetos [$\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}$] Ferrocianetos [$\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$]	Insolúvel	

(*) Parcialmente solúvel

Aula 18. Soluções líquidas: preparação de soluções ácida e alcalina

18.1. 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, %):

$$C_{\%(volume)} = \frac{m_{soluto}}{V_{solução}} \times 100 \quad (18.1)$$

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

$$C_{\%(volume/volume)} = \frac{V_{liq1}}{V_{liq2}} \times 100 \quad (18.2)$$

- 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):

$$M = \frac{n_{soluto}}{m_{solvente} \text{ (kilos)}} = \frac{m_{soluto}}{MM_{soluto} \times m_{solvente} \text{ (kilos)}} \quad (18.3)$$

- 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):

$$M = \frac{n_{soluto}}{m_{solvente} \text{ (kilos)}} = \frac{m_{soluto}}{MM_{soluto} \times m_{solvente} \text{ (kilos)}} \quad (18.4)$$

18.2. Objetivo

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

18.3. Procedimentos

Experimento 01. Preparação de solução 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 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 mL.
- Lavar repetidas vezes, com água destilada, o béquer, o funil e o bastão de vidro, vertendo as águas de lavagem (totalmente) 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, inverter o mesmo e agitar de modo a homogeneizar a solução.
- Transferir a solução do balão para um frasco estoque **de polietileno** limpo e seco. Caso necessário, antes rinse (enxágüe) o frasco com pequenas quantidades da solução.

- i- Rotular o frasco (nome da equipe, solução (concentração), data, turma e professor).

Experimento 02. Preparação de solução 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 mL.
- c- Medir o volume necessário de ácido concentrado, na capela, utilizando uma pipeta graduada de 5 mL e um pipetador/pera.
- 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.
- e- Transferir a solução, com auxílio de um funil e um bastão de vidro, para um balão volumétrico de 250 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, inverter e agitar o mesmo de modo a homogeneizar a solução.
- i- Transferir a solução do balão para um frasco estoque de vidro limpo e seco. Caso necessário, antes rinse (enxágüe) o frasco com pequenas quantidades da solução.
- j- Rotular o frasco.

Observação: Verter o ácido concentrado sobre a água (o contrário NÃO).

Experimento 03. Preparação de solução de ácido oxálico ($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$)

Observe a quantidade de algarismos significativos. O ácido foi deixado anteriormente em dessecador por 24 horas para eliminar umidade em excesso.

- a- Calcular a massa de ácido oxálico necessária para preparar a solução, a partir das informações disponíveis no rótulo do frasco de ácido oxálico (dihidratado).
- b- Pesar a quantidade necessária de reagente em um béquer de 100 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 mL ($v = 100,00$ 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, inverter e agitar o mesmo, de modo a homogeneizar a solução. Sabendo a massa adicionada e o volume real do balão, calcule a concentração.
- h- Transferir a solução do balão para um frasco estoque de vidro limpo e seco. Caso necessário, antes rinse (enxágüe) o frasco com pequenas quantidades da solução.
- i- Rotular o frasco.

Aula 19. Padronização de soluções

19.1 Fundamentação teórica: 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 uma 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.

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 usadas para preparar uma *solução padrão* são chamadas *padrões primários* e, devem apresentar as seguintes características:

- Ser barato e de fácil obtenção, purificação e secagem.
- Ser fácil de testar e eliminar eventuais impurezas.
- Ser estável ao ar sob condições ordinárias.
- Ser fácil de dissolver, nas condições de trabalho.
- Possuir grande massa molar, pois desta forma o erro relativo na pesagem seria pequeno e desprezível.

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 primário.

A padronização pode ser feita por vários métodos, entretanto quando a substância é um ácido ou uma base, a mais comum é a padronização por titulação volumétrica de neutralização. Neste caso os padrões primários alcalinos mais comuns são carbonato de sódio (Na_2CO_3) e 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 ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) e ftalato ácido de potássio ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$).

- Titulação ácido-base, de certa massa de padrão primário, adequada com a solução de

concentração desconhecida. Ex.: padronização de uma solução de ácido clorídrico (HCl) contra uma certa massa de padrão primário básico (ex.: carbonato de sódio, Na_2CO_3) ou contra uma alíquota de solução padrão primário previamente preparada. Dessa forma a solução desconhecida torna-se conhecida e é chamada de *padrão secundário*.

- Outras amostras desconhecidas também podem ser padronizadas através dos padrões secundários. Ex.: a solução de HCl anterior (*padrão secundário*) pode ser utilizada para padronizar uma solução de NaOH desconhecida que, por sua vez, tornar-se-á uma nova solução 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 (corantes indicadores) que mudam de cor com a mudança do pH do meio.

19.2. Objetivo

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

19.3. Procedimentos

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 19.1 (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, Na_2CO_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.
- 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 (Figuras 19.1 (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 escoado da 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 mL exige 2 casas após a virgula**).
- Repetir duas vezes o processo, a fim de obter o volume médio gasto na neutralização.
- Calcular a concentração real, em mol/L, da solução de ácido clorídrico (HCl).

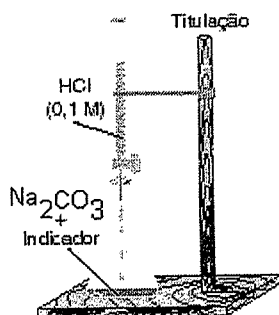
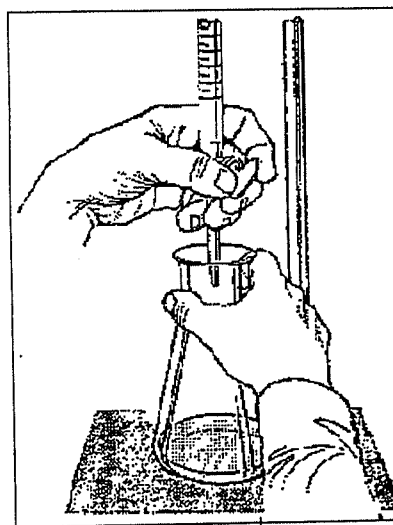


Figura 19.1. (a) Montagem do sistema para realizar uma titulação; (b) posição das mãos durante a titulação.



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 ml/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, Figuras 19.1 (a) e (b). 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- Calcular a concentração real, em mol/L, da solução de hidróxido de sódio (NaOH).

Aula 20. Determinação da densidade e da acidez total do vinagre

20.1. Objetivos

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

20.2. 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 e a densidade da solução, em g/mL.

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 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 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 (movimentos circulares). 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 pequena quantidade (com ajuda de água do pissete) 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 massa e a percentagem (m/v) de ácido acético no vinagre e comparar com o rótulo do frasco.

Aula 21. Determinação do teor de hidróxido de sódio na soda cáustica

21.1. Objetivo:

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

21.2. Procedimentos

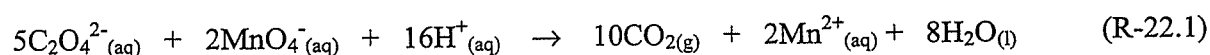
- Lavar a bureta duas ou três vezes com pequenas quantidades de solução de ácido oxálico ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$), *padrão primário*, escoando todo líquido antes da adição do novo volume.
- Fixar a bureta de 25 mL, com auxílio de uma garra metálica, a um suporte universal, enchê-la até um pouco acima do zero da escala, com a solução titulante (*padrão*).
- 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, 10,00 mL da solução de soda cáustica previamente preparada para um erlenmeyer de 250 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 (movimentos circulares). 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 pequena quantidade (com ajuda de água do pissete) e observar o resultado.
- Ler com exatidão o volume de titulante gasto na neutralização.
- Repetir duas vezes o processo, a fim de obter o volume médio gasto na neutralização.
- Calcular a percentagem de hidróxido de sódio (m/m) na amostra de soda cáustica.

4º BIMESTRE

Prática 22: Determinação da velocidade de reação

22.1. Introdução

Nesta unidade serão analisados fatores que alteram a velocidade da reação do íon permanganato (MnO_4^-) em meio ácido com o íon oxalato ($\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$), Reação (R-22.1).



Das espécies envolvidas na reação, apenas a solução de íons 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 MnO_4^- .

22.2. Objetivo

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

22.3 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 (KMnO_4), com uma pipeta graduada. Numerar este erlenmeyer como erlenmeyer 1.
- Adicionar a um outro erlenmeyer de 250,0 mL, limpo e seco, com pipeta graduada, 10,0 mL de solução 2,5 mol/L de ácido sulfúrico (H_2SO_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 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 22.1 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 22.1 e medir a água com uma proveta) ao erlenmeyer que contém 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 22.1.
- Guardar o erlenmeyer 4 para utilizar no Experimento 03 deste experimento.**
- Calcular a concentração, em mol/L, do íon permanganato, MnO_4^- , nos erlenmeyers e anotar os resultados na Tabela 22.4.
- Calcular a velocidade média de reação para cada erlenmeyer e anotar os resultados na Tabela 22.4.
- 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 22.1. Resultados do experimento demonstrando a influência da concentração do MnO_4^- na velocidade de reação (R-22.1).

Erlenmeyer	H_2SO_4 (2,5 mol/L) mL	$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (0,50 mol/L) mL	H_2O mL	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 22.2, 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 22.2 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 (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 (H_2SO_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 22.2, 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 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 22.2), aquecendo a mistura ($\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 + \text{água}$) aproximadamente 30 °C acima das temperatura determinada no erlenmeyer 4. Anotar a temperatura correta na Tabela 22.2, erlenmeyer 3.
- Calcular a concentração do íon permanganato e velocidade média de reação para os três erlenmeyer, e registrar os resultados na Tabela 22.5.

Tabela 22.2. Resultados do experimento demonstrando a influência da temperatura na velocidade de reação.

Erlenmeyer	H_2SO_4 (2,5 mol/L) mL	$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (0,50 mol/L) mL	H_2O mL	T °C	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 22.3.
- Adicionar a um erlenmeyer de 250,0 mL limpo e seco, 4,00 mL de solução 0,04 mol/L de permanganato de potássio (KMnO_4), com a uma pipeta graduada, 35,0 mL de água destilada medido na proveta e 5 gotas de sulfato de manganês (MnSO_4), numerar como erlenmeyer 2, como indicado na Tabela 22.3.

- c- 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 (H_2SO_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.
- d- 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 KMnO_4 e água, agitar e deixar em repouso. Marcar o tempo de descoloramento da solução imediatamente após a mistura. Anotar o resultado do tempo na Tabela 22.3.
- e- Adicionar a um erlenmeyer de 250,0 mL limpo e seco, 4,00 mL de solução 0,04 mol/L de permanganato de potássio (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 descoloramento da solução imediatamente após a mistura. Anotar o resultado do tempo na Tabela 22.3.
- f- Calcular a concentração do íon permanganato e velocidade média de reação para o três erlenmeyer e registrar na Tabela 22.6.

Tabela 22.3. Resultados do experimento 03 demonstrando a influência do catalisador na velocidade de reação.

Erlenmeyer	H_2SO_4 (2,5 mol/L) mL	$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (0,50 mol/L) mL	H_2O mL	MnSO_4	KMnO_4 (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	

22.4. Resultados

Tabela 22.4. Resultados dos cálculos do experimento demonstrando a influência da concentração do MnO_4^- na velocidade de reação.

Erlenmeyer	$[\text{MnO}_4^-]$ mol/L	t(s)	v mol/Ls
1			
2			
3			
4			
5			

Tabela 22.5. Resultados dos cálculos do experimento demonstrando a influência da temperatura na velocidade de reação.

Erlenmeyer	$[\text{MnO}_4^-]$ mol/L	t(s)	v mol/Ls
1			
2			
3			

Tabela 22.6. Resultados do experimento 03 demonstrando a influência do catalisador na velocidade de reação.

Erlenmeyer	$[\text{MnO}_4^-]$ mol/L	t(s)	V mol/Ls
1(*)			
2			
3			

Aula 23. Equilíbrio Químico: o efeito da temperatura e da concentração

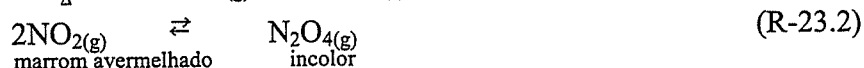
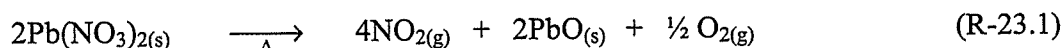
23.1. Introdução

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 dá origem, nos sistemas químicos, há uma situação que se denomina Equilíbrio Químico.

Os equilíbrios químicos são dinâmicos e sensíveis às mudanças ou às perturbações. Estas perturbações podem ser: o aumento ou diminuição da concentração dos reagentes ou produtos, aumento; diminuição do volume do frasco que contém as substâncias em equilíbrio; 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 NO_2 e N_2O_4 é muito utilizada para mostrar o deslocamento do equilíbrio químico proposto por Le Châtelier. O dióxido de nitrogênio (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-23.1). Esta reação quando realizada em um sistema fechado, produz o NO_2 que reage para produzir tetróxido de dinitrogênio (N_2O_4) e estabelece o equilíbrio dado pela Reação (R-23.2), onde será estudado a influência da temperatura no equilíbrio.



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) (FeCl_3) e tiocianato de amônio (NH_4SCN) que pode ser representada pela Reação (R-23.3).

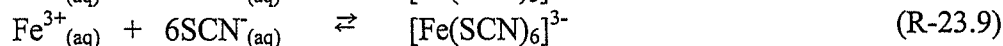
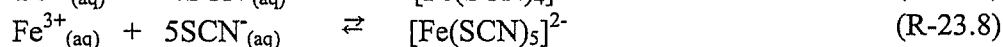
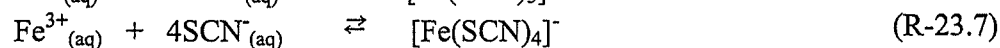
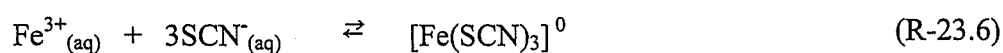


Considerando a reação de complexação entre o íon férrico (Fe^{3+}) e o íon tiocianato (SCN^-), tem-se as Reações (R-23.4) à (R-23.9).



Dependendo da concentração do tiocianato (SCN^-) podem-se formar complexos de diversas composições:





23.2. Objetivos

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

23.3. Procedimentos

Experimento 01. Influência da temperatura no equilíbrio químico

- Colocar cerca de 0,5 g de nitrato de chumbo ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$) em dois tubos de ensaio limpos e secos.
- Segurar um dos tubos com uma pinça de madeira e aquecer na chama do bico de Bunsen. Manter o tubo inclinado e movimentá-lo para que o aquecimento seja uniforme.
- Observar, dentro do tubo, a formação de um gás marrom-avermelhado, o dióxido de nitrogênio (NO_2). Evite cheirá-lo, pois é altamente tóxico.
- Apagar a chama do bico de Bunsen quando o tubo estiver cheio de gás, tampar o tubo com uma rolha e colocá-lo na estante para esfriar.
- Repetir os procedimentos acima para o outro tubo de ensaio.
- Colocar água em um béquer de 250 mL até 2/3 da sua capacidade e aquecer até a ebulição.
- Colocar água em outro béquer de 250 mL até a metade de sua capacidade e acrescentar algumas pedras de gelo.
- Mergulhar um dos tubos no béquer com água quente e o outro no béquer com água gelada. Observar a coloração de cada tubo.
- Inverter a posição dos tubos, colocando o que estava na água quente na água fria e vice-versa. Observar a coloração de cada tubo.

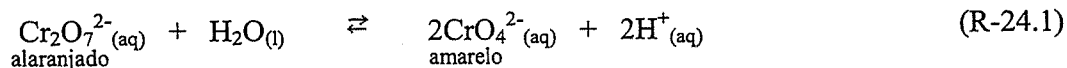
Experimento 02. Efeito da concentração no equilíbrio

- Adicionar em um béquer de 250,0 mL, 20,0 mL de solução 0,010 mol/L de tiocianato de amônio (NH_4SCN), e 10,0 mL de solução de cloreto de ferro (III) (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).
 - Enumerar três tubos de ensaio de 1 a 3.
 - Adicionar a cada um dos tubos, 5,00 mL da solução preparada no **item a**. O tubo 1 será usado como referência (padrão).
 - Adicionar ao tubo 2, com um conta-gotas, 15 gotas de solução saturada de cloreto de amônio (NH_4Cl). Observar a alteração da coloração comparando com a coloração do tubo 1.
 - Adicionar ao tubo 3, alguns cristais de tiocianato de amônio (NH_4SCN). Observar a alteração da coloração comparando com a coloração do tubo 1.
- Obs: O íon SCN^- (tiocianato) apresenta propriedades teratogênicas.

Aula 24. Equilíbrio Químico: o efeito da concentração de íons hidrogênio

24.1. Introdução

O equilíbrio entre os íons $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ 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 ($\text{Ba}^{2+}(\text{aq})$) os íons dicromato ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$) foram dicromato de bário, bastante solúvel; na presença de íons cromato (CrO_4^{2-}) formam cromato de bário, pouco solúvel.

24.2. Objetivos

- Investigar a influência da concentração de íons hidrogênios (H^+) no equilíbrio.

24.3. Procedimentos

- Preparar seis tubos de ensaio e numerá-los de 1 a 6
- Adicionar 2,0 mL de solução de cromato de potássio (K_2CrO_4) aos tubos 1, 2 e 3. Aos tubos 4, 5 e 6, adicionar 2,0 mL de dicromato de potássio ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$). Observar suas cores.
- Adicionar ao tubo 1, 2,0 mL de solução de ácido clorídrico (HCl).
- Adicionar ao tubo 4, 2,0 mL de solução de hidróxido de sódio (NaOH).
- Adicionar aos tubos 2, 3, 5 e 6, 2,0 mL de solução de cloreto de bário (BaCl_2).
- Adicionar ao tubo 2, mais 2,0 mL de solução de ácido clorídrico (HCl).
- Adicionar ao tubo 3, mais 2,0 mL de solução de hidróxido de sódio (NaOH).
- Adicionar ao tubo 5, mais 2,0 mL de solução de ácido clorídrico (HCl).
- Adicionar ao tubo 6, mais 2,0 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.

Aula 25. Determinação da concentração de íons hidrogênio, $[H^+]$, com indicadores

25.1. 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, Equação (25.1).

$$pH = -\log[H^+] \quad (25.1)$$

A expressão equivalente para a concentração de íons hidroxila é dada pela Equação 25.2.

$$pOH = -\log[OH^-] \quad (25.2)$$

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 segundo a Equação (25.3) tem-se.

$$[H^+] = 1,0 \times 10^{-7} \text{ mol/L} \quad \therefore -\log 1,0 \times 10^{-7} = 7 \quad (25.3)$$

Portanto,

$$pH + pOH = 14 \quad (25.4)$$

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

25.2. Objetivos

- Determinar a faixa de viragem dos indicadores: alaranjado de metila, alaranjado IV, carmim 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 ($HC_2H_3O_2$).

25.3. Procedimentos

Experimento 01. Preparação de soluções padrão ácida e básica

- Dispor dez tubos de ensaio limpos e secos 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 limpos e secos 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.

- j- Adicionar a 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 de indicador de indicador metil orange. Agitar e observar a coloração da solução de cada tubo e cada série.
- k- Adicionar a cada tubo da série **B** da solução de hidróxido de sódio, duas gotas de indicador carmin índigo, 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.
- 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 limpos e secos e numerá-los de 1 e 2.
- b- Adicionar aos tubos 1 e 2 cerca de 4 mL da solução 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 cor das soluções padrões dos tubos **1A-5A** e **1A'-5A'** ou **1B-5B** e **1B'-5B'**.

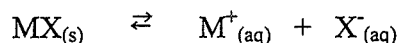
Experimento 03. Determinação da constante de ionização, K_a , do ácido acético

- a- Adicionar em dois tubos de ensaio limpos e secos 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 indicadores 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- Registrar 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 ($HC_2H_3O_3$).

Aula 26: Determinação da constante do produto de solubilidade

26.1. 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:

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

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”.

26.2. 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)

26.3 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 $\text{PbCl}_{2(s)}$ 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 esfriarem 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.

Experimento 02. Determinação da solubilidade molar do 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 (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 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 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 Bünsen, 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 (PbCl_2) à temperatura determinada.
- k- Calcular a constante do produto de solubilidade, K_{ps} , do cloreto de chumbo (PbCl_2), à temperatura determinada.

Prática 27: Espontaneidade de uma reação de óxido-redução

27.1. Objetivos

- Verificar a espontaneidade de reações de deslocamento de metais.
- Montar a pilha de Daniel.

27.2. Procedimentos

Experimento 01. Espontaneidade de uma reação de oxirredução

- Limpar com palha de aço 3 pregos e três fios de cobre. Reservar um prego e um fio de cobre para comparação com os demais.
- Numerar 3 tubos de ensaio: 1, 2 e 3.
- Colocar cerca de 5 mL da solução de sulfato de cobre (II) no tubo 1 e mergulhar na solução um prego limpo.
- Colocar no tubo 2 cerca de 5 mL de solução de sulfato de ferro (esta solução deve ser preparada na hora, colocando uma ponta de espátula de FeSO_4 e 5 mL de água) e em seguida mergulhar um pedaço de fio de cobre previamente limpo.
- No tubo 3 colocar cerca de 5 mL de solução de nitrato de prata e mergulhar um pedaço de fio de cobre limpo.
- Observar as condições iniciais de reação. Anotar todas as evidências de transformação com o passar do tempo. Todos os registros devem ser feitos na Tabela 24.1; dando também as reações químicas.

Experimento 02. Pilha de Daniel

- Colocar em béquer cerca de 25 mL de solução de sulfato de cobre (II) e num outro 25 mL de solução de sulfato de zinco.
- Preparar a ponte salina: encher um tubo em U com solução de KCl e em seguida 3 mol/L colocar um chumaço de algodão nas extremidades do tubo em U, tomando cuidado para não deixar bolhas de ar no tubo (interrompe o circuito feito pelos íons da solução).
- Montar o sistema conforme Figura 27.1.
- Fechar o circuito interligando entre os eletrodos o voltímetro. Observar.

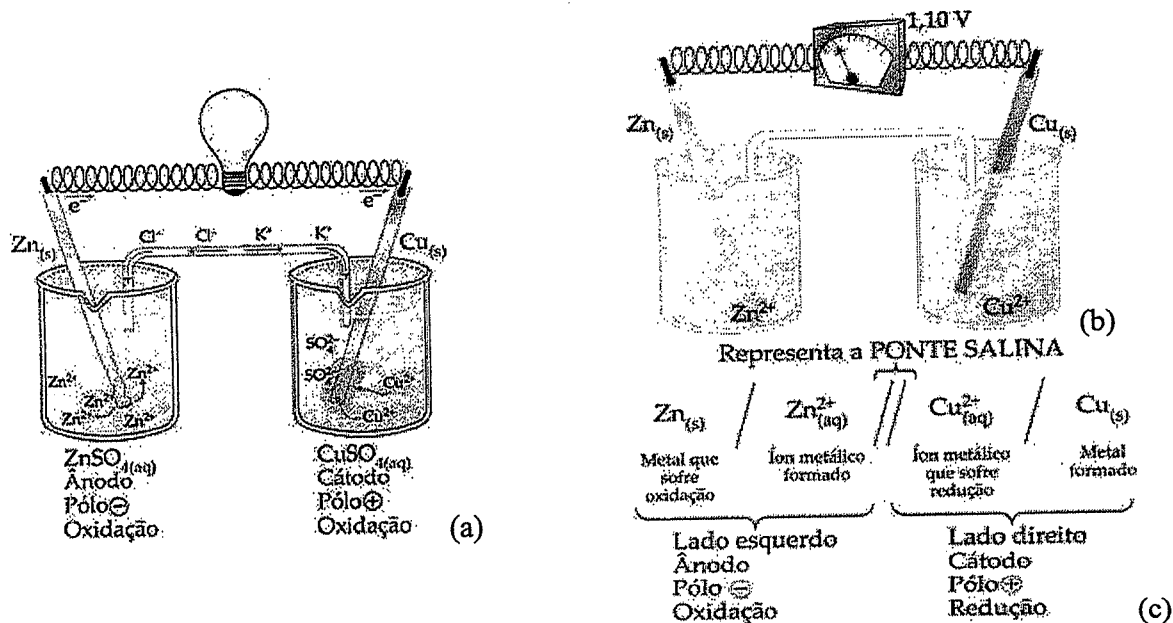


Figura 27.1. (a) Montagem da pilha de Daniel; (b) medida da diferença do potencial; (c) representação do diagrama da pilha.

24.3 Resultados

Tabela 24.1. Registro das evidências de reação ocorridas no Procedimento 24.2.1.

Reação (completar a reação)	Observação	
	Início	Final
Tubo 1: Sulfato de cobre + ferro		
Tubo 2: Sulfato de ferro + cobre		
Tubo 3: Nitrato de prata + cobre		

Prática 28: A corrosão do ferro

28.1 Introdução

A corrosão do aço, por si só, ocasiona anualmente enormes prejuízos financeiros para todos os países. Quais os fatores responsáveis por essa perda? O que se pode fazer para reduzi-la?

“Corrosão” é um termo genérico aplicado aos processos pelos quais os metais não combinados são transformados em óxidos ou outros compostos. Isto provoca a deterioração gradativa dos metais. Embora a química da corrosão do ferro não esteja ainda completamente esclarecida, é certo que, envolve uma oxidação por meio de algum agente oxidante. Nesta experiência, investigaremos alguns fatores envolvidos na corrosão e tentaremos correlacioná-la por meio de algumas generalizações.

28.2 Objetivo

- Determinar o meio mais agressivo ao metal ferro.

28.3 Procedimentos

Experimento 01. Reações do ferro com vários reagentes aquosos

- a) Tome cinco tubos de ensaio e em cada um coloque um prego limpo e polido. Faça-os escorregarem cuidadosamente ao longo das paredes para evitar quebrar o fundo dos tubos.
- b) Em cada tubo coloque, até cobrir os pregos, soluções dos reagentes: NaOH, $K_2Cr_2O_7$, NaCl, HCl e água destilada. Todas as soluções têm concentração igual a 0,1 mol/L.
- c) Com auxílio de um potenciômetro (ou papel indicador universal), determine o pH de cada solução e anote em uma tabela.
- d) Deixe os pregos mergulhados nas soluções durante 1 hora. Observe e anote qualquer modificação que tenha ocorrido.
- e) Acrescente a cada solução 2 ou 3 gotas de ferricianeto de potássio ($K_3Fe(CN)_6$) 0,1 mol/L. Observe qualquer modificação.
- f) Em um tubo limpo e seco adicionar 1 pitada de $FeSO_4$ e aproximadamente 3 mL de água e acrescente 2 a 3 gotas de solução de ferricianeto de potássio 0,1 mol/L. Compare este resultado com o obtido quando o ferricianeto de potássio foi acrescentado às soluções que continham os pregos. Que conclusão podem ser tiradas dos resultados?

Experimento 02. Teste da proteção do ferro com graxa

- a) Repetir o procedimento do Experimento 01, envolvendo inicialmente os pregos com uma graxa lubrificante.

Experimento 03. Teste da capacidade de proteção do metal de sacrifício

- a) Repetir o procedimento do Experimento 01, enrolando uma fita de magnésio em cada prego.

Experimento 04. Reações que envolvem pares metálicos, dois metais em contato

Obs: Um experimento para a turma toda.

- a) Preparar cerca de 150 mL de solução agar-agar, procedendo da seguinte maneira: aqueça cerca de 150 mL de água destilada até começar a ferver. Retire o bico de Bunsen e acrescente, com agitação, 2 g de agar-agar pulverizados. Continue aquecendo e agitando até o agar se tenha dispersado.
- b) Acrescente a solução cerca de 10 gotas de ferricianeto de potássio 0,1 mol/L e 10 gotas de solução de fenolftaleína.
- c) Enquanto a solução estiver esfriando, prepare quatro pregos limpos e polidos.

- d) Coloque um deles em um lado de uma placa de petri. Com auxílio de alicates, dobre um segundo prego e coloque-o do outro lado da placa.
- e) Enrole um fio de cobre limpo em volta de um terceiro prego, de forma que haja contato íntimo entre o fio e o prego. Coloque este prego em outra placa de petri.
- f) Repita o mesmo processo usando uma fita de magnésio enrolada em outro prego. Coloque-o na Segunda placa de petri. Cuidado para que os pregos não se toquem.
- g) Quando a solução de agar-agar estiver morna, mas ainda fluida, derrame-a cuidadosamente nas placas de petri até que os pregos estejam cobertos por uma camada de cerca de 0,5 cm de espessura.
- h) Faça observações durante o tempo restante da aula.