UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS
INSTITUTO DE QUÍMICA

APOSTILA DE QUÍMICA GERAL EXPERIMENTAL

Docente:

Prof. Dyrney Araújo dos Santos

(www.dyrney.com)

Goiânia – 2019/2

Instruções Gerais

As aulas de Química Geral no laboratório são uma oportunidade de colocar em prática os conceitos aprendidos nas aulas teóricas. É uma forma de compreender a química sob um ponto de vista diferente. Porém, para alcançar essa compreensão é preciso dedicação, interesse, pontualidade, disciplina e estudo.

Os resultados obtidos dependerão muito do cuidado em que os procedimentos experimentais são realizados e requer atenção total durante o manuseio de compostos e a manipulação de aparelhos.

Uma prática nunca deve ser iniciada sem o conhecimento prévio do procedimento experimental e materiais utilizados.

1. Regras Gerais de Segurança

A ocorrência de acidentes em laboratórios, infelizmente, não é tão rara como possa parecer. É muito importante que todas as pessoas que trabalham em um laboratório tenham uma noção bastante clara dos riscos existentes e de como minimizá-los. Nunca é demais repetir que **O MELHOR COMBATE AOS ACIDENTES É A PREVENÇÃO**. O descuido de uma única pessoa pode pôr em risco outras pessoas no laboratório e por esta razão as normas de segurança descritas abaixo têm seu cumprimento exigido. Acima disto, espera-se que todos tenham consciência da importância de se trabalhar em segurança, o que resultará em benefícios para todos.

1. É OBRIGATÓRIO o uso de AVENTAL, GUARDA-PÓ ou JALECO no laboratório.
2. É OBRIGATÓRIO o uso de calça jeans ou de algodão. Não será permitido que se assista aula de bermuda, minissaia ou calça de material sintético.
3. NÃO É PERMITIDO O USO DE SANDÁLIAS OU CHINELOS NO LABORATÓRIO. Usar sempre algum tipo de calçado que cubra todo o pé.
4. É RECOMENDÁVEL o uso de ÓCULOS DE PROTEÇÃO.
5. É terminantemente PROIBIDO FUMAR em qualquer laboratório.
6. É PROIBIDO utilizar CELULAR, NOTEBOOK, TABLET ou qualquer outro aparelho eletrônico no laboratório, exceto quando autorizado pelo professor;
7. É PROIBIDO trazer COMIDA ou BEBIDA para o laboratório. Da mesma forma, não se deve provar qualquer substância do laboratório, mesmo que inofensiva.
8. Não usar lentes de contato durante o trabalho no laboratório.

9. Conservar os cabelos sempre presos ao realizar qualquer experimento no laboratório.
10. Não deixar livros, blusas, etc. sobre as bancadas. Colocá-los longe de onde se executam as operações.
11. Siga rigorosamente as instruções do professor. Não se deve tentar nenhuma reação aleatoriamente pois reações desconhecidas podem causar resultados desagradáveis.
12. Evite contato de qualquer substância com a pele. Seja particularmente cuidadoso ao manusear substâncias corrosivas como ácido ou base concentrado.
13. NUNCA pipetar com a boca. Utilize a pera de sucção.
14. Ao testar um produto químico pelo odor, não coloque o frasco diretamente sob o nariz. Os vapores devem ser deslocados para a sua direção com o auxílio de uma das mãos enquanto a outra segura o frasco.
15. Nunca acender o bico de gás próximo a frascos contendo solventes orgânicos inflamáveis.
16. Sempre que proceder à diluição de um ácido concentrado, NUNCA adicione a água sobre o ácido e sim o ácido sobre a água.
17. Todos os experimentos que envolvam a liberação de gases e/ou vapores tóxicos devem ser realizados na capela (câmara de exaustão).
18. Ao aquecer um tubo de ensaio contendo qualquer substância, não voltar a extremidade aberta do mesmo para si ou para outra pessoa próxima.
19. Não abandone sobre as bancadas recipientes quentes; coloque-o sobre uma tela de amianto. Lembrar que o vidro quente tem o mesmo aspecto do vidro frio.
20. Dedique especial atenção a qualquer operação que envolva aquecimento prolongado.
21. Nunca abra um frasco de reagente antes de ler o rótulo.
22. Ao retirar-se do laboratório, verifique se não há torneiras abertas (gás ou água). Desligue todos os aparelhos, deixe todos os equipamentos limpos e LAVE AS MÃOS.
23. Todo material utilizado deve ser guardado no devido lugar. O laboratório deve ser entregue limpo e organizado após o uso.
24. Ao trabalhar em um laboratório, estamos constantemente expostos a riscos. No caso de acidente, a presença de outra pessoa pode ser fundamental no socorro imediato e no auxílio do controle da situação.

Manutenção do Laboratório

É de fundamental importância que o laboratório esteja sempre limpo e organizado, por isso depois de toda utilização todos os itens utilizados devem ser devidamente limpos e guardados, facilitando trabalhos posteriores e de outros usuários.

A limpeza e a organização devem ser feitas imediatamente após o término das atividades (e não após o término do experimento, que pode durar vários dias), para evitar a contaminação de objetos e do ambiente. Vidrarias depois de utilizadas devem ser lavadas e deixadas no local indicado pelo professor ou técnico.

Trajes

A vestimenta de laboratório deve considerar todos os riscos que o mesmo apresenta. Nos laboratórios, o traje obrigatório inclui calças compridas que cubram até os tornozelos, sapato fechado que cubra os calcanhares e o peito do pé (preferencialmente de couro) e jaleco de manga comprida que deve permanecer totalmente abotoado e as mangas não devem ser dobradas. O uso de jaleco não exclui o uso de calça e sapato fechado para proteção de pernas e pés.

Pulseiras, anéis, correntes, relógios, brincos grandes também são desaconselhados, pois podem enroscar em equipamentos durante a manipulação. Adereços nas mãos e braços apresentam ainda mais riscos, pois quaisquer queimaduras químicas ou térmicas são agravadas pela presença desses adereços.

Brincadeiras também podem causar graves acidentes. O trabalho no laboratório deve ser levado a sério. Brincadeiras no laboratório podem ter graves consequências. De maneira geral, a segurança no laboratório está diretamente ligada com a responsabilidade de seus usuários, sendo mínima a porcentagem de acidentes que ocorrem por causa do ambiente e estrutura.

EPI – Equipamento de Proteção Individual e EPC – Equipamento de Proteção Coletiva

Equipamentos de Proteção Individual ou EPIs são quaisquer meios ou dispositivos destinados a utilização por uma pessoa contra possíveis riscos que ameaçam a sua saúde ou segurança durante o exercício de uma determinada atividade. Já os EPC, possuem a mesma função, porém podem ser utilizados em grupo.

Em laboratório a utilização desses itens de proteção é comum e essencial à saúde dos usuários. E para o seu efetivo funcionamento, os equipamentos de proteção devem ser utilizados para a função certa e da maneira adequada. Segue abaixo os equipamentos de proteção mais utilizados em laboratórios:

- ***Jaleco***

Deve ser utilizado durante toda a sua permanência dentro do laboratório. Deve possuir mangas compridas, preferencialmente com punhos, fechamento com velcro ou botões e comprimento até os joelhos. Deve ser utilizado todo fechado e suas mangas não devem ser dobradas, ou arregaçadas. É muito importante que o jaleco seja retirado ao sair do laboratório e ele não deve entrar em contato com outras roupas e objetos para não contaminar, mesmo no momento de higienização do jaleco.

- ***Óculos de proteção***

Óculos de proteção ou de segurança, tem a função de proteger os olhos contra respingos de produtos químicos, e outros particulados. Este EPI deve possuir leveza, confortabilidade, tratamentos anti-risco e anti-embaçante e proteção lateral.

- ***Luvas***

A utilização de luvas protege as partes do corpo com maior risco de exposição: as mãos. Há vários tipos de luvas e sua utilização deve ser de acordo com o produto a ser manuseado.

- ***Máscaras e respiradores e capelas***

Máscaras e respiradores são equipamentos de proteção que tem como objetivo evitar a inalação de vapores orgânicos, névoas ou finas partículas. Eles são usados apenas quando as medidas de proteção coletiva não existem, não podem ser implantadas ou são insuficientes.

Em laboratórios, a capela é o equipamento de proteção prioritário contra agentes respiratórios. A função primária de uma Capela de Exaustão é exaurir vapores, gases e fumos produzidos durante a manipulação de produtos químicos, ácidos, solventes e outros formadores de particulados e aerossóis. Ela serve também, como uma barreira física entre as reações químicas e o ambiente de laboratório, oferecendo assim uma proteção aos usuários e ao ambiente contra a exposição de gases nocivos, tóxicos, derramamento de produtos químicos e fogo.

Para que o funcionamento da capela seja eficiente, alguns cuidados devem ser tomados:

- Ao utilizar a capela, mantenha a janela com o mínimo de abertura possível;
- Deixe na capela apenas o material a ser utilizado;
- O sistema de exaustão da capela só deve ser desligado, após 10 a 15 minutos do término dos trabalhos;
- Não armazene substâncias químicas e vidrarias na capela;
- Mantenha os produtos químicos a uma distância de pelo menos 15 cm da face da capela;
- Não apoie ou coloque sua cabeça no interior da capela com contaminantes;
- Não obstrua o fluxo de ar linear da capela com equipamentos em sua frente.

- ***Chuveiro de segurança e lava-olhos***

Os chuveiros de emergência e lava-olhos são equipamentos de proteção coletiva que devem ser instalados próximos às áreas onde haja armazenagem e manipulação de produtos químicos considerados de risco para a saúde humana.

Ele é utilizado quando ocorre um acidente em que o produto químico entra em contato com a pele ou com os olhos, e o chuveiro deve ser acionado banhando o local afetado com água por 15 minutos.

Os produtos químicos são classificados em nove classes de risco. Dentro de cada uma podem existir divisões, onde os produtos são agrupados pelo tipo de risco, conforme abaixo:

2. Classificação dos produtos perigosos

Os produtos perigosos são classificados pela Organização das Nações Unidas ONU) em nove classes de riscos e respectivas subclasses, conforme descrição a seguir:

Classificação	**Subclasse**	**Simbologia**
CLASSE 1: Explosivos	1.1 Substância e artigos com risco de explosão em massa.	
	1.2 Substância e artigos com risco de projeção, mas sem risco de explosão em massa.	
	1.3 Substâncias e artigos com risco de fogo e com pequeno risco de explosão ou de projeção, ou ambos, mas sem risco de explosão em massa	

	1.4 Substância e artigos que não apresentam risco significativo.	
	1.5 Substâncias muito insensíveis, com risco de explosão em massa	
	1.6 Artigos extremamente insensíveis, sem risco de explosão em massa	
CLASSE 2: Gases	2.1 Gás inflamável	
	2.2 Gás não inflamável comprimido	
	2.3 Gás tóxico	

CLASSE 3: Líquidos inflamáveis		
CLASSE 4: Sólidos	4.1 Sólidos inflamáveis	
	4.2 Sólidos espontaneamente combustíveis	
	4.3 Sólidos perigosos quando molhados	
CLASSE 5: Agentes oxidantes e	5.1 Agentes oxidantes	

peróxidos orgânicos	5.2 Peróxidos orgânicos	
CLASSE 6: Tóxicos e infecciosos	6.1 Substâncias tóxicas	
	6.1 Substâncias infecciosas	
Classe 7: Material radioativo		
CLASSE 8: Corrosivos		
CLASSE 9: Miscelânea		

3. Medidas em caso de acidentes

A seguir estão relacionados os acidentes mais comuns que ocorrem nos laboratórios e as iniciativas a serem tomadas e/ou primeiros socorros que devem ser realizados:

- **Incêndios**

(a) Em caso de incêndio, a primeira medida é chamar os bombeiros e deixar o local o mais rápido possível.

(b) Todas as vezes que ocorrer um acidente envolvendo algum aparelho elétrico, puxar imediatamente o pino da tomada.

(c) Aprender a localização das saídas de emergência e dos extintores de incêndio

(d) Aprender a utilização dos extintores de incêndio.

(e) Na ausência de um extintor de incêndio, utilizar um pano, cobertor ou mesmo o avental para abafar as chamas.

Onde usar os agentes extintores

Os agentes extintores podem ser encontrados nos estados sólidos, líquidos ou gasosos. Existe uma variedade muito grande de agentes extintores, abaixo citamos apenas os mais comuns.

Classes de Incêndio	**Agentes Extintores**			
	Água	**Espuma**	**Pó Químico**	**Gás Carbônico**
A: Madeira, papel, tecidos, etc.	SIM	SIM	SIM*	SIM*
B: Gasolina, álcool, ceras, tintas, etc.	NÃO	SIM	SIM	SIM
C: Equipamentos, Rede elétrica energizada.	NÃO	NÃO	SIM	SIM
* Com restrição, pois há risco de reignição (se possível utilizar outro agente).				

- **Acidentes com produtos químicos ou queimaduras**

Em caso de qualquer tipo de acidente que ocorra contato com produto químico ou queimadura, a recomendação é lavar imediatamente o local atingido com água corrente em abundância durante cinco minutos. Se necessário, use o chuveiro ou lava olhos de emergência. Em seguida, encaminhar imediatamente o acidentado ao serviço médico.

Finalmente, lembrar que o LABORATÓRIO É UM LUGAR DE RESPEITO E TRABALHO SÉRIO. EVITE QUALQUER TIPO DE BRINCADEIRA. A atenção adequada ao trabalho evita a grande maioria dos acidentes. É muito importante ter o perfeito conhecimento do que está sendo realizado no laboratório.

Antes de todas as aulas leia atentamente o roteiro proposto na apostila, para saber de antemão o trabalho que será realizado, e não ficar "perdido" durante a aula.

Equipamentos básicos de laboratório

A execução de qualquer experimento na Química envolve geralmente a utilização de uma variedade de equipamentos de laboratório com finalidades específicas. O objetivo desta aula é apresentar os materiais utilizados rotineiramente em um laboratório e introduzir algumas técnicas específicas. A seguir são apresentadas as principais vidrarias e materiais utilizados no laboratório:

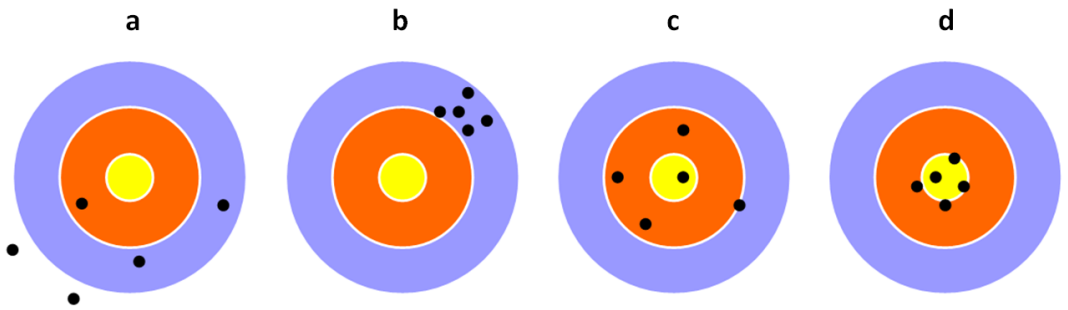
1 Espátula	8 Kitassato	15 Bastão de vidro
2 Tubo de Ensaio	9 Bureta	16 Balão de vidro
3 Béquer	10 Suporte universal	17 Termômetro
4 Erlenmeyer	11 Garra	18 Pipeta de Pasteur
5 Proveta	12 Pinça de madeira	19 Pipeta volumétrica
6 Funil de vidro	13 Funil Buchner	20 Pipeta graduada
7 Estante para tubos	14 Pisseta	21 Balança

Medidas de volume e de pesagem

Introdução

Um comerciante de ouro precisa fazer medidas muito próximas do valor real, pois um pequeno erro pode representar um grande prejuízo. Por outro lado, receitas culinárias utilizam medidas como colher de sopa, colher de chá. Se a colher estiver mais cheia, ou menos cheia, haverá diferença na quantidade medida, porém, o sabor não será alterado substancialmente. Assim, as medidas usadas por um ourives e por um chefe de cozinha não serão as mesmas. Ao realizar uma medida em um laboratório, é necessário ter-se ideia de quão boa é essa medida. O rigor na certeza da medida dependerá do tipo de experimento a ser realizado. Existem duas medidas muito úteis para se avaliar medições: a exatidão e a precisão.

Dizer que uma medida é exata significa que ela se aproxima do valor verdadeiro. Dizer que uma medida é precisa significa que, ao se repetir a medição por diversas vezes, sempre se chegará a valores muito próximos entre si, mas não necessariamente próximos do valor verdadeiro. A figura abaixo ilustra a diferença entre exatidão e precisão, supondo que o círculo mais interior represente o valor verdadeiro, e as manchas pretas os valores medidos.



a	b	c	d
PRECISÃO: NÃO **EXATIDÃO:** NÃO	**PRECISÃO:** SIM **EXATIDÃO:** NÃO	**PRECISÃO:** NÃO **EXATIDÃO:** SIM	**PRECISÃO:** SIM **EXATIDÃO:** SIM

Para medir volumes de líquidos são usadas vidrarias que nos fornecem medidas com exatidão, com aproximação e medidas grosseiras. Enfim, há vidrarias com exatidão e precisão distintas.

A exatidão de uma vidraria está associada à sua calibração. O fabricante deverá ter feito uma rigorosa marcação dos volumes, em conformidade com o valor real. Uma proveta, por exemplo, onde os traços de aferição estejam colocados nos lugares certos é uma proveta exata. A calibração periódica de vidrarias é sempre desejável devido à variação,

com o tempo, da resposta da maioria dos instrumentos, resultante do desgaste, da corrosão ou da manutenção inadequada. Já a precisão de uma vidraria está associada ao seu formato. Geralmente, provetas não são vidrarias precisas. Isto porque essa vidraria é muito larga à altura dos traços de aferição. Dificilmente o experimentador terá acuidade visual suficiente para conseguir medir um valor com precisão, já que uma pequena diferença de altura da coluna de líquido, de uma medição para outra, implicará numa grande diferença de volume, já que o tubo é grosso. Por outro lado, uma pipeta volumétrica é uma vidraria precisa, pois o diâmetro da mesma no local onde está o traço de aferição é bem pequeno. Um experimentador, ao variar, de uma medida para outra, 0,5 mm, estará variando um valor muito pequeno de volume. Se fosse uma proveta, por ser larga, haveria uma variação volumétrica muito maior. Por isso, a pipeta volumétrica é mais precisa que a proveta e que pipeta graduada. Porém, ela só será exata se o fabricante tiver feito uma correta marcação do traço de aferição.

Durante o tempo, em laboratórios credenciados, faz-se a calibração das vidrarias exatas, pois o vidro pode ter sofrido alguma dilatação. Se o traço de aferição não estiver correto, apaga-se e coloca-se outro. Para certificar-se do valor correto, pode-se pesar a quantidade de água transferida por uma vidraria, usando uma balança calibrada. Como a densidade da água em várias temperaturas é conhecida, pela massa da alíquota transferida sabe-se o volume transferido. Compara-se esse volume com o volume indicado pela vidraria, para saber se a vidraria está exata. Para saber se a vidraria é precisa, pode-se pesar várias alíquotas iguais e ver se os valores são semelhantes.

As vidrarias de medidas se classificam em duas categorias:

a) Vidrarias para conter um volume líquido específico, ex. balões volumétricos. (Também chamadas de vidrarias TC, do inglês, *To Contain*).
b) Vidrarias para dar escoamento a volumes variáveis, ex. pipetas, buretas, etc. (Também chamadas de vidrarias TD, do inglês, *To Deliver*).

Vidrarias mais comuns utilizadas em laboratório para medida de líquidos

BALÃO VOLUMÉTRICO – recipiente destinado a conter um determinado volume líquido, a uma dada temperatura. É utilizado no preparo e na diluição de soluções de concentração definida (soluções padrão). Como o volume nominal dos balões volumétricos é geralmente calibrado a 20º C, não é recomendado colocar soluções aquecidas no seu interior, nem submete-los a temperaturas elevadas. Como o traço de aferição está localizado em um local de diâmetro pequeno, o pescoço do balão, esta é uma

vidraria precisa. Caso o balão tenha sido calibrado recentemente, e não tiver sido exposto ao calor, ele será exato.

PROVETA OU CILINDRO GRADUADO – frasco destinado a medidas aproximadas de volume. Podem ser encontradas em diversos volumes. Não é precisa. Pode ser exata, a depender da calibração do fabricante.

BÉQUER – recipiente com ou sem graduação, de forma alta ou baixa. Sua graduação fornece uma medida grosseira de volume. Usado no preparo de soluções, na pesagem de sólidos e no aquecimento de líquidos, bem como em reações de precipitação e recristalização. Não é precisa, e geralmente não é exata, pois o fabricante não se preocupa em marcar com muita certeza os traços de aferição, já que não é uma vidraria usada para transferências de volume com rigor na medida.

ERLENMEYER – recipiente com ou sem graduação, esta fornece uma medida grosseira de volume. Esse recipiente é largamente utilizado na análise titulométrica, no aquecimento de líquidos e na dissolução de substâncias. Da mesma forma que o béquer, não é exato nem preciso.

PIPETAS – instrumento para medida e transferência de determinados volumes de líquidos a uma dada temperatura. Existem basicamente dois tipos de pipetas: as volumétricas ou de transferências e as graduadas. As primeiras são utilizadas para escoar volumes fixos, enquanto as graduadas são utilizadas para escoar volumes variáveis de líquidos. As volumétricas são mais precisas e exatas, porém, menos versáteis. A precisão das graduadas depende do volume que se quer transferir. A transferência de volumes maiores implica em maior precisão.

BURETA –Permite o escoamento de líquido e é muito utilizada em titulações. Possui uma torneira controladora de vazão na sua parte inferior. Por ser usada em experimentos onde o volume deve ser medido com rigor, as buretas são bem calibradas pelo fabricante, e, se bem cuidadas, são vidrarias exatas. Por serem finas, são precisas. A imprecisão fica maior quando se mede volumes muito pequenos. Nesse caso, o melhor a fazer é recorrer a buretas de menor capacidade. Quando se realiza uma titulação, onde o volume gasto deve ser em torno de 20 mL, usa-se uma pipeta de 25,0 mL de capacidade. O uso de uma de 50 mL ou mais aumentaria o erro da medida e, portanto, a imprecisão.

Objetivos

- Familiarizar o estudante com o uso de instrumentos e unidades métricas de massa e volume em laboratório, com a medição em balança;

- Discutir precisão e exatidão nas medidas de laboratório.
- Possibilitar aos alunos identificar as técnicas básicas de laboratório;
- Introduzir os fundamentos sobre propagação de erros e escolha de materiais no laboratório químico.

Parte experimental

3.1. Procedimentos

3.1.1 Uso de balanças: pesagem de um composto sólido

1. Pese, utilizando uma balança analítica, um béquer de 50 mL. Anote o resultado.
2. Repita esse procedimento 4 vezes com o mesmo béquer. Calcule a média e o desvio. Tare a balança.
3. Em outra balança, pese 2,0 g de NaCl usando um vidro de relógio.
4. Transfira o NaCl para o béquer, pese novamente e anote o resultado.
5. Repita esse procedimento 4 vezes com a mesma amostra de NaCl. Calcule a média e o desvio.

3.1.2 Medidas de volume

a) Comparação entre proveta e béquer

1. Preencha uma proveta de 25mL com água destilada e acerte o menisco.
2. Transfira esse volume cuidadosamente para um béquer de 50mL.
3. Compare o volume na proveta e no béquer. Anote suas observações.

b) Comparação entre proveta e Erlenmeyer

1. Preencha uma proveta de 50mL com água destilada e acerte o menisco.
2. Transfira o volume para um Erlenmeyer de 125mL limpo e seco.
3. Compare o volume na proveta e no Erlenmeyer. Anote suas observações.

c) Comparação entre béquer e Erlenmeyer

1. Adicione 100mL de água destilada a um béquer de 250mL.
2. Transfira todo o volume para um Erlenmeyer de 250mL limpo e seco.
3. Compare o volume no béquer e no Erlenmeyer. Anote suas observações.

d) Comparação entre proveta e balão volumétrico

1. Coloque 100 mL de água destilada em uma proveta.
2. Transfira todo o volume para um balão volumétrico de 100 mL.

3. Compare o volume na proveta e no balão volumétrico. Anote suas observações.

e) Comparação entre pipeta graduada e volumétrica

1. Medir o volume indicado em sua pipeta volumétrica e escoar todo o líquido (repetir três vezes).
2. Zerar uma pipeta graduada e fazer o escoamento do líquido das seguintes maneiras:

a) de 1 em 1 mL, b) de 0,5 em 0,5 mL, c) gota a gota.

3. Meça 5mL de água destilada em uma pipeta volumétrica de 5mL e transfira para uma proveta de 10mL limpa e seca.
4. Meça 5mL de água destilada em uma pipeta graduada de 5mL e transfira para uma outra proveta de 10mL limpa e seca.
5. Compare os volumes das duas provetas. Anote suas observações.

f) Comparação do erro percentual na medição em diferentes vidrarias

1. Meça o peso das vidrarias listadas na tabela abaixo, cuidadosamente secas.
2. Coloque 50 mL de água destilada em cada recipiente e pese-os novamente.
3. Anote os resultados na tabela abaixo.
4. A fim de comparar a exatidão das várias vidrarias utilizadas na medição de volumes, preencha o quadro abaixo.

Vidraria	Massa Vidraria Seca (g)	Massa Vidraria + 50 mL de H_2O (g)	Massa de H_2O (g)	Volume de H_2O (mL)*	Erro percentual
Proveta 50 mL					
Balão 50 mL					
Béquer 100 mL					

Referência Bibliográficas

J.M. Postma, J.L. Roberts Jr., J.L.Hollenberg, Química no Laboratório (5ª. Ed, Manole), 2009.

Questões Pré-lab

1. Diferencie precisão de exatidão.

2. Descreva o uso dos seguintes equipamentos de laboratório:

a. balão volumétrico

b. béquer

c. vidro de relógio

d. bureta

3. Suponha que você precise medir 5,00 mL de água para realizar um determinado ensaio de alta precisão. Qual vidraria você escolheria para fazer essa medição? Explique

4. Por qual motivo existem dois tipos de pipetas? Como elas se diferenciam?

5. O que pesa mais: 1 kg de chumbo ou 1 kg de algodão? E se colocarmos estas amostras dentro de um balde com água, elas ocuparão o mesmo volume? Por quê?

Experimento 1: Propriedades das substâncias: densidade, viscosidade e ponto de fusão

Introdução

Ao realizar um experimento é importante saber identificar e reconhecer os diferentes materiais que participam de uma transformação. Esses materiais podem apresentar um espaço uniforme em toda sua extensão e propriedades constantes ou não.

Uma substância pode ser identificada por um conjunto de propriedades classificadas como extensivas e intensivas. As propriedades extensivas são aquelas que dependem da quantidade de matéria presente na amostra como, por exemplo, a massa e o volume. As propriedades intensivas são aquelas que independem da quantidade de matéria e sim da natureza da substância, como por exemplo, a temperatura, a pressão e a entalpia molar. Por isso, são muitas vezes chamadas de propriedades características de uma substância, utilizadas, frequentemente, na determinação do seu grau de pureza. Algumas dessas propriedades estão listadas a seguir:

Ponto de fusão: o ponto de fusão é a temperatura na qual uma substância sólida, em condições de equilíbrio, passa para o estado líquido. No caso de uma "substância pura", o intervalo de temperatura desde o momento inicial da fusão (aparecimento de uma fase líquida) até a sua completa fusão não deve exceder a 0,5 °C. Substâncias contendo impurezas não possuem um ponto de fusão definido, mas um intervalo com vários graus de temperatura.

Densidade (ρ): a densidade é uma propriedade física específica que pode ser usada para identificar substâncias, visto que raramente diferentes substâncias têm a mesma massa específica.

É definida como massa específica a razão entre a massa da substância (m) e o seu volume (V), pode ser expressa em **kg/L** ou **g/mL**

$$\rho = \frac{m}{V}$$

Viscosidade (μ): a viscosidade de um fluido é a resistência à deformação ou ao escoamento e pode ser entendida como uma fricção interna. Existe mais de uma definição para a viscosidade, entretanto, a mais comum, abordada nesta prática, é a Viscosidade Absoluta, também chamada de Coeficiente de Viscosidade Dinâmica, representada pela

letra grega μ, cuja unidade no SI é o Pa·s ($N \cdot s.m^{-2} = kg \cdot m^{-1} \cdot s^{-1}$). A unidade mais usual é o Poise (P = 0,1 Pa·s), ou ainda o centiPoise (cP = 0,001 Pa·s). O nome da unidade foi atribuído em homenagem ao médico fisiologista francês Jean Louis M. Poiseuille, que, em 1846, publicou estudos sobre o fluxo laminar de fluidos Newtonianos. Em especial, seu interesse era entender o fluxo do sangue em artérias, veias e vasos capilares. Outra definição é a chamada Viscosidade Cinemática, obtida dividindo-se a viscosidade absoluta pela densidade do líquido, cuja unidade usual é o Stokes ($cm^2 \cdot s^{-1}$). A escolha do nome homenageia o físico-matemático irlandês Sir George Gabriel Stokes que, a partir de 1842, publicou importantes contribuições na área de dinâmica de fluidos.

Fluidos cujas viscosidades absolutas dependem apenas da temperatura e pressão, e não das forças de escoamento, são denominados Fluidos Newtonianos. Esse tipo de comportamento é apresentado por grande parte dos líquidos e soluções, sendo a água um exemplo típico. A viscosidade dos líquidos tende a diminuir com o aumento da temperatura, enquanto que a variação da pressão exerce efeitos mínimos, exceto para altíssimas pressões. Nesta prática, as viscosidades de duas soluções serão calculadas em relação à da água (fluido de referência), cuja viscosidade é tabelada, previamente determinada por outra técnica. As viscosidades em função da temperatura da água são facilmente encontradas na literatura, sendo uma boa escolha como fluido de referência. As densidades de outros líquidos ou soluções (ρ) e seus tempos de escoamento (t), cujas viscosidades absolutas (μ) desejam ser calculadas, serão determinados experimentalmente e empregados na seguinte fórmula:

$$\mu = \frac{\mu_{H2O}\ (t \cdot \rho)}{t_{H2O}\ \cdot \rho_{H2O}}$$

Portanto, para realizar o cálculo utilizando a equação acima, é necessário conhecer a viscosidade da água (μ_{H2O}), o tempo de escoamento e sua densidade (ρ_{H2O}). Essas propriedades serão determinadas nas mesmas condições experimentais que as das soluções testadas. Além disso, as grandezas testadas são dependentes da temperatura e, portanto, a temperatura deve ser medida durante a realização da prática.

Tabela 1 – Variação da densidade e viscosidade da água em função da temperatura à pressão de 1 atm.

T (°C)	**ρ (g/cm³)**	**μ (cP)**
15	0,9991	1,1390
16	0,9989	1,1090
17	0,9988	1,0810
18	0,9986	1,0530
19	0,9984	1,0270

20	0,9982	1,0020
21	0,9980	0,9779
22	0,9978	0,9548
23	0,9975	0,9325
24	0,9973	0,9111
25	0,9970	0,8904
26	0,9968	0,8705
27	0,9965	0,8513
28	0,9962	0,8327

Objetivos

- identificar, medir e interpretar algumas propriedades físicas das substâncias.

Parte experimental

Determinação do ponto de fusão

Encha cerca de ¼ de um tubo capilar, fechado numa das extremidades, com naftaleno em pó e amarre-o junto ao bulbo de um termômetro, como mostrado na Figura 1. Encha um béquer com água e coloque sobre a chapa aquecedora previamente ligada. Mergulhe o bulbo do termômetro no béquer e aqueça lentamente. Observe e anote as temperaturas inicial e final de fusão.

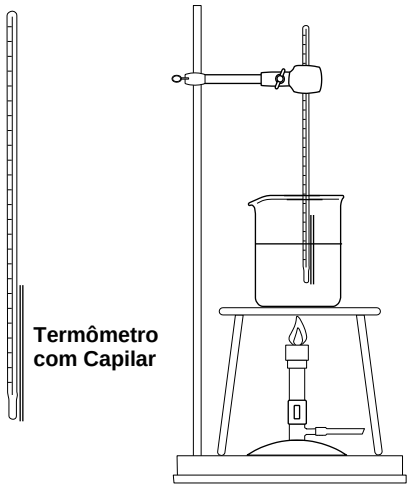


Figura 1. Montagem para determinação do ponto de fusão.

Determinação da Densidade

A) Densidade de sólidos

1. Pese cada pedaço de sólido fornecido pelo professor/técnico (alumínio, cobre, zinco) utilizando uma balança semi-analítica

2. Adicione 15mL de água destilada a uma proveta de 25mL.
3. Adicione, cuidadosamente, o sólido pesado, verifique se está completamente submerso e meça a diferença de volume.
4. Anote seus resultados na tabela abaixo e calcule a massa específica do sólido.
5. Repita o procedimento para os outros sólidos, completando a tabela.
6. Compare os valores da densidade de cada sólido obtidos com os valores da literatura.

Sólido	Massa do sólido (g) - M	Volume inicial da proveta (mL) - Vi	Volume final da proveta (mL) - Vf	Volume do sólido (mL) - Vs	Densidade (g/mL) - ρ

B) Densidade de líquidos

1. Pese um balão volumétrico de 100 mL e anote sua massa M1
2. Preencha o balão com o líquido até aproximadamente 1 cm abaixo da marca.
3. Utilize uma pipeta de Pasteur para completar o volume exatamente até a marca do menisco.
4. Pese na balança o balão volumétrico, contendo o líquido, e anote a massa M2
5. Transfira todo o líquido do balão para um béquer, coloque o termômetro e anote o valor da temperatura.
6. Calcule a massa do líquido e sua densidade.
7. Repita o procedimento, a partir do item 2, para cada líquido e complete a tabela abaixo.

	Massa inicial do balão (M1)	Massa final do balão (M2)	Massa de líquido (M3)	Densidade (ρ)	Temperatura (°C)
Água destilada					
Solução de NaCl					
Glicerina e água					

Determinação da Viscosidade

As viscosidades de glicerina+água e solução de NaCl serão obtidas usando a viscosidade da água como referência, a partir dos tempos de escoamento e das densidades.

Repita as instruções abaixo para cada um dos líquidos.

1. Lave a seringa 3 vezes com água destilada, deixando a água escorrer pela ponta livremente. Ao final, sacuda a seringa para secar, não use panos nem papel para tentar secá-la.
2. Coloque a seringa no suporte e adicione, com a proveta, exatos 10 mL do líquido, usando o dedo para obstruir a ponta da seringa e evitar a saída do líquido.
3. Coloque um béquer embaixo da seringa e zere o cronômetro.
4. Inicie a contagem do tempo no cronômetro ao mesmo tempo em que seu colega retira o dedo da ponta da seringa, parando o cronômetro assim que o líquido escoar por completo. Anote o tempo de escoamento (t) em segundos.
5. Repita os passos 2 a 4 por mais duas vezes e calcule o tempo médio de escoamento, anotando os valores na tabela.
6. Coloque o termômetro no béquer, contendo o líquido e anote a temperatura.
7. Calcule o Coeficiente de Viscosidade Dinâmica conforme a fórmula descrita anteriormente e utilizando a Tabela 1 para obter o valor da viscosidade da água cuja temperatura for a mais próxima à observada no experimento e anote-o na tabela.
8. Utilize os valores médios obtidos pelo grupo para os tempos de escoamento e as densidades (ρ) obtidas previamente no procedimento 2.
9. Repita o procedimento descrito de 2 a 8 para a glicerina+água e a solução de NaCl.

Tempo de escoamento (s)				
	t1	t2	t3	$t_{médio}$
Água destilada				
Solução de NaCl				
Glicerina e água				

Coeficiente de viscosidade dinâmica				
	$t_{médio}$	(t · ρ)	Temperatura (°C)	Viscosidade - μ (cP)
Água destilada				
Solução de NaCl				
Glicerina e água				

Referências Bibliográficas

Bessler, K. E.; Neder, A. V. F. Química Em Tubos de Ensaios – Uma Abordagem para Principiantes. 1ª edição, Edgard Blucher; 2004.

CRC Handbook of Chemistry and Physics; 58 th Edition, CRC Press, Inc., Cleveland, Ohio; Editor: Robert C. Weast; 1977-1978.

Questões Pré-lab

1. Defina ponto de fusão, ebulição, densidade e viscosidade.

2. Valores de densidades dos líquidos obtidos à temperatura constante de 20°C são comumente encontrados na literatura. Qual é o efeito da temperatura sobre a densidade de um líquido? Explique.

3. Como a temperatura afeta a viscosidade dos líquidos (Newtonianos)? Explique.

4. Explique porque, em dias muito frios, é possível encontrar uma camada de gelo na superfície dos lagos.

5. Como a pressão afeta os pontos de fusão e ebulição das substâncias?

Experimento 2: Propriedades de substâncias iônicas e moleculares

Introdução

Substâncias podem ser classificadas em dois importantes grupos, de acordo com seu comportamento quando se passa corrente elétrica por uma solução que as contenha: as que conduzem, e as que não conduzem corrente elétrica. As primeiras são chamadas eletrólitos e incluem a maior parte das substâncias inorgânicas, como ácidos, bases e sais; as últimas são designadas não-eletrólitos, com muitos exemplos entre as substâncias orgânicas, como a sacarose, o etanol, a glicerina, etc. Há, contudo, substâncias orgânicas que são eletrólitos, como os ácidos carboxílicos.

O requisito para uma substância ser um eletrólito é que haja a formação de espécies carregadas, cátions e ânions, quando ela se dissolve. Quando se dissolvem, sólidos iônicos se dissociam. O sal KCl, por exemplo, que quando no estado sólido existe na forma de cristais, quando se dissolve em água forma íons K^+ e Cl^-. Não há ionização, porque os átomos constituintes já eram íons no próprio sólido. Há apenas separação desses íons, e destruição da estrutura cristalina, ou seja, dissociação. Eletrólitos que não são sais quando se dissolvem sofrem ionização. O ácido acético, por exemplo, gera os íons CH_3COO^- e H^+. Serão essas espécies carregadas, chamadas íons, que conduzirão a corrente elétrica. A sacarose, que não é um eletrólito, quando se dissolve em água não gera íons. As moléculas se mantêm intactas após a dissolução.

Se a substância não estiver dissolvida, não haverá solução, e sim mistura heterogênea. Por outro lado, se a substância se dissolver, mas sem gerar íons (sem dissociar-se), haverá uma solução não-eletrolítica. Se uma substância se dissolve, mas está apenas parcialmente dissociada, ela conduzirá corrente elétrica em uma extensão menor, e pode ser classificada como um eletrólito fraco. Eletrólitos fortes (ácidos fortes, bases fortes e a maioria dos sais) se dissociam quase completamente, mesmo em soluções concentradas. Eletrólitos fracos (ácidos fracos, bases fracas) têm alta dissociação somente quando estão em baixas concentrações.

Em soluções aquosas, uma quantidade muito pequena de íons H^+ e OH^- estará presente devido à auto-ionização da água. Essa ionização acontece em uma extensão muito baixa, e normalmente é negligenciada. Assim, quando se diz que uma solução é eletrolítica, não

se está considerando os íons provenientes da água pura. Refere-se, sim, à condutividade devida à presença de sais na água, e, assim, mesmo a água potável é uma solução eletrolítica, pois contém eletrólitos. Deve-se notar que uma substância que se comporta como eletrólito em água, por exemplo o cloreto de sódio, pode deixar de ser eletrolítica em outro solvente, como o éter ou hexano.

Objetivos

- Verificar a natureza elétrica de espécies puras e em solução.

Parte experimental

A) Medidas qualitativas e quantitativas da condutividade de soluções (realizado pelo professor).

Realize as medidas qualitativas e quantitativas dos itens a-h, a seguir. Para a medida qualitativa, mergulhe dois eletrodos de cobre, previamente limpos, lavados e secos e conecte a fonte de corrente, como mostrado na Figura 3 a seguir. Verifique a condutividade elétrica da água pela intensidade da luz emitida pela lâmpada. Supondo que a luminosidade da lâmpada quando os eletrodos estão em curto circuito seja igual a um valor de condutividade 10, estime os valores dessa propriedade para cada caso.

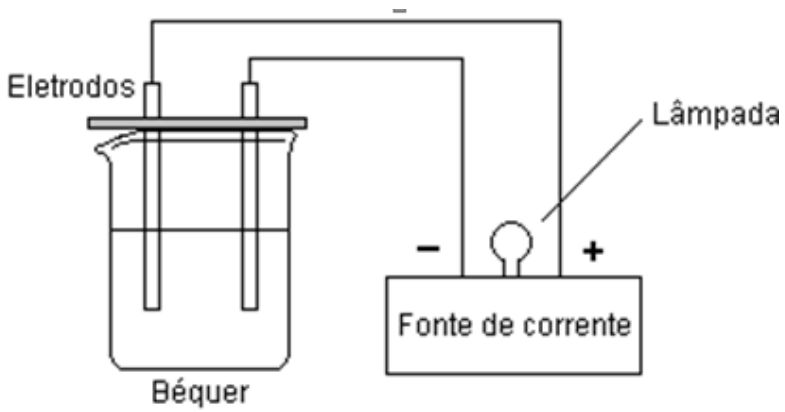


Figura 3 - Arranjo a ser utilizado nas medidas de condutividade das soluções.

a. Adicione 30 mL de água destilada a um béquer e insira os eletrodos do dispositivo na solução.
b. Repita o procedimento acima, usando água da torneira.
c. Adicione, ao béquer contendo água, uma ponta de espátula de sacarose; agite até haver a dissolução completa do sólido e meça a condutividade da solução.

d. Transfira cerca de 30 mL de solução 1,0 mol/L de ácido acético para um béquer de 100 mL e meça a condutividade da mesma; guarde essa solução.
e. Repita o procedimento acima utilizando uma solução de hidróxido de amônio 1,0 mol/L.
f. Misture as soluções utilizadas em **d** e **e**, verifique a luminosidade da lâmpada e compare com os resultados obtidos acima.
g. Repita o procedimento utilizando uma solução de cloreto de sódio 0,1 mol/L.
h. Lave o béquer com água, seque e transfira um volume de ácido acético glacial (ácido acético anidro) suficiente para cobrir cerca de 0,5 cm da extremidade dos eletrodos de cobre. Meça a condutividade. Em seguida, faça medidas durante a adição de água destilada (porções de 5 mL com agitação). Compare com o resultado em **d**. (**cuidado**: ácido acético glacial é corrosivo).

B) Condutividade em função da concentração de eletrólitos.

1. Com uma proveta, adicione aproximadamente 12 mL de uma solução de ácido acético 1 mol/L e 40 mL de água destilada a um béquer de 100 mL. Agite com um bastão de vidro e meça a condutividade utilizando um conditivímetro.
2. Com uma pipeta graduada, adicione 3 mL de uma solução de hidróxido de amônio 1 mol/L ao béquer do item 1. Agite com um bastão de vidro. Meça a condutividade.
3. Repita o procedimento do item 2 por mais 4 vezes. Anote o valor na tabela abaixo. Discuta com o grupo as causas do comportamento da condutividade.

Quantidade adicionada de NH_4OH	Condutividade
0 mL	
3 mL	
6 mL	
9 mL	
12 mL	
15 mL	
18 mL	

Referências bibliográficas

Vogle, A. I. Textbook of Macro and Semimicro Qualitative Inorganic Analysis. 5th Edition. Revised by G. Svehla. London, 1979.

Questões Pré-lab

1. Diferencie substâncias iônicas e moleculares. Dê exemplos.

2. Diferencia dissociação e ionização. Dê exemplos.

3. O que são substância eletrolíticas e não eletrolíticas? Cite dois exemplos de cada.

4. Diferencie eletrólitos fortes e fracos. Cite 3 exemplos de cada.

5. O que é condutividade eletrolítica?

Experimento 3: Solubilidade

Introdução

A solubilidade é a medida da quantidade de soluto que se dissolve em um solvente. É uma característica de cada substância. A solubilidade de um dado soluto depende da natureza do solvente e da temperatura. Define-se o coeficiente de solubilidade (C_S) como a máxima quantidade de um dado soluto que pode ser totalmente dissolvida numa quantidade pré-fixada de um determinado solvente, a uma dada temperatura. Por exemplo, o C_S do cloreto de sódio em água é 35,7g/100mL de H_2O a 0ºC. Nessa temperatura, a adição de 36 g de NaCl em 100 mL de água, renderia uma solução salina contendo 35,7 g de sal em 100 mL de água. Os demais 0,3 g de sal não se solubilizariam. Alterando-se a temperatura, porém, a solubilidade poderia variar.

Uma solução saturada é aquela que está em equilíbrio com excesso de, ou estaria se houvesse excesso de soluto. A segunda parte desta definição significa que, se o excesso de soluto não-dissolvido for filtrado, a solução ainda será considerada como saturada. Por outro lado, uma solução insaturada é aquela que tem uma concentração de soluto menor do que a de uma solução saturada, ou seja, mais soluto pode ser adicionado à solução antes que esta venha a estar saturada.

Uma solução supersaturada é definida como aquela em que a concentração do soluto é maior do que a da solução saturada. Esta solução é instável e seu soluto tem tendência a se cristalizar.

Alguns solutos são infinitamente solúveis em um dado solvente, ou seja, o soluto e o solvente se misturarão em qualquer proporção. Um exemplo é a solubilidade do etanol em água. Entretanto, outros solutos têm solubilidade tão baixa que não são mensuráveis por métodos diretos. Embora não haja nenhum soluto completamente insolúvel, este termo é usualmente utilizado para uma substância cuja solubilidade é extremamente baixa.

A maioria dos sólidos exibe solubilidade em água que aumenta com a temperatura. A cristalização do soluto inicia-se quando um pequeno cristal se forma e ocorre a precipitação, geralmente de um modo rápido, até que a concentração da solução tenha diminuído a seu valor de saturação e o equilíbrio tenha sido alcançado.

Objetivos

- Compreender o significado de saturação.
- Determinar a solubilidade de sais em água a várias temperaturas.
- Representar graficamente a solubilidade destes sais.

Procedimento

A) Solução insaturada x saturada

1. Em um tubo de ensaio de aproximadamente 10 mL adicione 2 mL de água destilada.
2. Adicione 2 gotas de *n*-butanol ao tubo com água, agite e observe.
3. Repita a operação, contando o número de gotas adicionadas, até perceber a formação de duas fases.
4. Questão: Calcule a solubilidade do butanol em água (em g/100 mL de água), considerando que uma gota de butanol tem massa de aproximadamente 18 mg.

B) Solução supersaturada

1. Em um tubo de ensaio adicione 10 g de acetato de sódio trihidratado e 1 mL de água (Obs.: Esse tubo já foi preparado pelo técnico).
2. Dissolva com aquecimento em banho-maria a aproximadamente 70 ºC. Deixe a solução esfriar lentamente, e sem agitação.
3. Adicione um pequeno cristal ao tubo. Observe atentamente o que ocorre.

C) Curva de solubilidade: Cloreto de Amônio.

1. Coloque um tubo de ensaio de aprox. 15 mL dentro de um béquer de corpo alto.
2. Adicione aproximadamente 3,2 g de cloreto de amônio ao tubo.
3. Adicione 5,0 mL de água destilada.
4. Aqueça o tubo, por meio de um banho-maria, agitando-o com bastão de vidro até que o sal tenha se dissolvido. Insira o termômetro no tubo, e permita o equilíbrio térmico.
5. Retire o tubo do banho-maria, com o termômetro inserido, deixando-o à temperatura ambiente.
6. Aguarde até que o sal comece a cristalizar, e anote a temperatura em que esse fenômeno ocorreu.
7. Adicione 0,5 mL de água destilada ao mesmo tubo de ensaio.
8. Repita os procedimentos dos itens 4 a 7 por quatro vezes.

9. Anote as temperaturas de precipitação na tabela abaixo

10. Construa um gráfico, correlacionando Temperatura (eixo x) e Solubilidade (eixo y, g de soluto/100g de água), conforme o exemplo genérico:

Volume (mL)	Temperatura (ºC)	Solubilidade de NH_4Cl (g/100g H_2O)
5,0		
5,5		
6,0		
6,5		
7,0		

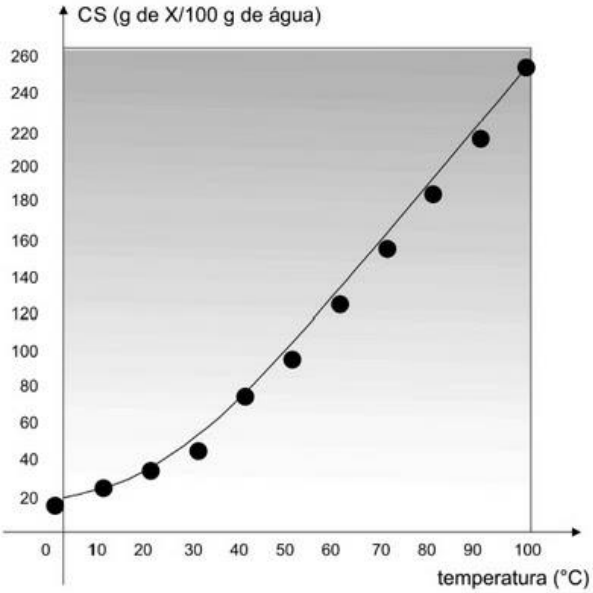


Figura 1 - Curva de solubilidade em função da temperatura.

Questões Pré-lab

1. Defina solução. Cite 3 exemplos.

2. Diferencia solução saturada, insaturada e supersaturada, dando exemplos.

3. Para que serve a curva de solubilidade?

4. Como a solubilidade dos sólidos variam com a temperatura?

5. Como a solubilidade dos gases variam com a temperatura?

Experimento 4: Métodos de extração e separação de substâncias

Introdução

A maioria dos materiais encontrados na natureza, ou preparados em laboratório não é substância pura, mas misturas de várias substâncias. Aliás, a pureza é uma questão de grau. Sem contar os contaminantes tais como poeira, papel, cera, cortiça, etc, que podem ter sido inadvertidamente introduzidos na amostra durante a fabricação, todas as substâncias químicas comercialmente disponíveis são, em alguma medida, impuras. Quaisquer quantidades de material de partida que não reagiu, intermediários, subprodutos, isômeros e compostos semelhantes podem estar presentes, dependendo do procedimento de isolamento ou síntese utilizado para preparar as substâncias. Reagentes inorgânicos podem deteriorar-se por causa da embalagem com defeito, corrosão ou armazenamento prolongado. As moléculas orgânicas podem sofrer alterações no armazenamento. Em casos extremos, o recipiente pode ser rotulado de forma incorreta ou, quando as composições são dadas, eles podem ser enganosa ou imprecisa para o uso proposto. Onde houver dúvida, é necessário proceder-se a algum teste de pureza.

A questão importante, então, não é se uma substância é pura, mas se uma determinada amostra é suficientemente pura para alguma finalidade. Pureza absoluta é um ideal que, não importa o quão perto se aproxime, nunca pode ser alcançado. Um teste físico ou químico negativo indica apenas que a quantidade de uma impureza de uma substância se encontra abaixo de um certo nível de sensibilidade; nenhum teste pode demonstrar que uma provável impureza está totalmente ausente. Assim, os materiais encontrados na natureza, ou preparados em laboratório, são misturas. **Quando a amostra não está pura o suficiente para o fim a que se destina é necessário recorrer a um método de purificação adequado. Para tanto, é necessário extrair o(s) composto(s) de interesse, separando-os dos demais constituintes da mistura.**

As misturas podem ser classificadas como homogêneas ou heterogêneas, em função do número de fases que apresentarem. Separar os componentes de uma mistura é um dos problemas com que normalmente um químico se depara em seu trabalho. A escolha do método de separação deverá ser feita em função do tipo de mistura a ser separada

(homogênea e heterogênea) e do estado físico de seus componentes. Outras características do sistema, como estabilidade frente à temperatura, possibilidade de reação com determinados solventes, custo do processo, etc., devem ser levadas em conta.

Abaixo estão listados alguns métodos de separação dos compostos frequentemente utilizados:

Decantação: utilizada para separar misturas cujos componentes se separam espontaneamente pela ação da gravidade. O funil de decantação pode ser utilizado na separação de misturas formadas por dois líquidos imiscíveis.

Centrifugação: método que acelera a decantação através de um forte movimento giratório, forçando a parte sólida a se depositar no fundo do recipiente.

Filtração: método utilizado para separar sólidos de líquidos. Nos laboratórios realiza-se com frequência a filtração através de papel de filtro, convenientemente dobrado, e adaptado num funil. A filtração é possível quando o tamanho das partículas sólidas é maior que os poros do papel de filtro. Quando se deseja apressar a filtração ou quando o sólido a ser filtrado tem aspecto gelatinoso costuma-se realizar a filtração a vácuo.

Sublimação: a sublimação tem por definição a separação e purificação de sólidos que vaporizam em baixas temperaturas. O método é efetuado pela combinação sucessiva dos processos de vaporização e condensação.

Destilação: a destilação tem por finalidade a separação e purificação de líquidos e é efetuada pela combinação sucessiva dos processos de vaporização e condensação. Mistura de líquidos onde as diferenças nas temperaturas de ebulição são maiores que 10°C, são destilados usando-se um aparelho de destilação simples. Misturas de líquidos com diferenças de temperatura menores que essa, são separadas usando-se o aparelho de destilação fracionada.

Precipitação: a técnica de precipitação se baseia na diferença de solubilidade entre as diferentes substâncias. A *cristalização* é um caso específico da precipitação, muito útil sobretudo na Química Orgânica. Essa técnica se baseia no fato de a solubilidade de um composto em determinado solvente variar em função da temperatura. Dissolve-se o material impuro em um solvente adequado a quente. Em seguida, abaixa-se a temperatura da solução, e o composto orgânico deixa de ser solúvel, precipitando. Outras substâncias

continuam sendo solúvel na solução a frio, e podem ser separadas por filtração. O composto orgânico, então, é recuperado com maior grau de pureza que antes.

Cromatografia: Essa técnica se baseia na distribuição diferencial dos componentes de uma mistura entre uma fase móvel e uma fase estacionária. A fase móvel pode ser um gás ou um líquido enquanto a fase estacionária pode ser um sólido ou um líquido não volátil absorvido sobre uma superfície sólida.

Eletroforese: Substâncias ionizáveis tais como ácidos, bases e os sais orgânicos e inorgânicos migram para os seus respectivos eletrodos (ânodo ou cátodo), se é aplicada uma voltagem. Quando eles são colocados sobre uma matriz, por exemplo papel ou gel, a taxa de migração para os eletrodos irão variar de acordo com a carga, a natureza e estrutura da substância. Este fenômeno é conhecido como eletroforese e é muito útil para a separação e purificação de substâncias.

Quando se deseja maior pureza, pelo menos dois métodos diferentes, tais como a recristalização e destilação, devem ser utilizados. A cristalização pode ser repetida (a partir do mesmo solvente, ou, melhor, a partir de diferentes solventes) até que a substância tenha um ponto de fusão constante, até se destilarem repetidamente dentro de um intervalo estreito de temperaturas especificada. O produto purificado deve ter propriedades que indicam que os traços de impurezas deixadas na amostra são de níveis aceitáveis para os fins a que se destinam.

Objetivos

- Reconhecer misturas heterogêneas e homogêneas.
- Introduzir-se os métodos de separação e purificação de substâncias.

Procedimento

A) FILTRAÇÃO

1. Adicione uma espátula de sulfato de magnésio heptahidratado ($MgSO_4.7\ H2O$) em um béquer de 50 mL e dissolva com 10 mL de água. Use o bastão de vidro para agitar, até completa dissolução.
2. Em outro béquer, dissolva uma espátula de carbonato de sódio em 10 mL de água.

3. Adicione essa solução à de sulfato de magnésio preparada anteriormente.
4. Agite, e deixe em repouso por 3 minutos.
5. Filtre, usando um papel de filtro.

Questões:

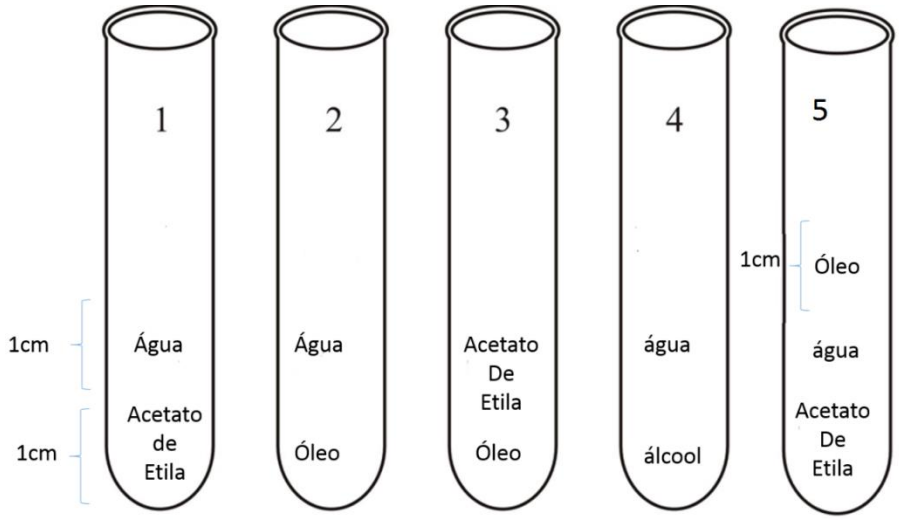
O cloreto de cálcio poderia substituir algum dos reagentes, de modo a continuar havendo formação de precipitado? (Atente para a solubilidade do produto formado.)

Discuta com seu grupo outras maneiras de se separar o sólido da solução, neste caso.

Supondo que a medida "uma espátula" equivalha a 1,00 g, para ambos os sais, qual dos reagentes está em excesso na mistura? (Massas molares: $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ = 246,47; Na_2CO_3 = 106 g/mol)

B) MISTURAS HOMOGÊNEAS E HETEROGÊNEAS DE LÍQUIDOS

1. Enumere cinco tubos de ensaio de aprox. 10 mL, com uma caneta para vidro de laboratório.
2. Adicione aos mesmos as quantidades estabelecidas na figura abaixo.
3. Agite vigorosamente cada tubo, deixe em repouso por 3 minutos e anote suas observações.
4. Agite novamente o tubo 2 e leve-o a uma centrífuga, por 1 minuto, a 2500 RPM.



Questão: Discuta com seu grupo um método de separação das substâncias contidas nos tubos.

C) EXTRAÇÃO LÍQUIDO-LÍQUIDO

Enumere 5 tubos de ensaio.

Extração de substâncias apolares:

Ao tubo 1, adicione quantidade equivalente a 1 cm de água e de 2 a 3 gotas de solução de vermelho de metila. Agite. Adicione quantidade equivalente a 1 cm de acetato de etila. Agite vigorosamente.

Extração de substâncias polares:

Ao tubo 2, adicione quantidade equivalente a 1 cm de água, de 1 a 3 gotas de solução de alaranjado de metila. Agite. Adicione quantidade equivalente a 1 cm de acetato de etila. Agite vigorosamente.

Extração de substâncias apolares e polares:

Ao tubo 3, adicione quantidade equivalente a 1 cm de solução de sulfato de cobre 0,5 mol/L e de 2 a 3 gotas de solução de vermelho de metila. Agite. Adicione quantidade equivalente a 1 cm de acetato de etila. Agite vigorosamente.

Extração de substâncias de polaridade intermediária:

Ao tubo 4, adicione quantidade equivalente a 1 cm de água, 2 a 3 gotas de solução de azul de bromotimol. Agite. Adicione quantidade equivalente a 1 cm de acetato de etila. Agite vigorosamente. Espere as fases se separarem completamente. Anote as observações. Com o auxílio de uma pipeta de Pasteur, retire o máximo que conseguir do líquido da camada superior do tubo 4. Adicione a quantidade equivalente a 1 cm de acetato de etila novamente no tubo, e agite vigorosamente. Espere as fases se separarem completamente. Anote as observações.

Extração após reação ácido-base:

Ao tubo 5, adicione quantidade equivalente a 1 cm de água, 2 a 3 gotas de solução de azul de bromotimol e 2 gotas de solução de hidróxido de sódio 0,25 mol/L. Agite. Adicione quantidade equivalente a 1 cm de acetato de etila. Agite vigorosamente. Espere as fases

se separarem completamente. Anote as observações. Adicione 3 gotas de ácido clorídrico 3 mol/L e agite vigorosamente. Espere as fases se separarem completamente. Anote as observações.

Questões:

Explique o comportamento das diferentes substâncias coloridas testadas, com base em suas estruturas químicas.

Explique o clareamento da solução do tubo 4 após a 2ª extração. Explique o ocorrido no tubo 5.

Referências Bibliográficas

Purification of Laboratory Chemicals (Sixth Edition), edited by Wilfred L.F. Armarego and Christina Li Lin Chai, Butterworth-Heinemann, Oxford, 2009ISBN 9781856175678, http://dx.doi.org/10.1016/B978-1-85617-567-8.50002-0.

Questões Prélab

1. Defina os seguintes termos:

a. solubilidade

b. miscibilidade

c. dissolução

d. soluto

e. solvente

2. O que distingue uma substância impura de uma mistura?

3. Qual a diferença entre a decantação e a filtração? Qual deve ser mais rápido?

4. Defina misturas homogênea e heterogêneas. Dê exemplos.

5. Qual a diferença entre decantação e centrifugação?

Experimento 5: Preparação e padronização de soluções

Parte 1: Preparo de soluções

Introdução

Uma solução é formada quando uma mistura homogênea de duas ou mais substâncias forma uma única fase. Nessa mistura, o soluto é a substância dissolvida na outra substância, o solvente, que é o responsável pela dissolução. A solução tem a mesma fase do solvente, o qual, muitas vezes, é o constituinte majoritário. Quando se pensa em soluções, as primeiras ideias que ocorrem envolvem a água como solvente. Porém, muitos produtos comerciais, tais como os óleos lubrificantes e a gasolina, são soluções que envolvem outros líquidos. Além disso, também existem soluções nos estados físicos: gás ou sólido. Ar é uma solução gasosa de N_2, O_2, CO_2, vapor d'água e quantidades menores de outros gases. Muitas ligas metálicas são soluções sólidas (moeda, bronze).

Nem toda mistura homogênea é uma solução. As misturas capazes de causar espalhamento da luz não são soluções. Logo, uma solução não pode ser turva. Nas soluções, os solutos estão dispersos no solvente a nível molecular. Não há grupos de moléculas ou íons do soluto que se preservem unidos durante o tempo. Suponha uma solução de água e cloreto de sódio. No interior da solução, os íons Na^+ e Cl^- estão se movimentando de forma desordenada e independente. Suponha, agora, uma mistura que visualmente apresenta somente uma fase, como o leite. No microscópio, percebe-se que há gotículas de gordura na mistura, as quais não são constituídas de moléculas isoladas, mas sim de conjuntos de moléculas agregadas. No leite, os sólidos presentes na água não estão dispersos a nível molecular. Além disso, a gordura pode ser separada por um processo mecânico, como a filtração ou a centrifugação. Por isso, o leite não é uma solução, apesar de ser uma mistura homogênea a olho nu. Quando se vê bolhas de gás num refrigerante, elas configuram uma segunda fase e, portanto, essa também não é uma solução. O gás que está dissolvido no refrigerante é invisível a olho nu, já que átomos e moléculas não podem ser vistos nem mesmo quando se utiliza um microscópio.

As soluções podem ser classificadas:

- Quanto ao estado físico: sólidas, líquidas ou gasosas;
- Quanto à condutividade elétrica: eletrolíticas ou não eletrolíticas;

- Quanto à proporção soluto/solvente: diluída, concentrada, insaturada, saturada e supersaturada.

As propriedades das soluções dependem de sua concentração. Em química, a quantidade de soluto dissolvido numa unidade de volume ou de massa da solução ou do solvente se denomina concentração.

Unidades de concentração das soluções: Concentração de uma solução é a relação entre a quantidade do soluto e a quantidade do solvente ou da solução. Uma vez que as quantidades de solvente e soluto podem ser medidas em massa, volume ou quantidade de matéria (em mols), há diversas unidades de concentração de soluções. As mais utilizadas são:

- ***Concentração em gramas por litro***

Esse termo é utilizado para indicar a relação entre a massa do soluto (m), expressa em gramas, e o volume (V), da solução em litros:

$$C(g/L) = \frac{m}{V}$$

- **Concentração em quantidade de matéria (Molaridade)**

É a relação entre a quantidade de matéria, em mols, do soluto (n) e o volume da solução (V), expresso em litros.

$$C(mol/L) = \frac{n}{V}$$

- **Composição percentual (Título)**

Essa unidade de concentração relaciona a massa (m) ou o volume (V) do soluto com a massa ou o volume do solvente ou da solução, conduzindo a notações tais como:10% (m/m); 10% (m/V); ou 10% (V/V).

$$C = \frac{massa\ soluto}{massa\ solução}$$

Objetivos

- Treinar a técnica de pesagem, de manuseio de pipeta e de leitura do volume no balão.
- Ilustrar a técnica de preparação de soluções de concentração conhecida.
- Entender o efeito das energias envolvidas nos processos de preparo de solução.

Procedimento experimental

A) **Preparação de soluções** (cuidado: ácido clorídrico concentrado é altamente tóxico e corrosivo)

1. **Preparação da solução de ácido clorídrico a partir da solução comercial**: utilizando os dados do rótulo, calcule o volume de ácido concentrado necessário para preparar 50 mL de solução 1 mol/L. Mostre o seu trabalho ao professor. Meça esse volume com uma pipeta graduada limpa e seca e transfira para um balão volumétrico de 50 mL, que já contenha um pouco de água destilada. Agite cuidadosamente o balão e adicione água até completar os 50 mL. Feche o balão e agite para homogeneizar a solução.
2. **Preparação da solução de ácido clorídrico por diluição**: a partir da solução anterior (1,0 mol/L), calcule o volume necessário para preparar 100 mL de solução 0,1 $mol \cdot L^{-1}$ utilizando a mesma técnica anterior.
3. **Preparação da solução de hidróxido de sódio**: utilizando os dados do rótulo, calcule a massa de hidróxido de sódio necessária para preparar 250 mL de uma solução 0,1 $mol \cdot L^{-1}$. Mostre os cálculos para o professor. Pese rapidamente a massa calculada (aproximadamente) e transfira para um balão volumétrico de 250 mL, que já contenha um pouco de água destilada. Agite cuidadosamente o balão e adicione água até completar o volume. Feche o balão e agite para homogeneizar a solução.

<u>Parte 2: Padronização de soluções</u>

Introdução

Os erros cometidos durante a realização de um experimento químico podem ser classificados em aleatórios, ou indeterminados, e sistemáticos, ou determinados. Os erros aleatórios são próprios do procedimento experimental adotado. Por exemplo, se é necessário trabalhar com certo tipo de vidraria e equipamentos, sempre se estará sujeito aos erros de medição próprios dessas condições. Por mais criterioso que seja o analista, sempre haverá o erro de medida da balança. Esse erro ora será positivo (quando o valor pesado é superior ao que se pretendia), ora será negativo (quando o valor pesado é inferior ao que se pretendia). Imagine que se queira pesar exatamente 1,500 g e se disponha de uma balança com duas casas após a vírgula. Em um momento, pode-se pesar, na verdade, 1,504 g, e em outro momento 1,497 g. Em ambos os casos, a balança acusará 1,50. A probabilidade de erros positivos e negativos é a mesma. Erros aleatórios não podem ser

evitados. Na rotina normal do laboratório sempre há pequenas variações de temperatura e umidade e a rede elétrica sofre flutuações. Tudo isso, somado às limitações de precisão das medidas, ocasionam os erros aleatórios. Mudando-se o procedimento experimental, altera-se a magnitude desses erros, mas toda medida está associada a um erro, por mais que seja realizada em um equipamento sofisticado e por um analista experiente.

Os erros sistemáticos, por outro lado, podem ser evitados e corrigidos. Afetam os resultados sempre no mesmo sentido, ou seja, sempre aumentam ou sempre diminuem o valor de uma medida. Eles têm como causas comuns o uso inadequado da vidraria, como os erros de paralaxe, as falhas na determinação da massa e de volume e a utilização de reagentes de baixo grau de pureza, entre outros. Suponha que se queira, novamente, medir 1,500 g através de uma balança com cinco casas decimais a qual não esteja calibrada, e que marque sempre 0,01 g a mais do que o valor verdadeiro. Então, todas as vezes que o analista for medir 1,500 g ele estará medindo, na realidade, 1,49000 g. Ou seja, o erro será sempre negativo. Como sempre, o erro aleatório também existirá, mas, nesse caso, acrescido do erro sistemático da balança não calibrada. Outro exemplo: o analista usa um reagente degradado, supondo que está puro. Sempre que ele pesar o reagente, estará superestimando a massa, pois parte da sua constituição não é da substância que se supõe, e sim de impurezas.

No preparo de soluções, como em todo procedimento experimental, alguns erros podem ser cometidos. Suponha que se queira preparar uma solução de hidróxido de sódio 0,10 mol/L. Os erros aleatórios podem ser minimizados da seguinte forma:

- trabalhando-se com vidrarias de alta precisão; a vidraria final, onde o volume será medido, deve ter alta precisão, por exemplo um balão volumétrico;
- fazendo-se a pesagem em balança com muitas casas decimais, como a analítica. Se somente uma balança semi-analítica estiver disponível, trabalhar com massas maiores aumenta a precisão. Se a balança proporcionar um erro de 0,01 g, por exemplo, ao preparar 100 mL de solução (a qual deverá conter 0,4 g de NaOH), o erro na massa será de 0,01/0,4 x 100 % = 2,5 %. Usando a mesma balança no preparo de 250 mL (a qual deverá conter 1,0 g de NaOH), o erro será de 0,01/1 x 100% = 1 %;
- trabalhando-se com o máximo cuidado ao realizar as medidas.

Ainda assim, nesse caso, os erros sistemáticos continuarão a existir, por razões relativas ao hidróxido de sódio, o qual:

- é um sólido muito higroscópico, ou seja, absorve água facilmente do ambiente, e está geralmente contaminado com quantidade variável de água;
- contém impurezas, as quais são oriundas do processo de fabricação desse reagente;
- em atmosfera úmida, reage com o CO_2 da atmosfera, formando carbonato de sódio em quantidade variável;

Dessa forma, a preparação de uma solução de hidróxido de sódio pela simples pesagem, dissolução e diluição, não permite que se obtenha uma solução com concentração exata. Uma solução de ácido clorídrico de concentração exata também não pode ser preparada pela simples diluição da solução concentrada de HCl. Isso por causa da volatilidade desse ácido, o qual, mesmo estocado em recipiente bem fechado, perde um pouco do ácido por evaporação. Além disso, no momento em que se abre o frasco de HCl concentrado, pode-se notar a evaporação do ácido.

Desta forma, tanto no caso do HCl quanto no do NaOH, é necessário um procedimento especial, chamado padronização, muito útil na química, visando determinar os erros sistemáticos devidos à incerteza da pureza dos reagentes. Através do processo de padronização é possível verificar o quanto a concentração da solução preparada aproxima-se da concentração da solução desejada. Nesse processo, o constituinte da solução cuja concentração não esteja bem definida reage com um reagente padronizado (o titulante), de pureza bem definida, o chamado padrão primário. Geralmente, a quantidade de titulante é variada até que a equivalência química seja alcançada, o que é indicado pela mudança de cor de um indicador químico ou pela mudança na resposta de um instrumento.

A reação obedece a uma estequiometria definida, de modo que o analista terá condições de saber exatamente o quanto do padrão primário foi gasto. Pela estequiometria, calcula-se o quanto havia do reagente cuja concentração exata era desconhecida. Em outras palavras, a quantidade do reagente padronizado necessária para atingir a equivalência química pode ser relacionada com a quantidade de analito presente. Portanto, a titulação é um tipo de comparação química.

Um padrão primário é um composto altamente purificado que serve como material de referência em métodos titulométricos, volumétricos ou de massa. Os seguintes requisitos são importantes para um padrão primário:

- Deve ser de fácil obtenção, purificação, conservação e secagem;
- Deve possuir uma massa molar elevada, para que os erros relativos cometidos nas pesagens sejam insignificantes;
- Deve ser estável ao ar sob condições ordinárias, se não por longos períodos, pelo menos durante a pesagem. Não deve ser higroscópico, eflorescente, nem conter água de hidratação;
- Deve apresentar grande solubilidade em água;
- As reações de que participa devem ser rápidas e praticamente completas e não deve formar produtos secundários.

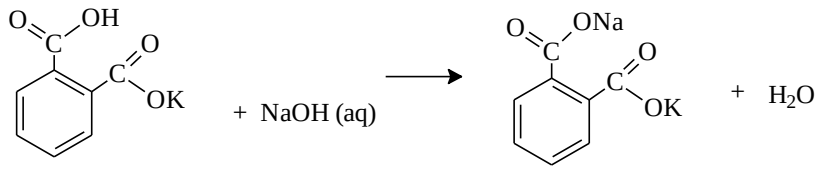
As titulações de neutralização dependem da reação química entre o analito e um reagente padrão. O ponto de equivalência química é localizado por um indicador químico ou um método instrumental. Muitas substâncias, que ocorrem naturalmente ou são sintéticas, exibem cores que dependem do pH da solução na qual estão dissolvidas. Algumas dessas substâncias, que têm sido utilizadas por séculos para indicar a acidez ou alcalinidade da água, ainda são empregadas em titulações ácido/base. Um indicador ácido/base é um ácido ou base orgânicos fracos cuja forma não dissociada difere da cor de sua base ou ácido conjugados. Abaixo estão alguns exemplos de indicadores:

Indicador	**Cor em meio ácido**	**Cor em meio básico**
Timolftaleína	Incolor	Azul
Fenolftaleína	Incolor	Vermelho
Azul de bromotimol	Amarelo	Azul
Vermelho de metila	Vermelho	Amarelo

Procedimento experimental

Determinação da concentração real de uma solução de NaOH aproximadamente 0,1 mol/L, por meio de um sal de caráter ácido.

O padrão primário mais utilizado nessa determinação é o ftalato ácido de potássio (biftalato de potássio). Pela estequiometria da reação, podemos observar que um mol de biftalato neutraliza um mol de hidróxido:



A) Preparação de uma solução de biftalato de potássio 0,1 mol/L:

1. Calcule e pese a quantidade em gramas de biftalato de potássio requerida, para preparar 20,0 mL de solução 0,1 mol/L;

2. Transfira o biftalato de potássio para um Erlenmeyer de 125 mL, através de um funil limpo, usando frasco lavador;

3. Adicione água destilada suficiente para dissolver o sal.

B) Padronização do hidróxido de sódio:

1. Lave a bureta com água destilada e enxágue com 3 porções de aproximadamente 5 mL da solução de hidróxido de sódio 0,1 mol/L;

2. Encha a bureta com essa solução e acerte o nível do líquido na marca zero da bureta;

3. Adicione no Erlenmeyer 2 ou 3 gotas de fenolftaleína;

4. Coloque uma folha de papel branco sob o Erlenmeyer para facilitar a visualização do ponto de viragem. Então, adicione gradualmente a solução de NaOH da bureta à solução de biftalato, contido no Erlenmeyer, agitando-o continuamente com movimentos circulares;

5. Continue as adições de NaOH gota a gota até que a solução se torne rosa. Este é o ponto de viragem. Anote o volume gasto de NaOH;

6. Repita essa titulação mais duas vezes e calcule a média dos três volumes gastos, este será o volume real.

Questões Pré-lab

1. Defina o que é concentração?

2. Explique a diferença entre os termos diluir e dissolver?

3. Qual a função do indicador na titulação?

4. O que é solução padrão? Por que nem todas as soluções são padrões?

5. O que é padronização? Quando ela é necessária?

6. Por que a reação envolvida na padronização deve ser estequiométrica?

Experimento 6: Volumetria Ácido-Base (Teor de ácido acético no vinagre)

Introdução

A técnica da volumetria consiste na determinação da concentração de uma solução amostra através de sua reação com outra solução de concentração conhecida (padrão). A solução padrão, normalmente denominada titulante, é colocada em uma bureta e as alíquotas da solução amostra são colocadas em frascos Erlenmeyer, juntamente com substâncias indicadoras apropriadas para cada reação.

Os diferentes métodos de análise volumétrica são classificados de acordo com a natureza das reações químicas em que se baseiam. Dessa forma, existem as titulometrias de neutralização, precipitação, oxirredução e de formação de complexos. No caso específico da volumetria de neutralização, a reação envolvida resulta na formação de água a partir do íon hidrônio ou hidroxônio (H_3O^+) da solução ácida e do íon hidróxido (OH^-) da solução alcalina, como assim apresentado:

$$H_3O^+_{(aq)} + HO^-_{(aq)} \rightarrow 2H_2O_{(l)}$$

Determinação do ponto final de uma titulação ácido-base

Uma titulação deve ser interrompida quando a substância de interesse, contida na amostra, tiver sido totalmente consumida pela reação com o padrão adicionado através da bureta.

De forma geral, qualquer propriedade do sistema químico que varie bruscamente quando a reação se completa pode servir para acusar o ponto de equivalência. Essa propriedade pode ser, por exemplo, o pH, a condutância ou a absorbância da mistura de reação, bem como a diferença de potencial ou a corrente elétrica gerada no decorrer da reação.

O método mais empregado na detecção do ponto final é baseado no uso de indicadores. Um indicador pode ser um dos reagentes ou dos produtos da reação ou ainda uma substância estranha ao sistema, adicionada propositadamente para modificar a aparência do meio através de uma mudança de cor ou do aparecimento de uma turvação.

A volumetria de neutralização faz uso de indicadores de pH, já mencionados na aula sobre padronização de soluções, que são substâncias de caráter ácido ou básico e que mudam de coloração dentro de uma faixa estreita de pH.

Acidimetria

A técnica consiste na determinação da concentração de uma solução ácida através da titulação com uma solução básica de concentração conhecida (solução fatorada ou padrão).

Determinação de ácido acético no vinagre

O vinagre comercial consiste essencialmente de uma solução diluída de ácido acético (com menores quantidades de outros componentes) e é produzido pela oxidação bacteriana aeróbica (pelo gênero *Acetobacter*) do álcool etílico a ácido acético diluído, conforme indicado nas equações seguintes:

$$2\ C_2H_5OH + O_2 \xrightarrow{\text{Bactéria}} 2\ CH_3CHO + 2\ H_2O$$

$$2\ CH_3CHO + O_2 \xrightarrow{\text{Bactéria}} 2\ CH_3COOH$$

O vinagre, solução de ácido acético aromatizada, é obtido pela fermentação do vinho, da cidra, do malte ou do álcool diluído. Quando se usa cidra, malte ou vinho, o teor de ácido acético no vinagre resultante raramente excede a 5% (m/v), em virtude das limitações do teor de açúcar. Quando o álcool diluído é a matéria prima, o ácido acético pode atingir até 12 ou 14% (m/v), quando então a acidez impede a atividade das bactérias. Quando se transformam sucos de frutas em vinagre, formam-se certos ésteres, de acordo com a matéria prima, que atribui ao produto um paladar característico.

O ácido acético é um ácido fraco, ($Ka = 1{,}753 \times 10^{-5}$) monoprótico, cuja concentração pode ser determinada facilmente por titulação com uma solução de base forte, usando fenolftaleína como indicador.

$$CH_3COOH(aq) + NaOH(aq) \longrightarrow CH_3COONa(aq) + H_2O(l)$$

Objetivos

- Utilizar titulação ácido-base e cálculos estequiométricos para determinar a concentração de ácido acético no vinagre.
- Treinar a técnica de pesagem.
- Ilustrar a técnica de preparação de soluções de concentração conhecida.
- Treinar a técnica de titulação simples.

Procedimento experimental

Titulação do ácido acético no vinagre

1. Em um Erlenmeyer de 125 mL adicione, com o auxílio de uma pipeta *seca*, 2,00 mL de vinagre.
2. Adicione cerca de 35 mL de água destilada e 2 a 3 gotas de solução de fenolftaleína.
3. Titule a amostra com solução padronizada de NaOH 0,10 mol/L até atingir o ponto de equivalência, evidenciado pela primeira coloração rósea permanente no meio reacional.
4. Repetir o mesmo procedimento usando outras duas amostras de vinagre.

Interpretação dos resultados e conclusão

Usando a concentração real do hidróxido de sódio, conforme encontrada no procedimento de padronização da aula passada, calcular a concentração de ácido acético na solução amostra (vinagre) expressando-a em quantidade de matéria do soluto (CH_3COOH) por litro de solução (por litro de vinagre); gramas de soluto por litro de solução e percentagem (m/v). Comparar os resultados obtidos com o valor de referência fornecido pelo fabricante do produto analisado e sugerir explicações para as possíveis discrepâncias.

Experimento 7: Reações químicas

Introdução

A matéria, sob a ação de agentes físicos ou químicos, encontra-se em permanente transformação. Certas transformações conduzem a variações drásticas na composição química das espécies, por meio de ruptura e formação de ligações interatômicas, quase sempre acompanhadas de trocas energéticas com o ambiente. Essas transformações são, geralmente, descritas através de equações químicas e recebem a denominação específica de reações químicas.

Transformações de estado, como por exemplo, fusão, ebulição, sublimação, condensação e solidificação, também envolvem ruptura e formação de ligações, porém não alteram a composição química das espécies. Nesse caso, as ligações rompidas ou formadas são ligações do tipo intermoleculares ou, mais genericamente, interpartículas (partículas, no caso, podem ser moléculas ou íons).

De modo geral, numa reação química, a massa, os átomos e as cargas se conservam. Assim, uma equação química "balanceada ou equilibrada" mostrará as quantidades relativas de reagentes e produtos envolvidos na reação. Os coeficientes numéricos da equação se referem à proporção de mols envolvidos entre as espécies na reação.

Em geral podemos reconhecer a ocorrência de uma transformação química através de alterações que podem ocorrer no sistema, tais como, mudança de cor, liberação de gás (efervescência), formação de um sólido (precipitado), aparecimento de chama ou luminosidade e alteração de temperatura. No entanto vale ressaltar que nem sempre podemos afirmar que ocorreu uma reação química baseando nas alterações ocorridas no sistema. Por exemplo, a mistura de água e álcool leva a um aquecimento, porém não se trata de uma reação química e sim de um fenômeno de dissolução exotérmica. Existem transformações químicas em que nada é observado sendo, às vezes, necessário dispor de técnicas mais avançadas para identificá-las.

As reações podem ser classificadas conforme:

- Reação de óxido-redução: são reações entre agente redutor (substância com elevado potencial de redução) e agente oxidante (substância com elevado potencial de oxidação). Os produtos formados terão estados de oxidação diferente dos reagentes.

- Reação ácido-base: são reações entre ácidos e bases que se combinam para se neutralizar mutuamente. Reações desse tipo formam um sal e água.
- Reação de síntese: são reações entre dois ou mais reagentes que se combinam para produzir um único produto.
- Reação de decomposição: são reações entre reagentes divididos em compostos mais simples e menores. A reação de decomposição é o inverso de uma reação de síntese.

Objetivos

- Desenvolver a capacidade de observação de experimentos, correlacionando-os.
- Identificar e classificar as transformações químicas em solução aquosa.
- Escrever as equações das reações realizadas na prática

Procedimento experimental

A) Reações onde se formam produtos pouco solúveis.

1. Coloque, em um tubo de ensaio, 4-5 gotas de solução de cloreto de sódio 0,1 mol/L e observe o seu aspecto. Adicione 1 gota de solução de nitrato de prata. Guarde esse tubo e examine-o após 30 minutos.
2. Adicione, em um tubo de ensaio, os mesmos reagentes usados no item anterior. Após isso, coloque, gota a gota, solução de hidróxido de amônio 30%, agitando o tubo após cada adição. Deixe de adicionar hidróxido de amônio quando observar mudança do sistema. Não despreze o conteúdo desse tubo. Anote as suas observações e justifique-as.
3. Coloque, em um tubo de ensaio, algumas gotas de solução de cloreto de bário e adicione gotas de solução de sulfato de sódio. Observe e interprete.
4. Coloque, em um tubo de ensaio, 10 gotas de solução de nitrato de chumbo e adicione 5 gotas de solução de iodeto de potássio. Observe e interprete.

B) Reações onde se formam produtos pouco dissociados

1. Coloque 5 gotas de ácido nítrico 1 mol/L em um tubo de ensaio. Dobre o volume obtido com água destilada e agite a solução com o auxílio de um bastão de vidro. Determine, através de um papel indicador, o caráter ácido-básico da solução. Marque o valor obtido e conserve o conteúdo do tubo.
2. À solução obtida no item anterior adicione o conteúdo de uma “ponta de espátula” de acetato de sódio. Agite bem o tubo até dissolver o sal e determine novamente

o caráter ácido-base desta mistura. Compare com o resultado obtido na experiência anterior, procurando sentir o odor que deve se desprender da mistura recentemente preparada.

3. Coloque algumas gotas de solução de carbonato de sódio 5 mol/L, em um tubo de ensaio, adicione gotas de ácido nítrico 1 mol/L e agite. Observe e interprete.

C) Reações em que se formam complexos

1. Coloque em um tubo de ensaio 10 gotas de solução de sulfato de cobre 0,1 mol/L. Adicione aos poucos e agitando, hidróxido de amônio 30 %. Anote a mudança no aspecto da solução antes e depois da adição da base.
2. Coloque em um tubo de ensaio 4 gotas de solução de nitrato de ferro (III) 1 mol/L e dobre o volume com água destilada. Junte 2 gotas de tiocianato de potássio 1 M e agite. Observe o que ocorre.

D) Reações onde ocorrem transferências de elétrons

1. Apanhe uma fita de magnésio metálico, previamente lixada, de aproximadamente 3 cm de comprimento e coloque sobre a tela de amianto de forma que cerca de 1 cm fique fora do amianto. Acenda o bico de Bunsen e aproxime a chama da fita. Ao se iniciar a reação, apague o bico. Observe o que ocorre. (**Cuidado**: não se aproxime da tela, pois a temperatura proveniente da reação é bastante alta)
2. Coloque um pedaço de cada metal (Cu, Zn, Mg e Fe), limpos com auxílio de palha de aço, em diferentes tubos de ensaio numerados. Adicione sobre eles solução de $CuSO_4$ 0,5 mol/L até cobrir. Espere de 5-10 min. e observe.
3. Repita o procedimento anterior com os mesmos metais em outros tubos com as solução de $ZnSO_4$ 0,1 mol/L, $AgNO_3$ 0,1 mol/L, e HCl 6 mol/L. anote suas observações e explique o que aconteceu em cada caso.

Referências Bibliográficas

R.A. Burns, *Fundamentals of chemistry* (2ª ed., Prentice Hall) 1995

J.B. Russell, *Química Geral* (1ª ed, Mc graw-Hill) 1982

J.C. Kotz e P.Treichel, Jr., *Química & reações químicas* (3ª ed., LTC), vol. 1, 1996;

B.H. Mahan, *Química: um curso universitário* (4ªed., Edgard Blucher) 1997;

Questões Pré-lab

1. Diferencie transformações químicas e físicas. Cite 3 exemplos de cada.

2. O que são reações de oxirredução? Dê exemplos.

3. O que são reações ácido-base? Dê exemplos.

4. O que são reações de dupla troca? Dê exemplos.

5. Quais são as evidências de que uma reação ocorreu?

Experimento 8: Corrosão

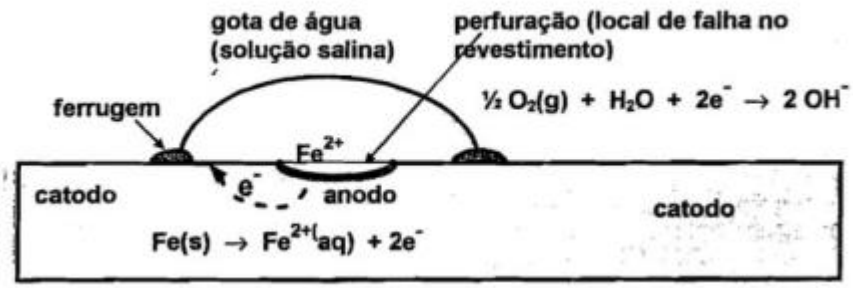
Introdução

O homem usa os metais há milhares de anos e a nossa tecnologia moderna é extremamente baseada no emprego dos metais e suas ligas. Apesar do seu emprego na prática, muitos metais se deterioram atacados pelo meio ambiente onde são usados. Mas, se forem convenientes protegidos, seu uso se torna tecnicamente correto e consegue-se excelente durabilidade. Por isso, o estudo da corrosão tem inúmeras justificativas tanto por razões técnicas como econômicas especialmente em uma época em que as condições do meio ambiente, poluído e corrosivo, estão se agravando em nosso planeta.

Corrosão é o ataque (reação química) de um corpo sólido (objeto peça) por meio de uma ação química ou eletroquímica, provocada pelo meio ambiente. É um fenômeno que ocorre espontaneamente. Esta reação, que geralmente ocorre na superfície do metal, provoca seu desgaste e leva até a sua destruição por redução de suas dimensões e pela mudança na sua composição química ou seu aspecto externo.

Estudaremos o caso mais frequente de corrosão que é a corrosão úmida ou eletroquímica do ferro, que é o material mais intensamente usado na prática. O ferro, quando exposto à atmosfera, oxigênio, umidade, chuva etc., enferruja mudando o aspecto metálico (com brilho cinzento) para um óxido de cor vermelha que quando hidratado torna-se inteiramente amarelo. Quimicamente, o ferro se oxidou e o seu estado de oxidação varia de zero no metal até 2^+ e 3^+ nos óxidos formados. A ligação química mudou da metálica para a iônica.

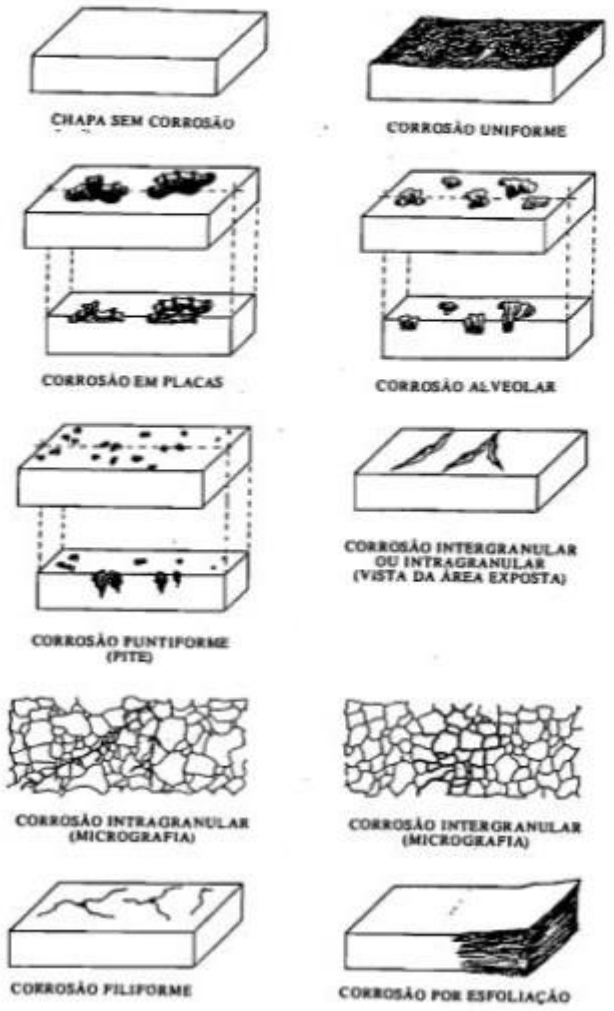
A solução eletrolítica (água de chuva, ou produtos químicos, água do mar) quando em contato com a superfície do metal forma uma pilha eletroquímica, tendo regiões que agem como ânodo, onde ocorre a oxidação do metal, e regiões que agem como cátodo, onde ocorre a redução, observe figura abaixo.



Catodo

$$2H_2O + O_2 + 4e^- \rightleftharpoons 4\,OH^- \qquad E_o = +0{,}401\ V$$

A figura 2 mostra diferentes formas de corrosão em chapas.



Um metal ou uma liga metálica exposta à ação do ambiente, sofre modificações e deteriorização de suas propriedades metálicas, transformando se em compostos do metal sem as propriedades que satisfaçam os fins a que se destinam. Por exemplo, o ferro em contato com o ar e a água, enferruja.

Material metálico + Agente de processo de corrosão espontânea → Produto de corrosão + Energia

Este fenômeno, conhecido como corrosão, merece estudos para conhecer seus mecanismos e para termos uma ideia do que isto representa para a indústria. Observa-se que:

a) um quarto da produção mundial de ferro é gasta para substituir o destruído pela corrosão.

b) redução dos rendimentos.

c) contaminação de produtos

d) problemas de segurança: vazamentos de fluidos inflamáveis.

Os meios corrosivos mais importantes são:

- Atmosfera: gases (CO, CO_2, SO_2, H_2S, NO_2), umidade, partículas em suspensão

- Água: gases dissolvidos, matéria orgânica e bactérias.

- Solo: acidez, porosidade, umidade

- Em todos esses ambientes podemos ter o fator poluição química como um agravante.

Quase sempre um processo de corrosão é devido ao fluxo de elétrons que se desloca de uma área da superfície metálica para outra.

REGIÃO ANÓDICA → REGIÃO CATÓDICA

Este movimento de elétrons é devido à diferença de potencial, de natureza eletroquímica, que se estabelece entre as regiões se o metal estiver num meio corrosivo como exemplo a água, os íons formados se dissolvem na mesma acelerando ainda mais a ação corrosiva.

Procedimento experimental

GRUPO 1 - Corrosão do ferro na atmosfera e na linha de água

1.1) Coloque um pedaço de palha de aço no fundo de uma proveta e encha-a com água, fazendo com que a mesma entre na malha da palha de aço. Emborque esta proveta em um béquer contendo água e deixe o ar entrar cerca de 10 cm na proveta.

Marque o nível de água na proveta datando. Após uma semana observe novamente o conjunto.

- Qual a variação do nível da água?

- Qual a relação dos volumes de ar, inicial e final?

- Como isso é explicado?

1.2) Em tubos de ensaio, mergulhe parcialmente uma lâmina de ferro nas seguintes soluções:

- Água destilada

- Água da torneira

- Água salgada: solução de NaCl 5%

Feche com tampa os 3 tubos de ensaio. Após uma semana, observe a corrosão nas partes acima e abaixo da linha da água. Explique.

GRUPO 2 - Corrosão úmida do ferro

Para comparação da influência da natureza do meio são escolhidos diferentes reagentes em diferentes concentrações.

Pegue 7 pregos de ferro e 7 clipes metálicos, limpe cuidadosamente e mergulhe, separadamente, nas seguintes soluções em tubos de ensaio:

-Água de torneira

-HCl(aq) 3 mol/L

-HCl concentrado

-NaOH(aq) 0,1 mol/L

-HNO 3 (aq) 1:5

-NaCl 5% (água salgada)

- Em um sétimo tubo coloque somente o metal.

Após uma semana verifique os resultados. Para cada experiência descreva a alteração da solução e do metal, explicando o que ocorreu. Retire o metal dos tubos, lave e verifique se ocorreu corrosão. Em quais soluções o prego ou clipe sofreu maior corrosão?

GRUPO 3 - Corrosão do alumínio

Pegue pequenas lâminas de alumínio, limpe cuidadosamente e mergulhe nas seguintes soluções em tubos de ensaio:

-Água de torneira

-HCl(aq) 3 mol/L

-NaOH(aq) 0,1 mol/L

-HNO 3 (aq) 1:5

-NaCl 5% (água salgada)

- Solução de sulfato de cobre 0,5 mol/L

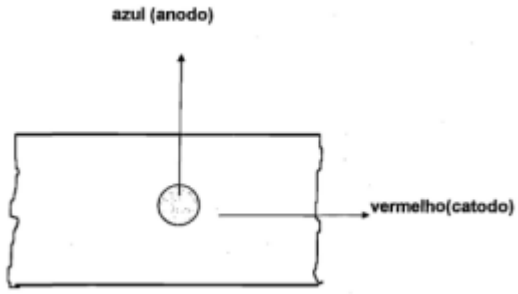
- Em um sétimo tubo coloque somente um pedaço de alumínio.

Pegue uma lâmina de alumínio de aprox. 4x4 cm e coloque em uma placa de petri. Cubra com solução de sulfato de cobre 0,5 mol/L.

Após uma semana verifique os resultados. Para cada experiência descreva a alteração da solução e do metal, explicando o que ocorreu. Retire o metal dos tubos, lave e verifique se ocorreu corrosão.

GRUPO 4 - Verificação de áreas anódicas e catódicas e corrosão sob tensão

4.1) Pegue uma placa de ferro limpa (decapada com HCl, lavada e seca) e coloque sobre o centro da mesma 2 gotas de solução de NaCl contendo ferrocianeto de potássio e fenolftaleína (indicador ferroxílico). Decorrendo alguns minutos, pode-se observar o que foi indicado na figura 3.



Após uma semana verifique novamente e explique o que aconteceu.

4.2) Pegue uma placa de zinco limpa (lixada, lavada e seca) e coloque sobre o centro da mesma 4 gotas de solução de sulfato de cobre 0,5 mol/L. Decorrendo alguns minutos, observe e anote o que aconteceu. Após uma semana verifique novamente e explique o que aconteceu.

4.3) A tensão interna de um material resulta da aplicação de um esforço atuante ou pode ser a tensão residual resultante de um esforço sofrido pela peça por esmagamento, solda etc. o que é o caso do prego, onde a cabeça e ponta foram esmagadas na sua fabricação.

Mergulhe um prego grande em cada uma das seguintes soluções em tubos de ensaio:

- tubo 1: água salgada

- tubo 2: HCl 1:1

Após uma semana, observe a cabeça do prego. Compare com o corpo do prego e explique o ocorrido.

GRUPO 5 - Corrosão galvânica

É o que ocorre quando se justapõe dois metais diferentes e os expõe a um meio corrosivo. Para melhor verificar o que ocorre, a união dos metais é feita através de um fio de cobre condutor e o conjunto é mergulhado em água salgada e guardado por uma semana.

Procedimento: Identifique três béqueres de 100 mL e coloque em cada um deles 80 mL de solução de NaCl 1%, 5 mL de solução de ferrocianeto de potássio 0,1 mol/L e 2 mL de solução de fenolftaleína.

Conecte as placas (ou pedaços) de metais com um fio de cobre condutor, de forma que as placas não encostem uma na outra, e mergulhe cada sistema em um dos béqueres, apoiando sobre um bastão de vidro ou papel filtro:

- Sistema 1: Fe-Zn

- Sistema 2: Fe-Cu

- Sistema 3: Zn-Fe-Cu (proteção catódica por ânodo de sacrifício) – conecte o zinco ao ferro com um fio e o ferro ao cobre com outro fio.

Após uma semana, verifique como estão as placas de cada um dos sistemas metálicos. Em cada caso explique as reações anódicas e catódicas ocorridas.

GRUPO 6 – Prevenção da corrosão

Em um béquer, aquecer 75 mL de água destilada até ferver. Adicionar 1,125 g de agar-agar em pó. Agitar até dissolução total. Retirar do aquecimento, acrescentar 5 mL de ferricianeto de potássio e 4 mL de solução de fenolftaleína. Homogeneizar o sistema.

Preparar as placas de petri com o meio ainda quente de acordo com a figura abaixo. Para o item (A), envolver um prego com cobre e um segundo com magnésio. Para o item (B), colocar um prego normal e outro tensionado (dobrado). Obs: Os pregos deverão estar livres de corrosão e secos.

Deixar as placas de petri em repouso esfriando. Observar durante a semana atentamente e anotar o que aconteceu com cada prego. Explique o ocorrido.

- Placa (A)

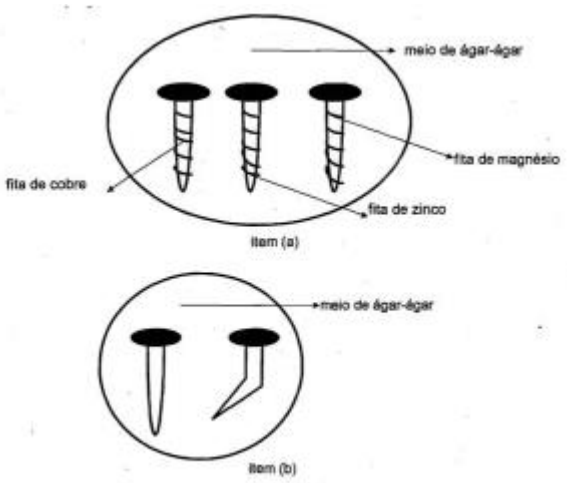
1 prego com fio de cobre:

1 prego com tira de magnésio:

- Placa (B)

1 prego normal:

1 prego tensionado



Experimento 9: Cinética Química

Introdução

A velocidade de uma reação química homogênea (v) pode ser definida como a variação da concentração de um dos reagentes ou de um dos produtos (dC) por unidade de tempo (dt):

$$v = \frac{dC}{dt}$$

O interesse em cinética química vem da necessidade de controlar quão rapidamente uma transformação se completa e quais os produtos a serem formados. Se compreendermos o mecanismo pelo qual a reação se processa, quais as suas etapas críticas, que fatores podem mudar a sua velocidade, haverá alguma chance de controlarmos o processo e explorarmos a sua potencialidade.

O primeiro passo num estudo cinético é a obtenção de informação experimental sobre a velocidade da reação sob uma variedade de condições. Estamos habituados ao termo "velocidade" no que se refere ao movimento de corpos e objetos; no seu sentido geral, o conceito sugere que uma quantidade mensurável esteja mudando com o tempo. Assim como a velocidade de um objeto em movimento está associada ao tempo que o objeto precisa para percorrer uma determinada distância, a velocidade de uma reação química pode ser avaliada pelo tempo transcorrido para que uma determinada quantidade de reagente seja consumida ou uma determinada quantidade de produto seja formada.

Quando fazemos o estudo cinético de uma transformação química, preocupamo-nos não só com a rapidez com que os reagentes são transformados em produtos, mas também com as etapas através das quais esta conversão ocorre.

Para encontrar a relação exata entre velocidade e concentrações dos reagentes é preciso realizar experimentos cinéticos quantitativos e expressar os resultados na lei de velocidade da reação. Por exemplo, para uma reação geral do tipo:

$$aA + bB \leftrightarrows cC + dD$$

A lei de velocidade terá sempre a forma:

$$-r = k[A]^n[B]^m$$

Em que, k é a constante de velocidade reação, [A] e [B] as concentrações dos reagentes a e B, respectivamente, n e m a ordem da reação para o reagente A e B, respectivamente (estes valores podem coincidir com os coeficientes estequiométricos).

Objetivos

- Determinar de que forma os quatros fatores que controlam a velocidade das reações químicas.

Procedimento experimental

O íon permanganato, MnO^{4-}, confere uma coloração púrpura intensa a suas soluções aquosas, que é visível mesmo em diluição alta. Estas soluções são conhecidas por seu poder germicida, pois o MnO^{4-} é um poderoso agente oxidante (ver capítulo sobre Estados de Oxidação e Colorações do Manganês, neste Manual). Em meio ácido, o ânion pode ser reduzido a Mn^{2+} (observar o valor alto do potencial de redução):

$$MnO^{-}_{4(aq)} + 8H^{+}_{(aq)} + 5e^{-} \rightarrow Mn^{+2}_{(aq)} + 4H_2O_{(l)}$$

Na presença de agentes redutores apropriados, a transformação ocorre rapidamente e é caracterizada pelo descoramento da mistura de reação.

Parte 1: Efeito da natureza dos reagentes

Neste experimento, dois agentes redutores diferentes que reagem com o permanganato de potássio são contrastados: o cátion ferro (II) e o ácido oxálico. Para verificar quão diferentes são as velocidades das duas reações, numerar dois tubos de ensaio e adicionar a cada um deles 5,0 mL de solução aquosa de permanganato de potássio 0,0050 mol/L.

- Ao tubo 1 adicionar, em seguida, 5,0 mL de solução de sulfato de ferro (II) 0,50 mol/L (preparada em H_2SO_4 1,0 mol/L). Medir o tempo necessário para o descoramento da mistura de reação. Qual é a coloração final obtida? Esta coloração corresponde à cor esperada? Por que? (Responda com base na equação balanceada da reação).
- Ao tubo 2 adicionar 5,0 mL de solução aquosa de ácido oxálico 0,50 mol/L (preparada também em H_2SO_4 1,0 mol/L). O que ocorre? Observar as mudanças de coloração, identificar as cores observadas e anotar o tempo necessário para o aparecimento de cada cor (repetir a experiência, se necessário). Como a velocidade desta reação se compara à da reação do tubo 1? Escrever a equação balanceada da reação.

Parte 2: Efeito da concentração dos reagentes

Diluir uma pequena quantidade das soluções de permanganato de potássio e de ácido oxálico; cada diluição deve ser feita em proporção 1 solução):1(água destilada). Colocar 5,0 mL da solução diluída de ácido oxálico em outro tubo 3 e adicionar a esta 5,0 mL da solução diluída de $KMnO_4$. Anotar o tempo de aparecimento de cada coloração no tubo 3, registrando os dados na Tabela 1.

Parte 3: Efeito da temperatura

Numerar os tubos de ensaio 4 e 5 e adicionar a cada um deles 5,0 mL da solução de ácido oxálico. Aquecer o tubo 4 a 50°C, ao atingir esta temperatura adicionar 5,0 mL da solução de $KMnO_4$ e anotar os tempos de reação. Aquecer o tubo 5 a 60°C, ao atingir esta temperatura adicionar 5,0 mL da solução de $KMnO_4$ e anotar os tempos de reação.

Parte 4: Efeito do catalisador

No tubo 6, colocar 5,0 mL da solução de ácido oxálico e 2 a 3 gotas de uma solução saturada de cloreto de manganês (II). Adicionar 5,0 mL da solução de $KMnO_4$ ao tubo; observar as mudanças de coloração e completar a Tabela 1.

Tabela 1 - Mudanças de coloração observadas durante a redução do permanganato.

Tubo de ensaio/Cor	Vermelho-cereja	Salmão	Laranja	Amarelo	Transparente
2					
3					
4					
5					
6					

Referências Bibliográficas

Kotz, J.C. and Purcell, K.F. Chemistry and chemical reactivity. 2nd. ed. New York: Saunders College, 1991. p. 607-13.

Masterton, W. L. and Hurley, C. N. Chemistry: principles and reactions. Philadelphia: Saunders College, 1989. p. 614-9, 798-9.

Questões Pré-lab

1. Defina cinética química.
2. Relate e justifique o efeito da concentração sobre a velocidade reação.
3. Relate e justifique o efeito da temperatura sobre a velocidade reação.
4. Relate e justifique o efeito do catalisador sobre a velocidade reação.
5. Relate e justifique o efeito da natureza dos reagentes sobre a velocidade reação.

Experimento 10: Equilíbrio Químico

Introdução

Reações químicas espontâneas buscam um estado de equilíbrio na qual a proporção entre as quantidades de produtos e reagentes mantém-se constante. O equilíbrio químico é dinâmico. Isso significa que os processos responsáveis pela geração de produtos, e consequente consumo de reagentes, ocorrem concomitantemente àqueles responsáveis pela formação de reagentes a partir dos produtos da reação. Assim, diz-se que as reações químicas em equilíbrio são reversíveis e, mesmo quando a proporção entre a quantidade de produtos e reagentes se mantém constante, os processos diretos e inversos continuam a ocorrer, porém, sob condições cinéticas semelhantes. Pode-se dizer, também, que o estado de equilíbrio é a etapa da reação química em que não existe mais tendência em ocorrer mudanças na composição química dos componentes da reação.

Em 1884, o químico francês Henri Lê Châtelier sugeriu que os sistemas em equilíbrio tendem a compensar os efeitos de influências perturbadoras. O princípio se aplica a todos os tipos de equilíbrios dinâmicos e pode ser enunciado assim: quando um sistema em equilíbrio é submetido a uma força, ele tenderá a se ajustar, reagindo de maneira a minimizar o efeito da força.

Para uma reação homogênea em solução, representada pela equação química geral:

$$aA + bB \leftrightarrows cC + dD$$

E o estado de equilíbrio é descrito pela seguinte expressão:

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

Em que, a, b, c e d correspondem aos coeficientes estequiométricos, [A], [B], [C] e [D] às concentrações molares (mol/L) de equilíbrio das espécies envolvidas (reagentes e produtos) e k é a constante de equilíbrio. Para uma determinada reação química, k tem um valor característico, sempre positivo, que varia apenas com a temperatura.

Objetivos

- Comprovar experimentalmente a existência do estado de equilíbrio químico.
- Observar a obediência dos sistemas em equilíbrio ao princípio de Le Chatelier.
- Estudar o efeito da temperatura no valor da constante de equilíbrio de uma reação.

Procedimento experimental

A) Equilíbrio entre um sólido e um líquido

1. Coloque 10 gotas de água em um tubo de ensaio e 10 gotas de etanol em outro. Adicione alguns cristais de sacarose em ambos os tubos e agite. O que você observou? Qual dos tubos está em equilíbrio com respeito à dissolução?
2. Prepare novamente 2 tubos de ensaio, um contendo etanol e o outro, água. Adicione alguns cristais de NaCl a ambos os tubos e agite. Qual das soluções é saturada? Quais equilíbrios se verificam nestas soluções?
3. Acrescente mais alguns cristais de NaCl à solução insaturada que você preparou no item anterior. Agite até dissolver. Adicione etanol a esta solução, com um conta-gotas, agitando a cada gota. O que ocorreu? Por quê?

B) Equilíbrio entre dois líquidos

Prepare um tubo de ensaio contendo 20 gotas de água destilada e outro tubo contendo 20 gotas de *n*-butanol. Adicione gota a gota *n*-butanol ao primeiro tubo e água ao segundo tubo, até observar separação de fases. O que ocorreu? Por quê? O estado final é igual em ambos os tubos?

C) Princípio de Le Chatelier

1. Em um tubo de ensaio adicione 20 gotas de uma solução de cromato de potássio. Observe a cor da solução. Adicione, gota a gota, solução de $HCl_{(aq)}$ 6 mol/L no tubo de ensaio. O que observou? Por que isso ocorreu?
2. Em um tubo de ensaio adicione 20 gotas de uma solução de dicromato de potássio. Observe a cor dessa solução. Adicione, gota a gota, uma solução de NaOH 6 mol/L e observe a cor da solução.
3. Agora ao tubo do item 1 adicione gota a gota solução de NaOH e ao tubo 2 adicione gotas a gota da solução de HCl. O que você observou? Por quê?
4. Prepare uma solução de $BaCrO_4$ em um tubo de ensaio com aproximadamente 1 mL de água e alguns cristais do sólido. Adicione, gota a gota, agitando, solução de HCl 6 mol/L. O que você observou? Explique as alterações ocorridas. Adicione ao mesmo tubo, gota a gota, solução de NaOH 6 mol/L, agite e observe.

D) Equilíbrio do íon complexo tiocianatoferrato (III)

Nesse experimento você deve comparar as cores de cada tubo de ensaios com a tube de referência #1.

1. Prepare a seguinte mistura em um béquer de 100 mL: 1,5 mL de solução de $Fe(NO_3)_3$ (0,1 mol/L), 1,5 mL de solução de KSCN (0,1 mol/L) e 50 mL de água destilada.
2. Enumere oito tubos de ensaio limpos e secos e divida entre eles a solução.
3. Adicione 2 gotas de H_2O ao tubo de ensaio #1, que servirá de referência de cor.
4. Adicione 2 gotas de solução de $Fe(NO_3)_3$ (1 mol/L) ao tubo de ensaio #2 e observe
5. Adicione 2 gotas de solução de KSCN (1 mol/L) ao tubo de ensaio #3 e observe
6. Adicione 8 gotas de solução de NaOH (6 mol/L) ao tubo de ensaio #4 e aguarde até formação de um precipitado. Faça o mesmo teste para um tubo de ensaio contendo solução de $Fe(NO_3)_3$ (0,1 mol/L).
7. Adicione 4 gotas de solução de $AgNO_3$ (0,1 mol/L) ao tubo de ensaio #5 e observe. Qual é o produto formado? Consultar uma tabela de solubilidade.
8. Adicione 4 gotas de solução de NaCl (0,1 mol/L) ao tubo de ensaio #6 e observe.
9. Coloque o tubo de ensaio #7 em um banho de água gelada e observe.
10. Coloque o tubo de ensaio #8 em um banho de água quente e observe.
11. Descarte as soluções no frasco de resíduos.

Referências Bibliográficas

B.M. Mahan e R.J. Myers, Química: um curso universitário (ed. Edgar Blücher), 1997.

J.B. Russell, Química Geral (ed. Mac Graw-Hill), 1981.

A.I. Vogel, *Análise Inorgânica Quantitativa* (5ª. ed., LTC) revista por J. Bassett, R.C. Denney, G.H. Jeffery e J. Mendham, traduzida por A.Espínola, 1992.

Questões Pré-lab

1. Defina equilíbrio químico. Cite um exemplo.
2. O que significa dizer que um sistema atingiu o equilíbrio dinâmico?
3. Relate e justifique o efeito da temperatura sobre o equilíbrio da reação.
4. Relate e justifique o efeito do catalisador sobre a o equilíbrio da reação.