



Instituto de Química - CCET/UFRN

Química

Experimental

GUIA DE LABORATÓRIO

COMPONENTES CURRICULARES QUI1021/QUI0312
SEMESTRE 2022.1 - ATUALIZADO EM 26/03/2022

<http://www.quimica.ufrn.br/quimica/site/documento>
<http://sites.google.com/view/quimicageralexperimental>





Professoras Organizadoras da (n) -ésima¹ Edição:

Márcia Rodrigues Pereira
(Coordenadora de Área, 2015-2017)

Juliana de Souza Nunes
(Coordenadora de Área, 2017-2018)

Professor Organizador da $(n + 1)$ -ésima Edição:

Anderson dos Reis Albuquerque
(anderson.reis@ufrn.br)
(Coordenador de Área, 2019-2023)

Técnicos(as) de Laboratório Responsáveis:

Aline Araújo Alves de Oliveira
Sueilha Ferreira de Andrade de Paula

Localização do Laboratório de Química Geral:
IQ1 - Térreo - Labs A, B, C

Material disponível em:
<http://www.quimica.ufrn.br/quimica/site/documento>

Material editorado em:
L^AT_EX

¹Foram tantas outras edições ao longo dos mais de 50 anos do IQ que seria uma grande tarefa pesquisar e listar todos os roteiros de práticas e coordenadores de área. Como a edição atual é fortemente baseada na anterior, preferimos chamá-la de $n + 1$.

Orientações Iniciais e Informações Gerais

NORMAS DE SEGURANÇA

As normas gerais de utilização de Laboratórios do Instituto de Química estão disponíveis em <http://www.quimica.ufrn.br/quimica/site/documento>

NORMAS DE FUNCIONAMENTO

Não será permitida a presença de alunos em qualquer dos laboratórios sem o acompanhamento de um professor ou técnico(a) responsável.

Cada aluno deverá preencher o TERMO DE RESPONSABILIDADE (PÁGINA 05) e entregar ao professor da disciplina no seu primeiro dia de aula prática. O formulário encontra-se disponível também para preenchimento no site da disciplina, na aba **Formulário Acesso**, devendo ser assinado manualmente.

EM CASO DE ACIDENTE

Independente da gravidade:

- **Mantenha a calma**
- **Interrompa o trabalho**
- **Adverta as pessoas próximas**
- **Avise ao professor ou técnico**
- **Siga as recomendações listadas na pág.17**

DIVISÃO POR GRUPOS

Na primeira aula experimental cada turma é dividida em até 5 grupos, com no máximo 3 estudantes por grupo, mantidos fixos por todo o semestre, salvo em expressa autorização do professor.

Cada grupo é responsável pela organização e preservação de um armário contendo vidrarias e equipamentos utilizados nos experimentos, sendo dever seu conferir a quantidade e integridade dos materiais ao início e término de cada aula.

ANTES DOS EXPERIMENTOS

Leia o roteiro, pesquise, realize o pré-Lab!

Em todas as aulas práticas os alunos devem portar seus cadernos de laboratório devidamente organizados, contendo o pré-laboratório (manuscrito) e as tabelas a serem preenchidas com os dados dos experimentos. A critério do professor, a realização da atividade prática poderá ser suspensa caso o caderno de laboratório pré-organizado não seja apresentado antes do início da atividade. **É inconcebível que se realize um experimento sem antes planejá-lo.**

Além do caderno de laboratório, a execução dos experimentos só será permitida se o aluno estiver vestido adequadamente (calça, sapato, bata, cabelo preso e sem adornos que comprometam sua segurança e/ou da turma, ainda que seja para aula demonstrativa).

A tolerância para a entrada na aula é de **5 min**, exceto por situações excepcionais avaliadas pelo professor.

DURANTE OS EXPERIMENTOS

Observe, anote, questione! Os materiais e equipamentos de laboratórios são de utilização coletiva, de modo que TODOS devem trabalhar com responsabilidade para evitar acidentes, desperdícios e inutilização da instrumentação. Portanto, **NÃO REALIZE TAREFAS QUE NÃO ESTEJAM PREVISTAS NO ROTEIRO/MANUAL OU QUE NÃO SEJAM EXPRESSAMENTE AUTORIZADAS PELO PROFESSOR OU TÉCNICO RESPONSÁVEL.**

Deve-se evitar: ausentar-se do laboratório durante os experimentos; alimentar-se dentro do laboratório; manter conversas paralelas e brincadeiras; portar objetos desnecessários em cima das bancadas.

APÓS OS EXPERIMENTOS

Organize a bancada; trate os dados, organize os resultados e apresente ao professor! É de suma importância que cada aluno se esforce para manter o laboratório limpo e organizado, de forma a permitir o seu uso posterior, sendo dever do grupo informar ao professor qualquer ocorrência relacionada à quebra de vidrarias ou avarias em instrumentos/equipamentos para registro em livro de ocorrências.

As orientações quanto ao descarte de materiais está contida em seção específica no roteiro de cada prática.

Assim como existem as atividades pré-Lab, esta edição consta com atividades pós-Lab, que podem abordar desde o tratamento dos dados coletados até a consulta de informações adicionais sobre os procedimentos e substâncias estudadas.

FONTES DE CONSULTA

Tenha como fontes de consulta de dados o *CRC Handbook of Chemistry and Physics - Library* e o *Compendium of Chemical Terminology - Gold Book IUPAC*, bem como os valores tabelados aqui na apostila.

Referências específicas são dispostas no roteiro de cada experimento. Não se prenda apenas a este manual; pesquise nas referências disponíveis na Biblioteca Central da UFRN e na Biblioteca Setorial do IQ (Prédio do IQ3).

TRATAMENTO DE DADOS

Além do tratamento manual dos dados, utilize calculadora científica, planilhas de cálculo (Excel ou LibreOffice Calc) ou programas específicos para a construção de gráficos quando for interpretar os resultados obtidos nos experimentos.

CRONOGRAMA DA DISCIPLINA

As disciplinas QUI1021 e QUI0312 possuem carga horária de 45 h, ministradas em 3 aulas consecutivas por semana. Em cada encontro o mesmo experimento é realizado simultaneamente pelos grupos, conforme **su-**

gerido no Cronograma Geral de Experimentos, sendo as datas e horários repassados por meio do SI-GAA e apresentado nas primeiras aulas por cada professor responsável pela disciplina.

A proposição do cronograma de práticas visa apenas a uniformização dos experimentos para o melhor planejamento e organização dos trabalhos pelo corpo técnico do laboratório. **NÃO HÁ REPOSIÇÃO DE AULAS EXPERIMENTAIS!**

Para atender aos novos PPC's (Projetos Pedagógicos de Cursos) de Química do IQ, as aulas foram distribuídas como:

Aulas Teóricas:

- Aula 1: Apresentação da Disciplina. Segurança e normas de utilização dos laboratórios
- Aula 2: Materiais, manuseio de instrumentação e tratamento de dados

Aulas Práticas:

- Exp 1: Medidas de massa, volume e temperatura
- Exp 2: Reações químicas - Parte I
- Exp 3: Reações químicas - Parte II
- Exp 4: Processos de separação de misturas
- Exp 5: Preparo de soluções
- Exp 6: Padronização de soluções
- Exp 7: Densidade de sólidos e soluções
- Exp 8: Retrotitulação

- Exp 9: Água de Hidratação
- Exp 10: Prática Integrativa

AVALIAÇÕES

Serão realizadas 3 avaliações (P_1 , P_2 , P_3) individuais, escritas e presenciais, cada uma realizada após o último experimento de cada unidade, com uma única Reposição (R), também individual, escrita e presencial, realizada após a 3ª prova e podendo conter todo o conteúdo referente às 3 unidades, conforme pré-estabelecido pelo professor responsável em plano de curso da disciplina.

Fica a critério do professor compor as notas com demais atividades, como a elaboração e apresentação de Relatórios, devendo constar em plano de curso, além da possibilidade de inclusão de Aulas de Revisão em razão de adequações do calendário acadêmico.

Para mais detalhes, consultar a RESOLUÇÃO Nº 171/2013-CONSEPE/UFRN, de 5 de novembro de 2013.

LOCAL DAS AULAS

Aulas Teóricas: Sala de Aulas do IQ1, ou no Setor de Aulas III (Sala 3F1), ou no Auditório do IQ3, ou nos Labs A, B e C do IQ1. **Experimentos:** Lab A, B e C do IQ1.

A Coordenação

Ementa e Cronograma

EMENTA

Componente QUI0312: Química Experimental

- 1 Conceitos fundamentais: segurança no laboratório. Manuseio de aparelhagem. Técnicas básicas para uso de vidraria no Laboratório
- 2 Operações com misturas: Destilação simples. Separação e purificação de compostos.
- 3 Estequiometria: reações químicas. Reagente limitante. Cálculo de rendimento.
- 4 Soluções e titulação de ácidos e bases: cálculo e preparo de soluções. Diluição. Titulação e padronização de soluções. Cálculo de porcentagem.
- 5 Cinética, equilíbrio e termoquímica: fatores que influenciam a velocidade das reações químicas. Estudos das reações de oxidação-redução. Calorimetria de soluções

Componente QUI1021: Química Experimental

- 1 Conceitos fundamentais sobre segurança no laboratório (vestimenta, EPIs, EPCs, ações diante de situações de emergência, procedimentos básicos de manuseio de substâncias químicas)
- 2 Manuseio de aparelhagem. Técnicas básicas para uso de vidraria no Laboratório. Erros experimentais.
- 3 Operações com misturas. Destilação simples. Separação e purificação de compostos.
- 4 Reações químicas.
- 5 Cálculos químicos. Reagente limitante. Cálculo de rendimento.
- 6 Soluções e titulação de ácidos e bases. Cálculo e preparo de soluções. Diluição. Titulação e padronização de soluções.

CRONOGRAMA PROPOSTO* DE AULAS

	Conteúdo	Modalidade	Data
1	Programa. Cronograma. Segurança e Materiais Comuns de Laboratório	Teórica	
2	Erros Experimentais, Coleta e Tratamento de Dados	Teórica	
3	Manuseio de Aparelhagem: Medidas de Massa, Volume e Temperatura	Experimental	
4	Reações Químicas - Parte I	Experimental	
–	Revisão / Exercícios	Teórica [Opcional]	
5	Primeira Avaliação	Avaliação Escrita	
6	Reações Químicas - Parte II	Experimental	
7	Separação de Misturas: Filtração e Destilação	Experimental	
8	Preparo de Soluções	Experimental	
9	Padronização de Soluções	Experimental	
–	Revisão / Exercícios	Teórica [Opcional]	
10	Segunda Avaliação	Avaliação Escrita	
11	Determinação da Densidade de Soluções e Sólidos	Experimental	
12	Retrotitulação: Determinação do Teor de $Mg(OH)_2$ no Leite de Magnésia	Experimental	
13	Água de Hidratação	Experimental	
14	PROJETO INTEGRATIVO: Síntese do $FeSO_4 \cdot 7H_2O$, purificação e caracterização	Experimental	
–	Revisão / Exercícios	Teórica [Opcional]	
15	Terceira Avaliação	Avaliação Escrita	
–	Reposição	Avaliação Escrita	

* A proposição de um calendário de experimentos visa o planejamento e organização para a preparação de aulas pelo corpo técnico do laboratório.

Ficha de Cadastro do Usuário do Lab

Termo de Responsabilidade para uso do Laboratório de Química

Eu, _____, matriculado nesta universidade sob o número _____, declaro conhecer as Normas de Segurança do Laboratório de Química _____ do Instituto de Química da UFRN.

Comprometo-me a atuar com seriedade, compromisso e responsabilidade, utilizar os equipamentos de proteção individuais (EPI's) e coletivos (EPC's) e zelar pela sala limpa e as suas instalações, assim como cumprir as Normas de Segurança dos Laboratórios de Química do IQ juntamente com este termo de responsabilidade.

Obs.: é altamente recomendado o uso de jaleco de algodão porque em caso de incidente com fogo o jaleco sintético poderá causar lesões graves.

Nome: _____

Telefones de algum responsável (para contato em caso de acidente): _____

Curso: _____ Turma: _____

Professor da Disciplina: _____

Caro aluno, se possuir algum(s) tipo(s) de alergia a produto(s) químico(s), especifique abaixo:

Obs.: Se você desconhece ter alguma alergia, recomendamos que faça um teste alérgico antes de iniciar as aulas experimentais para evitar algum tipo de incidente grave.

Caso tenha alergia, qual(is) tipo(s) de antialérgico tem usado? Algum específico?

Obs.: caso faça uso de algum antialérgico, traga sempre consigo!

Eu, _____, assumo o risco de lidar com produtos químicos no laboratório de _____.



Assinatura: _____

Data: ____/____/____



Recortar este termo e entregar ao professor no 1º dia de aula

Eu, _____, professor da disciplina de Química Experimental, recebi do aluno(a) _____ matrícula _____, o Termo de Responsabilidade para uso dos Laboratórios de Química.

Ass.: _____ Data: ____/____/____

Ao entregar o termo, solicite a assinatura do professor e guarde este recibo

Este formulário encontra-se disponível também para preenchimento no site da disciplina, na aba Formulário Acesso, devendo ser impresso e assinado manualmente para entrega ao professor.

A Coordenação

SUMÁRIO

1	Materiais Comuns de Laboratório	10
1.1	Objetivos	10
1.2	Considerações Gerais	10
1.2.1	Parte I - Segurança no Laboratório	10
1.2.2	Parte II - Vidrarias e Materiais Comuns de Laboratório	15
1.2.3	Parte III - Acidentes mais Comuns em Laboratório e seus Primeiros Socorros	18
1.2.4	Parte IV - Gestão de Resíduos ♣	19
1.3	Pós-Laboratório	20
1.4	Referências	20
2	Erros Experimentais, Coleta e Tratamento de Dados	21
2.1	Objetivos	21
2.2	Considerações Gerais	21
2.2.1	População, Amostra e Distribuição	21
2.2.2	Tipos dos erros experimentais	22
2.2.3	Precisão e Exatidão	23
2.2.4	Representação de grandezas físicas escalares	23
2.2.5	Avaliação dos erros experimentais	23
2.2.6	Incerteza absoluta e incerteza relativa	25
2.2.7	Erro absoluto e erro relativo	26
2.2.8	Algarismos Significativos	26
2.2.9	Operações envolvendo algarismos significativos	27
2.2.10	Regras de aproximação (arredondamento)	27
2.2.11	Propagação de erros	28
2.3	Pós-Laboratório	28
2.4	Referências	28
3	Manuseio de Aparelhagem: Medidas de Massa, Volume e Temperatura	29
3.1	Objetivos	29
3.2	Considerações Gerais	29
3.2.1	Manuseio e aferição de vidrarias	29
3.2.2	Pesagem	30
3.2.3	Medidas de Temperatura	31
3.3	Pré-Laboratório	31
3.4	Materiais e Reagentes	31
3.5	Procedimento Experimental	32
3.5.1	Parte I - Massa	32
3.5.2	Parte II - Temperatura	33
3.5.3	Parte III - Volume	33
3.5.4	Parte IV - Precisão e Exatidão	34
3.6	Pós-Laboratório	36
3.7	Material Suplementar	36
3.8	Referências	36
4	Reações Químicas - Parte I	37
4.1	Objetivos	37

4.2	Considerações Gerais	37
4.3	Pré-Laboratório	40
4.4	Materiais e Reagentes	40
4.5	Procedimento Experimental	41
4.5.1	Parte I - Identificação de Processos Físicos e Reações Químicas	41
4.5.2	Parte II - Reagente Limitante	42
4.5.3	Parte III - Rendimento de Reação	43
4.6	Pós-Laboratório	44
4.7	Material Suplementar	44
4.8	Referências	44
5	Reações Químicas - Parte II	45
5.1	Objetivos	45
5.2	Considerações Gerais	45
5.3	Pré-Laboratório	47
5.4	Materiais e Reagentes	47
5.5	Procedimento Experimental	48
5.5.1	Parte I - Reações de Oxirredução	48
5.5.2	Parte II - Potencial de redução	48
5.5.3	Parte III - Fotorredução da prata	49
5.6	Pós-Laboratório	50
5.7	Material Suplementar	50
5.8	Referências	50
6	Separação de Misturas: Filtração e Destilação	51
6.1	Objetivos	51
6.2	Considerações Gerais	51
6.2.1	Pares de líquidos miscíveis	52
6.2.2	Destilação e equilíbrio entre líquido e vapor	52
6.2.3	Filtração	53
6.3	Pré-Laboratório	53
6.4	Materiais e Reagentes	54
6.5	Procedimento Experimental	54
6.5.1	Parte I - Filtração	54
6.5.2	Parte II - Destilação simples	55
6.6	Pós-Laboratório	56
6.7	Material Suplementar	56
6.8	Referências	56
7	Preparo de Soluções	57
7.1	Objetivos	57
7.2	Considerações Gerais	57
7.2.1	Preparo e Diluição de Soluções	58
7.2.2	Padrões Primário e Secundário	59
7.3	Pré-Laboratório	59
7.4	Materiais e Reagentes	59
7.5	Procedimento Experimental	60
7.5.1	Solução 1	60
7.5.2	Solução 2	60
7.5.3	Solução 3	60
7.5.4	Solução 4	60
7.5.5	Solução 5	61
7.6	Material Suplementar	61
7.7	Pós-Laboratório	61
7.8	Referências	61

8	Padronização de Soluções	62
8.1	Objetivos	62
8.2	Considerações Gerais	62
8.3	Pré-Laboratório	64
8.4	Materiais e Reagentes	64
8.5	Procedimento Experimental	65
8.5.1	Padronização da solução de ácido clorídrico	65
8.5.2	Padronização da solução de hidróxido de sódio	65
8.6	Pós-Laboratório	66
8.7	Material Suplementar	66
8.8	Referências	66
9	Determinação da Densidade de Soluções e Sólidos	67
9.1	Objetivos	67
9.2	Considerações Gerais	67
9.2.1	Método de Densidade Relativa	67
9.2.2	Método de Densidade Absoluta	67
9.3	Pré-Laboratório	69
9.4	Materiais e Reagentes	69
9.5	Procedimento Experimental	70
9.5.1	Método 1 - Medida da Densidade de um Sólido Utilizando a Proveta	70
9.5.2	Método 2 - Medida da Densidade de um Sólido Utilizando o Picnômetro	70
9.5.3	Medida da Densidade da Solução de NaOH Utilizando o Picnômetro	72
9.5.4	Medida da Densidade da Solução de HCl Utilizando o Picnômetro	72
9.6	Pós-Laboratório	73
9.7	Material Suplementar	73
9.8	Referências	73
10	Retrotitulação	74
10.1	Objetivos	74
10.2	Considerações Gerais	74
10.3	Pré-Laboratório	74
10.4	Materiais e Reagentes	75
10.5	Procedimento Experimental	75
10.6	Pós-Laboratório	76
10.7	Material Suplementar	76
10.8	Referências	76
11	Água de Hidratação	77
11.1	Objetivos	77
11.2	Considerações Gerais	77
11.3	Pré-Laboratório	78
11.4	Materiais e Reagentes	79
11.5	Procedimento Experimental	79
11.5.1	Experimento 1 - Deliquescência e Eflorescência	79
11.5.2	Experimento 2 - Reversibilidade de hidratação	80
11.5.3	Experimento 3 - Cálculo da porcentagem em massa e do número de mol de água no hidrato	81
11.5.4	Experimento 4 - Identificação da natureza dos vapores liberados	82
11.6	Pós-Laboratório	82
11.7	Material Suplementar	82
11.8	Referências	82
12	Projeto: Síntese do $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, purificação e caracterização	83
12.1	Objetivos	83
12.2	Considerações Gerais	83

12.3	Pré-Laboratório	84
12.4	Materiais e Reagentes	84
12.5	Procedimento Experimental	85
12.5.1	Parte I - Preparação da solução de $\text{H}_2\text{SO}_4(\text{aq})$	85
12.5.2	Parte II - Síntese do $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	85
12.5.3	Parte III - Purificação	85
12.5.4	Parte IV - Caracterização do FeSO_4	87
12.6	Pós-Laboratório	87
12.7	Material Suplementar	87
12.8	Referências	87

13 APÊNDICE I

88

1 | MATERIAIS COMUNS DE LABORATÓRIO

1.1 OBJETIVOS

- 1 Conhecer as normas gerais de segurança e utilização de laboratórios de química;
- 2 Identificar as vidrarias e materiais mais comuns de laboratório;
- 3 Identificar o grau de risco de substâncias químicas pelo diagrama de Hommel e pictogramas;
- 4 Conhecer os equipamentos de proteção individual e coletiva;
- 5 Elencar os acidentes mais comuns em laboratório e seus primeiros socorros.

1.2 CONSIDERAÇÕES GERAIS

1.2.1 PARTE I - SEGURANÇA NO LABORATÓRIO

1.2.1.1 - Principais acidentes e recomendações gerais

O laboratório é um dos principais locais de trabalho do químico. Existe certo risco associado ao trabalho em laboratórios de química de um modo geral, uma vez que os indivíduos ficam mais frequentemente expostos a situações potencialmente perigosas. Os principais acidentes em laboratórios de química se devem a:

- ferimentos provocados pela quebra de peças de vidro;
- contatos com substâncias cáusticas¹;
- queimaduras por contato com vidrarias aquecidas;
- incêndios com líquidos inflamáveis;
- explosões pela mistura inadvertida de substâncias mal acondicionadas.

É preciso, então, planejar cuidadosamente o trabalho a ser realizado e proceder adequadamente no laboratório a fim de minimizar riscos. Também, deve-se sempre procurar conhecer as propriedades toxicológicas das substâncias com que se trabalha, em termos agudos e crônicos e, caso as substâncias sejam desconhecidas, deve-se tomar os cuidados necessários para evitar eventuais intoxicações.

Dentro dos limites do bom senso, ao se trabalhar no laboratório deve-se considerar toda substância como potencialmente perigosa e evitar contatos diretos, seja por inalação, por ingestão ou por contato com a pele.

Quando estiver trabalhando no laboratório tenha sempre as seguintes precauções:

1. Verifique o local e o funcionamento dos dispositivos de segurança no laboratório (extintores de incêndios, chuveiros de emergência, saída de emergência, etc.);
2. Trabalhe com atenção, calma e prudência. Em experimentos diáticos, realize somente os procedimentos autorizados pelo professor responsável;
3. Trabalhe sempre acompanhado no laboratório;
4. Leia com atenção e previamente os roteiros das experiências a serem realizadas;
5. Vista roupa e calçados adequados: jaleco, calça comprida e sapato fechado. Use óculos de segurança. Se tiver cabelos compridos, mantenha-os presos atrás da cabeça;
6. Todas as substâncias, de certo modo, podem ser nocivas ou perigosas e, portanto, devem ser tratadas com cautela e respeito;
7. Evite o contato direto com as substâncias do laboratório;
8. Lave as mãos após o eventual contato com as substâncias e ao sair do laboratório;
9. Não coma, não beba e não fume dentro do laboratório (não fume em lugar nenhum);
10. Se estiver fazendo uso de algum medicamento cujo efeito colateral seja o sono, evite a manipulação de substâncias e avise ao professor;
11. Utilize somente reagentes disponíveis na sua bancada de trabalho ou aqueles eventualmente fornecidos pelo professor. Não utilize reagentes de identidade desconhecida ou duvidosa;
12. Quando diluir ácido sulfúrico, ácido nítrico, ácido clorídrico, ou outro ácido forte, faça sempre o seguinte:

¹Substância básica que causa corrosão ou queimadura química. Por exemplo: hidróxido de sódio (NaOH), comumente conhecida como sódica cáustica.

- ponha o ácido lentamente e com cuidado na água. Nunca adicione água ao ácido. O desenvolvimento muito rápido de calor, gerado pela adição de água ao ácido, pode provocar a quebra violenta do recipiente;
13. Mantenha sua bancada de trabalho organizada e limpa;
 14. Não despeje as substâncias indiscriminadamente na pia. Informe-se sobre como proceder a remoção ou o descarte adequado;
 15. Não jogue na pia: papéis, palitos de fósforo ou outros materiais que possam provocar entupimento;
 16. Trabalhos que envolvem a utilização ou formação de gases, vapores ou poeiras nocivas devem ser realizados dentro de uma capela de exaustão;
 17. Tenha cuidado com o manuseio de vidraria. O vidro é frágil e fragmentos de peças quebradas podem causar ferimentos sérios. Tome cuidado ao aquecer material de vidro, pois a aparência deste é a mesma, quente ou frio;
 18. Nunca realize reações químicas nem aqueça substâncias em recipientes fechados, pois o aumento da pressão interna pode causar explosões;
 19. Tenha cuidado com o uso de equipamentos elétricos. Verifique a voltagem antes de conectá-los. Observe os mecanismos de controle, especialmente para elementos de aquecimento (chapas, mantas, banhos, fornos, estufas, etc);
 20. Ao aquecer um tubo de ensaio não volte a extremidade do mesmo para si ou para uma pessoa próxima e nunca olhe diretamente dentro de um tubo de ensaio ou outro recipiente onde esteja ocorrendo uma reação, pois o conteúdo pode espirrar nos seus olhos;
 21. Sempre que quiser verificar o odor de um líquido que está sendo aquecido, não ponha o rosto diretamente sobre o recipiente que contém o líquido. Com a mão em forma de concha traga para o rosto o vapor que se desprende do recipiente. Tenha esse mesmo cuidado quando quiser verificar o odor de qualquer material. Nunca cheire diretamente qualquer substância química;
 22. Nunca verifique o sabor de uma substância química, nem mesmo aqueles com o mais "doce" dos aromas;
 23. Qualquer experiência onde possa ocorrer desprendimento de vapores venenosos ou corrosivos deve ser realizada em uma capela, que é um ambiente fechado, com escape natural ou produzido por um exaustor, diretamente para a atmosfera;
 24. Se houver contato de ácido ou base forte com a pele, o que pode ocasionar queimaduras, lave imediatamente o local afetado com bastante água corrente;
 25. Comunique imediatamente ao professor responsável qualquer incidente² ocorrido durante a execução dos trabalhos de laboratório.

1.2.1.2 - Equipamentos de proteção coletiva

Os equipamentos de proteção coletiva (EPC) de um laboratório de química são aqueles destinados ao uso por todos os usuários em situações de necessidade. Esses equipamentos ficam fixos e em posições estratégicas, disponíveis para acesso rápido e fácil. São exemplos de EPC's:

- a) **capelas de exaustão:** estrutura munida de exaustor destinada à manipulação de produtos químicos que liberem gases ou vapores tóxicos/corrosivos. Por precaução, as reações químicas e processos (como extrações com refluxo) onde ocorrem liberação de gases ou vapores devem ser necessariamente realizadas nas capelas de exaustão;
- b) **chuveiro de segurança:** chuveiro acionado por alavanca manual que aciona um fluxo controlado de água em uma velocidade alta o suficiente para realizar o processo de descontaminação, mas sem machucar os usuários. Devem ser utilizados em casos de derramamento de grandes quantidades de produtos químicos sobre o operador. No caso do avental estar encharcado com produtos químicos, este deve ser retirado antes do operador efetivamente utilizar o chuveiro;
- c) **lava-olhos:** na maioria das vezes encontra-se acoplado ao chuveiro de emergência. É acionado por pedal posicionado na base do chuveiro, que aciona um fluxo de água controlado, com velocidade baixa, através de esguichos em direção aos olhos, permitindo uma descontaminação inicial de maneira eficiente;
- d) **extintores de incêndio:** os extintores de incêndio são classificados em quatro tipos: gás carbônico (CO_2), pó químico, espuma e água. A indicação de cada tipo de extintor está associada a classes de incêndios distintas. Além disso, como estratégia geral para o combate a incêndio em um laboratório de química recomenda-se o emprego de baldes de vermiculita³ e areia associados a extintores de pó químico ou CO_2 . Ver Tabela 1.1.

²O **acidente** é aquele evento que acontece de forma não programada, inesperada e que interrompe a atividade, já o **incidente** é uma ocorrência não planejada, mais amena, mas que poderia levar a um acidente se não for contida. Exemplo: Se durante o aquecimento de uma substância utilizando uma determinada vidraria houver uma trinca no vidro (incidente), e o experimento não for cessado (por inobservância, imprudência ou imperícia), a vidraria poderá se romper causando um dano maior (acidente).

³Mineral de baixo custo, formado por hidratação de certos minerais basálticos e que possui fórmula $(\text{MgFe}, \text{Al})_3(\text{Al}, \text{Si})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. Amplamente utilizado na construção civil, como em câmaras a prova de fogo e no miolo de portas "corta-fogo".

Tabela 1.1: Tipos de extintores de incêndio e seu emprego, de acordo com a classe de incêndio.

Extintor	Alcance do jato (m)	Classes de incêndio		
		A	B	C
Gás carbônico (CO_2)	1 a 2	ruim	bom	excelente
Pó químico seco	2 a 4	ruim	excelente	bom
Espuma	9 a 18	regular	excelente	-
Água (gás)	9 a 20	excelente	*	-

* Só em forma de borrafo, saturando o ar de umidade.

A - papel, madeira, etc., materiais que deixam brasa ou cinza e requerem um agente que molhe e esfrie;

B - líquidos inflamáveis (óleos, gasolina, etc.) requerem ação rápida de resfriamento e abafamento;

C - equipamentos elétricos requerem agente não condutor de eletricidade.

- e) **manta corta-fogo:** utilizada para abafamento (redução do acesso ao O_2) de tecidos em chama, usadas para apagar rapidamente pequenos incêndios. Eles são feitos em tecido de alta resistência térmica (suportam até 500 °C);
- f) **caixa de primeiros socorros:** deve estar facilmente acessível e conter: atadura, gaze, esparadrapo, uma pomada específica para queimadura (picrato de butesin), água boricada, etanol para desinfecção, soro fisiológico, soluções de ácido acético e bicarbonato de sódio 1%, pinça e tesoura;

Identifique esses EPC's no laboratório!!!

1.2.1.3 - Equipamentos de proteção individual

Os equipamentos de proteção individual (EPI) são aqueles em que cada indivíduo deve portar ao adentrar no laboratório, independente de estar realizando algum procedimento específico. Além dos aparatos desenhados para uso específico no laboratório, a indumentária pessoal também faz parte das medidas de proteção, como:

- cabelos:** se grandes, devem ser mantidos presos. Não se deve utilizar chapéu, boné ou outro vestuário de cabeça;
- vestimenta pessoal:** sepiatos fechados e calças compridas. Blusas e camisetas devem atender ao decoro e formalidades do ambiente;
- adornos:** devem ser evitados ao máximo. Em caso de acidentes, quanto menos adornos ligados ao corpo, melhor;
- lentes de contato:** deve ser evitado, mesmo que seja usado óculos de proteção.

Com relação aos EPI's especificamente planejados para uso em laboratórios de química, seu objetivo principal é minimizar a possibilidade de contato das substâncias químicas manipuladas com a pele, olhos e sistema respiratório. Existem EPI's de uso específicos para determinadas atividades, de modo que listaremos aqui apenas os mais comuns e recomendados para uso em laboratórios de química:

- avental (jaleco):** para proteção adequada o jaleco deve ter mangas compridas e comprimento até os joelhos, fechamento frontal (com velcro ou botões de fácil abertura), usado sempre fechado. O tecido recomendado é o de algodão grosso, por queimar mais devagar e reagir com ácidos e bases, evitando que essas soluções atinjam a pele. ESSAS VESTIMENTAS NÃO PODEM SER CONFECCIONADAS DE TECIDOS SINTÉTICOS INFLAMÁVEIS COMO TERGAL E SIMILARES;
- proteção respiratória:** esses equipamentos devem ser utilizados apenas quando as medidas de proteção coletiva (capelas com exaustão adequada) não existirem ou forem insuficientes. Os mais comuns são os respiradores com filtros mecânicos (apresentam uma barreira física e são eficientes contra a inalação de partículas) e respiradores simples com filtros químicos (possuem filtros adsorvedores capazes de reter gases e vapores de substâncias químicas);
- luvas:** As luvas protegem as mãos durante manipulações de substâncias corrosivas. As mãos devem ser lavadas mesmo após o uso e retirada das luvas. Não há luvas com materiais que protejam contra todos os produtos químicos, simultaneamente. Para diferentes aplicações, deve-se observar a Tabela 1.2 (próxima página)

1.2.1.4 - Sinalização de segurança

Devido ao pequeno espaço disponível nos rótulos dos produtos químicos industrializados são utilizados alguns símbolos especiais, que devem ser conhecidos (Obs.: você não deverá decorá-los (ao menos não neste curso), mas se familiarizar e saber onde procurar as informações nele contidas). Estes símbolos correspondem aos **pictogramas**, às **frases de risco** e **frases de segurança**, e ao **diagrama de Hommel**, todos apresentados a seguir.

- PICTOGRAMAS:** são símbolos gráficos que identificam determinadas características das substâncias químicas e são empregados na rotulagem de containers e avisos no local de trabalho, bem como no transporte de

Tabela 1.2: Principais tipos de luvas e suas aplicações. Obs.: Pesquise na internet imagens de luvas destes tipos.

Borracha butílica
Boas para cetonas e ésteres, ruins para os demais solventes.
Látex*
Boas para ácidos e bases diluídas, péssimas para solventes orgânicos.
Neopreno
Boas para ácidos, bases, peróxidos, hidrocarbonetos, álcoois, fenóis. Ruins para solventes halogenados e aromáticos.
PVC
Boas para ácidos e bases, ruins para a maioria dos solventes orgânicos.
PVA
Boas para solventes aromáticos e halogenados, ruins para soluções aquosas.
Nitrila
Para uma grande variedade de solventes orgânicos, e também para ácidos e bases.
Viton
Excepcional resistência a solventes aromáticos e halogenados.
Kevlar aramida
Para manusear vidrarias e materiais aquecidos.

* Luvas descartáveis, não devem ser reutilizadas.

mercadorias. Como são utilizados internacionalmente, seu texto apresenta-se em inglês. Sua padronização é realizada pelo Sistema Globalmente Harmonizado de Classificação e Rotulagem de Produtos Químicos (GHS, do inglês *Globally Harmonized System of Classification and Labelling of Chemicals*), cujos principais pictogramas são mostrados na Figura 1.1:

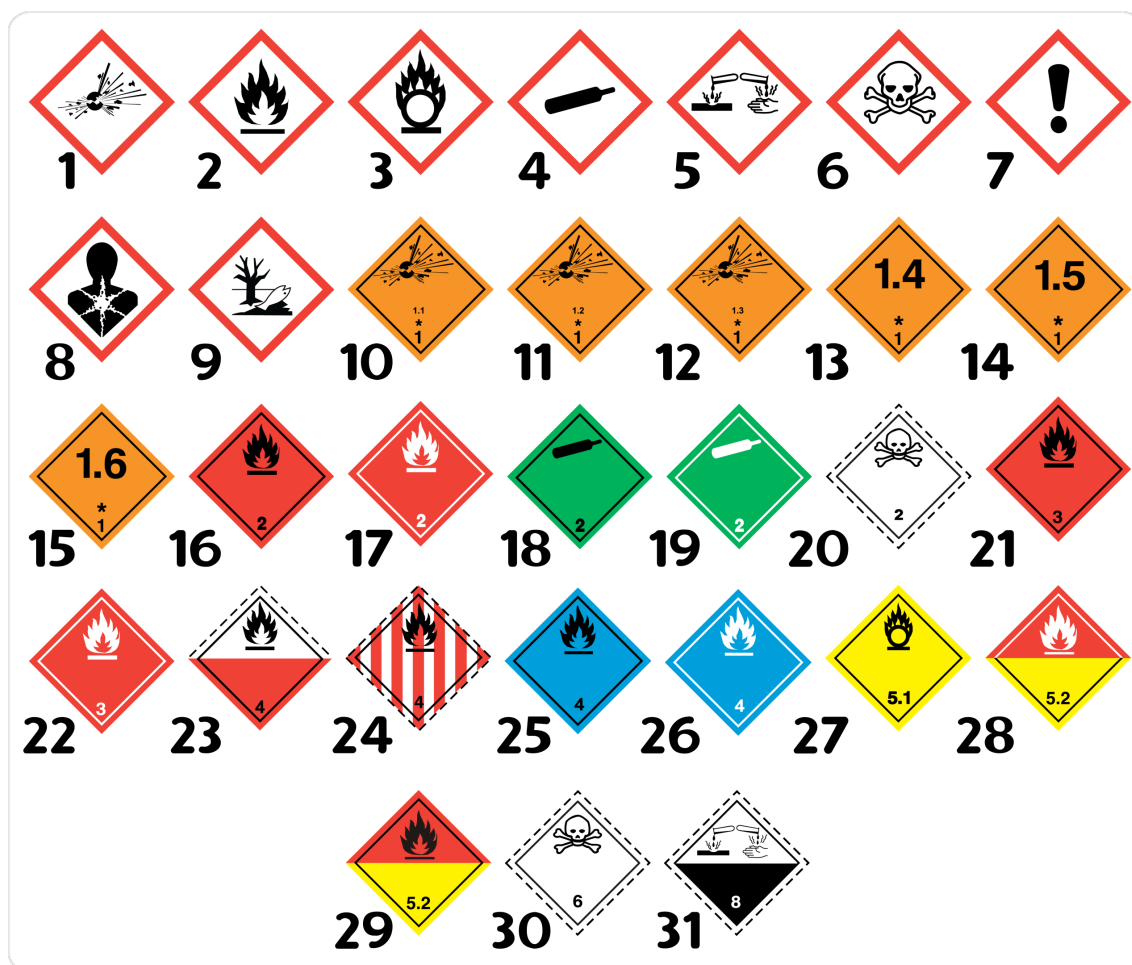


Figura 1.1: Exemplos de pictogramas utilizados em rótulos de embalagens de produtos químicos, segundo a GHS (Sistema Globalmente Harmonizado de Classificação e Rotulagem de Produtos Químicos).

- **FRASES DE RISCO:** As frases de risco são identificadas pela letra “R” e dizem respeito ao risco que o operador está exposto ao manipular aquela substância. Existem ainda as frases combinadas, utilizadas quando as substâncias apresentam mais de uma característica de risco. (ver Anexo I)
- **FRASES DE SEGURANÇA:** As frases de segurança são identificadas no rótulo pela letra “S”. Essas frases nos remetem às recomendações de segurança necessárias, que devemos exercer quando necessitarmos de manipular aquelas substâncias químicas. Assim como as frases de risco, as frases de segurança também podem ser combinadas. (ver Anexo I)

Tabela 1.3: Classificação dos pictogramas universais de segurança da GHS apresentados na Figura 1.1

PICTOGRAMAS DE RISCOS FÍSICOS	
① Explosivo; ② Inflamável; ③ Oxidante; ④ Gás comprimido	
PICTOGRAMA DE RISCO FÍSICO E QUÍMICO	
⑤ Corrosivo	
PICTOGRAMAS DE RISCOS PARA A SAÚDE	
⑥ Tóxico; ⑦ Prejudicial; ⑧ Perigo à saúde	
PICTOGRAMAS DE RISCOS AO MEIO AMBIENTE	
⑨ Nocivo ao meio ambiente	
PICTOGRAMAS DE TRANSPORTE - EXPLOSIVOS	
⑩ Divisão 1.1 ^a ; ⑪ Divisão 1.2 ^b ; ⑫ Divisão 1.3 ^c ; ⑬ Divisão 1.4 ^d ; ⑭ Divisão 1.5 ^e ; ⑮ Divisão 1.6 ^f ;	
PICTOGRAMAS DE TRANSPORTE - GASES	
⑯ e ⑰ Gás inflamável; ⑱ e ⑲ Gás não-inflamável e não-tóxico; ⑳ Gás tóxico	
PICTOGRAMAS DE TRANSPORTE - LÍQUIDOS E SÓLIDOS INFLAMÁVEIS	
㉑ e ㉒ Líquido Inflamável; ㉓ Substâncias sujeitas a combustão espontânea; ㉔ Sólidos inflamáveis, substâncias auto-reativas e explosivos sólidos dessensibilizados; ㉕ e ㉖ Substâncias que em contato com a água emitem gases inflamáveis	
OUTROS PICTOGRAMAS DE TRANSPORTE DA GHS	
㉗ Substâncias oxidantes; ㉘ e ㉙ Peróxidos orgânicos; ㉚ Substâncias tóxicas; ㉛ Substâncias corrosivas	

- a) Substâncias e artigos que apresentam risco de explosão em massa
b) Substâncias e artigos que apresentam risco de projeção, mas não risco de explosão em massa
c) Substâncias e artigos com risco de incêndio e risco de explosão menor ou risco de projeção menor ou ambos, mas não risco de explosão em massa
d) Substâncias e artigos classificados como explosivos, mas que não apresentam riscos significativos
e) Substâncias muito insensíveis e com risco de explosão em massa
f) Nenhuma declaração de perigo

- **DIAGRAMA DE HOMMEL:** também conhecido como diamante do perigo (diamante de risco ou NFPA 704) é uma simbologia empregada pela NFPA - *National Fire Protection Association* em que quatro losangos expressam tipos de riscos em graus que variam de 0 a 4. É comumente empregada em rótulos de produtos químicos e possui a vantagem de, numa rápida inspeção visual, informar sobre os riscos específicos, toxicidade, inflamabilidade e reatividade em um único diagrama. Na Figura 1.2 é apresentado o diagrama de Hommel para o sódio metálico, como exemplo.

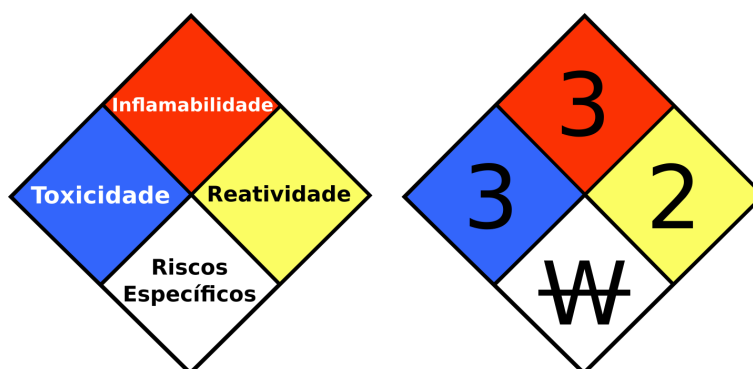


Figura 1.2: Diagrama de Hommel e exemplo para o sódio metálico.

As escalas de risco para cada losango do diamante de perigo são mostrados na Tabela 1.3, a seguir:

Código	Descrição de toxicidade	Exemplo
0	nenhum risco específico	H ₂ O
1	pode ser irritante, mas com danos leves	acetona, NaCl
2	pode ser nocivo se inalado ou absorvido pela pele	clorofórmio
3	corrosivo ou tóxico. Evitar contato com a pele ou inalação	H ₂ SO ₄
4	pode ser fatal em exposição curta	HCN, COCl ₂
Código	Descrição de inflamabilidade	Exemplo
0	não inflamável	He, H ₂ O
1	combustível, se aquecido	sacarose
2	líquido inflamável, ponto de fulgor* entre 38°C e 98°C	diesel
3	líquido inflamável, ponto de fulgor menor que 38°C	etanol
4	extremamente inflamável	éter etílico
Código	Descrição de reatividade	Exemplo
0	estável	H ₂ O
1	pode reagir se aquecido ou misturado com água, mas não violentamente	cal
2	instável ou reage violentamente com água	H ₂ SO ₄
3	sensível a choques, calor ou água	NH ₄ NO ₃
4	material explosivo à temperatura ambiente	trinitroglicerina
Código	Descrição de riscos específicos	Exemplo
COR	corrosivo	H ₂ SO ₄
CRYO	criogênico	N ₂ (l)
POI	veneno	PbNO ₃
W	reage com água de maneira perigosa	Na
RAD	radioativo	Cs

* Ponto de fulgor é a menor temperatura na qual um combustível liberta vapor em quantidade suficiente para formar uma mistura inflamável por uma fonte externa de calor.

1.2.2 PARTE II - VIDRARIAS E MATERIAIS COMUNS DE LABORATÓRIO

1.2.2.1 - Materiais vítreos

Na Figura 1.3 são esquematizados desenhos de vidrarias comuns em um laboratório de química básica.⁴

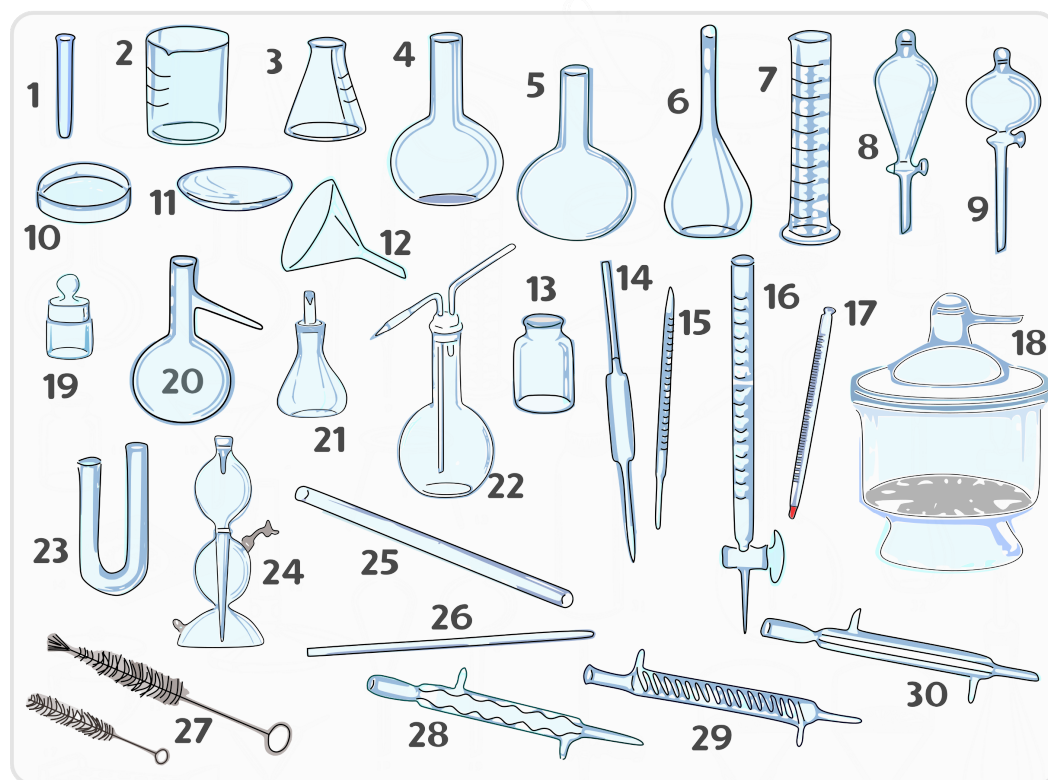


Figura 1.3: Vidrarias comuns no laboratório de química geral.

⁴Obs.: há muitas outras vidrarias (e suas variações) do que as contidas neste manual.

- ① **Tubo de ensaio:** tubo com apenas uma abertura utilizado principalmente para testes (ensaio) de reações químicas em pequena escala;
- ② **Becker:** usado para o aquecimento de líquidos, reações de precipitação, etc;
- ③ **Erlenmeyer:** usado para titulações (e procedimentos em que o líquido contido necessite ser agitado), aquecimento de líquidos, etc;
- ④ **Balão de fundo chato:** além de ser usado para aquecer líquidos ou soluções pode ser utilizado para reações com desprendimentos gasosos. Seu aquecimento pode ser feito sobre o tripé com tela de amianto;
- ⑤ **Balão de fundo redondo:** destina-se ao aquecimento de líquidos e para destilações químicas. Seu uso é semelhante ao balão de fundo chato, porém menos apropriado aos aquecimentos sob refluxo;
- ⑥ **Balão volumétrico:** utilizado para preparar soluções. Existem balões com diferentes capacidades de volume (5 mL a 10 L), em que cada um possui um volume preciso e pré-fixado. Jamais deve ser utilizado em aquecimentos;
- ⑦ **Proveta:** instrumento graduado, utilizado para a medida de volume de líquidos. Pode ser fabricado em vidro ou plástico, com volumes entre 1 mL e 2 L. Suas medidas são menos precisas que as realizadas em pipetas. Jamais deve ser utilizado em aquecimentos;
- ⑧ e ⑨ **Ampolas de separação:** também designada funil de separação, ampola de decantação, ou funil de decantação. Permite separar líquidos imiscíveis com diferentes densidades. Essencialmente existem três tipos diferentes de ampolas: cônicas, cilíndricas e esféricas, com e sem tubuladura. As que possuem tubuladura esmerilhada são utilizadas para adição de líquidos, diretamente conectadas a outra vidraria;
- ⑩ **Placa de Petri:** é um recipiente cilíndrico, achatado, de vidro ou plástico utilizada para fins diversos. Seu uso mais comum é para a cultura de microorganismos. É constituído por duas partes: uma base e uma tampa;
- ⑪ **Vidro de relógio:** usado para pesagens de sólidos, cobrir beakers em evaporações e fins diversos;
- ⑫ **Funil de vidro:** usado em transferências de líquidos e em filtrações. O funil de colo longo e estrias é chamado de funil analítico, mais apropriado para operações de filtração;
- ⑬ **Frasco de reagentes:** utilizado para o armazenamento de substâncias que não reagem com o vidro. Obs.: há substâncias que reagem com o vidro, como NaOH(aq) e HF(aq);
- ⑭ **Pipeta volumétrica:** usada para medir volumes fixos de líquidos. Jamais deve ser utilizado em aquecimentos;
- ⑮ **Pipeta graduada:** usada para medir volumes variáveis de líquidos. Jamais deve ser utilizado em aquecimentos;
- ⑯ **Bureta:** usada para medidas precisas de líquidos. Usada em análises volumétricas;
- ⑰ **Termômetro:** utilizado para medir a temperatura;
- ⑱ **Dessecador:** usado para resfriar substâncias em ausência de umidade. Pode conter um agente dessecante em seu interior ou nele ser reduzida a pressão por meio de uma bomba de vácuo;
- ⑲ **Pesa-filtros:** recipiente com tampa utilizado para pesagem de sólidos;
- ⑳ **Balão de destilação:** usado em destilações. Possui saída lateral para o direcionamento de vapores, captados pelo condensador;
- ㉑ **Picnômetro:** utilizado para a determinação da densidade de líquidos e sólidos;
- ㉒ **Frasco lavador:** é empregado na secagem de gases, geralmente acoplado a outros frascos lavadores. O gás entra pelo tubo de vidro mais longo e é borbulhado em uma solução com agente dessecante, saindo seco pelo tubo mais curto;
- ㉓ **Tubo em U:** usado, geralmente, em eletrólise, além de outros fins;
- ㉔ **Kipp:** usado para a produção de gases, tais como H_2S , CO_2 , etc ;
- ㉕ **Bagueta ou Bastão de vidro:** usada para agitar soluções, transporte de líquidos em filtrações e outros fins;
- ㉖ **Vara de vidro:** utilizada para fins diversos em hialotecnia, como confecção de pipetas de Pasteur de tamanhos variados, tubos em U e outros conectores;
- ㉗ **Escovas de limpeza:** utilizadas para a limpeza de tubos de ensaio e outros materiais;
- ㉘ **Condensador de bolas ou Condensador Allihn:** utilizado na vertical para a condensação de vapores em processos de extração por solvente a quente (extrator Soxhlet), fazendo com o que o solvente condense e retorne ao sistema em refluxo. Não deve ser utilizado para a separação de líquidos por destilação. Em todos os condensadores o fluido resfriador (em geral a água) circula externamente em contra-fluxo ao vapor interno;
- ㉙ **Condensador de serpentina ou Condensador Graham:** assim como o condensador de bolas, é um condensador de refluxo utilizado na vertical. Possui grande área superficial, permitindo a condensação mais eficiente de vapores mais voláteis;
- ㉚ **Condensador simples ou Condensador Liebig:** condensador de tubo reto utilizado em processos de destilação simples. Não deve ser utilizado para condensar líquidos com ponto de ebulição superior a 140°C . Deve ser montado inclinado, para que o líquido condensado escoe para um frasco coletor.

LAVAGEM DE VIDRARIAS

O Material de vidro deve ser lavado após o uso com água e detergente e, quando necessário, com o auxílio de uma escova. Depois de bem enxaguado com água da torneira deve-se enxaguar três vezes com água destilada. Depois de lavado, o vidro deve permitir o escoamento de água sobre sua superfície, sem formar gotas (que indicam a presença de matéria gordurosa).

O material muito sujo e engordurado pode ser lavado com mistura sulfocrômica. Dicromato de sódio ($\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) em ácido sulfúrico (H_2SO_4) é corrosivo e exige muito cuidado em seu emprego. Pode-se utilizar, ainda, solventes orgânicos para desgordura superfícies, tais como álcool, acetona ou éter (neste caso, desde que não haja chama no laboratório), dependendo da natureza da sujeira e depois lavado como foi descrito.

Nunca, jamais, leve para secar em estufa as vidrarias utilizadas para medição apuradas de volumes, como pipetas, balão volumétrico e bureta. Todas essas vidrarias são calibradas para se trabalhar em temperaturas em torno da ambiente, como marcado em cada peça. A dilatação decorrente do aquecimento em estufa leva à descalibragem da vidraria. Em caso de haver pressa em sua utilização, logo após a lavagem, deve-se secar com uma mistura água/etanol ou com acetona, por serem solventes que evaporam rapidamente, arrastando consigo a água.

1.2.2.2 - Equipamentos, acessórios, materiais metálicos e cerâmicos

Na Figura 1.4 são apresentados alguns instrumentos acessórios comuns no laboratório de química fundamental, construídos em materiais plásticos, metálicos, em porcelana e mistos.

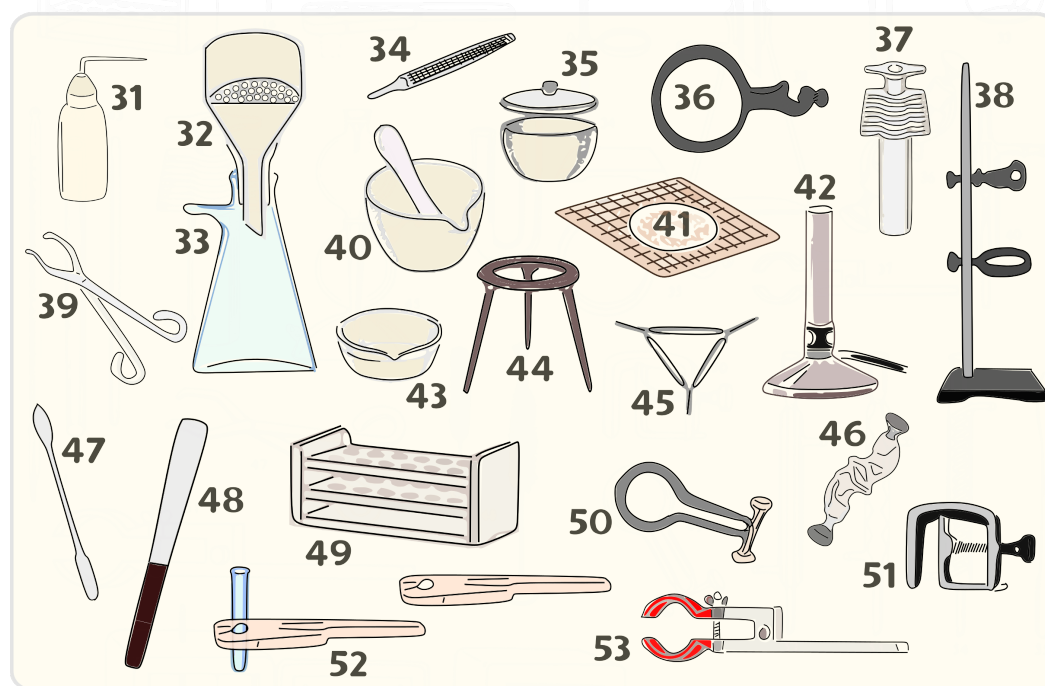


Figura 1.4: Instrumentos e acessórios comuns no laboratório de química geral, feitos em materiais plásticos, metálicos, em porcelana e mistos.

- [31] **Pisseta:** recipiente de plástico utilizado para esguichar solvente (em geral água destilada, etanol ou acetona) durante alguma operação;
- [32] **Funil de Buchner:** funil de porcelana utilizado em filtrações à vácuo;
- [33] **Kitassato:** recipiente de vidro com saída lateral e paredes espessas utilizado para filtrações à vácuo;
- [34] **Lima triangular:** usada para cortes e polimento de bordas de vidro;
- [35] **Cadinho de porcelana:** usado para aquecimentos à seco (calcinações) no bico de bunsen e em fornos mufla (Fig.1.3);
- [36] **Anel para funil:** usado para sustentar funis de vidro ao suporte universal;
- [37] **Furador de rolhas:** material metálico em várias espessuras utilizado para perfurar rolhas de borracha

usadas como conectores de vidrarias;

(38) **Suporte universal:** suporte metálico utilizado para sustentar outros materiais;

(39) **Pinça metálica:** usada para segurar cadinhos e vidrarias aquecidas;

(40) **Almofariz e pistilo:** utilizados para a maceração, trituração e pulverização de sólidos;

(41) **Tela de Amianto:** usada para distribuir uniformemente o calor em aquecimentos;

(42) **Bico de Bunsen:** usado para operações que requerem aquecimento direto na chama;

(43) **Cápsula de porcelana:** usada para evaporar líquidos em soluções sob aquecimento direto ou em forno;

(44) **Tripé de Ferro:** usado para sustentar a tela de amianto;

(45) **Triângulo de porcelana:** acopla-se à argola metálica para dar sustentação ao cadinho durante aquecimento em bico de Bunsen;

(46) **Mufa:** usada para prender o condensador à haste do suporte ou outras peças como balões, erlenmeyers etc. Serve também para sustentar peças em geral;

(47) **Espátula:** utilizada para retirar materiais sólidos de frascos de substâncias para procedimento de pesagens;

(48) **Espátula:** utilizada para auxiliar no corte de materiais maleáveis, pastosos e sua retirada dos frascos de substâncias;

(49) **Suporte para tubos de ensaio:** utilizado para suportar tubos de ensaio. Pode ser feito de madeira, plástico ou metal;

(50) **Pinça de Mohr:** usada para pinçar e impedir (ou reduzir) a passagem de gases ou líquidos através de tubos e mangueiras flexíveis;

(51) **Pinça de Hoffman:** utilizada para impedir ou reduzir a passagem de líquidos ou gases, através de tubos flexíveis que possam ser vedados quando apertados. Mais resistente que a pinça de Mohr;

(52) **Pinça de madeira:** usada para segurar tubos de ensaio durante o aquecimento direto no bico de Bunsen, evitando assim queimaduras;

(53) **Garra metálica:** utilizado acoplado à mufa para a sustentação de peças diversas.

Os dois principais tipos de fornos utilizados em laboratório são mostrado na figura a seguir:

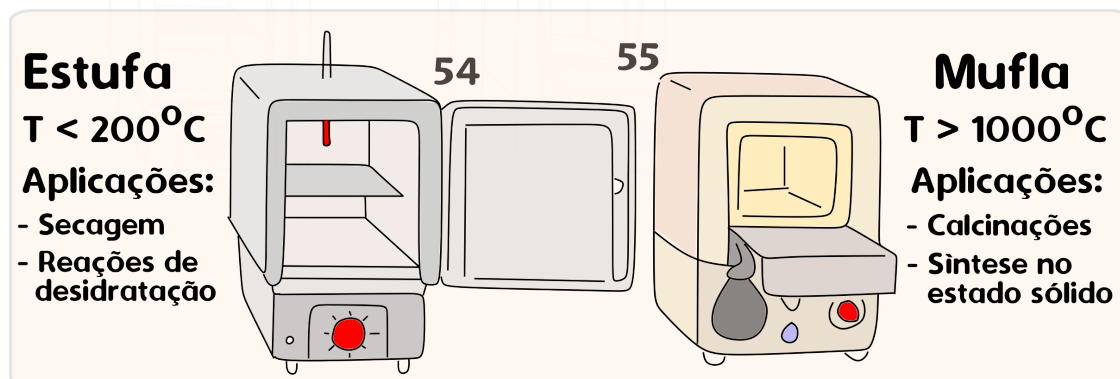


Figura 1.5: Fornos comuns no laboratório de química fundamental.

(54) **Estufa:** forno utilizado para operações de aquecimento até 200°C. Geralmente utilizado para secagem de vidrarias, substâncias e reações de desidratação;

(55) **Mufla:** forno utilizado para reações de calcinação e síntese no estado sólido, podendo atingir temperaturas superiores a 1000°C. A parte interna do forno é revestida de uma cerâmica refratária.

1.2.3 PARTE III - ACIDENTES MAIS COMUNS EM LABORATÓRIO E SEUS PRIMEIROS SOCORROS

1.2.3.1 - Queimaduras

- Queimaduras causadas por calor seco (chama e objetos aquecidos):** no caso de queimaduras leves, aplicar pomada de Picrato de butesina. No caso de queimaduras graves, elas devem ser cobertas com gaze esterilizada umedecida com solução aquosa de Bicarbonato de sódio a 5%;
- Queimaduras por ácidos:** lavar imediatamente o local com água em abundância, durante cerca de cinco minutos. Em seguida, lavar com solução saturada de Bicarbonato de sódio e novamente com água. Secar e aplicar antisséptico (ex.: digliconato de clorexidina 10 mg/mL)⁵;

⁵Princípio ativo de muitos antissépticos, como o Merthiolate.

- c) **Queimaduras por álcalis**⁶ lavar a região atingida com bastante água, durante cinco minutos. Tratar com solução de ácido acético 1% e novamente lavar com água. Secar a pele e aplicar antisséptico.

1.2.3.2 - Ácidos ou álcalis nos olhos

- a) **Ácidos nos olhos:** nos laboratórios existem lavadores de olhos acoplados aos chuveiros de emergência. A lavagem deve ser feita por quinze minutos, após o que se aplica solução de bicarbonato de sódio a 1%;
- b) **Álcalis nos olhos:** proceder como no item anterior, apenas substituindo a solução básica de bicarbonato por uma solução de ácido bórico a 1%.

1.2.3.3 - Intoxicação por gases

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

1.2.3.4 - Ingestão por substâncias tóxicas

Administrar uma colher de sopa de "antídoto universal", que é constituído por: duas partes de carvão ativo, uma parte de óxido de magnésio e uma de ácido tânico.

1.2.3.5 - Intoxicação de ácidos e sais

Tomar leite de magnésia e procurar o médico.

Qualquer acidente deve ser comunicado imediatamente ao professor ou técnicos do laboratório.
Importante: em todos os casos, mantenha a calma!!



Figura 1.6: Em algumas situações mais graves pode ser necessário acionar órgãos de segurança e saúde avançados. Tenha sempre em mãos os telefones do Corpo de Bombeiros, do Serviço de Atendimento Móvel de Urgência (SAMU) e do Centro de Assistência Toxicológico (CEATOX).

1.2.4 PARTE IV - GESTÃO DE RESÍDUOS ♣

O Instituto de Química está implementando um **Programa de Segurança e Gerenciamento de Resíduos Químicos nos Laboratórios de Graduação**, que tem como um de seus objetivos contribuir para formação de profissionais com uma consciência ética, criteriosa e ambientalmente saudável.

A operacionalidade deste programa de gerenciamento de resíduos ocorrerá pela adesão voluntária a esta ideia e gostaríamos de contar com você. Para isso, cuide da limpeza do laboratório e fique sempre atento ao símbolo (♣) na sua apostila. Ele indica o que se deve fazer com os materiais e as substâncias preparadas ao longo das práticas!

Além disso, caso algum de seus materiais ou vidrarias tenham sido danificados durante o experimento, chame o professor! As vidrarias podem ser recicladas e são recolhidas para descarte apropriado! Essa atitude também evita que você e outras pessoas se machuquem.

De forma geral, as recomendações para o descarte de resíduos gerados ao longo das práticas são:

- compostos solúveis em água (pelo menos 0,1 g ou 0,1 mL/3 mL de água) e com baixa toxicidade podem ser descartados na pia ou lixo comum. Para os compostos orgânicos é preciso que também sejam facilmente biodegradáveis. (Obs.: a quantidade máxima recomendável para descartar um desses compostos é de 100 g ou 100 mL por dia e por ponto de descarga);
- cloreto de sódio não deve ser descartado na pia indiscriminadamente, pois em contato com algum organismo pode causar danos;
- compostos com ponto de ebulição menor que 50°C não devem ser descartados na pia, mesmo que extremamente solúveis em água e pouco tóxicos;

⁶ Álcali: é um sal iônico básico de um elemento químico de metal alcalino ou metal alcalino-terroso. Um álcali também pode ser definido como uma base que se dissolve na água.

- atendidos os critérios de toxicidade e biodegradabilidade, misturas contendo compostos pouco solúveis em água, em concentrações abaixo de 2% em massa, podem ser descartadas na pia.

Os resíduos que não forem descartados na pia devem ser separados para posterior tratamento, em recipientes devidamente identificados, segundo as classes:

- **compostos inorgânicos:**
 - soluções aquosas de metais tóxicos tais como cádmio, chumbo, cromo, níquel, etc.;
 - ácidos;
 - bases;
 - sulfatos;
 - cianetos;
 - mercúrio metálico;
 - sais de prata.
- **compostos orgânicos:**
 - solventes não halogenados;
 - solventes halogenados;
 - pesticidas como os derivados organoclorados, organofosforados.

Os resíduos separados serão coletados periodicamente para que recebam o tratamento adequado.

Agora que chegamos ao final do primeiro capítulo, realize a atividade de PÓS-LAB e entregue no início da próxima aula!!!

1.3 PÓS-LABORATÓRIO

Vamos além desta aula! Pesquise os seguintes conceitos e questões:

- Explique porque não se deve usar anéis ou pulseiras, cabelos compridos soltos, sandálias ou sapatos abertos em um laboratório de química?
- Quais as principais regras gerais de segurança no laboratório de química?
- Quais os principais Equipamentos de Proteção Individual (EPI) em laboratório?
- Quais os principais Equipamentos de Proteção Coletiva (EPC) em laboratório?
- Pesquise qual pictograma está presente (a) nos desodorantes do tipo aerosol e (b) nos caminhões de transporte de combustíveis líquidos para postos de gasolina.
- Pesquise os diagramas de Hommel para o HCl, NaOH, Na (metal alcalino), H₂O, H₂SO₄, HF, CHCl₃, e benzeno.

1.4 REFERÊNCIAS

- [01] SILVA, Roberto Ribeiro da; BOCCHI, Nerilso; ROCHA FILHO, Romeu Cardozo. Introdução à química experimental; São Paulo: McGraw – Hill, 1990.
- [02] VOGEL, A. I.; Análise orgânica qualitativa. 5.ed. São Paulo: Editora Mestre Jou, 1981.
- [03] http://www.ufjf.br/quimicaead/files/2013/09/TecnicasBasicasSegLab_I_final_editora-_130409.pdf
- [04] DIAS, Ayres Guimarães; COSTA, Marco Antonio; GUIMARAES, Pedro Ivo Canesse. Guia Prático de Química Orgânica. Volume I: Técnicas e Procedimentos: Aprendendo a fazer. Editora Interciência, Rio de Janeiro, 2004.

2 | ERROS EXPERIMENTAIS, COLETA E TRATAMENTO DE DADOS

2.1 OBJETIVOS

- 1 Estudar os tipos de erros experimentais: erros sistemáticos e randômicos;
- 2 Diferenciar precisão e exatidão em medidas experimentais;
- 3 Estudar as operações envolvendo Algarismos Significativos;
- 4 Compreender e calcular a propagação de erros.

2.2 CONSIDERAÇÕES GERAIS

A Química é uma Ciência essencialmente experimental, fundamentada em observações coletadas em laboratório seguindo o método científico. Essas observações podem gerar dados divididos em dois tipos de variáveis: **qualitativas** e **quantitativas**.

As **variáveis qualitativas** são aquelas que NÃO podem ser mensuradas numericamente. Este tipo de variável pode ser organizada, segundo a possibilidade de mensuração, em¹: **nominal** (que não possuem ordenação, ex.: substância oxidante, substância explosiva, etc) e **ordinal** (possuem ordenação entre as categorias, ex.: graus de risco baixo, médio e elevado).

As **variáveis quantitativas** são aquelas numericamente mensuráveis, podendo ser divididas em duas categorias: **variáveis discretas** (cujos dados são finitos e enumeráveis inteiros, ex.: 5 pipetas, 1 balança, etc) ou **variáveis contínuas** (quando os valores são expressos como intervalo ou união de números reais, ex.: pH, temperatura, massa, volume, etc).

2.2.1 POPULAÇÃO, AMOSTRA E DISTRIBUIÇÃO

Os passos iniciais para se tratar estatisticamente dados experimentais é conhecer (ou pelo menos admitir alguma hipótese sobre) como esses dados estão distribuídos, qual a natureza e qual o tamanho do conjunto de dados.

Em estatística, o conjunto de todos os valores possíveis em uma dada situação é chamado de **população**. A população é o alvo da investigação experimental; é sobre ela que se busca chegar a uma conclusão. São exemplos de populações:

- *todos os brasileiros;*
- *estudantes do CCET/UFRN;*
- *um lote de 10 mil garrafas de vinagre produzidas na fábrica DeLorean entre 09:45h e 12:30h do dia 21 de outubro de 2015;*

Como o alvo de uma investigação é conhecer alguma propriedade ou característica de uma população, você pode estar imaginando: *"Vou precisar entrevistar cada brasileiro ... ?"*, *"Vou ter que ouvir todos os estudantes do CCET/UFRN..."*, *"Mas se as 10 mil garrafas forem abertas, não poderão mais ser vendidas ...?"*. Quando se investigam todos os elementos/indivíduos de uma população, dar-se o nome de **censo**. Em alguns casos é uma tarefa quase impossível, mas necessária de tempos em tempos realizar um censo (ex.: Censo IBGE). Em alguns casos é possível e barato acessar toda a população (ex.: estudantes do CCET/UFRN via SIGAA). Em outros casos é inviável, irracional e desnecessário (ex.: determinação do teor de ácido acético nas 10 mil garrafas de vinagre do lote citado anteriormente).

¹existe ainda a variável intervalar: quando é possível quantificar as diferenças entre as medidas e classificá-las de acordo com um intervalo, ex.: ácido ($\text{pH} < 7$), neutro ($\text{pH} = 7$) e base ($\text{pH} > 7$).

Em vez de nos preocuparmos com o valor real de uma propriedade (*ex.*: teor de CH_3COOH), analisando toda a população, podemos realizar uma estimativa calculada a partir de uma **amostra** desta população. A estimativa será melhor quanto mais aleatória, menos tendenciosa e mais representativa (captura as características relevantes na mesma proporção em que aparecem na população) for a **amostragem**. Na prática, é sobre a amostra que são feitas as inferências sobre a população.

Quando se trata de medições (como as que faremos ao longo deste curso), o mais comum é que os erros se distribuam simetricamente em torno de um ponto médio, como uma função **gaussiana**, também chamada de **distribuição normal**. Veremos mais adiante a relação entre a distribuição normal e os erros aleatórios.

2.2.2 TIPOS DOS ERROS EXPERIMENTAIS

Toda medição envolve algum erro (ou incerteza)! Como todas as leis da ciência são baseadas em observações experimentais envolvendo **medidas quantitativas**, é importante levar em conta qualquer limitação na confiabilidade dos dados. O erro de medida é consequência de um grande número de fatores e pode ser classificado em:

- **grosseiros**: erro operacional crasso, mais facilmente ilustrado com exemplos: montar um sistema de destilação e não ligar a fonte de aquecimento; esquecer de colocar o indicador em uma titulação para o qual seja necessária; não colocar o agente secante no dessecador; não utilizar a vidraria limpa nos experimentos, entre outros... **A estatística não vai tratar deste tipo de erro!**
- **sistemático (ou determinado)**: quando causa um erro na mesma direção, para mais ou para menos, e que pode ser identificado e corrigido. Por exemplo: se houver uma sugidade presente dentro de um instrumento de medida de volume, o valor medido será sempre inferior ao aferido. Esse erro, decorrente da impureza, poderá ser facilmente corrigido após detectado. São outros exemplos: um equipamento não calibrado, reagentes impuros, erros de leitura em um equipamento;
- **aleatório (ou randômico)**: erros de natureza universal que podem afetar uma medida tanto na direção positiva quanto negativa. Para este tipo de erro, um grande número de medidas (duplicata ($N = 2$), triplicata ($N = 3$), multiplicatas ($N > 3$)) são efetuadas com o objetivo de se balancear os efeitos negativos e positivos. O valor médio deste conjunto de medições é o valor mais provável. Os erros aleatórios podem ser causados, por exemplo, por pequenas variações de temperatura durante o experimento, absorção de água durante uma pesagem, diferença na observação da viragem de um indicador, perda de pequenas quantidades de material durante a transferência ou filtragem, entre outros.

Os erros grosseiros e sistemáticos podem e devem ser evitados. Os erros aleatórios devem ser minimizados através de um maior controle sobre as variáveis dos experimentos. São sobre estes últimos, irremovíveis, que iremos tratar. Muitas vezes, o erro final de um valor medido decorre do conjunto de erros randômicos individuais, sem que nenhum deles seja dominante.

Para um conjunto de valores coletados experimentalmente com uma distribuição normal (*ex.*: o percentual de CH_3COOH numa amostra de vinagre daquele lote de 10 mil garrafas) as flutuações das medidas ocorrem em torno de um ponto central, como mostrado na Figura 2.1.

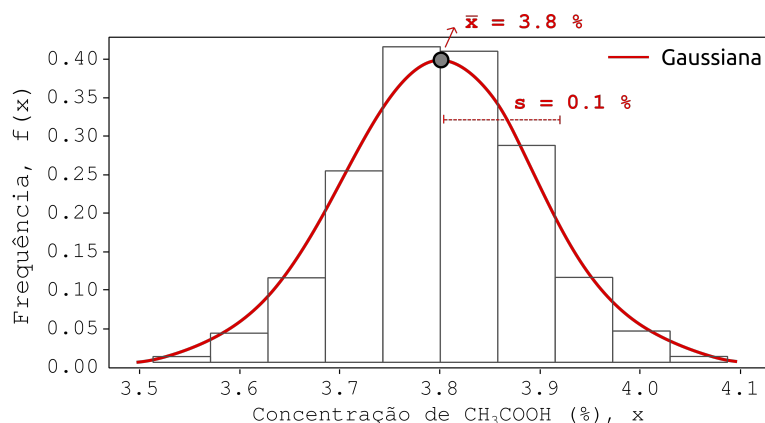


Figura 2.1: Histograma da concentração de CH_3COOH numa amostra de garrafas de vinagre extraídas aleatoriamente de um determinado lote. Dois valores são assinalados na distribuição de frequências: um valor de medida de posição (média de 3,8%) e outro para o espalhamento/dispersão da curva (desvio padrão de 0,1%). Observe que a maior parte dos dados se distribui próximo ao ponto central e que o afastamento da média ocorre de forma simétrica, de modo que é pouco provável encontrar um certo valor para x quanto mais próximo das caudas. A curva em vermelho é uma função de distribuição gaussiana, ou normal, para o conjunto de dados.

Daremos mais significado a esse gráfico quando apresentarmos os conceitos de medidas de dispersão.

2.2.3 PRECISÃO E EXATIDÃO

Existem dois aspectos diferentes quando queremos estabelecer a confiabilidade dos dados experimentais: a **precisão** e a **exatidão**.

Precisão e **Exatidão** são dois conceitos distintos. A **precisão** descreve a **reprodutibilidade** de um resultado, ou seja, o quão próximos são os valores coletados a cada medida, mantidas constantes as condições de coleta (mesmo equipamento, mesmo usuário, etc). A **exatidão** descreve o quão próximo a medida se aproxima do valor aceito como "correto". Este valor "correto" é comumente aquele obtido através de uma análise de uma amostra padrão, em um equipamento calibrado e utilizando um método de referência certificado.

Graficamente, precisão e exatidão podem ser representados pela Figura 2.2, a seguir:

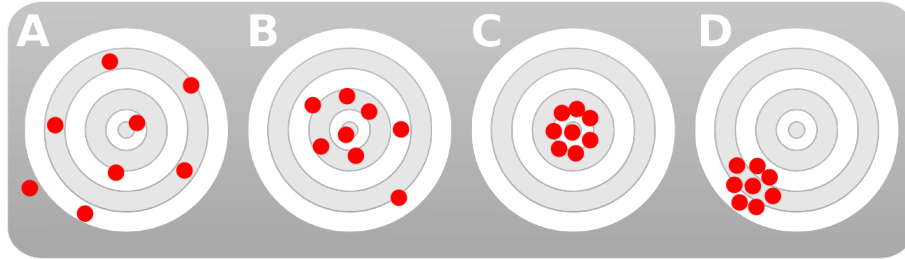


Figura 2.2: Exemplos de alvos com diferentes graus de acerto após $N = 8$ disparos. Tomando o centro do alvo como o valor "correto", temos: (A) baixa precisão e baixa exatidão; (B) baixa precisão e alta exatidão; (C) alta precisão e alta exatidão; (D) alta precisão e baixa exatidão.

2.2.4 REPRESENTAÇÃO DE GRANDEZAS FÍSICAS ESCALARES

A representação das grandezas físicas obtidas experimentalmente devem ser apresentadas como:

$$\text{Valor (incerteza) [Unidade]} \quad (2.1)$$

Esquecer as unidades que representam a dimensão da grandeza física é um engano comum sério!!! Essa má prática pode comprometer os cálculos e etapas dos experimentos nele envolvidos.

Para os cálculos aritméticos, leve em conta as unidades para não cometer erros:

- Adição/subtração (mesmas unidades): $m_1 + m_2 = 100 \text{ g} + 53 \text{ g} = 153 \text{ g}$
- Adição/subtração (unidades diferentes): $m_1 - m_2 = 2 \text{ kg} - 189 \text{ g} = 2000 \text{ g} + 189 \text{ g} = 1811 \text{ g}$
- Multiplicação/Divisão: $\mathcal{M} = (10 \text{ mol})/(2 \text{ L}) = (10/2) (\text{mol/L}) = 5 \text{ mol/L}$
- Potenciação: $1 \text{ L}^2 = (1 \text{ L})^2 = (100 \text{ mL})^2 = (100^2 \text{ mL}^2) = 10.000 \text{ mL}^2$

Mais adiante trataremos de Algarismos significativos e na última seção deste capítulo abordaremos operações aritméticas considerando as incertezas.

2.2.5 AVALIAÇÃO DOS ERROS EXPERIMENTAIS

Para se avaliar os erros experimentais quando se trabalha com variáveis quantitativas utilizam-se:

- **Medidas de localização (posição):** Moda, Média, Mediana, Percentís e Quartíz;
- **Medidas de dispersão (variação):** Amplitude, Intervalo-Interquartil, Variância, Desvio-Padrão, Coeficiente de Variação.

As mais usadas nas ciências físicas, onde as variáveis normalmente assumem valores numa faixa contínua, são a **média aritmética** e o **desvio-padrão**.

Para um conjunto muito grande de dados ($N_{amostra} \rightarrow N_{populacao}$), a média é designada pela letra grega μ (mu) e o desvio-padrão pela letra sigma, σ .

- Média amostral: $\bar{x}$
- Média populacional: μ
- Desvio-padrão amostral: s
- Desvio-padrão populacional: σ

Na prática, não podemos medir μ e σ , mas inferi-los por $\bar{x}$ e s quando o número de medidas é grande e a amostragem bem realizada.

A média aritmética $\bar{x}$, resultante de N medidas ($N \geq 2$), é dado por:

$$\bar{x} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N x_i = \frac{1}{N} (x_1 + x_2 + \cdots + x_N) \quad (2.2)$$

onde x_i representa os valores individuais.

Uma outra medida da dispersão dos valores individuais com relação ao valor médio é o desvio, δ_i , definido como o valor absoluto da diferença entre o valor medido, x_i , e o valor médio, $\bar{x}$:

$$\delta_i = |x_i - \bar{x}| \quad (2.3)$$

A partir destes desvios, determina-se o espalhamento das observações em torno da média por meio do desvio-padrão, s :

$$s = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N |x_i - \bar{x}|^2} \quad (2.4)$$

Obs: A média e o desvio-padrão tem as mesmas unidades de medida que as observações!

O desvio-padrão expresso como uma porcentagem da média é chamada de **desvio-padrão relativo** ou **coeficiente de variação**:

$$Coe\,f.\,Var.\,(\%) = 100 \times \frac{s}{\bar{x}} \quad (2.5)$$

Em ciências naturais, normalmente apresentam-se os valores amostrais com nível de significância de 95,45%, da seguinte forma:

$$\bar{x} \pm 2s \quad (2.6)$$

Na Figura 2.3 são mostrados os intervalos em termos da média e desvio-padrão que explicam diferentes percentuais dos valores de uma amostra (ou população, se $\bar{x} \approx \mu$ e $s \approx \sigma$).

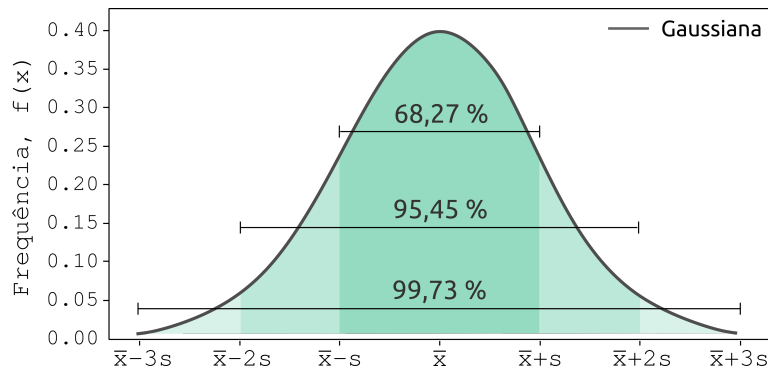


Figura 2.3: Função de distribuição gaussiana, ou normal, representada pela curva sólida em preto, para uma amostra $x \approx N(\bar{x}, s)$ com média $\bar{x}$ e desvio padrão s . As regiões com diferentes intensidades de cor delimitam intervalos que explicam 68,27% ($\bar{x} \pm s$), 95,45% ($\bar{x} \pm 2s$) e 99,73% ($\bar{x} \pm 3s$) da amostra. Em uma distribuição normal a média, moda e mediana possuem o mesmo valor.

Um experimento que produz um desvio padrão pequeno é mais PRECISO que um produz um desvio padrão grande. Mas como vimos na Fig.2.2C e 2.2D, uma grande precisão não significa, necessariamente, uma grande exatidão.

EXERCÍCIOS RESOLVIDOS

1 - Para um conjunto de valores de uma variável x medidos experimentalmente (4,21; 4,30; 4,36; 4,26; 4,33; 4,28) calcule a média aritmética $\bar{x}$, o desvio-padrão s , o coeficiente de variação e apresente o resultado com um nível de significância de 95%.

Resolução:

O número de medidas é $N = 6$, assim, vamos iniciar calculando a média utilizando a equação 2.2:

$$\bar{x} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N x_i = \frac{1}{6} (x_1 + x_2 + \dots + x_6) = \frac{1}{6} (4,21 + 4,30 + 4,36 + 4,26 + 4,33 + 4,28) = 4,29$$

Para o cálculo do desvio-padrão, s , utilizamos a equação 2.4:

$$s = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N |x_i - \bar{x}|^2}$$

podemos organizar uma tabela para calcular os termos $|x_i - \bar{x}|^2$ e seu somatório:

i	x_i	$x_i - \bar{x}$	$ x_i - \bar{x} $	$ x_i - \bar{x} ^2$
1	4,21	-0,08	0,08	0,0064
2	4,30	-0,01	0,01	0,0001
3	4,36	0,07	0,07	0,0049
4	4,26	-0,03	0,03	0,0009
5	4,33	0,04	0,04	0,0016
6	4,28	-0,01	0,01	0,0001
-	$\sum$	0,00	0,24	0,0140

com os valores do somatório $\sum_{i=1}^N |x_i - \bar{x}|^2 = 0,0140$, calculamos

$$s = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N |x_i - \bar{x}|^2} = \sqrt{\frac{1}{6-1} 0,0140} = 0,0529$$

O coeficiente de variação é:

$$Coef. Var. (\%) = 100 \times \frac{s}{\bar{x}} = 100 \times \frac{0,0529}{4,29} = 1,23 \%$$

Para expressar o resultado com uma significância de 95% utilizamos: $\bar{x} \pm 2s$

$$\bar{x} \pm 2s = 4,29 \pm 0,11$$

(Resposta: $\bar{x} = 4,29$; $s = 0,053$; $Coef. Var. = 1,23 \%$, $4,29 \pm 0,11$, sem unidades porque os x_i dados são adimensionais)

2.2.6 INCERTEZA ABSOLUTA E INCERTEZA RELATIVA

A **incerteza absoluta** expressa a margem de incerteza associada com uma medida. Por exemplo, se uma medida qualquer de volume em uma bureta variar em $\pm 0,02$ mL, dizemos que $\pm 0,02$ mL é a incerteza absoluta associada com a leitura neste instrumento.

A **incerteza relativa** compara o tamanho da incerteza absoluta da medida no instrumento com a magnitude do valor medido, sendo um quociente adimensional. Por exemplo, a incerteza relativa de uma leitura de 10,00 mL na mesma bureta do exemplo anterior, que possui incerteza absoluta de $\pm 0,02$ mL é:

$$\text{Incerteza Relativa} = \frac{|\pm 0,02 \text{ mL}|}{10,00 \text{ mL}} = 0,002 = 0,2\% \quad (2.7)$$

Portanto, nessa mesma bureta a **incerteza absoluta** é constante e igual a $\pm 0,02$ mL, mas a **incerteza relativa percentual** será de 0,2% para uma medida de $10,00 \pm 0,02$ mL e de 0,1% para uma medida de

$20,00 \pm 0,02$ mL.

São devidas a essas incertezas, absolutas e relativas, que existem vidrarias com diferentes capacidades de medição de volume. Por exemplo: para duas pipetas graduadas, uma de capacidade de 5,00 mL e outra de 10,00 mL, suas incertezas absolutas são de $\pm 0,01$ mL e $\pm 0,02$ mL, respectivamente. Assim, para um experimento que exija a medida de 5,00 mL, por exemplo, a pipeta de menor capacidade entregará um volume de $5,00 \pm 0,01$ mL (com incerteza relativa de 0,2%), enquanto que na pipeta de maior volume teremos $5,00 \pm 0,02$ mL (com incerteza relativa de 0,4%).

2.2.7 ERRO ABSOLUTO E ERRO RELATIVO

Os processos mais utilizados para avaliar a exatidão são: materiais de referência, comparação de métodos, ensaios de recuperação, adição de padrão e comparações interlaboratoriais.

Para muitos experimentos é possível determinar um valor teórico assumido como verdadeiro, a partir do qual podemos calcular os erros absoluto e relativo das medidas coletadas em laboratório. Como exemplos encontrados em práticas futuras temos: os erros em rendimentos de reação e em cálculos de concentração de uma substância por volumetria.

Seja x_ν o valor verdadeiro (considerado exato) de uma variável quantitativa e $\bar{x}$ a média experimental dos valores coletados, o **erro absoluto da média**, e_i é dado por:

$$e_i = |\bar{x} - x_\nu| \quad (2.8)$$

O **erro relativo da média**, e_r , é definido como:

$$e_r = \left| \frac{\bar{x} - x_\nu}{x_\nu} \right| \times 100 \quad (2.9)$$

que é adimensional, expresso em valores percentuais.

2.2.8 ALGARISMOS SIGNIFICATIVOS

A confiabilidade dos dados é indicada pelo número de algarismos usados para representar os valores neles contidos. Por convenção, consideramos que todos os algarismos exatos em uma medida, acrescido do primeiro algarismo estimado, são registrados. Para ilustrar, suponha dois termômetros em equilíbrio térmico com uma amostra qualquer (Fig. 2.4).

Algarismos que representam uma medida em que somente o algarismo mais afastado à direita não é conhecido com certeza são denominados **algarismos significativos**.

Exemplo:

- $24,3 \rightarrow 2$ exatos + 1 estimado = 3 algarismos significativos;
- $24,32 \rightarrow 3$ exatos + 1 estimado = 4 algarismos significativos

Quando o zero é um algarismo significativo?

- a) Zeros à direita de uma vírgula decimal são sempre contados como algarismos significativos (por isso, não escreva zeros indiscriminadamente), *ex.*:
 - $4,50$ m $\rightarrow$ 3 algarismos significativos;
 - $4,500$ m $\rightarrow$ 4 algarismos significativos;
- b) Zeros no final de um número sem vírgulas decimal são ambíguos: a notação não permite dizer se eles são ou não significativos. *Ex.*: 45.000 pode ter 2, 3, 4 ou 5 algarismos significativos. Para evitar ambiguidade recomenda-se o uso da notação científica:
 - $4,5 \times 10^4 \rightarrow$ 2 algarismos significativos;
 - $4,50 \times 10^4 \rightarrow$ 3 algarismos significativos;
- c) Zeros à esquerda do primeiro algarismo diferente de zero NUNCA são contados como algarismos significativos, *ex.*:
 - $2,3$ mm = $0,023$ m = $2,3 \times 10^{-2}$ m $\rightarrow$ 2 algarismos significativos;
 - $2,30$ mm = $0,0230$ m = $2,30 \times 10^{-2}$ m $\rightarrow$ 3 algarismos significativos;

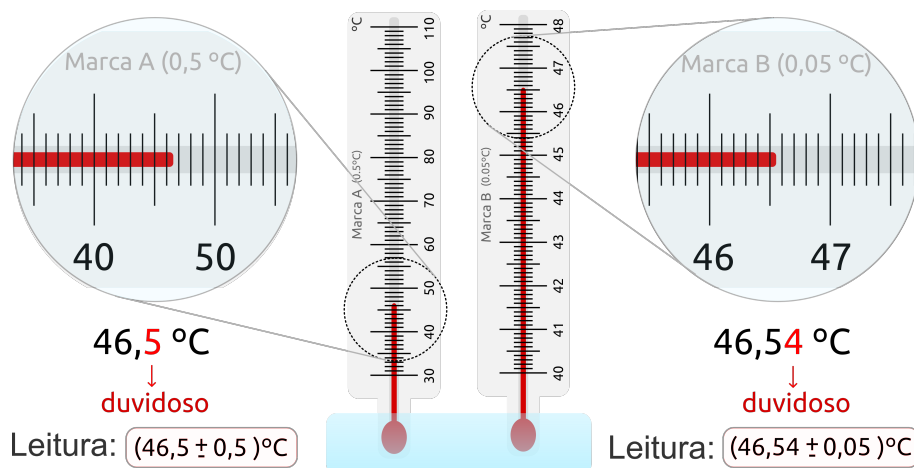


Figura 2.4: Termômetros em equilíbrio térmico com uma amostra qualquer. Os **termômetros ilustrativos** possuem incertezas absolutas diferentes. O da esquerda possui uma incerteza de $0,5^{\circ}\text{C}$ e o da direita, $0,05^{\circ}\text{C}$. No termômetro da esquerda é possível realizar a leitura com certeza para os dois primeiros algarismos significativos (46), mas resta uma incerteza com relação ao último. No termômetro da direita, é possível atribuir, com certeza, a temperatura de $46,5^{\circ}\text{C}$ e resta uma incerteza no último algarismo significativo, o 4. Ao realizar a leitura, todos os algarismos significativos são registrados, além da incerteza absoluta da instrumentação.

2.2.9 OPERAÇÕES ENVOLVENDO ALGARISMOS SIGNIFICATIVOS

Quando o valor da medição é usado para calcular outra quantidade, a incerteza na medição limita a certeza no valor calculado, segundo as regras:

- a) **Multiplicação e divisão:** a resposta deverá possuir o mesmo número de algarismos significativos (**AS**) do fator menos significativo do cálculo:

$$\begin{array}{c} \underbrace{1,48}_{3 \text{ AS}} \times \underbrace{3,2887}_{5 \text{ AS}} = \underbrace{4,87}_{3 \text{ AS}} \\[10pt] \frac{3,457}{0,00015} = \frac{\underbrace{3,457}_{4 \text{ AS}}}{\underbrace{1,5 \times 10^{-4}}_{2 \text{ AS}}} = \underbrace{2,3 \times 10^4}_{2 \text{ AS}} \end{array}$$

- b) **Adição e subtração:** o resultado deve apresentar o mesmo número de casas decimais da parcela de menor precisão:

$$\begin{array}{l} 12,\underline{34} + 5,\underline{6} = 17,\underline{9} \\ 73,\underline{213} + 14,\underline{84} = 88,\underline{05} \\ 8,5672 + 15\underline{3} = 16\underline{2} \\ 6,02 \times 10^{23} + 5,2 \times 10^{22} = 6,02 \times 10^{23} + 0,52 \times 10^{23} = 6,54 \times 10^{23} \end{array}$$

2.2.10 REGRAS DE APROXIMAÇÃO (ARREDONDAMENTO)

Quando realizamos cálculos utilizando uma calculadora, utilizamos todos os algarismos apresentados no visor ao longo das etapas. No entanto, o resultado final deve ser apresentado apenas com os algarismos significativos. Para isso, o arredondamento de valores obedece às seguintes regras (conforme Norma técnica ABNT NBR 5891): *se o primeiro algarismo após o algarismo duvidoso for*

- a) **menor do que 5:** mantemos o algarismo duvidoso, *ex.:*
- $31,\underline{0}519002092 \rightarrow 31$
 - $0,0\underline{8}3921 \rightarrow 0,08$
 - $7,\underline{9}49500 \rightarrow 7,9$
- b) **maior do que 5:** adicionamos 1 ao algarismo duvidoso, *ex.:*
- $31,\underline{6}519002092 \rightarrow 32$
 - $0,0\underline{8}7921 \rightarrow 0,09$
 - $7,\underline{9}89500 \rightarrow 8,0$

c) **igual a 5:** mantemos se for par e adicionamos 1 se for ímpar, *ex.*:

- $31,500 \rightarrow 32$
- $0,085 \rightarrow 0,08$
- $7,95000 \rightarrow 8,0$
- $96500 \rightarrow 9,6 \times 10^4$

2.2.11 PROPAGAÇÃO DE ERROS

O que aconteceria com os erros randômicos de uma medição de volume quem fosse particionada em várias etapas? Mesmo utilizando para isso um instrumento com menor incerteza absoluta, a incerteza relativa final seria menor que adotar um instrumento menos preciso, mas que realizasse a tarefa em uma única etapa? A resposta é: depende! Mas o principal que queremos demonstrar nessa seção é que os erros randômicos se propagam a cada etapa de medição experimental realizada, e para isso existem formas de se calcular o erro final:

Função	Erro em y	Função	Erro em y
$y = x_1 + x_2$	$\Delta y = \sqrt{(\Delta x_1)^2 + (\Delta x_2)^2}$	$y = x^a$	$\Delta y\% = a \cdot \Delta x\%$
$y = x_1 - x_2$	$\Delta y = \sqrt{(\Delta x_1)^2 + (\Delta x_2)^2}$	$y = \log(x)$	$\Delta y = (\Delta x)/(x \cdot \ln(10))$
$y = x_1 \cdot x_2$	$\Delta y\% = \sqrt{(\Delta x_1\%)^2 + (\Delta x_2\%)^2}$	$y = \ln(x)$	$\Delta y = (\Delta x)/x$
$y = x_1/x_2$	$\Delta y\% = \sqrt{(\Delta x_1\%)^2 + (\Delta x_2\%)^2}$	$y = 10^x$	$(\Delta y)/y = (\ln(10)) \cdot \Delta x$
		$y = e^x$	$(\Delta y)/y = \Delta x$

em que Δx representa a incerteza experimental e a uma constante

Exemplo: Suponha que foram realizadas as seguintes medidas de volume ($x \pm \Delta x$), em etapas sucessivas: $1,76 \pm 0,03$ mL, $1,89 \pm 0,02$ mL e $0,59 \pm 0,02$ mL. Calcule o valor da soma desses volumes:

$$[x_1 \pm \Delta x_1] + [x_2 \pm \Delta x_2] + [x_3 \pm \Delta x_3] = (x_1 + x_2 + x_3) \pm (\sqrt{(\Delta x_1)^2 + (\Delta x_2)^2 + (\Delta x_3)^2}) = 4,24 \pm 0,04$$

► **ATENÇÃO:** Sempre guarde todas as casas decimais enquanto realiza as operações de propagação de erros, deixando o valor arredondado apenas para a apresentação do resultado final.

2.3 PÓS-LABORATÓRIO

Vamos além desta aula! Pesquise os seguintes conceitos e questões:

- 1 - Defina (a) Precisão e (b) Exatidão.
- 2 - Explique com exemplos a diferença entre erro sistemático e randômico.
- 3 - Execute as operações abaixo e escreva a resposta com o número correto de dígitos significativos. Considere o último algarismo como duvidoso.
 - a) $3,68/0,07925 =$
 - b) $0,00957 \times 2,9465 =$
 - c) $0,01953 + (7,23 \times 10^{-3}) =$
 - d) $(0,000738 - 8,3 \times 10^{-5})/6,298 \times 10^{-8} =$
- 4 - Após repetir 5 vezes um experimento de titulação, um aluno coletou os seguintes volumes (em mL) gastos: 25,0; 25,1; 26,0; 24,8; 24,9. Com base nesses dados, calcule:
 - a) a média aritmética
 - b) o desvio-padrão
 - c) o coeficiente de variação
 - d) apresente o resultado com um nível de significância de 95%.

2.4 REFERÊNCIAS

- [01] BARROS NETO, B. de; SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R. E., Como fazer experimentos: pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria. 4ª ed. Porto Alegre: Bookman, 2010.
- [02] HARRIS, D. C. Análise química quantitativa. 7ª ed. Rio de Janeiro: LTC, 2011.
- [03] SKOOG, D.A.; WEST, D.M.; HOLLER, F.J.; CROUCH, S.R. Fundamentos de Química Analítica. 8ª ed. São Paulo: Editora Thomson, 2006.

3 | MANUSEIO DE APARELHAGEM: MEDIDAS DE MASSA, VOLUME E TEMPERATURA

3.1 OBJETIVOS

- 1 Conhecer todos os equipamentos e vidrarias disponíveis no laboratório de Química Geral;
- 2 Aprender a manusear corretamente as vidrarias que serão utilizadas nas aulas experimentais;
- 3 Usar corretamente a balança para pesar produtos químicos;
- 4 Aferir medidas em alguns recipientes volumétricos;
- 5 Analisar a precisão das medidas de massa, volume e temperatura.

3.2 CONSIDERAÇÕES GERAIS

Para o desenvolvimento de experimentos em um laboratório de Química Geral você já teve uma descrição dos materiais mais usados e suas utilidades. Nesta prática, você irá se familiarizar com as vidrarias e equipamentos realizando operações simples, porém corriqueiras, de medidas de massa, volume e temperatura.

3.2.1 MANUSEIO E AFERIÇÃO DE VIDRARIAS

As principais vidrarias volumétricas usadas em laboratórios químicos são balões volumétricos, pipetas volumétricas, pipetas graduadas, becker graduado, bastões de vidro, provetas graduadas e buretas graduadas. Alguns fatores relacionados ao uso desses produtos podem causar erros experimentais. Nesse sentido, a limpeza deve receber atenção especial. A limpeza pode ser efetuada lavando a vidraria com detergente, enxaguando-a com bastante água da torneira, e em seguida com água destilada (como já descrito na página 16).

Se você vai trabalhar em experimentos que requerem uma maior precisão, deve, além de fazer a lavagem descrita acima, enxaguar a vidraria com um pouco de álcool ou de acetona. Isso é necessário porque ao longo do tempo o vidro costuma adquirir uma camada superficial de gordura e outros materiais que repelem a água, fazendo com que esta se retraia, formando gotas de tamanho considerável, que não escorrem facilmente, podendo causar erro na leitura da medida. Caso queira uma limpeza mais rigorosa, pode-se utilizar uma solução de limpeza especial, além dos procedimentos descritos acima. Depois de lavar a vidraria, esta deve ser seca a fim de evitar erro nos seus experimentos. Além da limpeza, outro fator que pode causar erros nas medidas de volume está na leitura incorreta do menisco¹, seja ele em qual peça for.

Quando realizar alguma medida de volume de líquidos, você deverá saber se esta exige precisão, para que possa usar a vidraria adequada. Em medidas aproximadas utilizam-se geralmente cilindros graduados ou provetas. Nas que exigem precisão, devemos usar pipetas, buretas ou balões volumétricos. Estes materiais são chamados de vidraria volumétrica. Eles são calibrados pelo fabricante e a temperatura padrão de calibração é de 20°C ou 25°C.

A vidraria volumétrica deve ser calibrada ou aferida para aumentar a precisão dos volumes contidos ou transferidos pela mesma. A vidraria pode ser aferida de forma bastante simples através da medida da massa transferida ou contida em um recipiente utilizando-se a densidade específica da substância para converter a massa em volume.

Em geral, se utiliza a água como o líquido padrão para aferição das vidrarias, pois seus valores de densidade a diferentes temperaturas são facilmente encontrados na literatura.

Para que a aferição seja bem feita é preciso levar em conta a expansão volumétrica das soluções e das

¹O menisco é a curva que se forma na superfície de um líquido em contato com a superfície de um recipiente, sendo causada pela tensão superficial.

vidrarias com relação à variação da temperatura. Desta forma, é preciso conhecer a temperatura do laboratório no momento em que as soluções são preparadas e também no momento em que são utilizadas.

A aferição do volume de líquido na escala de qualquer vidraria, graduada ou volumétrica, é feita observando o nível do menisco, conforme a Figura 3.1.

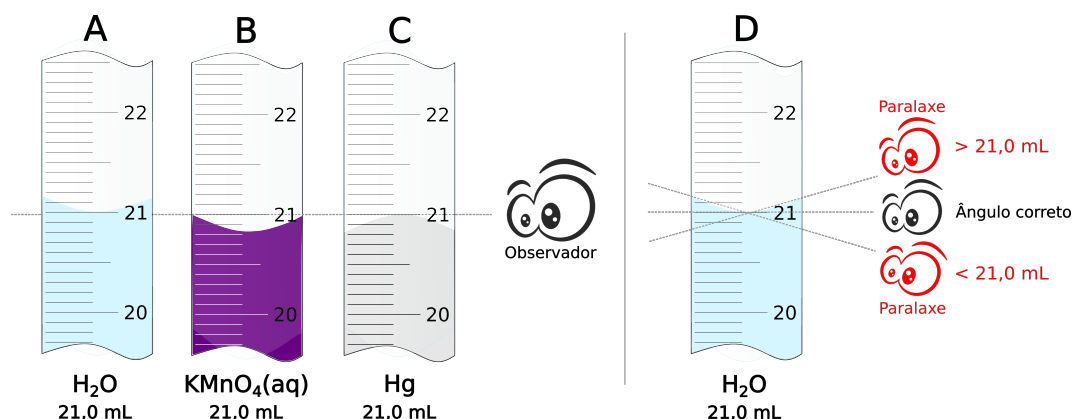


Figura 3.1: Leitura do volume de líquido em uma vidraria graduada (neste caso temos o exemplo da bureta), em três situações mais comuns: (A) líquido transparente com menisco convexo: a leitura é realizada pela parte inferior do menisco; (B) líquido opaco com menisco convexo: a leitura é realizada pela parte mais alta da coluna, pois é difícil visualizar o menisco; (C) líquido opaco com menisco côncavo: a leitura é realizada na parte superior do menisco. O ângulo de leitura deve estar paralelo à linha da visão para evitar o efeito de paralaxe.

A medida sempre deve ser feita tendo o menisco ao nível dos olhos (para eliminar o erro de paralaxe²) e no centro do menisco, ou seja, a parte superior de um menisco convexo (Fig.3.1A) ou no fundo de um menisco côncavo (Fig.3.1B).

Neste momento você deve estar se questionando como o líquido ascende até o volume desejado nas pipetas. Uma das formas, quando se têm um volume considerável de amostra, é transferir o líquido do frasco de armazenamento para uma proveta, imergir a pipeta e esperar o líquido ascender. A outra forma, mais geral (e indicada), é utilizar um pipetador ou uma pêra de sucção (Figura 3.2)

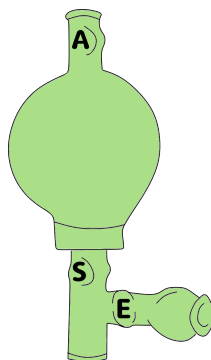


Figura 3.2: A pêra de sucção possui 3 tipos de válvulas: A, E e S. Para utilizá-la: (1º) esvazie, apertando a válvula A e pressionando o bulbo maior; (2º) insira a pipeta pela porção inferior; (3º) insira a pipeta no líquido a ser pipetado; (4º) aperte a válvula S para succionar o líquido até o valor desejado; (5º) aperte a válvula E para liberar o líquido da pipeta.

3.2.2 PESAGEM

Antes de iniciar qualquer pesagem, verifique sempre se a balança está nivelada e também se o prato ou pratos (se houver mais de um) estão limpos. Não a utilize se algum estiver sujo. Limpe-o utilizando uma escova ou papel toalha, com a balança desligada. Obs.: Mesmo estando a balança desligada, nunca exceda a capacidade máxima sobre o prato de pesagem.

²Erro que ocorre pela observação errada na escala de graduação devido a um desvio óptico causado pelo ângulo de visão do observador.

Zere a balança antes de colocar no prato o material que deseja pesar. A operação de zerar a balança consiste em deixar todas as casas de leitura do visor no zero. Ao fazer uma pesagem, caso não precise da massa do recipiente, zere novamente a balança. Essa operação se chama "tarar" a balança. Ela fica zerada mesmo com o recipiente em cima do prato. Ao terminar a pesagem não se esqueça de limpar e desligar a balança.

3.2.3 MEDIDAS DE TEMPERATURA

As medidas de temperatura em laboratório podem ser realizadas por meio de termômetros de coluna de mercúrio em material vítreo ou por meio de termopares. Os termopares são termômetros simples, robustos e possuem faixa de trabalho de até 1700°C. Em todos os experimentos deste curso em que for necessário medir a temperatura, utilizaremos os termômetros de coluna de mercúrio.

Os termômetros do laboratório adotam a escala centígrada Celsius. As medidas são realizadas colocando o bulbo do termômetro diretamente nas amostras e lendo a altura da coluna pela escala graduada.

Reservaremos o símbolo θ para a escala Celsius (cuja unidade é o grau Celsius, °C) e o símbolo T para a escala termodinâmica (cuja unidade é o kelvin, K). Sua relação é dada por $T = \theta + 273,15$.

3.3 PRÉ-LABORATÓRIO

- Cite duas vidrarias usadas para medidas exatas de volume;
- Cite duas vidrarias usadas para medidas aproximadas de volume;
- Cite dois fatores que podem causar erros nas medidas de volume;
- Cite um erro sistemático que pode ocorrer durante a pesagem de um sólido;
- Por que é necessário conhecer a temperatura de um líquido antes de se realizar uma medida de volume?

3.4 MATERIAIS E REAGENTES

Confira (✓) todo o material listado nas Tabelas 3.1 e 3.2 em seu armário/bancada.

Tabela 3.1: Lista de materiais e quantidades para cada grupo.

Materiais	Capacidade	Quantidade
Almofariz e pistilo	-	01
Balão volumétrico	25 mL	01
Balão volumétrico	50 mL	01
Becker	50 mL	01
Becker	100 mL	01
Bureta	25 mL	01
Erlenmeyer	50 mL	01
Picnômetro	25 mL	01
Pipeta graduada	5 mL	01
Pipeta volumétrica	5 mL	01
Proveta	50 mL	01
Vidro de relógio	-	02
Tubos de ensaio	-	05
Conta-gotas	-	01
Espátula	-	02
Pêra	-	01
Pisseta com água destilada	500 mL	01
Seringa com látex	10 mL	01
Balança	-	01
Pinça de madeira	-	01
Suporte para tubos de ensaio	-	01
Termômetro	-	01

Tabela 3.2: Lista de substâncias para cada grupo.

Substância	Fórmula	Massa molar (g/mol)	Apresentação
Água	H ₂ O	18,02	(<i>ℓ</i>), destilada
Cloreto de sódio	NaCl	58,44	(<i>s</i>), diferentes granulometrias

3.5 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

3.5.1 PARTE I - MASSA

► BALANÇA E MEDIDAS DE MASSA

Inicialmente, localize as balanças no laboratório e identifique seus limites de trabalho (cargas máxima e mínima suportadas). A balança deve estar ligada a pelo menos 10 min antes do início das pesagens. Se a balança possuir um dispositivo tipo capela com 3 portas, a cada pesagem aguarde a estabilização da leitura mantendo as porta fechadas para proteger de correntes de ar que possam alterar o valor absoluto da pesagem. **Em todas as medições, anote o valor mostrado no visor, mesmo que este seja diferente do desejado!**

► PROCEDIMENTO: PESAGEM DO SAL FINO

- ① Ligue a balança e aguarde a estabilização do valor mostrado no visor;
- ② Observe o nivelamento da balança e se o prato de pesagem encontra-se limpo;
- ③ Certifique-se que o material a ser pesado está dentro da capacidade da balança;
- ④ Zere o mostrador apertando o botão TARE;
- ⑤ Coloque o vidro de relógio sobre o prato da balança. Aguarde a estabilização do valor mostrado. Realize a leitura e anote;
- ⑥ Zere a massa do vidro de relógio;
- ⑦ Apoie a espátula na palma da mão e segure-a sustentada pelos dedos médio e polegar. O dedo indicador deve ficar livre para fazer movimentos de 'batidinhas' na espátula. Treine essa 'pegada' antes de coletar a amostra;
- ⑧ Colete uma pequena quantidade do sal fino com o auxílio da espátula adequada e dispense cuidadosamente o material sobre o vidro de relógio até atingir **1,0 g** e anote;
- ⑨ Repita o procedimento ⑧ aumentando sua precisão, pesando agora **1,00 g** do sal fino e anote.

► PROCEDIMENTO: PESAGEM DO SAL GROSSO

- ⑩ Pese 1,0 g do sal grosso e anote;
- ⑪ Pese 1,00 g do sal grosso e anote;
- ⑫ Transfira o conteúdo das etapas ⑩ e ⑪ para um almofariz, e com auxílio do pistilo macere o sal até que atinja uma granulometria mais fina;
- ⑬ Com o sal grosso macerado, pese novamente **1,00 g** e anote;

♣ **Disposição de resíduos:** Após as pesagens, o sal deverá ser devolvido aos recipientes indicados.

► TRATAMENTO DOS DADOS

Preencha os dados da Tabela 3.3.

Tabela 3.3: Medidas de massa de NaCl com diferentes granulometrias.

Pesagem desejada	m (g) medida*	Δm (g)**
1,0 g (sal fino)		
1,00 g (sal fino)		
1,0 g (sal grosso)		
1,00 g (sal grosso)		
1,00 g (sal grosso macerado)		

* Com todos os dígitos mostrados no visor da balança;

** Para o cálculo de Δm (g), considere os algarismos significativos.

DISCUSSÃO DA PARTE I

Com base nos dados da Tabela 3.3, responda:

- Por que nem sempre o valor pesado é igual àquele desejado?
- Qual sal é mais fácil de manusear para pesagem: o sal fino, o grosso ou o grosso macerado? Estabeleça uma ordem e explique.
- A mesma espátula é igualmente eficiente para manusear os sais fino e grosso?
- É seguro macerar utilizando um bastão de vidro e um béquer em substituição ao almofariz e pistilo?
- Cite as fontes de erro do processo de pesagem.

3.5.2 PARTE II - TEMPERATURA

► TERMÔMETRO E MEDIDAS DE TEMPERATURA

Antes de iniciar a medida, observe a escala do termômetro, o intervalo de trabalho e sua incerteza absoluta. Certifique-se que a escala esteja legível.

- 1 Observe e anote a temperatura ambiente;
- 2 Coloque cerca de 80 mL de água em um becker de 100 mL;
- 3 Posicione e prenda cuidadosamente o termômetro ao suporte;
- 4 Meça a temperatura imergindo o termômetro no líquido;
- 5 Observe e anote o valor a cada 1 min, até a estabilização.

♣ **Disposição de resíduos:** este experimento não gera resíduos.

DISCUSSÃO DA PARTE II

Com base na Parte II, responda:

- Por que não é preciso 'zerar' o termômetro antes de utilizá-lo? ^a
- Por que é preciso esperar estabilizar a temperatura antes de anotar o valor da medida?
- Quão profundo o termômetro deve estar inserido na amostra?
- Cite as fontes de erro do processo de medição da temperatura.

^aPode parecer óbvio para a maioria, mas alguns alunos, em mais de um semestre, já pediram banho de gelo para zerar os termômetros antes de iniciar o experimento. Outro grupo já pediu para trocar o termômetro porque estava marcando 22°C fora da amostra, quando deveria estar zerado... Não se preocupe, isso ocorreu antes da pandemia. Agora o mundo é outro!

3.5.3 PARTE III - VOLUME

► MANUSEIO DE VIDRARIAS DIVERSAS E MEDIDAS DE VOLUME

Antes de iniciar, verifique se a pisseta está cheia. Independente da quantidade de água contida nela, a pisseta NÃO deve ser manuseada 'deitada'.

Verifique se as vidrarias estão íntegras. Não utilize vidrarias quebradas ou trincadas.

Familiarize-se com a pêra de sucção (Fig.3.2), identificando seu mecanismo de funcionamento. Lembre-se sempre das normas de segurança do Cap.1, dentre elas: nunca leve a pipeta à boca.

- 1 Usando a pisseta adicione 20 mL de água destilada ao becker de 100 mL;
- 2 Com a pipeta graduada de 5 mL aspire um volume de água até exceder o último traço de aferição;
- 3 Deixe escoar o excesso de líquido para um frasco de descarte, 'zerando' a pipeta para que a mesma contenha 5 mL em seu interior;
- 4 Enxugue a parte externa da pipeta com um papel toalha;
- 5 Utilize a pipeta graduada para transferir 2,0 mL da água contida no becker para um tubo de ensaio. Repita

este procedimento com volumes variáveis até se sentir seguro na operação de transferência de líquidos;

⑥ Pipete 5,0 mL de água utilizando a pipeta volumétrica;

⑦ Com a pisseta, encha e afira o balão volumétrico de 25 mL. Use o conta-gotas para uma maior precisão na aferição;

⑧ Encha o picnômetro utilizando a pisseta. Coloque levemente a tampa de modo que o tubo capilar contido nela seja preenchido com o líquido e não haja formação de bolhas;

⑨ Posicione a bureta na vertical, com a torneira na posição inferior. Adicione um pouco de água à bureta e verifique o funcionamento da toneira;

⑩ Encha e zere a bureta, eliminando colunas de ar e bolhas em seu interior;

⑪ Transfira o conteúdo da bureta para o erlenmeyer de 50 mL e verifique se os volumes coincidem.

♣ **Disposição de resíduos:** este experimento não gera resíduos.

DISCUSSÃO DA PARTE III

Com base na Parte III, responda:

- Identifique as fontes de erro nos processos de utilização do(a):
 - a) pipeta graduada
 - b) pipeta volumétrica
 - c) bureta
 - d) balão volumétrico
 - e) picnômetro

3.5.4 PARTE IV - PRECISÃO E EXATIDÃO

Esta seção tem como objetivo comparar a precisão e exatidão nas medidas de volume de um líquido padrão (H_2O) utilizando um béquer, uma proveta e um balão volumétrico. Para estimar a exatidão das medidas de volume, vamos pesar a amostra de água e calcular o volume 'exato' utilizando sua massa específica ($\rho = m/V$). Como a massa específica varia com a temperatura, teremos de medi-la também neste experimento.

► PRECISÃO E EXATIDÃO NAS MEDIDAS VOLUME

① Coloque um pouco de água em um becker de 100 mL e meça a temperatura;

② Em uma balança pese um becker de 50 mL, uma proveta de 50 mL e um balão volumétrico de 50 mL, todos limpos e secos. Anote as massas, pois precisará delas;

③ Adicione **50,0 mL** da água destilada no becker, proveta e balão volumétrico;

④ Zere a balança e pese as vidrarias com a água, tomando o cuidado de seca-las na parte externa. Anote as massas;

⑤ Esvazie as vidrarias e repita os procedimentos ③ e ④ por mais 2×, anotando os valores da massa a cada pesagem. Note que você não precisará esperar secar internamente as vidrarias para cada nova aferição, pois você já possui a massa da vidraria seca;

♣ **Disposição de resíduos:** este experimento não gera resíduos.

► TRATAMENTO DOS DADOS

Sabendo a temperatura (θ) da água, colete a massa específica $\rho = f(\theta)$ através da Tabela 3.4.

Tabela 3.4: Massa específica da água em várias temperaturas (θ /°C)

θ (°C)	ρ (g/cm ³)	θ (°C)	ρ (g/cm ³)
20	0,99820	25	0,99711
21	0,99799	26	0,99678
22	0,99777	27	0,99652
23	0,99760	28	0,99623
24	0,99730	29	0,99580

Agora, com os dados coletados em triplicata ($N = 3$) para cada vidraria, preencha a Tabela 3.5

Tabela 3.5: Resultado em triplicata para a medida de massa de 50,0 mL do becker, proveta e balão volumétrico.

Recipiente	$m(\text{g})$ da vidraria seca	$m_1(\text{g}) \text{ H}_2\text{O}$	$m_2(\text{g}) \text{ H}_2\text{O}$	$m_3(\text{g}) \text{ H}_2\text{O}$
Béquer				
Proveta				
Balão volumétrico				

Utilizando a equação $V_i = m_i / \rho_{\text{H}_2\text{O}}$, calcule os volumes para cada medida e preencha a Tabela 3.6:

Tabela 3.6: Cálculo do volume da água através da massa m e massa específica ρ .

Recipiente	$V_1(\text{mL}) \text{ H}_2\text{O}$	$V_2(\text{mL}) \text{ H}_2\text{O}$	$V_3(\text{mL}) \text{ H}_2\text{O}$	$\bar{V}(\text{mL}) \text{ H}_2\text{O}$	Erro relativo* (%) [[$(50 - \bar{V})/\bar{V}$] $\times 100$]
Béquer					
Proveta					
Balão volumétrico					

* O valor 50 na equação do erro relativo é o volume nominal que certamente você aferiu, como indicado no procedimento. Caso tenha utilizado uma vidraria de capacidade diferente, aplique a fórmula genérica $[(V_{\text{aferido}} - V_{\text{exato}})/V_{\text{exato}}] \times 100$, em que V_{exato} é o valor de referência. Na equação da tabela, V_{exato} é o volume V proveniente da pesagem da água.

Com os volumes médios $\bar{V}$ para cada vidraria, calcule os desvios $\delta_i = V_i - \bar{V}$, desvio médio $\bar{\delta}$ e o desvio-padrão s e preencha a Tabela 3.7:

Tabela 3.7: Cálculo dos desvios individuais, desvio médio e desvio-padrão dos volumes para o béquer, proveta e balão volumétrico.

Recipiente	Desvio, δ_1 $\delta_1 = V_1 - \bar{V}$	Desvio, δ_2 $\delta_2 = V_2 - \bar{V}$	Desvio, δ_3 $\delta_3 = V_3 - \bar{V}$	Desvio médio $\bar{\delta} = \frac{\sum V_i - \bar{V} }{N}$	Desvio padrão $s = \sqrt{\frac{\sum V_i - \bar{V} ^2}{N-1}}$
Béquer					
Proveta					
Balão volumétrico					

Escreva o volume de água contido em cada vidraria analisada, considerando os valores calculados acima e usando o número correto de algarismos significativos. Expresse os valores com uma significância de 95%:

Recipiente	Volume médio (mL)	$\pm$ desvio-padrão (mL)
Béquer 50 mL		$\pm$
Proveta 50 mL		$\pm$
Balão volumétrico 50 mL		$\pm$

DISCUSSÃO DA PARTE IV

- Os resultados de acordo com o esperado?
- Ordene as vidrarias de acordo com sua precisão na medida do volume de H_2O .
- A que você atribui as diferenças de precisão entre o béquer, proveta e balão volumétrico?
- Os resultados seriam os mesmos se fosse utilizado outro líquido, como uma solução de NaCl , em vez da água?

Obs.: Apesar de terem sido realizados apenas 3 medidas para cada vidraria, o que é considerado pouco para esse tipo de estudo, deve-se levar em conta o caráter pedagógico desse estudo.

3.6 PÓS-LABORATÓRIO

Vamos além desta aula! Pesquise os seguintes conceitos e questões:

- Você sabia que existem diferenças entre os tipos de pipetas graduadas? Observe as diferenças de gravação das escalas, as faixas na porção superior, tarjas coloridas e as marcações escritas TD ("to deliver") e TC ("to contain").
 - as pipetas do tipo TD (ou "ex"), também chamadas de sorológicas, são de escoamento total e graduadas até a extremidade inferior, apresentando no topo uma linha colorida. São calibradas de modo que a marcação da sua capacidade corresponde à quantidade de líquido entregue após escoamento livre. Nelas, a gotinha remanescente na ponta da pipeta não precisa ser expulsa;
 - as pipetas do tipo TC (ou "in"), também chamadas de pipetas de escoamento parcial. A capacidade marcada na pipeta registra a quantidade de líquido que ela pode conter. Ela apresenta no topo duas linhas coloridas, indicando que a gotinha remanescente deve ser soprada com um bulbo de borracha (Ah, agora você descobriu pra que serve o bulbo menor da pêra, Fig.3.2).
 - As pipetas TD são muito mais comuns do que as pipetas TC. A maioria das pipetas graduadas ou pipetas volumétricas são geralmente calibradas para liberar (TD), enquanto as pipetas capilares são ajustadas para conter (TC).
- Pesquise os tipos de balança utilizados em laboratórios de Química;
- Você percebeu que as vidrarias que entregam maior precisão possuem traço de aferição em colunas de vidro mais estreitas que as vidrarias menos precisas? Por quê?

3.7 MATERIAL SUPLEMENTAR



Vídeo com os experimentos deste capítulo: <https://www.youtube.com/watch?v=h12wRhj3QvM>

3.8 REFERÊNCIAS

- [01] CONSTANTINO, Maurício Gomes; SILVA, Gil Valdo; DONATE, Paulo Marcos. Fundamentos de química experimental. São Paulo: EDUSP, 2004.
- [02] HAWLEY, Gessner. Dicionario de química y de productos químicos. Tradução de Luis Garcia-Ramos. Barcelona: Ediciones Omega, 1975.
- [03] RUIZ, Andoni Garritz; GUERRERO, José Antonio Chamiso. Química. Tradução de Giovanni S. Crisi. São Paulo: Prentice Hall, 2002.
- [04] SILVA, Roberto Ribeiro da; BOCCHI, Nerilso; ROCHA FILHO, Romeu Cardozo. Introdução à química experimental. São Paulo: McGraw – Hill, 1990.

4 | REAÇÕES QUÍMICAS - PARTE I

PARTE I: REAGENTE LIMITANTE, RENDIMENTO DE REAÇÃO, REAÇÕES DE NEUTRALIZAÇÃO E PRECIPITAÇÃO

4.1 OBJETIVOS

- 1 Identificar a ocorrência de uma transformação química;
- 2 Classificar os vários tipos de reações químicas;
- 3 Determinar o reagente limitante e o rendimento de uma reação;
- 4 Verificar a ocorrência de reações de neutralização e de precipitação;
- 5 Manuseio de reagentes químicos.

4.2 CONSIDERAÇÕES GERAIS

Uma das importantes metas de um primeiro curso de laboratório de química geral é fazer conexões ou construir pontes entre 3 mundos da experiência humana:

- O mundo da experiência diária: que inclui o mundo natural que nos cerca e também novos produtos químicos que não existiam no mundo natural;
- O mundo visível do laboratório: que é o local onde realizamos experimentos sob condições controladas e então observamos o que acontece, diretamente ou por meio de medidas de propriedades físico-químicas;
- O mundo submicroscópico dos átomos e moléculas: construído em nossa imaginação para promover a interpretação atômica ou molecular do mundo visível através de modelos e registrados com notação/simbologia específica.

As REAÇÕES QUÍMICAS são representadas simbolicamente por meio de EQUAÇÕES QUÍMICAS, cujo objetivo é expressar a transformação ocorrida através de fórmulas e símbolos apropriados. De acordo com a IUPAC (*Union of Pure and Applied Chemistry*)¹, nas EQUAÇÕES QUÍMICAS os **Reagentes (R)** são escritos do lado esquerdo e os **Produtos (P)** do lado direito², separados por setas com significados específicos que denotam o tipo de reação:

- $(R = P)$ usado para denotar uma relação estequiométrica;
- $(R \rightarrow P)$ usado para denotar uma reação química direta, 100% (ou majoritariamente) em favor dos produtos;
- $(R \rightleftharpoons P)$ usado para denotar uma reação possível em ambas as direções;
- $(R \rightleftharpoons P)$ usado para denotar equilíbrio;
- $(A_1 \leftrightarrow A_2)$ ³ usado para separar formas canônicas de ressonância⁴, e não para reações químicas;
- $(X \rightleftharpoons Y)$ ⁵ não possui nenhum significado para equações químicas;
- $(X \Rightarrow Y)$ utilizada para denotar reações elementares e em análise retrossintética⁶.

Os coeficientes que antecedem a escrita dos símbolos e fórmulas de entidades pelo seu lado esquerdo são os valores absolutos dos **números estequiométricos** (*ex.*: os números 2, 3 e 1 em $2A(\ell) + 3B(g) \rightarrow A_2B_3(s)$), e

¹IUPAC. Compendium of Chemical Terminology, 2nd ed. (the "Gold Book"). Compilado por A. D. McNaught and A. Wilkinson. Blackwell Scientific Publications, Oxford (1997). <https://doi.org/10.1351/goldbook>.

²Obviamente se pode escrever uma equação química posicionando os reagentes e produtos em qualquer posição do papel, uma vez que as setas conectam **R** e **P**.

³Seta ERRONEAMENTE empregada para representar equilíbrio químico.

⁴Você deve lembrar das duas principais formas de ressonância do benzeno.

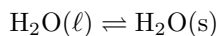
⁵Seta ERRONEAMENTE empregada para representar equilíbrio químico e formas de canônicas de ressonância.

⁶Análise retrossintética é uma técnica de análise teórica para resolver problemas de síntese orgânica transformando uma molécula alvo em estruturas precursoras mais simples.

os símbolos que sucedem pelo lado direito indicam o **estado de agregação**:

(g)	gás ou vapor	(s)	sólido	(aq)	solução aquosa
(ℓ)	líquido	(sln)	solução	(aq, ∞)	solução aquosa a diluição infinita

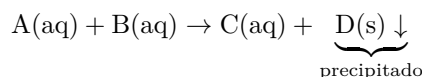
A simbologia de EQUAÇÕES QUÍMICAS são confortavelmente utilizadas em PROCESSOS FÍSICOS, como em transições de fase, *ex.*:



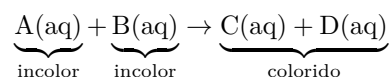
Quando vir alguma reação ou processo físico acontecendo, tente pensar como esta observação pode ser compreendida ou interpretada a nível atômico. Para tanto, você precisa descobrir quais substâncias químicas estão presentes e construir ideias e imagens sobre os possíveis modos pelas quais elas poderiam interagir. Uma parte importante deste processo consiste em escrever uma equação química com as fórmulas químicas das substâncias utilizadas.

As mudanças visíveis mais comuns que acompanham as reações químicas e processos físicos são:

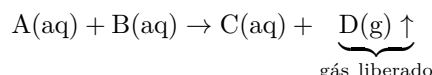
- **formação de um sólido insolúvel (precipitado):**



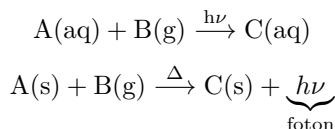
- **mudança de cor visível:**



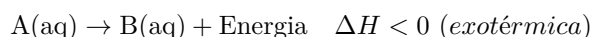
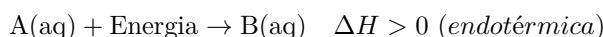
- **formação de um gás:**



- **absorção ou emissão de luz:**

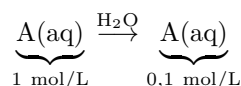


- **liberação ou absorção de calor:**

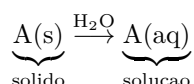


Podemos equacionar também alguns processos que comumente causam confusão e não apresentam, muitas vezes, evidências aparentes: **diluição**, **dissolução** e **dissociação**:

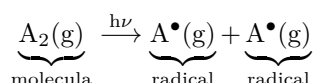
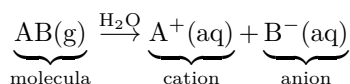
- **diluição**: processo físico que torna uma solução menos concentrada



- **dissolução**: processo físico de dispersão de um soluto em um solvente formando uma solução



- **dissociação**: processo químico de ruptura de ligação intramolecular



Algumas mudanças não são perceptíveis por simples inspeção visual, e por isso existem muitas técnicas de caracterização de compostos, sejam elas clássicas ou instrumentais mais modernas.

Tenha sempre em mente que as espécies químicas reagem em proporções estequiométricas (estabelecidas para uma dada reação química). Caso as quantidades presentes no meio reacional não estejam exatamente de acordo com o previsto na equação química, em uma reação direta ($A + B \rightarrow C + D$) um dos reagentes será consumido inteiramente antes do outro, fazendo com que a reação direta cesse antes que todos os reagentes sejam consumidos. Esse reagente é chamado de **Reagente Limitante**, sendo o responsável por determinar a quantidade máxima de produto formado (ou **Rendimento Teórico**).⁷

Para ilustrar o conceito de **Reagente Limitante**, observe a Figura 4.1:

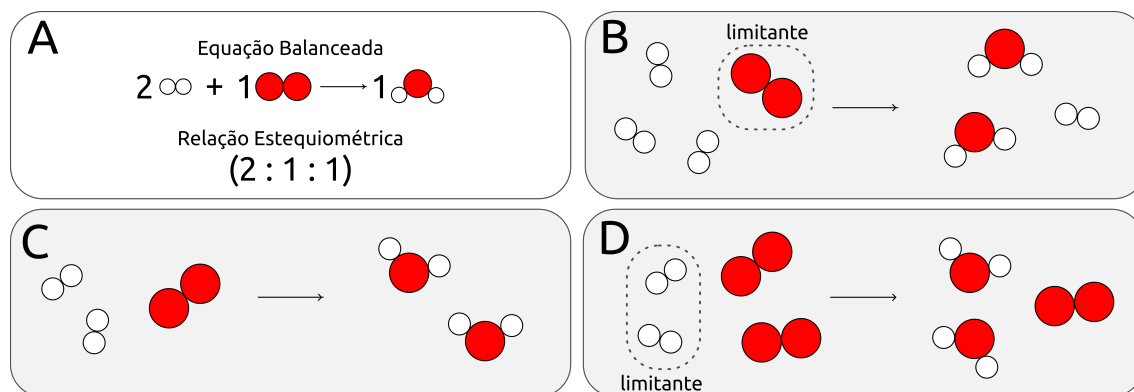


Figura 4.1: Exemplo de uma equação química do tipo $\text{H}_2 + \frac{1}{2}\text{O}_2 \rightarrow \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ em situações com reagentes limitantes. Os reagentes limitantes estão circulados em (B) e (D). A quantidade de produto formada deve ser calculada pelo reagente que limitou a possibilidade de formação de novas moléculas do produto.

Na prática, as quantidades relativas de reagentes nem sempre são colocadas em contato em proporções estequiométricas, fazendo com que os rendimentos de reações totalmente deslocadas para os produtos sejam inferiores a 100%. Outros fatores também são importantes para se determinar a quantidade de produtos formados, como: (a) reações que atingem o equilíbrio⁸, (b) a existência de reações paralelas, (c) perdas de material nas etapas de purificação e (d) presença de impurezas.

O **Rendimento Percentual** é determinado conforme a equação:

$$\text{Rendimento percentual} = \frac{\text{Rendimento real}}{\text{Rendimento teórico}} \times 100\% = \frac{m_{\text{exp}}(\text{Produto})}{m_{\text{teórica}}(\text{Produto})} \times 100\%$$

Nesta aula você irá realizar alguns experimentos no laboratório, nos quais terá oportunidade de comprovar a ocorrência de várias reações e assim poder associá-las com o seu dia a dia. Além disso, poderá determinar o reagente limitante de uma reação e calcular o rendimento de uma reação de precipitação.

► **ATENÇÃO:** Durante as aulas de laboratório, muitas substâncias obtidas são desprezadas, por isso devemos ter o cuidado de dar um destino apropriado para tais resíduos, pois eles podem formar substâncias capazes de contaminar o meio ambiente. Assim, você também aprenderá um pouco sobre os rejeitos ou resíduos químicos e como tratá-los. Por exemplo: soluções de ácidos ou bases, tipo HCl ou NaOH, oriundas de reações químicas tais como utilizadas numa titulação podem ser neutralizadas e descartadas na pia.

► **ATENÇÃO:** Nunca use mais do que as quantidades de reagentes indicadas. Isso ajuda a obter melhores resultados e a diminuir os rejeitos químicos.

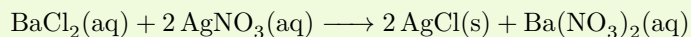
⁷É como em uma linha de produção de automóveis: a quantidade de carros produzidos depende da quantidade de peças disponíveis. Se todas as peças estão disponíveis para produzir 100 carros, mas só existem disponíveis 40 volantes, só serão produzidos 40 carros.

⁸Termodinamicamente a reação avança até que $\Delta_r G = 0$, e mesmo que a reação inicie com os reagentes em proporções estequiométricas, a reação atinge um ponto em que reagentes e produtos coexistem em uma proporção que depende de alguns fatores, como a temperatura.

4.3 PRÉ-LABORATÓRIO

Responda as seguintes questões:

- Defina (a) Reagente limitante, (b) Rendimento de reação;
- Quais os principais indicadores visuais de ocorrência de uma reação química;
- Determine o rendimento percentual para a equação química a seguir, executada com 1,56 g de BaCl_2 , o qual é o reagente limitante, sendo isolados e pesados 1,82 g do produto AgCl :



- Leia o procedimento experimental abaixo, equacione e classifique todas as reações químicas que ocorrem neste experimento;
- Informe-se sobre o grau de risco e classificação das substâncias que serão utilizadas nesta prática.

4.4 MATERIAIS E REAGENTES

Antes de iniciar o procedimento experimental confira ($\checkmark$) se o material listado nas Tabelas 4.1 e 4.2 estão disponíveis para o seu grupo em quantidade suficiente.

Tabela 4.1: Lista de materiais e quantidades para cada grupo.

Materiais	Capacidade	Quantidade
Cápsula de porcelana	25 mL	01
Bastão de vidro	-	01
Becker	50 mL	01
Erlenmeyer	50 mL	01
Funil de vidro simples médio	-	01
Frasco de vidro (com tampa) para armazenamento	-	01
Pipeta graduada	5 mL	02
Pipeta graduada	10 mL	01
Proveta	100 mL	01
Tubo de ensaio	-	09
Vidro de relógio	-	03
Conta-gotas	-	01
Espátula	-	04
Papel de filtro	-	02
Pêra	-	02
Pinça de madeira	-	01
Pisseta com água destilada	500 mL	01
Chapa aquecedora	-	01
Estante para tubos de ensaio	-	01
Tela de amianto	-	02

Tabela 4.2: Lista de substâncias para cada grupo.

Substância	Fórmula	Massa molar (g/mol)	Apresentação
Acetato de sódio	CH_3COONa	82,03	sólido
Ácido clorídrico	HCl	36,46	1,0 M e 6,0 mol/L
Bicarbonato de sódio	NaHCO_3	84,07	sólido
Carbonato de sódio	Na_2CO_3	105,98	0,5 mol/L
Carbonato de cálcio	CaCO_3	100,09	0,5 mol/L
Cloreto de cálcio	CaCl_2	110,98	0,5 mol/L
Cloreto de sódio	NaCl	58,44	sólido
Cloreto férrico	FeCl_3	162,20	0,5 mol/L
Fenofaleína	$\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4$	318,3	1%
Hidróxido de sódio	NaOH	40,00	sólido
Hidróxido de cálcio	Ca(OH)_2	74,09	solução saturada

4.5 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

4.5.1 PARTE I - IDENTIFICAÇÃO DE PROCESSOS FÍSICOS E REAÇÕES QUÍMICAS

Separar e enumerar **6 tubos de ensaio** para os experimentos descritos a seguir:

► TUDO DE ENSAIO 1: $\text{CH}_3\text{COONa(s)} + \text{H}_2\text{O(l)} \longrightarrow$

- ① Adicione **5 mL** de $\text{H}_2\text{O(l)}$ em um tubo de ensaio;
- ② Adicione, com auxílio de uma espátula, uma pequena quantidade de $\text{CH}_3\text{COONa(s)}$ ao tubo de ensaio e agite;
- ③ Observe e anote as mudanças ocorridas.

♣ **Disposição de resíduos:** os produtos desta reação não geram resíduos tóxicos e podem ser descartados na pia após diluição.

► TUDO DE ENSAIO 2: $\text{NaOH(s)} + \text{H}_2\text{O(l)} \longrightarrow$

- ① Em um tubo de ensaio, adicione **5 mL** de $\text{H}_2\text{O(l)}$;
- ② Em seguida, adicione, com auxílio de uma espátula, uma pequena quantidade de NaOH(s) ao tubo de ensaio e agite até que o conteúdo do tubo fique límpido;
- ③ Observe e anote as mudanças ocorridas.

♣ **Disposição de resíduos:** o conteúdo deste tubo será utilizado nas próximas etapas.

► TUDO DE ENSAIO 3: $\text{NaOH(aq)} + \text{HCl(aq)} \longrightarrow$

- ① Em um tubo de ensaio, adicione **3 mL** de $\text{H}_2\text{O(l)}$ e, em seguida, duas gotas do indicador ácido-base fenofaleína. Agite e observe;
- ② Retire **2 mL** do tubo de ensaio do TUDO DE ENSAIO 1 e adicione ao tubo de ensaio da etapa ①. Observe;
- ③ Adicione, gota a gota, a solução de HCl(aq) 1M ao tubo de ensaio até a mudança de coloração. Observe;
- ④ Anote as mudanças ocorridas em cada etapa.

♣ **Disposição de resíduos:** os produtos desta reação não geram resíduos tóxicos e podem ser descartados na pia.

► TUDO DE ENSAIO 4: $\text{FeCl}_3\text{(aq)} + \text{NaOH(aq)} \longrightarrow$

- ① Partindo do TUDO DE ENSAIO 1, adicione **2 mL** da solução de $\text{FeCl}_3\text{(aq)}$;
- ② Observe e anote as mudanças ocorridas.

♣ **Disposição de resíduos:** os produtos desta reação não geram resíduos tóxicos e podem ser descartados na pia.

► TUDO DE ENSAIO 5: $\text{CaCO}_3(\text{susp}) + \text{HCl}(\text{aq}) \longrightarrow$

- ① Agite o conteúdo do frasco contendo o carbonato de cálcio;
- ② Adicione **5 mL** da suspensão de $\text{CaCO}_3(\text{susp})$ 0,50 M a um tubo de ensaio;
- ③ Adicione, gota a gota, a solução de $\text{HCl}(\text{aq})$ 1M e observe;
- ④ Anote as mudanças ocorridas.

♣ **Disposição de resíduos:** os produtos desta reação não geram resíduos tóxicos e podem ser descartados na pia.

► TUDO DE ENSAIO 6: $\text{Ca}(\text{OH})_2(\text{aq}) + \text{CO}_2(\text{g}) \longrightarrow$

- ① Adicione em um tubo de ensaio (ou em um erlenmeyer) **3 mL** de água de cal (solução saturada de $\text{Ca}(\text{OH})_2$) a **7 mL** de água destilada e **2 gotas** do indicador ácido-base fenolftaleína;
- ② Introduza o tubo de vidro em forma de L dentro da solução e sopre lentamente por **3 min** (Obs: utilize óculos de proteção e não direcione o tubo para nenhuma pessoa);
- ③ Observe e anote as mudanças ocorridas.

♣ **Disposição de resíduos:** os produtos desta reação não geram resíduos tóxicos e podem ser descartados na pia após diluição.

► TRATAMENTO DOS DADOS

Equacione (não esqueça do balanceamento dos números estequiométricos) as reações de acordo com as observações anotadas, indicando os índices relacionados ao estado de agregação e classifique as reações:

Reação	Equação química	Classificação / Evidência
1		
2		
3		
4		
5		
6		

4.5.2 PARTE II - REAGENTE LIMITANTE

► PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Separe **3 tubos de ensaio** de mesmo tamanho. Identifique-os de acordo com a tabela a seguir:

Tubo	V / mL	V / mL
	$\text{Na}_2\text{CO}_3(\text{aq})$ 0,50 M	$\text{CaCl}_2(\text{aq})$ 0,50 M
A	10,0	2,0
B	6,0	6,0
C	2,0	10,0

- ① Adicione em cada tubo uma quantidade de solução de carbonato de sódio 0,50 M de acordo com os volumes indicados na tabela;
- ② Adicione uma quantidade de solução de cloreto de cálcio 0,50 M conforme indicado na tabela;
- ③ Tampe os tubos de ensaio e agite;
- ④ Deixe os tubos em repouso por, no mínimo, **15 minutos** e observe a quantidade de precipitado formado em cada tubo.

♣ **Disposição de resíduos:** os produtos desta reação não geram resíduos tóxicos e podem ser descartados na pia após diluição.

► TRATAMENTO DOS DADOS

Identifique o precipitado formado:

Realize os cálculos para determinar o **reagente limitante**, $n(\text{mol})$ e $m(\text{g})$ do **precipitado** esperado (teórico) e preencha a tabela a seguir:

Tubo	Reagente limitante	$n(\text{mol})$ do precipitado	$m(\text{mol})$ do precipitado
A			
B			
C			

DISCUSSÃO DA PARTE II

- Se uma quantidade extra de cloreto de cálcio for adicionada em cada um dos 3 tubos, em qual deles poderíamos observar um aumento na quantidade de precipitado formado? Justifique sua resposta.

4.5.3 PARTE III - RENDIMENTO DE REAÇÃO

► PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

① Pese, em uma balança, uma cápsula de porcelana e um vidro de relógio limpos e secos (juntos) e anote o valor;

② Pese, na cápsula, **0,4 g** de bicarbonato de sódio. Anote o valor;

③ Adicione ao bicarbonato de sódio, com o auxílio de uma pipeta, **2,0 mL** de água destilada e cubra a cápsula com o vidro de relógio.;

④ Levante o vidro de relógio e adicione, por meio de um conta-gotas, ácido clorídrico 6 M, gota a gota, 3 gotas por vez, até que uma nova adição não mais provoque efervescência;

⑤ Retire o vidro de relógio e aqueça a cápsula em aquecedor elétrico com tela de amianto, a fim de evaporar a água. Quando o sal estiver começando a cristalizar, recoloque o vidro de relógio sobre a cápsula, pois a partir deste momento há uma tendência de gotas da solução saltarem (fenômeno de *crepitação*) para fora da cápsula. Continue o aquecimento até não haver mais água na cápsula e no vidro de relógio;

⑥ Aguarde o conteúdo da cápsula esfriar e pese novamente o conjunto;

⑦ **Guarde o material da cápsula em um frasco de vidro para utilização na prática do Capítulo 5.**

♣ **Disposição de resíduos:** os produtos desta reação não geram resíduos tóxicos e podem ser descartados na pia após diluição.

► TRATAMENTO DOS DADOS

Preencha a tabela a seguir com os dados coletados:

Etapa ①	Massa (cápsula + vidro de relógio) =	g
Etapa ②	Massa (cápsula + vidro de relógio + bicarbonato de sódio) =	g
Etapa ⑤	Massa (cápsula + vidro de relógio + sal final) =	g

4.6 PÓS-LABORATÓRIO

Discuta em grupo e responda as seguintes questões com relação aos experimentos da PARTE III - RENDIMENTO DE REAÇÃO

- Qual a evidência experimental da reação?
- Escreva a equação química balanceada e identifique o produto formado;
- Calcule a quantidade máxima de produto que poderia ser obtida a partir de 0,4 g de bicarbonato (rendimento teórico);
- Calcule o rendimento da reação.

4.7 MATERIAL SUPLEMENTAR



Vídeo com os experimentos deste capítulo: <https://www.youtube.com/watch?v=WCYImVCdmA8>

4.8 REFERÊNCIAS

- [01] BAIRD, Colin. Química Ambiental. Porto Alegre: Bookman, 2002.
- [02] CONSTANTINO, Maurício Gomes; SILVA, Gil Valdo; Donate, Paulo Marcos. Fundamentos de química experimental. São Paulo: EDUSP, 2004.
- [03] DEMEMAN, Anelise Schwengber et al. Programa de gerenciamento de resíduos dos laboratórios de graduação da universidade regional integrada do Alto Uruguai e missões – campus Erechim. Química Nova, São Paulo, v. 27, n. 4, p. 674-677, jul./ago. 2004.
- [04] HAWLEY, Gessner. Dicionario de química y de productos químicos. Tradução de Luis Garcia-Ramos. Barcelona: Ediciones Omega, 1975.
- [05] MAHAN, Bruce M.; MAYERS, Rollie J. Química um curso universitário. 4. ed. Tradução de Koiti Araki; Denise de Oliveira Silva: Flávio Massao Matsumoto. São Paulo: Edgard Blücher, 2003.
- [06] SILVA, Roberto Ribeiro da; BOCCHI, Nerilso; ROCHA FILHO, Romeu Cardozo. Introdução à química experimental; São Paulo: McGraw – Hill, 1990.
- [07] VOGEL, A. I.; Análise orgânica qualitativa. 5.ed. São Paulo: Editora Mestre Jou, 1981.

5 | REAÇÕES QUÍMICAS - PARTE II

PARTE II: REATIVIDADE DE METAIS E REAÇÕES DE OXIRREDUÇÃO

5.1 OBJETIVOS

- 1 Identificar a ocorrência de transformações químicas em metais;
- 2 Estudar a reatividade de metais;
- 3 Estudar reações de oxirredução.

5.2 CONSIDERAÇÕES GERAIS

Uma ampla divisão dos elementos de acordo com suas propriedades periódicas permite a classificação em três grupos principais: **metais**, **não metais** e **semimetais** (ou metalóides)¹. Elementos metálicos (como ferro e cobre) são tipicamente eletropositivos, sólidos lustrosos, maleáveis, dúcteis e condutores eletricamente à temperatura ambiente. Há um metal cujo estado físico em condições normais é líquido: é o mercúrio, Hg.

Alguns metais são muito reativos, reagindo rapidamente com o ar e com água, como é o caso dos metais alcalinos e alcalinos terrosos. Outros metais são mais estáveis. Uma característica geral de todos os metais é sua eletropositividade (tendência a reagir cedendo elétrons para tornar-se um cátion). Em reações em que há a transferência de elétrons, as espécies envolvidas variam o seu **número de oxidação**, N_{ox} . O N_{ox} é um parâmetro que mede qual a carga que um átomo teria após o rompimento das ligações que possui se os elétrons fossem alocados no átomo mais eletronegativo.² O N_{ox} de um elemento não-combinado com outros é igual à sua carga. Para íons poliatômicos a soma do N_{ox} de todos os átomos é igual a carga total do íon.

Este parâmetro permite definir:

- **Oxidação**: corresponde ao aumento no N_{ox}
- **Redução**: corresponde à redução no N_{ox}

Uma **reação de oxidação** é produzida por um agente oxidante, que se reduz na reação. Uma **reação de redução** é produzida por um agente redutor, uma espécie que contém um elemento que se oxida. Uma reação que na qual uma espécie é oxidada e outra reduzida é chamada REAÇÃO REDOX.

Enquanto os metais do Grupo 1 (Li, Na, K, Rb, Cs, Fr) e do Grupo 2 (Be, Mg, Ca, Sr, Ba, Ra) tendem a formar cátions monovalentes M^+ e divalentes M^{2+} , respectivamente, os metais de transição possuem estados de oxidação variáveis. O ferro, por exemplo, possui estados de oxidação variável entre -2 e +7.

Em um meio reacional com metais distintos, é possível saber qual será reduzido (e qual será oxidado) através de um parâmetro chamado **Potencial de Redução**, $E^\ominus$ ou $E_{red}^\ominus$. Este parâmetro (que é tabelado para todos os metais) está conectado com a termodinâmica pela equação:

$$\Delta_r G^\ominus = -nFE^\ominus \quad (5.1)$$

onde $\Delta_r G^\ominus$ é a energia de Gibbs de reação no estado padrão, n é o número de elétrons transferidos na reação REDOX e F é uma constante (Constante de Faraday). Como uma reação é espontânea se possuir $\Delta_r G^\ominus < 0$, quanto maior o valor de $E_{red}^\ominus$, maior a tendência à redução.

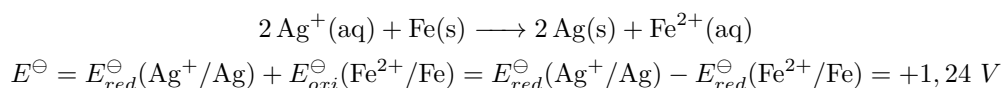
¹ Atualmente esta classificação vem progressivamente caindo em desuso. Em 2011, a Sociedade Brasileira de Química abandonou a classificação dos semimetais em suas tabelas periódicas, deixando os elementos Ge, Sb e Po como metais e os elementos B, Si, As e Te como ametais.

² Esse tipo de rompimento de ligação é chamado heterólise e leva a formação de ânions (A) e cátions (B): $A-B \longrightarrow A^- + B^+$. Há outra forma de quebra de ligação, chamada de homólise e que levam à formação de radicais: $A-A \longrightarrow A^\cdot + A^\cdot$

A tabela a seguir mostra os valores de $E_{red}^{\ominus}$ para algumas semi-reações de redução. Para calcular o potencial de oxidação, basta fazer: $E_{red}^{\ominus} = -E_{ox}^{\ominus}$:

Potencial de Redução	$E^{\ominus}$, volts
$\text{Mg}^{2+}(\text{aq}) + 2\text{e} \longrightarrow \text{Mg}(\text{s})$	-2,370
$\text{Al}^{3+}(\text{aq}) + 3\text{e} \longrightarrow \text{Al}(\text{s})$	-1,660
$2\text{H}_2\text{O}(\text{aq}) + 2\text{e} \longrightarrow \text{H}_2(\text{g}) + 2(\text{OH})^{-}(\text{aq})$	-0,830
$\text{Fe}^{2+}(\text{aq}) + 2\text{e} \longrightarrow \text{Fe}(\text{s})$	-0,440
$2\text{H}^{+}(\text{aq}) + 2\text{e} \longrightarrow \text{H}_2(\text{g})$	0,000
$\text{Cu}^{2+}(\text{aq}) + 2\text{e} \longrightarrow \text{Cu}(\text{s})$	+0,337
$\text{Ag}^{+}(\text{aq}) + \text{e} \longrightarrow \text{Ag}(\text{s})$	+0,800

Para montar uma equação global, mantém-se o sentido da semi-reação de redução da espécie que será reduzida e inverte-se o sentido da espécie que sofrerá a oxidação, e seus respectivos potenciais $E_{red}^{\ominus}$ e $E_{oxi}^{\ominus}$ são somados. Se o valor de $E^{\ominus}$ da reação global for positivo, espera-se que a reação ocorra espontaneamente e que cada espécie atue conforme a equação global. Por exemplo, a reação entre o ferro metálico e o íon prata é espontânea, pois:



Para ter uma percepção do que acontece, de forma simplificada, em escala atômica, veja a Figura 5.1, a seguir:

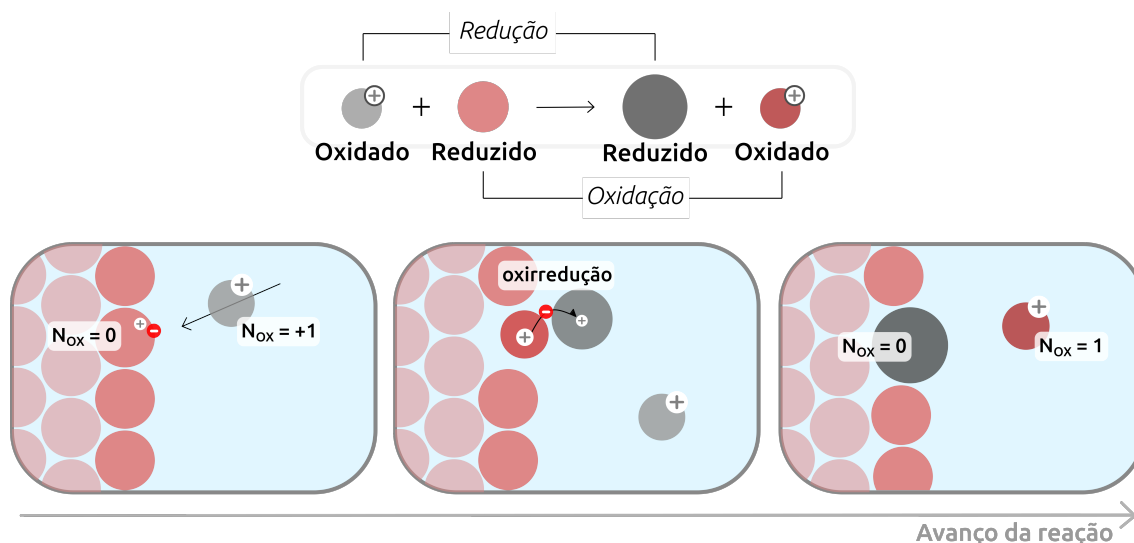


Figura 5.1: Exemplo de uma reação de oxirredução genérica em um mesmo compartimento de reação, entre uma espécie em solução e uma superfície metálica. A espécie oxidada em solução entra em contato com a superfície do metal e ocorre a transferência eletrônica do metal, que possui maior $E_{red}^{\ominus}$, para o cátion. O metal da superfície oxida-se ao transferir o elétron para o cátion da solução, que, por sua vez, reduz-se ao receber a carga negativa. Como o metal sólido possuía $N_{OX} = 0$, torna-se um produto com $N_{OX} = +1$ e torna-se um cátion solvatado pela água. A espécie reduzida não pode ser mais solvatada pela água e passa a fazer parte da superfície sólida. Como um resultado macroscópico, a solução pode mudar de cor em razão da mudança de concentração das espécies aquosas, bem como o aspecto do metal sólido também é alterado.

Nesta aula você dará continuidade ao estudo de reações químicas por meio de alguns experimentos no laboratório. Especificamente, serão estudadas reações de oxirredução e a reatividade de metais cujas reações possam ser perceptíveis visualmente.

A compreensão destas reações de oxirredução são a base para a compreensão da Eletroquímica.

► **ATENÇÃO:** Durante as aulas de laboratório, muitas substâncias obtidas são desprezadas, por isso devemos ter o cuidado de dar um destino apropriado para tais produtos, pois eles podem formar substâncias capazes de

contaminar o meio ambiente, dentre eles os metais pesados tais como manganês (Mn), prata (Ag), etc. Assim, você também aprenderá um pouco sobre os rejeitos ou resíduos químicos e como tratá-los. Rejeitos de metais pesados devem sempre ser colocados em recipientes rotulados, sob a orientação do responsável pelo laboratório.

► **ATENÇÃO:** Nunca use mais do que as quantidades de reagentes indicadas. Isso ajuda a obter melhores resultados e a diminuir os rejeitos químicos.

5.3 PRÉ-LABORATÓRIO

Responda as seguintes questões:

- Defina (a) Oxidação e (b) Redução;
- Defina agente oxidante e agente redutor de uma reação química;
- Defina potencial de redução e como ela define a espontaneidade de uma reação de oxirredução;
- Leia o procedimento experimental abaixo, equacione e classifique todas as reações químicas que ocorrem neste experimento.

5.4 MATERIAIS E REAGENTES

Antes de iniciar o procedimento experimental confira (✓) se o material listado nas Tabelas 5.1 e 5.2 estão disponíveis para o seu grupo em quantidade suficiente.

Tabela 5.1: Lista de materiais e quantidades para cada grupo.

Materiais	Capacidade	Quantidade
Bastão de vidro	-	01
Becker	50 mL	01
Cápsula de porcelana	25 mL	01
Erlenmeyer	50 mL	01
Pipeta graduada	5 mL	02
Pipeta graduada	10 mL	01
Proveta	100 mL	01
Tubo de ensaio	-	06
Vidro de relógio	-	03
Conta-gotas	-	01
Espátula	-	01
Pêra	-	02
Pinça de madeira	-	01
Pisseta	500 mL	01
Chapa aquecedora	-	01
Estante para tubos de ensaio	-	01
Funil simples médio	-	01
Papel de filtro	-	02
Tela de amianto	-	02

Tabela 5.2: Lista de substâncias para cada grupo.

Substância	Fórmula	Massa molar (g/mol)	Apresentação
Ácido clorídrico	HCl	36,46	6,0 mol/L
Alumínio	Al	26,98	sólido
Cobre	Cu	63,54	sólido
Hidróxido de sódio	NaOH	40,00	1,0 mol/L
Magnésio	Mg	24,31	sólido
Nitrato de prata	AgNO ₃	169,87	0,1 mol/L
Palha de aço	Fe/C	-	sólido
Sulfato de cobre penta hidratado	CuSO ₄ · 5 H ₂ O	159,61	0,01 mol/L

5.5 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

5.5.1 PARTE I - REAÇÕES DE OXIRREDUÇÃO

Separar e enumerar **3 tubos de ensaio** para as reações descritas a seguir:

► TUDO DE ENSAIO 1: $\text{Cu(s)} + \text{AgNO}_3\text{(aq)} \longrightarrow$

- ① Em um tubo de ensaio, adicione **5 mL** de $\text{AgNO}_3\text{(aq)}$;
- ② Coloque cerca de **1 cm** de fio de cobre na solução. Se o fio estiver encapado, deixe a parte encapada fora da solução;
- ③ Continue a prática e observe ao longo de **10 min.** Anote as mudanças ocorridas.

► TUDO DE ENSAIO 2: $\text{Al(s)} + \text{HCl(aq)} \longrightarrow$

- ① Em um tubo de ensaio, adicione **3 mL** de HCl(aq) 6 M;
- ② Coloque no tubo uma pequena folha de alumínio em forma de canudo, de modo que uma parte fique fora da solução e permita a remoção após a reação;
- ③ Observe e anote as mudanças ocorridas.

► TUDO DE ENSAIO 3: $\text{Al(s)} + \text{NaOH(aq)} \longrightarrow$

- ① Em um tubo de ensaio, adicione **3 mL** de NaOH(aq) 1M;
- ② Coloque no tubo uma pequena folha de alumínio em forma de canudo, de modo que uma parte fique fora da solução e permita a remoção após a reação;
- ③ Observe e anote as mudanças ocorridas.

♣ **Disposição de resíduos:** os resíduos desta PARTE I serão coletados em frasco indicado.

► TRATAMENTO DOS DADOS

Equacione (não esqueça do balanceamento dos números estequiométricos) as reações de acordo com as observações anotadas, indicando os índices relacionados ao estado de agregação e classifique as reações:

Reação	Equação química	Classificação / Evidência
1		
2		
3		

DISCUSSÃO DA PARTE I

Com base nos potenciais de redução dos metais envolvidos nas reações, responda:

- Quais as evidências experimentais de que as reações foram espontâneas?
- O que você pode observar sobre a reatividade dos metais analisados?
- Indique o agente oxidante e o redutor das reações.
- Utilizando a tabela de potenciais de redução, explique os resultados encontrados.

5.5.2 PARTE II - POTENCIAL DE REDUÇÃO

Nesta seção serão observadas as ordens de reatividades de metais com base nos potenciais de redução. Para isso, separe **2 tubos de ensaio** e siga o procedimento:

► TUDO DE ENSAIO 1: $\text{Fe(s)} + \text{CuSO}_4\text{(aq)} \longrightarrow$

- ① Em um tubo de ensaio, adicionar 5 mL de $\text{CuSO}_4(\text{aq})$ 0,01 M;
- ② Imergir um pavio de palha de aço ao tubo de ensaio, de forma que parte fique fora da solução e possa ser removido com facilidade;
- ③ Continuar a prática e observar ao longo de 15 min; anotar as mudanças ocorridas.

► TUDO DE ENSAIO 2: $\text{Mg}(\text{s}) + \text{CuSO}_4(\text{aq}) \longrightarrow$

- ① Em um tubo de ensaio, adicionar 5 mL de $\text{CuSO}_4(\text{aq})$ 0,01 M;
- ② Imergir uma pequena fita de magnésio ao tubo de ensaio;
- ③ Continuar a prática e observar ao longo de 15 min; anotar as mudanças ocorridas.

♣ **Disposição de resíduos:** as soluções contendo cobre deverão ser descartadas em recipiente indicado pelo professor. O resíduo de ferro poderá ir para o lixo enquanto que o de magnésio deverá ser seco com papel toalha e recolhido em recipiente adequado.

► TRATAMENTO DOS DADOS

Equacione (não esqueça do balanceamento dos números estequiométricos) as reações de acordo com as observações anotadas, indicando os índices relacionados ao estado de agregação e classifique as reações:

Reação	Equação química	Classificação / Evidência
1		
2		

DISCUSSÃO DA PARTE II

Com base nos potenciais de redução dos metais envolvidos nas reações, responda:

- Em ambos os tubos ocorreu reação?
- O que você pode observar sobre a reatividade dos metais analisados?
- Indique o agente oxidante e o redutor das reações.
- Utilizando a tabela de potenciais de redução, explique os resultados encontrados.
- Indique o metal com maior ação redutora.

5.5.3 PARTE III - FOTORREDUÇÃO DA PRATA

Para o procedimento a seguir você precisará do sal obtido na PARTE III do experimento do CAPÍTULO 4.

► PROCEDIMENTO 1:

- ① Adicione o sal obtido na prática da aula anterior para um tubo de ensaio;
- ② Adicione, usando uma pipeta, **2,0 mL** de água ao tubo e homogeneíze com o bastão de vidro até completa dissolução;
- ③ Adicione ao tubo, **1,0 mL** da solução de nitrato de prata 0,1 M. Observe o precipitado;
- ④ Com o auxílio de um bastão de vidro, agite a mistura contida no tubo, e filtre para um erlenmeyer de 50 mL utilizando papel de filtro e funil;
- ⑤ Verifique se existe algum resíduo sólido no papel de filtro. Se houver, observe e anote a cor;
- ⑥ Desdobre o papel de filtro, coloque em um vidro de relógio e deixe-o exposto à luz solar durante **5 minutos**. Depois de transcorrido esse tempo, verifique se ocorreu alguma mudança de cor no papel de filtro. Anote suas observações;

► PROCEDIMENTO 2:

- ① Divida um papel de filtro em duas partes iguais e coloque-os sobre dois vidros de relógio;
- ② Com o auxílio de um conta-gotas, coloque **três gotas** da solução de nitrato de prata 0,1 M em cada papel de filtro;
- ③ Guarde um dos papéis de filtro no armário, ao abrigo da luz e leve o outro para exposição à luz solar durante **5 minutos**. Anote as observações sobre uma possível mudança de cor ocorrida nos papéis de filtro.

♣ **Disposição de resíduos:** Os papéis de filtro utilizados devem ser descartados em local indicado pelo professor. O filtrado presente no Erlemeyer deverá ser diluído e descartado na pia.

5.6 PÓS-LABORATÓRIO

Responda às seguintes questões relacionadas aos experimentos da PARTE III:

- Esboce as equações químicas no PROCEDIMENTO 1;
 - Esboce as equações químicas no PROCEDIMENTO 2;
- Para todos os casos, justifique sua resposta com base nas observações realizadas.

5.7 MATERIAL SUPLEMENTAR



Vídeo com os experimentos deste capítulo: <https://www.youtube.com/watch?v=blq83jMtaLE>

5.8 REFERÊNCIAS

- [01] BAIRD, Colin. Química Ambiental. Porto Alegre: Bookman, 2002.
- [02] CONSTANTINO, Maurício Gomes; SILVA, Gil Valdo; Donate, Paulo Marcos. Fundamentos de química experimental. São Paulo: EDUSP, 2004.
- [03] DEMEMAN, Anelise Schwengber et al. Programa de gerenciamento de resíduos dos laboratórios de graduação da universidade regional integrada do Alto Uruguai e missões – campus Erechim. Química Nova, São Paulo, v. 27, n. 4, p. 674-677, jul./ago. 2004.
- [04] MAHAN, Bruce M.; MAYERS, Rollie J. Química um curso universitário. 4. ed. Tradução de Koiti Araki; Denise de Oliveira Silva; Flávio Massao Matsumoto. São Paulo: Edgard Blücher, 2003.
- [05] VOGEL, A. I.; Análise orgânica qualitativa. 5.ed. São Paulo: Editora Mestre Jou, 1981.

6 | SEPARAÇÃO DE MISTURAS: FILTRAÇÃO E DESTILAÇÃO

6.1 OBJETIVOS

- 1 Estudar as técnicas de filtração e destilação como um método de purificação;
- 2 Purificar um líquido através da destilação simples.

6.2 CONSIDERAÇÕES GERAIS

Destilação é um método ou processo físico de separação de misturas homogêneas (soluções) de natureza sólido-líquido ou líquido-líquido. Esse processo é caracterizado pelo fato de o vapor formado possuir uma composição diferente da mistura residual. O fracionamento do petróleo, a obtenção de álcoois e a extração de essências são apenas alguns exemplos de processos em que a destilação é empregada na indústria.

A destilação simples baseia-se na diferença do ponto de ebulição. Se um líquido for introduzido em um recipiente onde se fez vácuo, ele evaporará ou desprenderá vapor, até que atinja uma pressão definida, que depende apenas da temperatura. Diz-se, então, que o vapor está saturado e esta pressão é definida como pressão de vapor do líquido.

A experiência mostra que, a certa temperatura, a pressão de vapor de uma substância líquida em contato com seu próprio líquido é constante e independente da quantidade absoluta de líquido e vapor presentes no sistema. Exprime-se a pressão de vapor, usualmente, em termos da altura de uma coluna de mercúrio que produza a mesma pressão.

A pressão de vapor de um líquido aumenta com a elevação da temperatura. Quando a pressão de vapor se torna igual à pressão total exercida sobre a superfície de um líquido, este ferve, ou seja, é vaporizado por bolhas formadas no seio do líquido. No momento em que a pressão de vapor do líquido se torna igual à pressão externa a que o líquido está submetido, a temperatura, normalmente, não se modifica. Se o fornecimento de calor aumenta, a velocidade de formação de bolhas também aumenta e o calor de vaporização é absorvido.

O ponto de ebulição de um líquido pode ser definido como a temperatura na qual sua pressão de vapor é igual à pressão externa exercida, em qualquer ponto, sobre a sua superfície. Esta pressão externa pode ser exercida pelo ar atmosférico, por outros gases produzidos numa reação e por vapor. O ponto de ebulição a uma pressão de 760 mmHg, que equivale a 1 atm, é denominado ponto de ebulição normal.

A ebulição de um líquido, principalmente quando for impuro, não se dá de forma regular e grandes bolhas de vapor são formadas subitamente, produzindo pequenos “estouros”, geralmente seguido de intensa ebulição, assim, nestas condições é impossível realizar uma destilação eficiente. Para isto, é imprescindível uma ebulição suave. A melhor maneira de reduzir esse problema é provocar uma agitação. Quando a agitação não é possível, pode-se também obter bons resultados juntando uns poucos fragmentos de “porcelana porosa”. Estas são quimicamente inertes e propiciam a formação de cavidades (pequenas quantidades de ar no seio do líquido) que promovem uma ebulição regular¹. A “porcelana porosa” é adicionada ao líquido frio, antes que se inicie a destilação. Nunca devemos colocá-la em um líquido que já foi aquecido até a ebulição porque o desprendimento súbito de vapor pode resultar em um arraste e, às vezes, uma grande porção do líquido pode ser projetada para fora do balão.

O processo mais frequente usado para separar e purificar líquidos é a destilação. Esta consiste em aquecer

¹Outros materiais que podem ser usados são os fragmentos de pedra-pomes ou de “carborundum” (SiC₂), pequenos pedaços de fita de teflon (polímero de tetrafluoretileno), pedaços de fio de platina, pedras de vidro, que têm a propriedade de absorver grandes quantidades de gases.

o líquido na sua temperatura de ebulição, utilizando aparelhagem mostrada na figura 6.1.



Figura 6.1: Sistema de destilação simples utilizando manta aquecedora como fonte de calor.

Quando o líquido é aquecido, formam-se vapores que vão subindo, mas sofrem condensação ao encontrarem as paredes frias do balão. Com a continuação do processo, formam-se maiores quantidades de vapor de modo que as paredes do balão vão ficando aquecidas. Nesse ponto, observa-se a formação de um anel do líquido, que vai se elevando no frasco até atingir a extremidade superior do balão onde se encontra com o termômetro e o tubo lateral do balão de destilação, por onde se encaixa o condensador. Como a água fria circula constantemente no condensador, todo o vapor será condensado e o líquido destilará. Se um líquido puro é aquecido em um frasco conectado de um lado ao condensador e o outro é fechado à atmosfera, sua pressão vai aumentar. Quando a temperatura do líquido aumentar para um certo ponto, a pressão de vapor do líquido irá exceder a da atmosfera e o vapor do líquido fluirá para o condensador. A função do condensador é resfriar estes vapores e reconvertê-los em líquido. Na destilação, o condensador é adaptado de modo que o líquido condensado não retorne ao balão. As características significativas na destilação de um líquido puro são:

- As composições do líquido, do vapor e do condensado (ou destilado) são idênticas e constantes durante o processo;
- As temperaturas do líquido e do vapor são constantes e, idealmente iguais do início ao fim da destilação.

6.2.1 PARES DE LÍQUIDOS MISCÍVEIS

Quando dois líquidos completamente solúveis um no outro são misturados, a pressão de vapor de cada um deles, a uma temperatura particular, é diminuída pela presença do outro. Tais misturas podem ser caracterizadas em termos da contribuição de cada componente para a pressão de vapor total como função da composição da mistura.

Faz-se um tratamento simplificado ao considerar as soluções como soluções ideais, que são definidas de acordo com as seguintes propriedades:

- Não há variação térmica quando os componentes são misturados;
- Não há variação de volume quando a solução é formada a partir de seus componentes;
- A pressão de vapor de todos os componentes segue a Lei de Raoult:

$$p_A = x_A p_A^\ominus \quad (6.1)$$

Sendo: p_A é a pressão de vapor do solvente na solução; x_A é a fração molar do solvente; $p_A^\ominus$ é a pressão de vapor do solvente puro.

6.2.2 DESTILAÇÃO E EQUILÍBRIO ENTRE LÍQUIDO E VAPOR

O equilíbrio entre líquido e vapor pode ser verificado pela presença de uma gota de líquido que permanece por longo tempo no bulbo do termômetro. Quando não há este equilíbrio, a gota desaparece, passando a gotejar rapidamente, indicando superaquecimento. Neste caso, é necessário controlar a altura do balão em relação a

fonte de aquecimento. A temperatura deve manter-se constante durante toda a destilação. Se essas condições são satisfeitas o ponto de ebulição é estabelecido.

Enquanto estiver ocorrendo a destilação, deve-se sempre conferir o ponto de ebulição, onde a temperatura deve permanecer constante.

Deve-se jogar fora o primeiro destilado, cerca de 2,0 mL. Este primeiro volume destilado chama-se cabeça de destilação. Continua-se a destilação até que aproximadamente 2/3 de líquido tenham destilado. Este é o corpo da destilação. O restante que permanece no balão constitui a cauda ou resíduo.

6.2.3 FILTRAÇÃO

A filtração é um método de separação de misturas heterogêneas entre líquidos e sólidos. Antes da filtração, a mistura é chamada de **líquido mãe**. Após a filtração, o material sólido fica retido no filtro, enquanto a solução sem este sólido é chamada de **filtrado**.

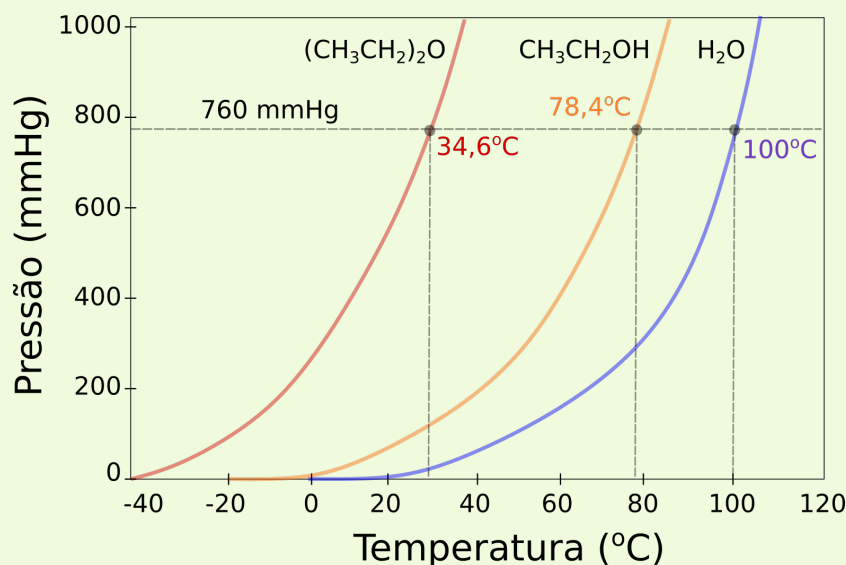
Existem, basicamente, dois tipos de filtração: **filtração simples** e **filtração à vácuo**. No primeiro tipo, utiliza-se o funil de colo longo e papel de filtro, onde apenas a ação da gravidade age impulsionando a passagem do filtrado, sendo, portanto, dependente de fatores como o tamanho das partículas, a área de contato com o filtro e seu fator de retenção. Na filtração à vácuo, utiliza-se uma linha de vácuo (geralmente por uma bomba que aspira o ar no sistema, reduzindo a pressão) acoplada em um kitassato (relembre na Figura 1.4) munido de funil de Buchener ou funil poroso.

Tenha ciência que existem diversos tipos de papel de filtro, divididos conforme o grau de porosidade em quantitativos e qualitativos. Para análises gravimétricas em que a massa do sólido retido no filtro deve ser medida com grande exatidão, utilizam-se os papéis de filtro quantitativos, cujas classificações (papéis faixa preta, branca e azul) são apropriadas para usos específicos.

6.3 PRÉ-LABORATÓRIO

Responda as seguintes questões:

- Defina (a) Pressão de vapor de um líquido e (b) Ponto de ebulição de um líquido;
- Defina (a) Solubilidade;
- Classifique os tipos de filtração;
- Explique porque a temperatura se mantém constante durante a destilação de um componente puro;
- Com base no conceito de pressão de vapor, explique qual dos compostos da figura abaixo apresenta maior volatilidade, a 25 °C.



6.4 MATERIAIS E REAGENTES

Antes de iniciar o procedimento experimental confira ($\checkmark$) se o material listado nas Tabelas 6.1 e 6.2 estão disponíveis para o seu grupo em quantidade suficiente.

Tabela 6.1: Lista de materiais e quantidades para cada grupo.

Materiais	Capacidade	Quantidade
Bastão de vidro	-	01
Becker	50 mL	01
Proveta	10 mL	01
Proveta	100 mL	01
Sistema de destilação*	-	01
Argola de ferro / suporte para funil	-	01
Chapa aquecedora	-	01
Funil de haste longa	-	02
Papel de filtro	-	01
Papel indicador de pH	-	04
Suporte para funil	-	01

*O laboratório de Química Geral possui um destilador montado como peça única de vidro: condensador acoplado a um balão de destilação.

Tabela 6.2: Lista de substâncias para cada grupo.

Substância	Fórmula	Massa molar (g/mol)	Apresentação
Hidróxido de cálcio	Ca(OH)_2	74,1	solução aquosa saturada

6.5 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

6.5.1 PARTE I - FILTRAÇÃO

► DOBRADURA DO PAPEL DE FILTRO

Para o sistema de filtração simples, siga o procedimento da figura a seguir para a dobradura do papel de filtro:

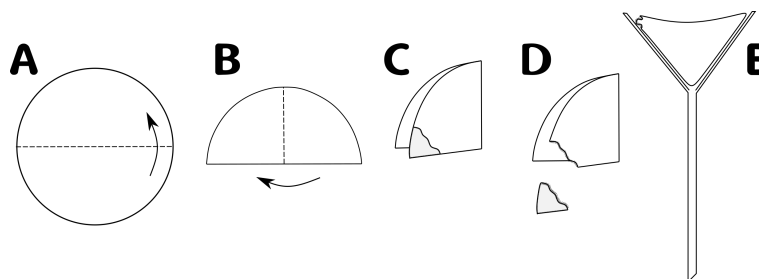


Figura 6.2: Dobradura simples de papel de filtro para funil cônico: (A) dobre o papel ao meio, sem utilizar a unha para que não haja danos ao papel; (B) dobre novamente ao meio; (C) retire uma pequena borda do papel para que ele se adapte melhor ao funil quando molhado; (D) reabra o papel para que fique na forma de cone, com uma parede dupla contendo o rasgo e outra parede simples; (E) encaixe no funil e adicione um pouco de solvente para que o papel fique aderido ao vidro. O cone final é formado por uma parede de camada simples e outra tripla.

► FILTRAÇÃO SIMPLES

- ① Com uma fita indicadora ácido-base, meça e anote o pH estimado da amostra;
- ② Monte o sistema de filtração simples utilizando argola de ferro presa ao suporte universal, funil simples de colo longo e erlenmeyer para coleta do filtrado;
- ③ Agite a amostra e filtre **30 mL**. Observe o filtrado e anote suas observações;
- ④ Meça o pH do filtrado e anote;

► TRATAMENTO DOS DADOS

Preencha a tabela a seguir com os valores dos pH antes e após a filtração:

pH antes da filtração =	
pH após a filtração =	

DISCUSSÃO DA PARTE I

- Compare e discuta os valores de pH da solução antes e após a filtração.
- Quais fatores afetem a velocidade da filtração simples?

6.5.2 PARTE II - DESTILAÇÃO SIMPLES

► MONTAGEM DO SISTEMA DE DESTILAÇÃO

- ① Monte com cuidado o sistema para destilação seguindo o disposto na Figura 6.1;
- ② Ligue as mangueiras de látex às conexões de entrada e saída d'água e abra a torneira;
- ③ Transfira a solução filtrada para o balão de destilação, tendo o cuidado de não deixar que a solução escape pela saída lateral do balão. Utilize para isso um funil de haste longa;
- ④ Adicione pedras de vidro ao balão para evitar ebulição tumultuosa;
- ⑤ Adapte o termômetro, deixando o bulbo à altura da saída lateral do balão;
- ⑥ Ligue a fonte de aquecimento;
- ⑦ Quando começar a destilação, anote a temperatura (ponto de ebulição);
- ⑧ Despreze a primeira fração do destilado (cerca de 2,0 mL);
- ⑨ Continue a destilação até que, aproximadamente, 10,0 mL de líquido tenham sido destilados;
- ⑩ Meça e anote o pH do destilado e do líquido que sobrou no balão (resíduo), depois que estiver frio;

► TRATAMENTO DOS DADOS

Com base nas suas observações, preencha a tabela a seguir:

Ponto de ebulição do solvente =	
pH do destilado =	
pH do resíduo =	

DISCUSSÃO DA PARTE II

- Compare e discuta os valores de pH do destilado e da solução que sobrou no balão.
- Identifique o destilado e explique o seu processo de obtenção.
- Discuta os fatores experimentais que influenciam na eficiência do processo de destilação simples.

♣ **Disposição de resíduos:** o destilado pode ser descartado na pia enquanto a cauda deverá ser retornada ao frasco original da solução.

6.6 PÓS-LABORATÓRIO

Vamos além desta aula! Pesquise os seguintes conceitos e questões:

- Pesquise os tipos de destilação e suas utilizações;
- Descreva o processo de obtenção da água destilada;
- Pesquise o motivo pelo qual a água destilada tem o seu pH diminuído com o tempo, quando em contato com o ar atmosférico.

6.7 MATERIAL SUPLEMENTAR



Vídeo com os experimentos deste capítulo: <https://www.youtube.com/watch?v=mBvtK1GC1HI>

6.8 REFERÊNCIAS

- [01] BRADY, James E.; RUSSEL, Joel W.; HOLUM, John R.; Química: a matéria e suas transformações. Rio de Janeiro: Editora Livros Técnicos e Científicos, 2002.
- [02] CONSTANTINO, Maurício Gomes; SILVA, Gil Valdo; Donate, Paulo Marcos. Fundamentos de química experimental. São Paulo: EDUSP, 2004.
- [03] EBBING, Darrel D. Química geral. Tradução de Horácio Macedo. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos S. A., 1998. v.1.
- [04] SILVA, R. R.; NERILSON, B.; ROMEU, C. R. R. F. Introdução à química experimental. São Paulo: Editora McGraw – Hill, 1990.
- [05] VOGEL, A. I.; Análise orgânica qualitativa. 5.ed. São Paulo: Editora Mestre Jou, 1981.

7 | PREPARO DE SOLUÇÕES

7.1 OBJETIVOS

- 1 Aplicar os conceitos de unidades químicas de concentração no preparo de soluções;
- 2 Aprender a preparar soluções que servirão para o desenvolvimento de outros experimentos, utilizando recursos disponíveis no laboratório.

7.2 CONSIDERAÇÕES GERAIS

Soluções são misturas homogêneas, constituídas de dois ou mais componentes: **soluto** e **solvente**. A razão entre eles define a concentração de uma solução. É de grande importância o conhecimento da composição das soluções utilizadas, tornando-se necessário estudar as unidades de concentração e os cálculos envolvidos no seu preparo.

A maioria dos trabalhos experimentais em Química são desenvolvidos quando os reagentes estão em solução. Portanto, o seu estudo depende do conhecimento qualitativo e quantitativo da composição das substâncias que delas participam.

A relação entre o soluto e solução (ou solvente, dependendo do tipo de concentração) define a concentração de uma solução. Portanto, podemos estabelecer que:

$$\text{Concentração} = \frac{\text{quantidade de soluto}}{\text{quantidade de solução}} \quad \text{ou} \quad \text{Concentração} = \frac{\text{quantidade de soluto}}{\text{quantidade de solvente}}$$

De acordo com a conveniência nas medidas realizadas para a preparação de uma solução, pode-se empregar formas distintas de expressar a concentração, conforme a tabela a seguir:

Concentração	Fórmula	Unidades comuns
Comum	$[C] = \frac{m_{\text{soluto}}}{V_{\text{solução}}}$	g/L
Molaridade	$\mathcal{M} = \frac{n_{\text{soluto}}}{V_{\text{solução}}}$	mol/L ; (molar*)
Molalidade	$b = \frac{n_{\text{soluto}}}{m_{\text{solvente}}}$	mol/Kg ; (molal**)
Massa-massa	$(\%m/m) = \frac{m_{\text{soluto}}}{m_{\text{solução}}} \times 100$	%
Massa-volume	$(\%m/v) = \frac{m_{\text{soluto}}}{V_{\text{solução}}} \times 100$	%
Volume-volume	$(\%v/v) = \frac{V_{\text{soluto}}}{V_{\text{solução}}} \times 100$	%

* 1 M = 1 mol/L, ou 1 mol L⁻¹

* 1 molal = 1 mol/kg, ou 1 mol kg⁻¹

A solubilidade do soluto em uma solvente, em uma determinada temperatura, permite classificar as soluções

em **insaturada**, **saturada** ou **super saturada**. Quando falamos em solução sem mencionar o solvente estamos querendo dizer "solúvel em água a temperatura ambiente". Dizemos que é **insaturada**¹ aquela em que ainda é possível dissolver mais soluto. **Solução saturada** se a concentração é tal que não é mais possível adicionar soluto sem que se forme corpo de fundo (ou precipitado). **Solução super saturada** aquela em que foi dissolvido mais soluto que o valor máximo esperado, sendo, portanto, instável e facilmente se convertendo em uma solução saturada com corpo de fundo.

7.2.1 PREPARO E DILUIÇÃO DE SOLUÇÕES

O preparo de soluções utilizando um soluto sólido é um procedimento corriqueiro em laboratório, e requer uma sequência específica de operações. Muitas vezes, uma solução mais concentrada é preparada para servir de solução estoque, a partir da qual outras soluções mais diluídas são preparadas. Esse procedimento, além de mais prático, elimina as etapas de pesagem, transferência e diluição de quantidades muito pequenas de sólidos. Todo esse procedimento é mostrado na figura a seguir:

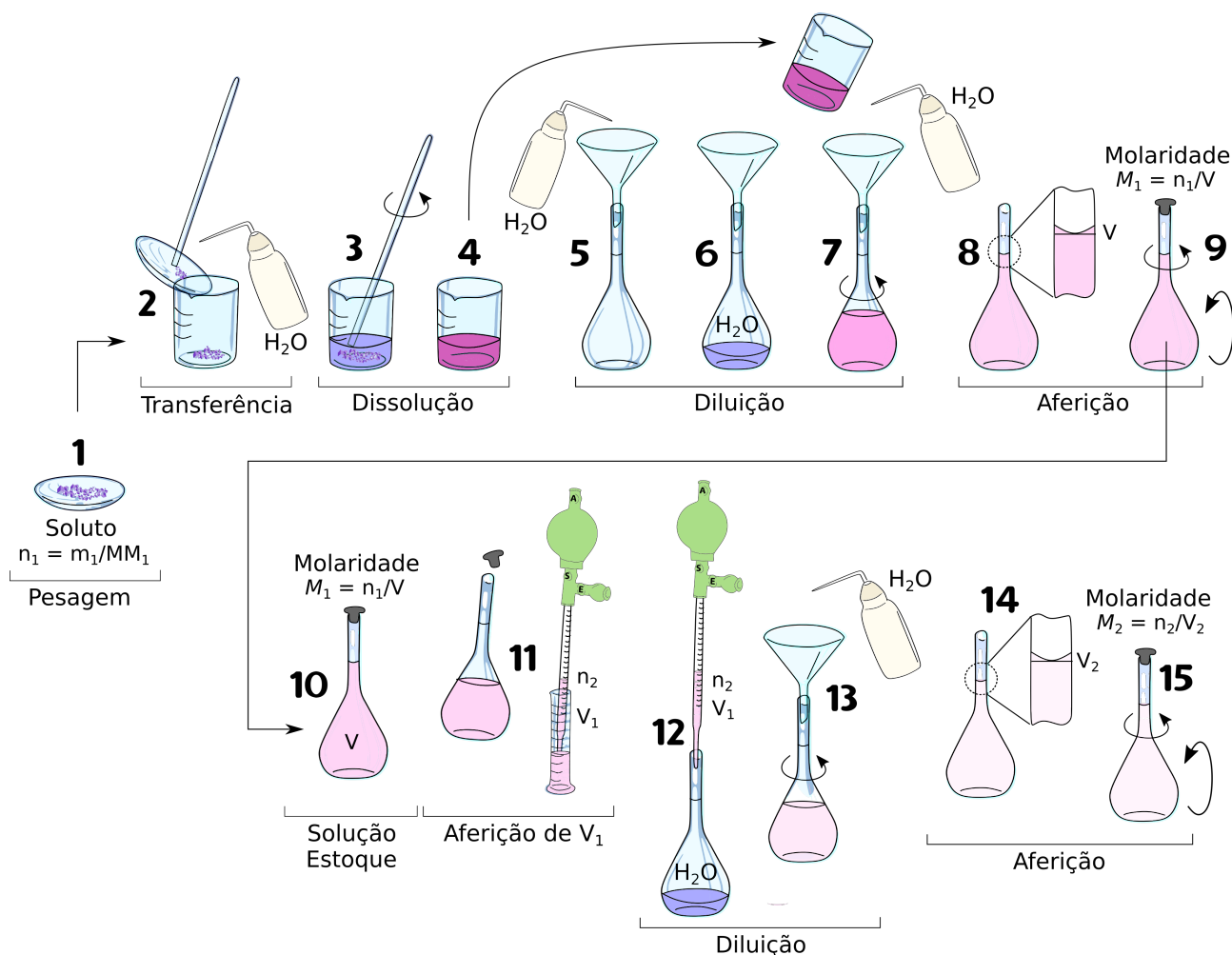


Figura 7.1: As etapas de 1 a 9 são referentes a preparação de uma solução a partir de um soluto sólido, atingindo molaridade M_1 , a partir da qual (etapas 9-15) uma solução mais diluída, com molaridade M_2 é obtida por diluição. Para a preparação de uma solução cujo soluto é um líquido, a etapa abreviada é a pesagem, pois pode-se conhecer a quantidade em mol deste através do seu volume, densidade e composição.

Quando uma solução é diluída, seu volume aumenta e a concentração diminui, porém a quantidade de soluto, n em mol, permanece constante ($n_1 = n_2$). Assim, se duas soluções têm diferentes concentrações, mas contêm as mesmas quantidades de soluto, em volumes diferentes, apresentam a seguinte relação:

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2 \quad (7.1)$$

Tanto as quantidades quanto a concentração podem ser expressos em unidades físicas ou químicas. A diferença entre essas unidades é que, nas químicas, se considera também a quantidade de matéria (mol). Exemplos:

¹Considera-se, normalmente, uma substância "insolúvel" quando ela não se dissolve mais que 0,1 mol/L.

- (1) Unidades físicas: percentagem em massa e em volume; densidade; partes por milhão (ppm), partes por bilhão (ppb) e outras.
- (2) Unidades químicas: mol/L, mol/kg, fração molar.

7.2.2 PADRÕES PRIMÁRIO E SECUNDÁRIO

Para preparar uma solução, você deve procurar saber se o soluto é um padrão primário ou secundário.

Padrões primários são substâncias estáveis e não higroscópicas, de fácil purificação, que servem para o preparo de soluções de concentração definida, utilizáveis na determinação de concentração exata de padrões secundários. Como exemplo, temos: carbonato de sódio (Na_2CO_3), ácido oxálico ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$) e outras.

Padrões secundários são soluções de substâncias higroscópicas, voláteis ou alteráveis, que têm sua concentração determinada por um padrão primário. São exemplos de padrões secundários: ácido clorídrico (HCl), ácido sulfúrico (H_2SO_4), hidróxido de sódio (NaOH) e hidróxido de potássio (KOH).

A determinação da concentração exata de um padrão secundário, na maioria das vezes é feita usando a técnica de volumetria ou titulação, que será vista na próxima prática (Padronização de Soluções).

7.3 PRÉ-LABORATÓRIO

Responda as seguintes questões:

- Defina solução;
 - Explique como se deve proceder para preparar uma solução diluída a partir de uma solução concentrada (em estoque) de uma determinada substância;
Calcule o volume de HCl necessário para preparar:
- (a) 250 mL de solução de HCl - 0,500 mol/L, partindo de uma solução de HCl a 37,0% em massa e $\rho = 1,19 \text{ g/mL}$;
 - (b) 25,0 mL de solução de HCl - 0,100 mol/L, partindo da solução de HCl preparada no item (a);
 - (c) 25,0 mL de solução de HCl - 0,200 mol/L, partindo das soluções preparadas nos itens (a) e (b);
 - (d) O volume de H_2SO_4 necessário para preparar 25,0 mL de solução de H_2SO_4 3,00 mol/L, partindo de uma solução de H_2SO_4 a 97,0% em massa e $\rho = 1,84 \text{ g/mL}$; Calcule a massa de:
 - (e) NaOH necessária para preparar 250,0 mL de solução de NaOH - 0,500 mol/L. ;
 - (f) $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ necessária para preparar 50,0 mL de solução de $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0,250 mol/L.

7.4 MATERIAIS E REAGENTES

Antes de iniciar o procedimento experimental confira ($\checkmark$) se o material listado nas Tabelas 7.1 e 7.2 estão disponíveis para o seu grupo em quantidade suficiente.

Tabela 7.1: Lista de materiais e quantidades para cada grupo.

Materiais	Capacidade	Quantidade
Balão volumétrico	25 mL	01
Balão volumétrico	250 mL	01
Bastão de vidro	-	01
Becker	50 mL	01
Becker	250 mL	01
Conta-gotas	-	01
Funil simples	pequeno	01
Funil simples	médio	01
Pipeta graduada	5 mL	01
Pipeta graduada	10 mL	01
Pisseta	500 mL	01
Proveta	100 mL	01

Tabela 7.2: Lista de substâncias para cada grupo.

Substância	Fórmula	Massa molar (g/mol)	Apresentação
Ácido clorídrico	HCl	36,5	37%, $\rho = 1,19$ g/mL
Hidróxido de sódio	NaOH	40,0	(s), pastilhas
Ácido sulfúrico	H ₂ SO ₄	106,0	98%, $\rho = 1,84$ g/mL

7.5 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

7.5.1 SOLUÇÃO 1

► 250,0 mL de solução de HCl - 0,500 mol/L

- ① Na capela, meça em uma pipeta 10,4 mL de HCl concentrado;
- ② Transfira o volume do ácido medido para um balão volumétrico de 250 mL, contendo cerca de 100 mL de água destilada, medidos em uma proveta. Use o funil para a transferência;
- ③ Deixe o balão esfriar até a temperatura ambiente e complete o seu volume com água destilada até o menisco (para um melhor aferimento, use o conta gotas);
- ④ Homogeneíze por inversão;
- ⑤ Transfira a solução preparada para um frasco indicado pelo professor e rotule com os dados da solução e de seu grupo.

Acondicione a solução preparada em frasco adequado e o guarde no armário indicado pelo professor.

7.5.2 SOLUÇÃO 2

► 25,0 mL de solução de HCl - 0,100 mol/L

- ① Meça 5,00 mL da solução preparada no item 1 e transfira para um balão de 25,0 mL;
- ② Complete o volume do balão com água destilada até o menisco;
- ③ Homogeneíze por inversão, coloque em um becker de 50,0 mL e reserve.

7.5.3 SOLUÇÃO 3

► 25,0 mL de solução de HCl - 0,200 mol/L

- ① Meça 6,2 mL da solução de HCl - 0,500 mol/L;
- ② Transfira para um balão volumétrico de 25,0 mL e complete até o menisco com a solução de HCl - 0,10 mol/L, que foi colocada no becker;
- ③ Transfira as soluções de HCl - 0,100 e 0,200 mol/L para os recipientes indicados pelo professor.

7.5.4 SOLUÇÃO 4

► 25,0 mL de solução de H₂SO₄ - 3,00 mol/L

- ① Na capela, meça em uma pipeta, 4,1 mL de H₂SO₄ concentrado;
- ② Transfira o volume do ácido medido para um balão volumétrico de 25,0 mL, contendo cerca de 10 mL de água destilada;
- ③ Deixe o balão esfriar até a temperatura ambiente e complete o volume do balão com água destilada até

o menisco;

④ Homogeneíze por inversão;

⑤ Transfira a solução preparada para um frasco indicado pelo professor;

Acondicione a solução preparada em frasco adequado e o guarde no armário indicado pelo professor.

7.5.5 SOLUÇÃO 5

► 250 mL de solução de NaOH - 0,500 mol/L

① Pese 5,0 g de NaOH em um becker de 250 mL, limpo e seco;

② Dissolva o NaOH pesado, no próprio becker, com água destilada. Use um bastão de vidro;

③ Transfira a solução para um balão volumétrico de 250 mL. Coloque mais um pouco de água destilada no becker e transfira-a novamente para o balão. Repita esta operação até observar que não ficou nenhum resíduo de NaOH no becker. Finalmente complete o volume do balão até o menisco, com água destilada;

④ Coloque a solução preparada em um frasco de plástico e rotule com os dados da solução e de seu grupo.

Acondicione a solução preparada em frasco adequado e o guarde no armário indicado pelo professor.

♣ **Disposição de resíduos:** Esta prática não gera resíduos. As soluções de HCl 0,5 M e NaOH 0,5 M serão utilizadas no próximo experimento.

DISCUSSÃO

- Discuta os fatores experimentais que influenciam no preparo de soluções partindo de um soluto sólido;
- Discuta porque só se deve homogeneizar com inversão o conteúdo de um balão volumétrico após a aferição;
- Discuta porque não se deve aferir o conteúdo de balões volumétricos se as soluções estão em uma temperatura muito alta;

7.6 MATERIAL SUPLEMENTAR



Vídeo com os experimentos deste capítulo: <https://www.youtube.com/watch?v=qAxM2VTwaUU>

7.7 PÓS-LABORATÓRIO

Vamos além desta aula! Calcule e compare como seria a preparação de 500 mL de uma solução NaOH 0,001 mol/L:

- partindo do sólido e dispondo de um balão volumétrico de 500 mL;
- partindo de 1 L de uma solução estoque de NaOH 1,000 mol/L e dispondo de balões volumétricos de várias capacidades.

7.8 REFERÊNCIAS

[01] BRADY, James E.; RUSSEL, Joel W.; HOLUM, John R. Química: a matéria e suas transformações. Rio de Janeiro: Editora Livros Técnicos e Científicos, 2002. v. 1.

[02] MAHAN, Bruce M.; MAYERS, Rollie J. Química um curso universitário. 4.ed. Tradução de Koiti Araki; Denise de Oliveira Silva; Flávio Massao Matsumoto. São Paulo: Edgard Blücher, 2003.

[03] JEFFERY, G. H.; et al. Análise química quantitativa. 5.ed. Rio de Janeiro: Editora Guanabara Koogan S.A., 1992.

8 | PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES

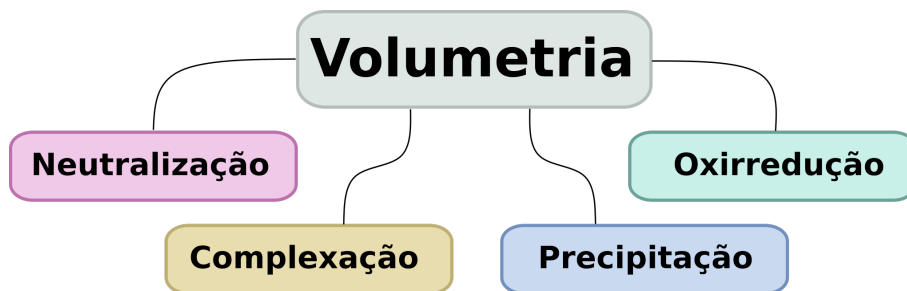
8.1 OBJETIVOS

- 1 Padronizar uma solução básica e uma solução ácida;
- 2 Verificar o efeito da escolha do indicador no resultado das titulações.

8.2 CONSIDERAÇÕES GERAIS

A **titulação** ou análise volumétrica (ou ainda, **Volumetria**) é uma importante técnica, utilizada para determinar a quantidade de uma substância (concentração) em uma solução. Ela consiste na medida do volume de duas soluções que reagem entre si. Uma delas apresenta concentração previamente conhecida, atuando como padrão de medida. A outra contém a espécie de concentração desconhecida que se deseja analisar. Geralmente, a solução padrão é adicionada gota a gota por meio de uma bureta à solução de concentração desconhecida (presente em um erlenmeyer) contendo também um indicador.

Os métodos volumétricos, de acordo com a natureza da reação envolvida, classificam-se em:



As reações de neutralização, precipitação e formação de complexos envolvem combinações de íons. Nas reações de redox, a característica é a transferência de um, dois ou mais elétrons de uma espécie reagente para outra.

Substâncias como o HCl e NaOH são relativamente instáveis. O HCl é um gás e soluções aquosas concentradas costumam perder quantidades consideráveis de HCl, sendo a concentração, então, variável com o tempo. O NaOH é higroscópico e reage com o CO₂ do ar formando carbonato. Por outro lado, substâncias como o carbonato de sódio e o hidrogenoftalato de potássio (KHP), são muito estáveis e mantêm-se puras por longos períodos. Estas substâncias são denominadas **padrões primários**.

A concentração da espécie desconhecida é determinada a partir dos volumes utilizados e da concentração da solução padrão. Isso decorre do fato de que o volume adicionado da solução padrão contém certa quantidade de constituinte, que é quimicamente equivalente ao volume da espécie de concentração desconhecida, tendo-se, então, o **ponto de equivalência ou ponto estequiométrico** (*p.e.*) da reação. Neste momento, deve ser suspensa a adição da solução padrão, isto é, deve-se fechar a torneira da bureta. Como não é possível perceber visualmente o ponto de equivalência, é necessário o uso de um indicador, para que através da mudança de cor, possamos detectar o **ponto final** (*p.f.*) da titulação. À diferença entre o *p.f.* e o *p.e.* da titulação, damos nome de erro de titulação.

Indicadores: de uma maneira geral, são bases ou ácidos orgânicos fracos, apresentando cores diferentes quando nas formas protonadas ou não protonadas. A cor do indicador dependerá do pH da solução. Na tabela abaixo são apresentados alguns indicadores e a faixas de pH.

Tabela 8.1: Indicadores ácido-base comuns e suas mudanças de cores conforme o pH.

Indicador	Intervalo de Transição (pH)	Cor (Ácido)	Cor (Base)
Alaranjado de metila	3.1-4.4	Vermelho	Amarelo
Verde de bromocresol	3.8-5.4	Amarelo	Azul
Vermelho de metila	4.8-6.0	Vermelho	Amarelo
Azul de bromotimol	6.0-7.6	Amarelo	Azul
Fenolftaleína	8.0-9.6	Incolor	Cor de rosa

Quando se titula um ácido fraco com uma base forte, o pH da solução, no *p.e.*, situa-se na região básica, sendo necessário escolher um indicador que apresente uma viragem de cor nessa região. Ao contrário, titulando-se uma base fraca com um ácido forte, será obtida uma solução cujo pH, no *p.e.* é ácido, sendo necessário um indicador que mude de cor na região ácida de pH. No caso da titulação de ácido forte com base forte, no *p.e.* o pH = 7 porque a solução final é neutra. Neste caso poderemos utilizar um indicador com viragem um pouco acima ou abaixo de 7.

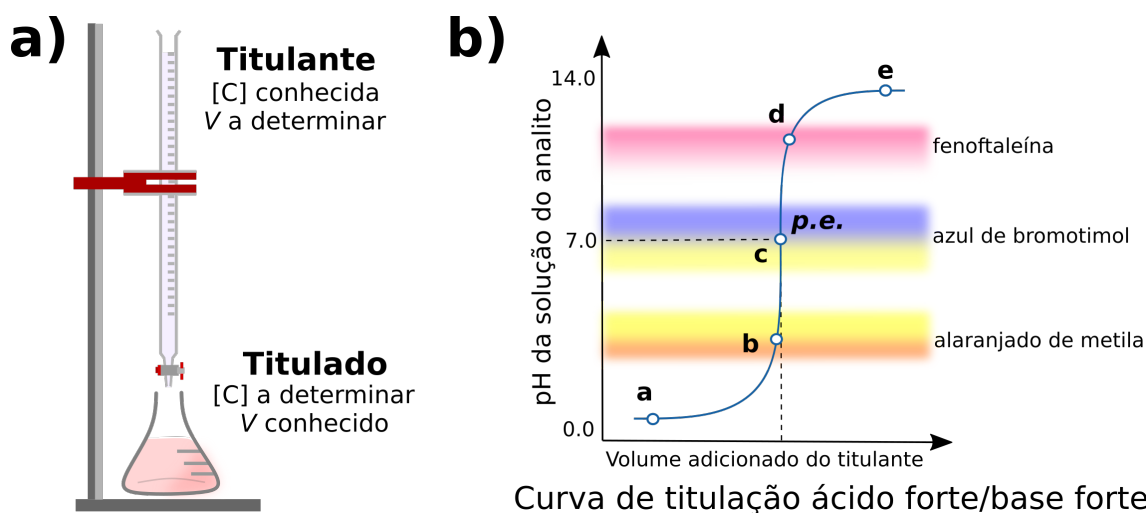


Figura 8.1: Variação de pH em função do volume de base adicionado numa titulação de um ácido forte com uma base forte.

Para que uma reação química seja utilizada como base de um método volumétrico (Titulação), é necessário que esta apresente alguns requisitos, tais como:

- Ser praticamente instantânea – reação rápida ou possível de ser catalisada por aquecimento ou adição de um catalisador;
- As soluções devem reagir entre si de modo estequiométrico, isto é, quantitativo;
- Não estar sujeita à ocorrência de reações paralelas;
- O ponto final da titulação deve ser facilmente perceptível mediante uso de indicadores ou variações bruscas de certas propriedades físico-químicas.

8.3 PRÉ-LABORATÓRIO

Responda as seguintes questões:

- Defina (a) Titulação e (b) Ponto estequiométrico de uma reação;
- Porque devemos fazer a titulação das soluções de NaOH e HCl?
- Explique quando se deve suspender a adição de solução padrão em uma titulação.
- Suponha que você colocou em um erlenmeyer 10,00 mL de solução de NaOH 0,500 M. Em seguida, imagine as seguintes etapas de um experimento:
 - (a) Você adicionou ao erlenmeyer 5,00mL de HCl 0,500M.
 - (b) Você adicionou ao erlenmeyer um total de 9,00mL de HCl 0,500M
 - (c) Você adicionou ao erlenmeyer um total de 10,00mL de HCl 0,500M
 - (d) Você adicionou ao erlenmeyer um total de 11,00mL de HCl 0,500M
 - (e) Você adicionou ao erlenmeyer um total de 12,00mL de HCl 0,500M

Para cada uma das etapas do experimento determine as quantidades solicitadas no quadro abaixo, utilizando as equações: $\text{pH} = -\log[\text{H}^+]$, $\text{pOH} = -\log[\text{HO}^-]$, $[\text{H}^+][\text{HO}^-] = 10^{-14}$, $\text{pH} + \text{pOH} = 14$.

Adicionado		Resultante (no Erlenmeyer)						
V(HCl)/mL 0,500 M	HCl ad. (mol)	NaOH restante (mol)	HCl excesso (mol)	V solução (mL)	[HCl] (mol/L)	[NaOH] (mol/L)	pH	pOH
0,00								
5,00								
9,00								
10,00								
11,00								
12,00								

Faça um gráfico, colocando o volume de ácido adicionado no eixo horizontal e o pH resultante no eixo vertical.

8.4 MATERIAIS E REAGENTES

Antes de iniciar o procedimento experimental confira (✓) se o material listado nas Tabelas 8.1 e 8.2 estão disponíveis para o seu grupo em quantidade suficiente.

Tabela 8.2: Lista de materiais e quantidades para cada grupo.

Materiais	Capacidade	Quantidade
Becker	50 mL	01
Becker	100 mL	01
Bureta	25 mL	01
Erlenmeyer	125 mL	02
Funil simples	-	01
Pipeta volumétrica	5 mL	01
Proveta	10 mL	01
Conta-gotas	-	01
Pisseta	500 mL	01
Garra para bureta	-	01
Suporte para bureta	-	01

Tabela 8.3: Lista de substâncias para cada grupo.

Substância	Fórmula	Massa molar (g/mol)	Concentração
Ácido clorídrico	HCl	36,5	$\approx 0,5$ mol/L
Hidróxido de sódio	NaOH	40,0	$\approx 0,5$ mol/L
Carbonato de sódio	NaCO ₃	106,0	0,20 mol/L
Alaranjado de metila	C ₁₄ H ₁₄ N ₃ NaO ₃ S	327,3	1%
Fenolftaleína	C ₂₀ H ₁₄ O ₄	318,3	1%

8.5 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

► **ATENÇÃO:** Toda titulação deve ser repetida para garantir que o ponto final esteja o mais próximo possível do estequiométrico, diminuindo, dessa maneira, o erro de titulação. Caso obtenha-se uma diferença entre as duas titulações de 0,5 mL ou mais, o experimento terá que ser executado uma terceira vez.

► **ATENÇÃO:** O ácido e a base que você irá padronizar são as soluções preparadas no experimento do CAPÍTULO 7.

8.5.1 PADRONIZAÇÃO DA SOLUÇÃO DE ÁCIDO CLORÍDRICO

► PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

- ① Utilize a solução de HCl $\approx 0,500$ mol/L;
- ② Com o auxílio de um funil, encha a bureta com a solução de ácido clorídrico, aproximadamente 0,500 mol/L (preparada na experiência do capítulo 7);
- ③ Abra a torneira da bureta e deixe escoar a solução para um becker de 100 mL, até o desaparecimento de bolhas;
- ④ Complete o volume da bureta com a solução e zere-a (verificar o menisco);
- ⑤ Pipete 5,0 mL de solução padrão de carbonato de sódio e transfira para um erlenmeyer de 125 mL;
- ⑥ Junte ao erlenmeyer 5,0 mL de água destilada e duas gotas de solução de alaranjado de metila;
- ⑦ Abra cuidadosamente a torneira da bureta, de modo que a solução do ácido seja adicionada gota a gota ao erlenmeyer, em agitação, até que a mistura adquira uma coloração vermelha. Anote o volume de HCl gasto;
- ⑧ Repita toda a operação e anote o segundo volume de HCl gasto;
- ⑨ Calcule a média do volume de HCl gasto;
- ⑩ Calcule a concentração real da solução de HCl;
- ⑪ Realize mais uma titulação substituindo agora o indicador alaranjado de metila pela fenolftaleína.

► TRATAMENTO DOS DADOS

Preencha a tabela a seguir e determine a concentração da solução de HCl com base na titulação. **Discuta os resultados em grupo.**

Etapa	Valor medido ou calculado
⑦ $V_{\text{HCl}}(1) / (\text{mL}) =$	
⑧ $V_{\text{HCl}}(2) / (\text{mL}) =$	
⑨ $V_{\text{medio}} / (\text{mL}) =$	
⑩ $[\text{HCl}] / (\text{mol/L}) =$	

8.5.2 PADRONIZAÇÃO DA SOLUÇÃO DE HIDRÓXIDO DE SÓDIO

► PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

- ① Utilize a solução de NaOH $\approx 0,500$ mol/L (preparada no experimento do capítulo 7);
- ② Com o auxílio de um funil, encha a bureta com a solução de ácido clorídrico e repita as operações anteriores, substituindo a solução de carbonato de sódio pela solução de hidróxido de sódio, aproximadamente 0,500 mol/L (preparada na experiência da aula anterior) e o indicador alaranjado de metila pela fenolftaleína;
- ③ Anote o volume de HCl gasto;

- ④ Repita toda a operação;
- ⑤ Calcule a média do volume de HCl gasto;
- ⑥ Calcule a concentração real da solução de NaOH;
- ⑦ Realize mais uma titulação substituindo agora o indicador fenolftaleína pelo alaranjado de metila.

► TRATAMENTO DOS DADOS

Preencha a tabela a seguir e determine a concentração da solução de NaOH com base nesta titulação. **Discuta os resultados em grupo.**

Etapa	Valor medido ou calculado
③ $V_{\text{HCl}}(1) / (\text{mL}) =$	
④ $V_{\text{HCl}}(2) / (\text{mL}) =$	
⑤ $V_{\text{medio}} / (\text{mL}) =$	
⑥ $[\text{NaOH}] / (\text{mol/L}) =$	

♣ **Disposição de resíduos:** As soluções nos Erlenmeyers (após as titulações) encontram-se neutralizadas. Como não há íons de elevada toxicidade, estas poderão ser dispostas na pia. Já as sobras de ácido remanescentes na bureta podem ser devolvidas ao seu frasco original.

8.6 PÓS-LABORATÓRIO

- Descreva o que acontece em cada ponto (a-e) do gráfico B da Figura 8.1;
- Como se procederia em uma titulação ácido-base para a qual não se dispõe no laboratório de um indicador para determinar o ponto de viragem?

8.7 MATERIAL SUPLEMENTAR



Vídeo com os experimentos deste capítulo: <https://www.youtube.com/watch?v=SUz13sq7qp0>

8.8 REFERÊNCIAS

- [01] ATKINS, Peter; JONES Loretta; Princípios de química: questionando a vida moderna e o meio ambiente. Tradução de Ignez Caracelli; Julio Zukerman-Schpector; Robinson Luiz Camillo; Francisco C. D. Lemos; Regina Helena de Almeida Santos; Maria Tereza do Prado Gambardella; Paulo Celso Isolani; Ana Rita de Araújo Nogueira; Elma Neide V. M. Carrilho; Porto Alegre: Bookman, 1999.
- [02] BRADY, James E.; RUSSEL, Joel W.; HOLM, John R. Química: a matéria e suas transformações. Rio de Janeiro: Editora Livros Técnicos e Científicos, 2002. v. 1.
- [03] CONSTANTINO, Maurício Gomes; SILVA, Gil Valdo; DONATE, Paulo Marcos. Fundamentos de química experimental. São Paulo: EDUSP, 2004.
- [04] KOTZ, J.C.; TREICHEL, P.Jr.; Química e reações químicas. 4.ed. Rio de Janeiro: Editora Livros Técnicos e Científicos, 2002. v. 2.
- [05] MAHAN, Bruce M.; MAYERS, Rollie J. Química um curso universitário. 4.ed. Tradução de Koiti Araki; Denise de Oliveira Silva; Flávio Massao Matsumoto. São Paulo: Edgard Blücher, 2003.
- [06] HARRIS, D. C. Análise química quantitativa. 7ª ed. Rio de Janeiro: LTC, 2011.
- [07] SKOOG, D.A.; WEST, D.M.; HOLLER, F.J.; CROUCH, S.R. Fundamentos de Química Analítica. 8ª ed. São Paulo: Editora Thomson, 2006.

9 | DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE DE SOLUÇÕES E SÓLIDOS

9.1 OBJETIVOS

- 1 Familiarizar o aluno com técnicas de determinação de densidade.;
- 2 Determinar a densidade de uma solução e de um sólido.

9.2 CONSIDERAÇÕES GERAIS

A **densidade absoluta ou massa específica**, simbolizada por ρ , de um corpo é definida pela razão entre sua massa e o seu volume, geralmente expressa em g/mL ou g/cm³. É uma propriedade que não depende da extensão do corpo, mas varia com a natureza da substância, sendo função da temperatura e da pressão.

A **densidade relativa**, simbolizada por d , de um corpo é a relação entre sua massa específica e a massa específica de outro material tomada como padrão para comparação. Como consequência da própria definição de mililitro (1 milésimo do volume de 1 kg de água pura a 4°C e 1 atm), a massa específica da água nessas condições é unitária ($\rho = 1$ g/mL). Por isso, essa substância é frequentemente utilizada como padrão para medidas de densidade relativa, sendo esta numericamente igual à sua densidade absoluta. A densidade, d , é, portanto, adimensional.

Existem dois princípios nos quais se fundamentam os diferentes métodos de determinação de densidades: o absoluto e o relativo.

9.2.1 MÉTODO DE DENSIDADE RELATIVA

Método baseado no **Princípio de Arquimedes**, consistindo na medição (geralmente indireta) do efeito de empuxo, que é diretamente proporcional à massa de líquido deslocada por um corpo sólido imerso ou flutuante. Basicamente, determina-se a massa de uma amostra do sólido e então se transfere essa massa para um instrumento volumétrico graduado apropriado (ex.: proveta ou bureta), parcialmente cheio com água. O sólido deslocará um volume de líquido igual ao seu volume.

A densidade dos líquidos pode ser determinada analogamente à densidade dos sólidos, medindo-se sua massa e determinando seu volume. Entretanto, no caso dos líquidos, uma alteração relativamente pequena na temperatura pode afetar consideravelmente o valor da densidade.

9.2.2 MÉTODO DE DENSIDADE ABSOLUTA

Consiste na medição da massa de uma substância que ocupa um volume conhecido (ou vice-versa). O principal método é o da **picnometria**.

A picnometria é um método que consiste na determinação bastante precisa de massa e volume de substâncias líquidas e sólidas. Essa determinação é feita usando-se um aparelho chamado picnômetro. Ele é um recipiente de vidro com tampa esmerilhada, vazada por tubo capilar, que permite seu completo enchimento com líquidos. A capacidade volumétrica do instrumento é, portanto, facilmente determinada pela pesagem de um líquido tomado como padrão de densidade (geralmente água) na temperatura da operação.

Para medir a densidade de um líquido, determina-se a massa necessária para encher completamente um picnômetro de volume conhecido. Já a medida de densidade de um sólido é feita pesando-se um picnômetro de boca larga, preenchido parcialmente com uma determinada quantidade de sólido, aproximadamente, a metade. Em seguida, completa-se o volume do picnômetro com água. No caso de haver interações entre o sólido e a água, deve-se substituir a água por outro líquido, de densidade conhecida, que não interaja com o sólido. Pesa-se a

mistura, determinando-se o volume do sólido por diferença.

Uma vez que o volume de uma substância é função da temperatura (lembre-se da dilatação e contração dos corpos), ou seja, $V = f(T)$ ou $V(T)$, e como ρ é função do volume, portanto $\rho = f(T)$ ou $\rho(T)$. Na tabela a seguir você encontrará os dados de massa específica da água e do ar em várias temperaturas (você precisará desses dados para os cálculos do volume do picnômetro e das densidades das soluções).

Tabela 9.1: Massas específicas da água e do ar em função da temperatura, a $p = 1$ atm

Temperatura (°C)	Densidade (g/mL)	
	Água	ar
20	0,99820	0,0012046
21	0,99799	0,0012004
22	0,99777	0,0011964
23	0,99754	0,0011925
24	0,99730	0,0011882
25	0,99704	0,0011843
26	0,99678	0,0011803
27	0,99651	0,0011764
28	0,99623	0,0011725
29	0,99594	0,0011686
30	0,99565	0,0011647
32	0,99503	0,0011570
34	0,99437	0,0011448
36	0,99369	0,0011420

Dado que a densidade absoluta, ρ , de uma substância é definida como sendo a relação entre a sua massa (m) e o seu volume (V), então:

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (9.1)$$

A medida de ρ é determinada através de um picnômetro, cujo volume ($V_{\text{picnometro}}$) independe da aferição individual do menisco, e é medido enchendo-o com água destilada, pesando-o e assim determinando-se a massa de água ($m_{\text{H}_2\text{O}}$) nele contido a uma determinada temperatura.

$$V_{\text{picnometro}} = \frac{m_{\text{H}_2\text{O}}}{\rho_{\text{H}_2\text{O}}} \quad (9.2)$$

Como o volume interno do picnômetro é uma constante, para uma determinada temperatura, pode-se calcular a massa específica de uma solução, ρ_{solucao} como:

$$\rho_{\text{solucao}} = \frac{m_{\text{solucao}}}{V_{\text{picnometro}}} \quad (9.3)$$

Em tese, esta equação estaria satisfatória, mas para fins práticos pode ser melhorada com relação a determinação da massa da solução. Lembre-se que a massa EXATA de repouso de qualquer material é aquela medida no vácuo. Em qualquer outro meio material (ar, água ou outro fluido), a massa verificada é a aparente e precisa ser corrigida levando em consideração o empuxo¹. Assim, correções de empuxo são mais importantes quanto menor a massa específica da amostra sendo pesada, devendo-se realizar a correção por meio da equação²

$$m_{\text{corrigida}}(\text{amostra}) = m_{\text{aparente}}(\text{amostra}) \underbrace{\left[1 - \frac{\rho_{\text{ar}}}{\rho_{\text{aparente}}(\text{amostra})} - \frac{\rho_{\text{ar}}}{\rho_{\text{massa padrao}}} \right]}_{\approx 1} \quad (9.4)$$

A m_{aparente} é a verificada na balança, dada pela diferença entre as massas do picnômetro cheio da amostra e vazio. Os valores de ρ_{ar} são tabelados em função da temperatura, e o valor de $\rho_{\text{massa padrao}} = 8,50$ g/mL é constante e depende apenas do peso-padrão utilizado na calibração da balança.

¹O empuxo é uma força que se opõe ao peso e com intensidade igual ao peso do fluido que ocuparia volume igual ao da amostra

²Obs.: Nas pesagens por diferença, o empuxo só afeta a diferença de massas.

Portanto, após as devidas correções para as massas da água e das soluções, deve-se utilizar a equação:

$$\rho_{\text{corrigida solucao}} = \frac{m_{\text{corrigida}}(\text{solucao})}{V_{\text{picnometro}}} \quad (9.5)$$

Para a densidade, utilizam-se os valores corrigidos de ρ com relação a água pura no estado $\text{H}_2\text{O}(4^\circ\text{C}, 1 \text{ atm})$, cuja massa específica é exatamente $\rho_{\text{H}_2\text{O}}^{4^\circ\text{C}} = 1,00 \text{ g/mL}$:

$$d_{\text{solucao}} = \frac{\rho_{\text{solucao}}}{\rho_{\text{H}_2\text{O}}^{4^\circ\text{C}}} \quad (9.6)$$

Ao realizar os experimentos, tenha em mente as possíveis fontes de erros da picnometria:

- Evaporação do líquido durante a pesagem;
- Absorção de umidade ambiente na superfície do frasco durante a pesagem;
- Flutuações de temperatura;
- Presença de bolhas de ar.

9.3 PRÉ-LABORATÓRIO

Responda as seguintes questões:

- Explique a diferença entre densidade absoluta e densidade relativa.
- Em que consiste o método da picnometria?
- Forneça uma explicação para a variação da densidade com a temperatura.
- A presença de bolhas de ar no picnômetro introduz erros experimentais. Serão erros aleatórios ou sistemáticos? Justifique.

9.4 MATERIAIS E REAGENTES

Antes de iniciar o procedimento experimental confira ($\checkmark$) se o material listado nas Tabelas 9.1 e 9.2 estão disponíveis para o seu grupo em quantidade suficiente.

Tabela 9.2: Lista de materiais e quantidades para cada grupo.

Materiais	Capacidade	Quantidade
Becker	50 mL	01
Funil simples	pequeno	01
Picnômetro	25 mL	01
Pipeta	5 mL	01
Pisseta	500 mL	01
Proveta	10 mL	01
Termômetro	-10 a 110°C	01
Vidro de relógio	-	01

Tabela 9.3: Lista de substâncias para cada grupo.

Substância	Fórmula	Massa molar (g/mol)	Apresentação
Ácido clorídrico	HCl	36,5	$\approx 0,5 \text{ mol/L}$
Hidróxido de sódio	NaOH	40,0	$\approx 0,5 \text{ mol/L}$
Metal	*	-	-

*Se tudo ocorrer como esperado você descobrirá qual o metal através da sua massa específica.

9.5 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

9.5.1 MÉTODO 1 - MEDIDA DA DENSIDADE DE UM SÓLIDO UTILIZANDO A PROVETA

► PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

- ① Pese aproximadamente **5,000 g** de uma amostra de metal em um vidro de relógio e anote sua massa;
- ② Com o auxílio da pisseta coloque **8,0 mL** de água destilada em uma proveta de 10 mL. Ajuste o menisco e anote o volume;
- ③ Coloque na proveta com água o metal previamente pesado (Obs.: incline a proveta um pouco para evitar o impacto da amostra com o fundo da proveta evitando que a água espirre para fora). Anote o novo volume após bater levemente na lateral da proveta algumas vezes para eliminar possíveis bolhas de ar;
- ④ Meça o volume deslocado, $V_{final} - V_{inicial}$: a diferença entre o volume inicial (sem metal) e o volume final (com metal). Esta medida fornecerá o volume da amostra;

♣ **Disposição de resíduos:** Esta prática não gera resíduos. Devolva o material metálico aos frascos indicados.

► TRATAMENTO DOS DADOS

Com os resultados obtidos, calcule a massa específica da amostra:

$$\rho_{metal} = \frac{m_{metal}}{V_{metal}} \quad (9.7)$$

e preencha a tabela:

Tabela 9.4: Lista de substâncias para cada grupo.

Etapa	Valor medido ou calculado
① Massa da amostra (g) =	
② Volume inicial (mL) =	
③ Volume final (mL) =	
④ Volume deslocado (mL) =	
Massa específica da amostra (g/mL) =	

9.5.2 MÉTODO 2 - MEDIDA DA DENSIDADE DE UM SÓLIDO UTILIZANDO O PICNÔMETRO

► **ATENÇÃO:** Antes de iniciar os experimentos, certifique-se que os picnômetros estejam limpos e secos. Anote a temperatura da água e os dados de todas as pesagens.

► PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Determinação do Volume do Picnômetro

- ① Pese o picnômetro (com a tampa) vazio e seco. Anote o resultado;
- ② Com a pisseta contendo água destilada, encha o picnômetro. Introduza o termômetro no picnômetro durante 3 minutos e meça a temperatura³ da água nele contida;
- ③ Complete o picnômetro com água destilada, coloque a tampa capilar e verifique se esta ficou totalmente preenchida. Enxugue cuidadosamente o excesso de líquido e pese;

► TRATAMENTO DOS DADOS

Determine o volume do picnômetro seguindo o quadro a seguir:

³Guardaremos o símbolo T para a temperatura em Kelvin e θ para $^{\circ}\text{C}$

Tabela 9.5: Resultados referentes a determinação do volume do picnômetro.

Grandeza	Representação	Resultado
Temperatura da água no picnômetro ($^{\circ}\text{C}$)	θ	
Massa do picnômetro vazio (g)	$m_{pic.vazio}$	
Massa do picnômetro com água (g)	$m_{pic+agua}$	
Massa aparente da água (g)	$m_{ap.agua} = m_{pic+agua} - m_{pic.vazio}$	
ρ da (H_2O) na temp. da medida (g/mL)	$\rho_{\text{H}_2\text{O}}$	
ρ do (ar) na temp. da medida (g/mL)	ρ_{ar}	
Massa corrigida da água (g)	$m_{cor.agua} = m_{ap.agua}(1 - \rho_{ar}/\rho_{\text{H}_2\text{O}} - \rho_{ar}/8,5)$	
Volume do picnômetro (mL)	$V_{pic} = m_{cor.agua}/\rho_{\text{H}_2\text{O}}$	

► PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Determinação da Densidade do Metal Utilizando o Picnômetro

- ① Pese uma amostra seca de **5,000 g** de metal. Anote esta massa;
- ② Adicione a amostra de metal ao picnômetro. Complete o volume do picnômetro com água destilada. Tome cuidado para não ocorrer a formação de bolhas.
- ③ Coloque a tampa de maneira que o excesso de água escorra pelo capilar. Enxugue o picnômetro e pese-o novamente.

- TRATAMENTO DOS DADOS Determine a densidade da amostra utilizando o quadro abaixo.

Tabela 9.6: Resultados referentes a determinação da densidade do metal utilizando o picnômetro.

Grandeza	Representação	Resultado
Massa do picnômetro vazio (g) (já medida)	$m_{pic.vazio}$	
Massa da amostra (g)	$m_{amostra}$	
Massa do picnômetro + amostra (g)	$m_{pic+amostra} = m_{pic.vazio} + m_{amostra}$	
Massa (picnômetro + amostra + água)(g)	m_{total}	
Massa da água (g)	$m_{\text{H}_2\text{O}} = m_{total} - m_{pic+amostra}$	
Volume da água	$V_{\text{H}_2\text{O}} = m_{\text{H}_2\text{O}}/\rho_{\text{H}_2\text{O}}$	
Volume da amostra	$V_{amostra} = V_{pic.vazio} - V_{\text{H}_2\text{O}}$	
Massa específica da amostra	$\rho_{amostra} = m_{amostra}/V_{amostra}$	

DISCUSSÃO

- Utilize a tabela abaixo para a identificação do metal utilizado na prática.

Tabela 9.7: Valores de massa específica para alguns metais e ligas metálicas a 25°C .

Metal / Liga Metálica	Massa específica (g/cm ³)
Magnésio	1,70
Alumínio	2,70
Cromo	6,92
Zinco	7,00
Manganês	7,42
Bronze	7,70
Ferro	7,85
Latão	8,50
Cobre	8,92
Chumbo	11,35

Com o auxílio do quadro abaixo compare os valores de densidade obtidos com o valor tabelado. Em cada caso, calcule o erro percentual e tente explicar as diferenças observadas.

Tabela 9.8: Valores de massa específica para o cobre com seus respectivos erros relativos.

Método	Grandeza	Resultado
Referência	Massa específica tabelada (g/mL)	
Proveta (método 1)	Massa específica medida (g/mL)	
	Erro relativo (%)	
Picnômetro (método 2)	Massa específica medida (g/mL)	
	Erro relativo (%)	

9.5.3 MEDIDA DA DENSIDADE DA SOLUÇÃO DE NaOH UTILIZANDO O PICNÔMETRO

► PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

- ① Esvazie o picnômetro;
- ② Lave internamente o picnômetro com cerca de **5,0 mL** da solução de NaOH a ser analisada e despreze esta solução na pia;
- ③ Com o auxílio de um funil preencha o picnômetro com a solução de NaOH, pese e anote o resultado na tabela seguinte;
- ④ Devolva a solução de NaOH para o frasco de origem.

► TRATAMENTO DOS DADOS

Usando o quadro a seguir e os dados obtidos determine a densidade da solução de NaOH.

Tabela 9.9: Resultados referentes a determinação da massa específica do NaOH por picnometria.

Grandeza	Equação	NaOH
Massa do picnômetro vazio (g)	$m_{pic.vazio}$	
Massa do picnômetro com solução (g)	$m_{pic+sol}$	
Massa aparente da solução (g)	$m_{ap.sol} = m_{pic+sol} - m_{pic.vazio}$	
ρ aparente da solução (g/mL)	$\rho_{ap.sol} = m_{ap.sol}/V_{pic}$	
Massa corrigida da solução (g)	$m_{cor.sol} = m_{ap.sol}(1 - \rho_{ar}/\rho_{ap.sol} - \rho_{ar}/8,5)$	
ρ corrigida da solução (g/mL)	$\rho_{cor.sol} = m_{cor.sol}/V_{pic}$	

9.5.4 MEDIDA DA DENSIDADE DA SOLUÇÃO DE HCl UTILIZANDO O PICNÔMETRO

► PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

- ① Lave o picnômetro com detergente, água da torneira, água destilada e enxágue internamente com a solução de HCl;
- ② Repita para o HCl os mesmos procedimentos realizados com o NaOH;

► TRATAMENTO DOS DADOS

Usando o quadro a seguir e os dados obtidos determine a densidade da solução de HCl.

Tabela 9.10: Resultados referentes a determinação da massa específica do HCl por picnometria.

Grandeza	Equação	HCl
Massa do picnômetro vazio (g)	$m_{pic.vazio}$	
Massa do picnômetro com solução (g)	$m_{pic+sol}$	
Massa aparente da solução (g)	$m_{ap.sol} = m_{pic+sol} - m_{pic.vazio}$	
ρ aparente da solução (g/mL)	$\rho_{ap.sol} = m_{ap.sol}/V_{pic}$	
Massa corrigida da solução (g)	$m_{cor.sol} = m_{ap.sol}(1 - \rho_{ar}/\rho_{ap.sol} - \rho_{ar}/8,5)$	
ρ corrigida da solução (g/mL)	$\rho_{cor.sol} = m_{cor.sol}/V_{pic}$	

9.6 PÓS-LABORATÓRIO

Vamos além desta aula! Pesquise os seguintes conceitos e questões:

- Qual a diferença entre massa específica e densidade?
- Qual o elemento mais denso da tabela periódica?
- Pesquise tipos de picnômetros diferentes dos utilizados nesta prática e suas aplicações.

9.7 MATERIAL SUPLEMENTAR



Vídeo com os experimentos deste capítulo: <https://www.youtube.com/watch?v=2odGdnrCwDc>

9.8 REFERÊNCIAS

- [01] ATKINS, Peter; JONES Loretta; Princípios de química: questionando a vida moderna e o meio ambiente. Tradução de Ignez Caracelli; Julio Zukerman-Schpector; Robinson Luiz Camillo; Francisco C. D. Lemos; Regina Helena de Almeida Santos; Maria Tereza do Prado Gambardella; Paulo Celso Isolani; Ana Rita de Araújo Nogueira; Elma Neide V. M. Carrilho; Porto Alegre: Bookman, 1999.
- [02] DANIELS, Farrington; WILLIAMS, J. W.; BENDER, Paul; ALBERTY, Robert A.; CORNWELL, C. Daniel; HARRIMAN, John E. Experimental physical chemistry. 7.ed., McGraw-Hill Book Company; New York; 1962.
- [03] BUENO, Willie A.; DEGRÈVE, Léo. Manual de laboratório de físico-química. Editora Mc-Graw-Hill; São Paulo; 1990.

10 | RETROTITULAÇÃO

10.1 OBJETIVOS

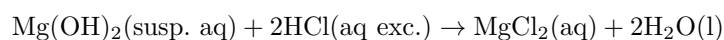
- 1 Determinar a massa de hidróxido magnésio em uma amostra de leite de magnésia, empregando o Método da Retrotitulação;
- 2 Calcular a porcentagem em massa do hidróxido magnésio no leite de magnésia.

10.2 CONSIDERAÇÕES GERAIS

Antiácidos são substâncias amplamente usadas por pessoas que sofrem de perturbações gástricas, causadas por uma produção excessiva de ácido estomacal, o ácido clorídrico. Os mais comuns apresentam em sua composição pelo menos uma das seguintes substâncias: bicarbonato de sódio, carbonato de cálcio, carbonato de magnésio, hidróxido de alumínio, hidróxido de magnésio e trissilicato de magnésio.

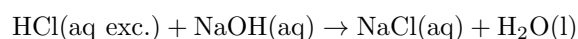
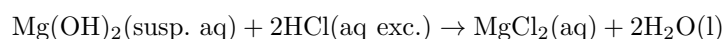
O hidróxido de magnésio é uma substância pouco solúvel em água, cuja solubilidade é cerca de 9 mg por litro de água, a 18°C.

O "leite de magnésia" é um dos antiácidos mais baratos, composto de uma suspensão de hidróxido de magnésio em água. A reação responsável pela ação antiácida deste medicamento é representada pela seguinte equação química:



A análise do teor de hidróxido de magnésio numa amostra de "leite de magnésia" não pode ser feita por titulação direta, devido à baixa solubilidade deste composto, que dificulta a determinação do ponto de equivalência da titulação. Por essa razão, utiliza-se o método de Retrotitulação, no qual o hidróxido é totalmente neutralizado por uma quantidade em excesso, porém conhecida de solução ácida padrão. Em seguida, o excesso de ácido (que não reagiu com o hidróxido de magnésio) é titulado por uma solução básica padrão.

As equações químicas envolvidas no procedimento de Retrotitulação são:



10.3 PRÉ-LABORATÓRIO

Responda as seguintes questões:

- Defina retrotitulação.
- Explique porque o Mg(OH)_2 não pode ser determinado usando um método de titulação direta.
- O excesso de HCl, resultante de uma reação química para a análise de um determinado composto, foi titulado usando-se 10,4 mL de solução padronizada de NaOH 0,25 mol/L. Sabendo-se que foram usados 20,0 mL de solução 0,25 mol/L de HCl na reação química inicial, calcule a quantidade de matéria (em mols) e a massa de ácido consumidos nesta reação.

10.4 MATERIAIS E REAGENTES

Antes de iniciar o procedimento experimental confira ($\checkmark$) se o material listado nas Tabelas 10.1 e 10.2 estão disponíveis para o seu grupo em quantidade suficiente.

Tabela 10.1: Lista de materiais e quantidades para cada grupo.

Materiais	Capacidade	Quantidade
Bastão de vidro	-	01
Becker	50 mL	01
Bureta	25 mL	01
Erlenmeyer	125 mL	02
Pipeta volumétrica	10 mL	01
Agitador magnético	-	01
Barra magnética	-	01
Funil simples	médio	01
Garra para bureta	-	01
Pisseta	500 mL	01

Tabela 10.2: Lista de substâncias para cada grupo.

Substância	Fórmula	Massa molar (g/mol)	Concentração
Ácido clorídrico	HCl	36,5	$\approx 0,5$ mol/L
Solução de fenolftaleína	C ₂₀ H ₁₄ O ₄	318,3	1%
Hidróxido de sódio	NaOH	40,0	$\approx 0,5$ mol/L

10.5 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

► PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

► **ATENÇÃO:** Os Erlenmeyers devem estar limpos e secos.

① Agite o frasco que contém a amostra do leite de magnésia;

② Tare a balança com um erlenmeyer de 125 mL vazio e pese **1,00 g** da amostra de leite de magnésia; Anote a massa;

③ Adicione **10,0 mL** de solução do seu ácido clorídrico e duas gotas de solução indicadora de fenolftaleína ao erlenmeyer e agite. Encha e zere a bureta com a solução padronizada do seu hidróxido de sódio. Em seguida, coloque o erlenmeyer sobre o agitador magnético e ligue-o para manter a mistura em agitação constante, deixando-o na posição de iniciar a titulação;

④ Efetue a titulação da amostra até o aparecimento de uma coloração rósea;

⑤ Repita todo o procedimento. Anote as observações.

► TRATAMENTO DOS DADOS

Etapas	Massa em (g) e Volume em (mL)
② Massa da amostra =	
④ Volume do NaOH na 1ª titulação =	
⑤ Volume do NaOH na 1ª titulação =	

DISCUSSÃO

Com os dados obtidos no experimento, responda:

$n(\text{HCl})$, em mol, em excesso =	
$n(\text{HCl})$, em mol, que reagiram com o $\text{Mg}(\text{OH})_2$ =	
$m(\text{HCl})$, em g, que reagiram com o $\text{Mg}(\text{OH})_2$ =	
% em massa de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ na amostra de comercial =	

Equacione a reação ocorrida: _____

♣ **Disposição de resíduos:** As soluções nos Erlenmeyers (após as titulações) encontram-se neutralizadas. Como não há íons de elevada toxicidade, estas poderão ser dispostas na pia.

10.6 PÓS-LABORATÓRIO

Vamos além desta aula! Pesquise os seguintes conceitos e questões:

- Pesquise sobre as vantagens e desvantagens de se utilizar o "leite de magnésia" como antiácidos;
- Pesquise quais outras substâncias não podem ser tituladas diretamente, necessitando, assim como o "leite de magnésia" de uma retrotitulação para determinação da concentração por volumetria.

10.7 MATERIAL SUPLEMENTAR



Vídeo com os experimentos deste capítulo: <https://www.youtube.com/watch?v=TH9iF1KLurw>

10.8 REFERÊNCIAS

- [01] JEFFERY, G. H.; BASSET, J.; MENDHAM, J.; DENNEY, R. C.; VOGEL, A. I. Análise química quantitativa. 5.ed. Rio de Janeiro: Editora Guanabara Koogan S.A., 1992.
- [02] SILVA, Roberto Ribeiro da; BOCCHI, Nerilso; ROCHA FILHO, Romeu Cardozo. Introdução à química experimental. São Paulo: McGraw – Hill, 1990.

11 | ÁGUA DE HIDRATAÇÃO

11.1 OBJETIVOS

- 1 Aprender a reconhecer e classificar um hidrato;
- 2 Identificar os vapores liberados por uma substância quando submetida a aquecimento;
- 3 Determinar a porcentagem e a quantidade de matéria de água (em mol), contida num hidrato.

11.2 CONSIDERAÇÕES GERAIS

Certos compostos, quando expostos à umidade, formam cristais que contêm moléculas de água em sua estrutura. Um exemplo é a massa utilizada para cobrir as paredes interiores de casas e edifícios. Ela contém cristais de sulfato de cálcio, CaSO_4 , que é formado por duas moléculas de água (H_2O) para cada unidade de CaSO_4 . A ligação das moléculas de água com esses cristais é fraca e a água pode ser retirada ao aquecermos os cristais. Se, depois de desidratados, eles forem expostos à umidade novamente, a água será absorvida e voltará a se ligar aos cristais.

A notação química geral dos hidratos utiliza um ponto na própria fórmula, dividindo a nomenclatura do sal anidro da quantidade de água, em mol, contidas no hidrato:

$$\text{hidrato} = \text{anidro} \cdot n\text{H}_2\text{O}$$

Algumas vezes, a desidratação de cristais causa alterações na cor da substância. O sulfato de cobre pentahidratado, por exemplo, que pode ser utilizado na agricultura como fungicida e herbicida, forma cristais azuis cuja fórmula é $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, indicando que há cinco moléculas de água para cada molécula de CuSO_4 . Quando os cristais azuis são aquecidos, a maior parte da água evapora e o sólido, CuSO_4 , é branco. Se o deixarmos exposto ao ar, as moléculas de água do ar se ligarão novamente aos seus cristais e teremos novamente os cristais azuis de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

À primeira vista, pode parecer um tanto estranho que um cristal contenha água fortemente ligada à sua estrutura. Para se familiarizar com o conceito, observe e diferencie os sais hidratado e anidro do sulfato de cobre na figura a seguir:

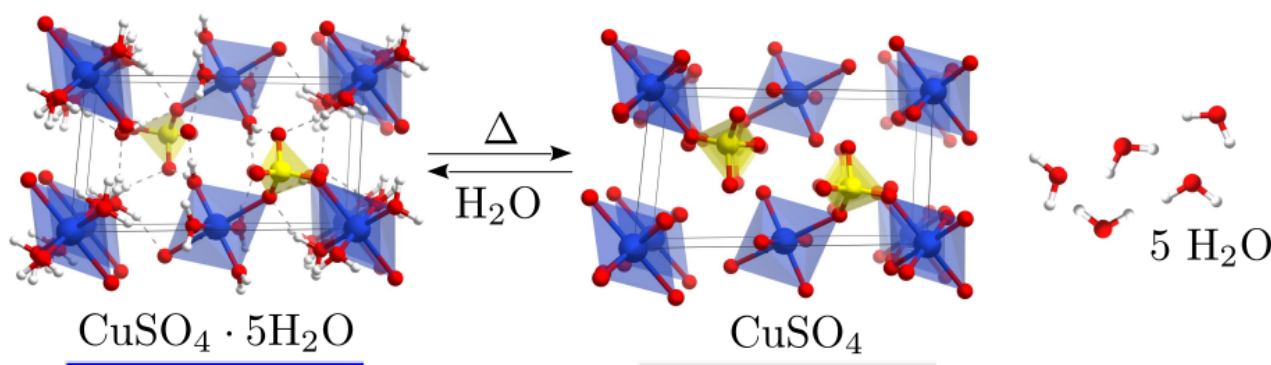
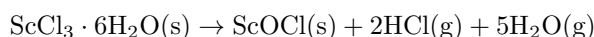


Figura 11.1: Exemplos das reações reversíveis de hidratação de um cristal. O símbolo Δ sobre a seta da reação direta indica aquecimento. Observe que as moléculas de água estão ligadas no seio do cristal. Os átomos em azul, amarelo, vermelho e branco representam o Cu, S, O e H, respectivamente. Os poliedros em azul e amarelo destacam as coordenações do $[\text{CuO}_8]$ e $[\text{SO}_4]$. As linhas pontilhadas ressaltam as ligações hidrogênio ($\text{O} \cdots \text{H}$) no hidrato.

A tendência de certos compostos para reter umidade tem aplicações práticas. O cloreto de cálcio, CaCl_2 , por exemplo, forma, entre outros compostos hidratados, o $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Comercialmente, encontramos materiais porosos contendo CaCl_2 , os quais, quando colocados em ambientes úmidos, retêm a água, reduzindo a umidade e retardando o crescimento do mofo.

Para estudar o comportamento das substâncias em relação ao meio onde se encontram, consideraremos as espécies que retêm água. O estudo dessas espécies requer o conhecimento de conceitos fundamentais, como os que serão vistos a seguir.

1. Hidratos: são substâncias constituídas de um composto e moléculas de água. A maioria dos hidratos contém moléculas de água isoladas, sejam ligadas aos cátions por intermédio do átomo de oxigênio, sejam aos ânions ou a outros átomos com muitos elétrons, através de ligações de hidrogênio, ou ambos, conforme os exemplos que seguem. Em muitos casos, quando o hidrato é aquecido, a água pode ser retirada deixando o composto anidro; esta água é chamada água de hidratação. Em outros casos, no entanto, além da água, há desprendimento de outras substâncias. Por exemplo, muitos cloretos de hidratos desprendem HCl formando oxocloretos:



A perda de água de hidratação pelo aquecimento ocorre porque, ao se elevar a temperatura, a pressão de vapor do sólido hidratado também se eleva até que ultrapasse a pressão parcial de água na atmosfera.

2. Substâncias eflorescentes: são substâncias hidratadas que perdem sua água de hidratação espontaneamente. Isso se deve ao fato da pressão de vapor do hidrato ser maior que a pressão parcial de água na atmosfera. Por exemplo, a pressão de vapor do carbonato de sódio decahidratado ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) geralmente ultrapassa a pressão de vapor da água na atmosfera, e, assim, esses compostos eflorescem, ou seja, perdem parte de sua água de hidratação e suas superfícies adquirem aparência pulverulenta.

3. Substâncias dessecantes: são compostos que absorvem água da atmosfera, podendo ser usadas para secar outras substâncias. Esses compostos são chamados de higroscópicos. Exemplos: Sólidos - CaCl_2 , P_2O_5 e Líquido - H_2SO_4

Alguns tipos de dessecantes, pelo fato de absorverem grande quantidade de água da atmosfera, chegam a ser dissolvidos na sua própria água de hidratação. Esses compostos são chamados “deliqüescentes”. Exemplos: NaOH e KOH .

11.3 PRÉ-LABORATÓRIO

Responda as seguintes questões:

- Defina substância (a) Deliqüescente e (b) Eflorescente.
- Explique como um hidrato perde a sua água de hidratação através de aquecimento.
- Uma amostra de 1,596 g de Na_2CO_3 hidratado fornece, após aquecimento, 0,591 g de Na_2CO_3 anidro. Calcule a quantidade de matéria (em mol) de água presentes em um mol de hidrato.

11.4 MATERIAIS E REAGENTES

Antes de iniciar o procedimento experimental confira (✓) se o material listado nas Tabelas 11.1 e 11.2 estão disponíveis para o seu grupo em quantidade suficiente.

Tabela 11.1: Lista de materiais e quantidades para cada grupo.

Materiais	Capacidade	Quantidade
Bastão de vidro	-	01
Cadinho	30 mL	02
Vidro de Relógio	-	05
Espátula	-	01
Fogareiro elétrico	-	01
Papel indicador	-	01
Pinça de madeira	-	01
Pinça de metal	-	01
Pisseta	500 mL	01
Tela de amianto	-	02

Tabela 11.2: Lista de substâncias para cada grupo.

Substância	Fórmula	Massa molar (g/mol)
Carbonato de cálcio	CaCO_3	100.1
Carbonato de sódio decahidratado	$\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$	286.1
Cloreto de cálcio dihidratado	$\text{CaCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$	147.0
Cloreto de magnésio hexahidratado	$\text{MgCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$	203.2
Hidrato; sulfato de magnésio heptahidratado	$\text{MgSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$	246.3
Sulfato de cobre pentahidratado	$\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$	249.6

11.5 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

11.5.1 EXPERIMENTO 1 - DELIQUESCÊNCIA E EFLORESCÊNCIA

► **ATENÇÃO:** Os cadinhos e os vidros de relógio devem estar limpos e secos.

► **PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL**

- ① Selecione três vidros de relógio e numere-os;
- ② Com a balança zerada, pese o vidro de relógio 1, e anote;
- ③ Sem tirar o vidro de relógio da balança, pese aproximadamente 0,5 g de CaCO_3 e anote o resultado;
- ④ Após a pesagem, deixe o vidro de relógio em observação sobre a bancada durante uma hora e meia, livre de corrente de ar;
- ⑤ Ao completar o tempo pese o vidro de relógio com a amostra novamente e anote;
- ⑥ Repita as etapas anteriores para as substâncias $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ e $\text{CaCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ utilizando respectivamente os vidros de relógio 2 e 3.

♣ **Disposição de resíduos:** Ao final deste experimento o CaCO_3 deverá ser colocado em frasco indicado pelo professor. Os resíduos dos vidros de relógio 2 e 3 devem ser diluídos e descartados na pia.

► TRATAMENTO DOS DADOS

Etapa	Massa em g
Massa do vidro de relógio 1 =	
Massa do vidro de relógio 1 + $m(\text{CaCO}_3)$ =	
Massa do vidro de relógio 1 + $m(\text{CaCO}_3)$ após 1,5 h =	
Variação da massa da amostra com o tempo =	

Etapa	Massa em g
Massa do vidro de relógio 2 =	
Massa do vidro de relógio 2 + $m(\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O})$ =	
Massa do vidro de relógio 2 + $m(\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O})$ após 1,5 h =	
Variação da massa da amostra com o tempo =	

Etapa	Massa em g
Massa do vidro de relógio 3 =	
Massa do vidro de relógio 3 + $m(\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ =	
Massa do vidro de relógio 3 + $m(\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ após 1,5 h =	
Variação da massa da amostra com o tempo =	

DISCUSSÃO DO EXPERIMENTO 1

Com base na variação da massa da amostra exposta à atmosfera do laboratório, reponda:

CLASSIFICAÇÃO DO CaCO_3 :

CLASSIFICAÇÃO DO $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$:

CLASSIFICAÇÃO DO $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$:

11.5.2 EXPERIMENTO 2 - REVERSIBILIDADE DE HIDRATAÇÃO

► PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

① Com o auxílio de uma espátula, adicione uma pequena quantidade (cerca de **0,5 g**) de cristais de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ a um cadinho limpo e seco e coloque para aquecer em um fogareiro elétrico sob uma tela de amianto;

② Quando o sulfato de cobre adquirir uma coloração cinza, desligue o fogareiro;

③ Retire o cadinho do aquecedor com auxílio da garra metálica e coloque-o sobre a outra tela de amianto que se encontra na bancada. Deixe o cadinho esfriar na própria tela até a temperatura ambiente;

④ Depois de frio, separe o material aquecido em duas porções e coloque cada parte em um vidro de relógio;

⑤ Deixe um dos vidros de relógio contendo uma porção do CuSO_4 exposto ao ar, durante **1 hora**. No outro, adicione apenas uma ou duas gotas de água destilada e anote o que ocorreu nas distintas porções.

♣ **Disposição de resíduos:** Os resíduos de cobre devem ser descartados em recipiente indicado pelo professor. Por favor, não utilize água para remoção do cobre presente no vidro de relógio, apenas retire o excesso com a espátula.

DISCUSSÃO DO EXPERIMENTO 2

Com base na variação de cor da amostra de sulfato de cobre, reponda:

- Qual o efeito esperado da umidade do ar sobre a perda/ganho de H_2O do sulfato de cobre;
- Experimentos mais controlados mostram que a última molécula de água abandona a estrutura do sulfato de cobre acima de $180^\circ C$. Se as moléculas de água hidratação não estivessem retidas na estrutura cristalina, você esperaria uma temperatura tão elevada ?
- Escreva as 4 primeiras etapas de desidratação consecutivas do $CuSO_4 \cdot 5 H_2O$.

11.5.3 EXPERIMENTO 3 - CÁLCULO DA PORCENTAGEM EM MASSA E DO NÚMERO DE MOL DE ÁGUA NO HIDRATO

► **ATENÇÃO:** A manipulação do cadinho após o aquecimento deve ser feita somente com pinça ou garra metálica, para evitar que a gordura da sua mão influencie na pesagem. Cuidado para não provocar uma mudança brusca de temperatura do cadinho, porque este pode quebrar.

► PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

① Seque em uma estufa a $110^\circ C$ durante 10 minutos um cadinho previamente lavado. Ao completar o tempo, retire-o, deixando-o esfriar até a temperatura ambiente.

② Com a balança zerada, pese o cadinho frio e anote o valor de sua massa.

③ Sem retirar o cadinho da balança, pese aproximadamente 1,00 g da amostra do hidrato. Anote o resultado e o valor da massa molar do hidrato, o qual deverá estar escrito no rótulo do frasco que o contém.

④ Aqueça em um fogareiro elétrico, com tela de amianto, o cadinho contendo o hidrato pesado, durante 15 minutos. Depois de transcorrido esse tempo, desligue o fogareiro e deixe esfriar um pouco. Em seguida, retire o cadinho do fogareiro, deixando esfriar sobre a bancada (usando a segunda tela) até temperatura ambiente e pesando-o em seguida

⑤ Repita o procedimento do item ④ até obter duas pesagens constantes, porque assim você terá a certeza que toda a água de hidratação foi removida.

♣ **Disposição de resíduos:** Como não há íons de elevada toxicidade, este hidrato pode ser descartado na pia.

► TRATAMENTO DOS DADOS

Etapa	Massa em g
② Massa do cadinho vazio, temperatura ambiente =	
③ Massa da amostra do hidrato =	
③ Massa molar do hidrato =	
④ Massa do cadinho + resíduo =	
⑤ Massa do cadinho + resíduo após 2º aquecimento =	
⑤ Massa do cadinho + resíduo após 3º aquecimento =	

DISCUSSÃO DO EXPERIMENTO 3

Com base nas informações coletadas, calcule:

A porcentagem de água no hidrato =	
A quantidade de matéria de água por mol de hidrato =	

11.5.4 EXPERIMENTO 4 - IDENTIFICAÇÃO DA NATUREZA DOS VAPORES LIBERADOS

► PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

① Com o auxílio de uma espátula, coloque alguns cristais de $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (cerca de 0,5 g) em um cadinho e leve ao aquecimento em um fogareiro com tela de amianto.

② Coloque um papel indicador na borda do cadinho e fique segurando-o de maneira que este possa absorver o vapor desprendido. Anote o que acontece quando o vapor entra em contato com o papel indicador.

♣ **Disposição de resíduos:** Como não há íons de elevada toxicidade, este hidrato pode ser descartado na pia.

DISCUSSÃO DO EXPERIMENTO 4

Com base nas informações coletadas, responda:

Cite as substâncias liberadas no aquecimento: _____

Equacione a reação ocorrida: _____

11.6 PÓS-LABORATÓRIO

Vamos além desta aula! Pesquise os seguintes conceitos e questões:

- Qual técnica analítica pode ser utilizada avaliar quantitativamente a perda de massa de uma amostra em função da temperatura?
- Pesquise sobre o perfil de perda de massa do $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ em função da temperatura.
- Pesquise sobre aplicações desta técnica na sua área/curso.
- Pesquise sobre a aplicação de agentes dessecantes.

11.7 MATERIAL SUPLEMENTAR



Vídeo com os experimentos deste capítulo: <https://www.youtube.com/watch?v=tiBYK3RMRCg>

11.8 REFERÊNCIAS

- [01] BRADY, James E.; RUSSEL, Joel W.; HOLUM, John R. Química: a matéria e suas transformações. Rio de Janeiro: Editora Livros Técnicos e Científicos, 2002. v. 1.
- [02] SILVA, Roberto Ribeiro da; BOCCHI, Nerilso; ROCHA FILHO, Romeu Cardozo. Introdução à química experimental. São Paulo: McGraw – Hill, 1990.
- [03] COTTON, A. F.; WILKINSON, G. Química inorgânica. Rio de Janeiro: Editora Livros Técnicos e Científicos, 1982.
- [04] EBBING, DARREL D. Química geral. Rio de Janeiro: Editora Livros Técnicos e Científicos Editora, 1998. V. 2.
- [05] SHARP, D. W. A. Dictionary of chemistry. 2.ed. London: Penguin Books, 1990.

12 | PROJETO: SÍNTESE DO $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, PURIFICAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO

12.1 OBJETIVOS

- 1 Sintetizar, purificar e identificar o sulfato ferroso heptahidratado a partir de fontes de baixo custo;
- 2 Aplicar procedimentos, métodos e conceitos aprendidos nas práticas anteriores em um projeto integrado;
- 3 Aplicar conceitos de Química Verde por meio de processos com baixo impacto ambiental.

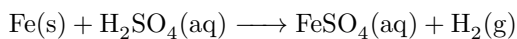
12.2 CONSIDERAÇÕES GERAIS

O ferro (${}^{55,845}_{26}\text{Fe}$) é o elemento químico mais comum na Terra, em termos de massa. Possui configuração eletrônica $[\text{Ar}]3\text{d}^64\text{s}^2$ e estados de oxidação variáveis, entre -2 e +7. Seus estados de oxidação mais comuns são Fe^{2+} (íon ferroso), Fe^{3+} (íon férrico) e Fe^{6+} (íon ferrato).

O sulfato ferroso $\text{FeSO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ pode ser obtido a partir de diversas fontes à base de ferro, como resíduos metalúrgicos e "ferro velho" em geral, contendo os óxidos de ferro FeO , Fe_3O_4 e Fe_2O_3 . O tratamento desses resíduos contribui com questões ambientais, econômicas e tecnológicas, desenvolvendo um produto alternativo de valor agregado, como corantes para indústria e suplemento nutricional. Para se ter um exemplo, ainda são comercializados comprimidos e drágeas de sulfato ferroso para o tratamento de anemias decorrentes da carência do Fe^{2+} .

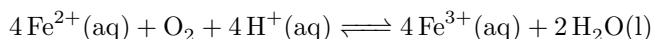
O sulfato ferroso pode estar nas fases cristalinas anidra FeSO_4 e hidratadas $\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ e $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. As mudanças de grau de hidratação dependem da disponibilidade de água no meio e da temperatura. A 90°C , por exemplo, a fase heptahidrata perde água da hidratação de maneira a formar um monohidrato de cor amarelo-claro, também chamado de "vitriolo verde".

A síntese do sulfato ferroso é baseada na reação de ferro metálico (ou seus óxidos) com ácido sulfúrico diluído, sob aquecimento:



A reação deve ser conduzida em banho-maria a 60°C . Deve-se ter controle da temperatura, pois a reação com ácido sulfúrico concentrado em temperaturas mais elevadas produz ferro (III) e dióxido de carbono (se houver carbono no meio, como no Aço).

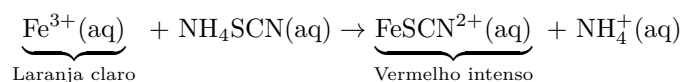
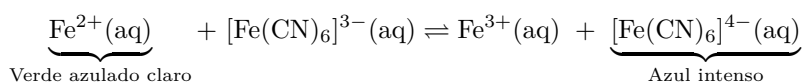
A oxidação do íon ferroso para íon férrico pelo oxigênio molecular, $\text{O}_2(\text{g})$, pode ser descrito pela seguinte equação, em meio ácido:



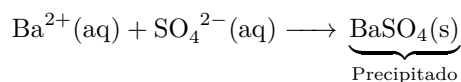
A identificação e diferenciação² do ferro (II) e ferro (III) pode ser realizada de forma qualitativa através de reações que geram produtos de cor diferentes, como:

¹Existem outras fontes de ferro (II) com maior biodisponibilidade.

²Em outras disciplinas, como na Química Analítica, você verá que existem métodos instrumentais que possibilitam a quantificação de elementos em uma concentração muito baixa, como *ppm* e *ppb*.



Uma forma rápida de determinar a presença de sulfatos em solução, $\text{SO}_4^{2-}(\text{aq})$, é por meio da reação de precipitação com $\text{Ba}^{2+}(\text{aq})$, formando um sal insolúvel:



12.3 PRÉ-LABORATÓRIO

Responda as seguintes questões:

- Quais as utilizações do sulfato ferroso?
- Como é possível diferenciar o sulfato ferroso do sulfato férrico?
- Em que condições pode ocorrer a oxidação do Fe^{2+} para Fe^{3+} e como evitar esse processo?
- Como identificar íons sulfato em solução a partir da reação com íons $\text{Ba}^{2+}(\text{aq})$?

12.4 MATERIAIS E REAGENTES

Antes de iniciar o procedimento experimental confira ($\checkmark$) se o material listado nas Tabelas 12.1 e 12.2 estão disponíveis para o seu grupo em quantidade suficiente.

Tabela 12.1: Lista de materiais e quantidades para cada grupo.

Materiais	Capacidade	Quantidade
Balança analítica	-	01
Balão volumétrico	250 mL	01
Bastão de vidro	-	01
Becker	100 mL	01
Becker	500 mL	01
Erlenmeyer	125 mL	02
Funil	-	02
Kitassato	-	01
Pipeta graduada	5 mL	01
Pipeta graduada	10 mL	01
Proveta graduada	100 mL	01
Tubos de ensaio	-	06
Vidro de relógio	-	01
Argola para funil	-	01
Papel de filtro	-	02
Pinça	-	01
Suporte universal	-	01
Tela de amianto	-	01
Termômetro	-	01
Chapa aquecedora elétrica	-	01
Cuba de gelo	-	01
Bomba de vácuo	-	01
Suporte para tubos de ensaio	-	01
Estufa	-	01

Tabela 12.2: Lista de substâncias para cada grupo.

Substância	Fórmula	Massa molar (g/mol)	Apresentação
Ácido sulfúrico	H_2SO_4	98,079	98% m/m
Álcool etílico	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$	46,07	95% v/v
Palha de aço	Fe/C	-	(s), fios, amostra comercial
Cloreto de bário dihidratado	$\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	244,26	11,2%
Cloreto de ferro III	FeCl_3	162,2	0,5 M
Hexacianoferrato (III) de potássio	$\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	329,24	1%
Gelo	H_2O	18,06	(s), picado

12.5 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

12.5.1 PARTE I - PREPARAÇÃO DA SOLUÇÃO DE $\text{H}_2\text{SO}_4(\text{aq})$

► **ATENÇÃO:** O ácido sulfúrico é comercializado em solução aquosa 98% m/m, cuja densidade a 25°C vale aproximadamente 1,84 g/mL. Quando preparada em grande quantidade, o balão volumétrico deve ser mantido em banho de gelo durante adição do ácido à água, devido a intensidade do calor liberado em sua diluição. A aferição ocorre à temperatura ambiente.

► PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

- ① Adicione aproximadamente 10 mL de água destilada a um balão volumétrico de 25 mL;
- ② Na capela, meça **4,1 mL** de ácido sulfúrico concentrado e transfira para o balão volumétrico de 25 mL;
- ③ Complete o balão com água destilada;
- ④ Aguarde o resfriamento da solução até uma temperatura próxima da ambiente para a aferição homogenize.

12.5.2 PARTE II - SÍNTESE DO $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

► PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

- ① Pese, em um erlenmeyer de 100 mL, aproximadamente **2,5 g** de palha de aço comercial;
- ② Em capela, adicione no béquer os 25 mL da solução aquosa do H_2SO_4 preparado;
- ③ Coloque o béquer em banho-maria (60°C)³ - que pode ser um bécker de 500 mL contendo água - agitando a mistura constantemente até a palha de aço se fragmentar por completo e não houver mais liberação de $\text{H}_2(\text{g})$. Utilize um bastão de vidro auxiliar na agitação da palha de aço e uma garra para sustentar o erlenmeyer quente. Ao final de reação tem-se uma mistura de restos da esponja, sulfato ferroso, e impurezas diversas;
- ④ Retire o erlenmeyer do aquecimento e o ponha em uma tela de amianto sobre a bancada.

► **ATENÇÃO:** Devido a impurezas contidas na palha de aço, ocorre liberação de gases tóxicos. Por isso, a reação deve ser conduzida em capela com sistema de exaustão ligado.

12.5.3 PARTE III - PURIFICAÇÃO

► FILTRAÇÃO SIMPLES

Nas filtrações simples destinadas a análises gravimétricas ou separação de precipitados, o interesse maior está no material retido no papel de filtro. Já para a remomção de impurezas em soluções, o material de maior interesse é o filtrado.

► **ATENÇÃO:** Nesta etapa, use água morna (60°C) para lavar a vidraria ao transferir o lavado para o filtro. Agite o conteúdo do erlenmeyer antes de verter a solução sobre o papel de filtro.

- ① Coloque 50 mL de água destilada em um bécker de 100 mL para o aquecimento na chapa aquecedora;
- ② Monte o sistema de filtração simples utilizando um erlenmeyer para coletar o filtrado;

³O aquecimento poderia ser diretamente na chapa, mas há um risco de perder o controle da temperatura, levando à formação significativa de Fe^{3+} .

③ Filtre a mistura utilizando um papel de filtro pregueado (dobrado em pregas), conforme indicado na Figura 12.1;

④ Recupere o resíduo no erlenmeyer com um pouco da água morna;

⑤ Observe a diferença de cor entre o filtrado e a solução mãe.

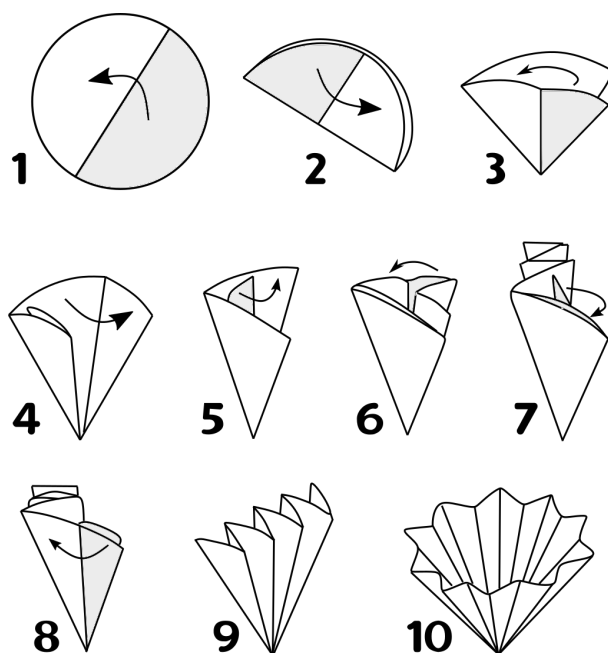


Figura 12.1: Dobradura do papel de filtro pregueado para filtração simples.

♣ **Disposição de resíduos:** Descarte o papel de filtro com o resíduo da filtração em um frasco indicado pelo professor.

► PRECIPITAÇÃO DO SULFATO FERROSO

O sulfato ferroso é mais solúvel em água (29 g/100 mL de água) que em álcool etílico (< 1 g/100 mL de $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$), de modo que usaremos esta propriedade para separar os cristais. Como o abaixamento da temperatura também diminui a solubilidade, podemos aumentar o rendimento do processo trabalhando em banho de gelo.

► **ATENÇÃO:** mantenha o álcool etílico distante da chapa aquecedora ou qualquer outra fonte de calor utilizada!!!

① Adicione ao filtrado (coletado no erlenmeyer) 25 mL de álcool etílico, e agite por 3 minutos em banho de gelo;

② Pare a agitação e observe se houve a formação de um precipitado verde claro (sulfato ferroso heptahidratado), caso contrário adicione mais álcool e agite novamente por mais 3 minutos. No final deste tempo, existe no béquer uma mistura heterogênea: fase sólida contendo sulfato ferroso e uma fase líquida contendo álcool, água e parte do $\text{FeSO}_4(\text{aq})$ não precipitado.

► SEPARAÇÃO DOS CRISTAIS POR FILTRAÇÃO

Os cristais obtidos podem ser separados de duas formas: por decantação do sobrenadante (seguido de evaporação do solvente) ou por filtração. Realizaremos a filtração, por conveniência.

► **ATENÇÃO:** Utilize álcool etílico para lavar a vidraria ao transferir o lavado para o filtro.

① Faça a montagem do sistema de filtração simples;

② Após a filtração transfira o papel de filtro para um vidro de relógio;

③ Leve o vidro de relógio com a amostra para a estufa a 50°C para a evaporação do solvente (aproximadamente 15 min). Verifique a massa do material obtido para o cálculo de rendimento do processo.

♣ **Disposição de resíduos:** Ao final da filtração a vácuo, raspe o resíduo do papel e descarte no recipiente indicado pelo professor. O papel pode ser descartado no lixo sólido comum.

DISCUSSÃO DO PARTE III

Com base nas informações coletadas, responda:

Por que a filtração com papel pregueado tende a ser mais rápida que a filtração com papel com dobra-dura simples?

Por que o etanol tende a precipitar o sulfato ferroso?

12.5.4 PARTE IV - CARACTERIZAÇÃO DO FeSO_4

A caracterização do sulfato ferroso se dará por meio de reações clássicas, já conhecidas, e sua diferenciação frente à solução de ferro (III), FeCl_3 .

► PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

- ① Transfira uma pequena parte do seu sólido final para um béquer de 100 mL e solubilize em água;
- ② Organize 4 tubos de ensaio no suporte e nomeie-os como A, B, C e D;
- ③ Transfira aproximadamente 3 mL de solução $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ para os tubos A e B;
- ④ Transfira aproximadamente 3 mL de solução FeCl_3 0,5 M para os tubos C e D;
- ⑤ Para a diferenciação do Fe^{2+} e Fe^{3+} , adicione 2 gotas de hexacianoferrato (III) de potássio aos tubos A e C. Observe as modificações e anote;
- ⑥ Para a identificação do SO_4^{2-} : adicione 2 gotas de solução de cloreto de bário aos tubos B e D. Observe as modificações e anote.

DISCUSSÃO DO PARTE IV

Equacione a reação de identificação do Fe^{2+} : _____

Equacione a reação de identificação do SO_4^{2-} : _____

12.6 PÓS-LABORATÓRIO

Vamos além desta aula! Pesquise os seguintes conceitos e questões:

- Existem outras fases hidratadas do sulfato ferroso, e não apenas o cristal com 7 moléculas de água por fórmula mínima. Pesquise em quais condições estas outras fases existem.
- Se, em vez de uma fonte de ferro metálico, fossem utilizadas fontes de "ferro velho" contendo ferro metálico com impurezas de óxido de ferro (III), a reação com H_2SO_4 levaria ao sulfato ferroso? Por que?
- Apresente as semi-reações de oxidação e redução envolvidas nas reações desta prática.
- Escreva a reação de oxidação do ferro (II) para ferro (III) utilizando peróxido de hidrogênio $\text{H}_2\text{O}_2(\text{aq})$.

12.7 MATERIAL SUPLEMENTAR



Vídeo com os experimentos deste capítulo: <https://www.youtube.com/watch?v=51EdHpBAQNg>

12.8 REFERÊNCIAS

- [01] VOGEL, A. I.; Química Analítica Qualitativa. Mestre Jou, 5ª ed. São Paulo: Editora Mestre Jou, p. 271 e 378. 1981.
- [02] ÁVILA, S. G.; MATOS, J. R. Compostos coloridos do ferro: uma proposta de experimentação utilizando materiais de baixo custo. *Educación Química* (2017) 28, 254-261.

13 | APÊNDICE I

Tabela 13.1: Lista completa de frases de risco.

Código	Frase de risco
R1	Explosivo em estado seco.
R2	Risco de explosão por choque, fricção, fogo ou outras fontes de ignição.
R3	Grande risco de explosão por choque, fricção, fogo ou outras fontes de ignição.
R4	Forma compostos metálicos explosivos muito sensíveis.
R5	Perigo de explosão em caso de aquecimento.
R6	Explosivo em contato e sem contato com o ar
R7	Pode provocar incêndios.
R8	Perigo de incêndio em caso de contato com materiais combustíveis.
R9	Perigo de explosão se misturado com materiais combustíveis.
R10	Inflamável.
R11	Facilmente inflamável.
R12	Extremamente inflamável.
R13	Gás liquefeito extremamente inflamável.
R14	Reage violentamente com a água.
R15	Reage com a água libertando gases extremamente inflamáveis.
R16	Explosivo se misturado com substâncias comburentes.
R17	Inflama-se espontaneamente em contato com o ar.
R18	Pode formar misturas de ar-vapor explosivas/inflamáveis durante a utilização.
R19	Pode formar peróxidos explosivos.
R20	Nocivo por inalação.
R21	Nocivo em contato com a pele.
R22	Nocivo por ingestão.
R23	Tóxico por inalação.
R24	Tóxico em contato com a pele.
R25	Tóxico por ingestão.
R26	Muito tóxico por inalação.
R27	Muito tóxico em contato com a pele.
R27a	Muito tóxico em contato com os olhos.
R28	Muito tóxico por ingestão.
R29	Em contato com água libera gases tóxicos.
R30	Pode inflamar facilmente durante o uso.
R31	Em contato com ácidos libera gases tóxicos.
R32	Em contato com ácidos libera gases muito tóxicos.
R33	Perigo de efeitos cumulativos.
R34	Provoca queimaduras.
R35	Provoca queimaduras graves.
R36	Irritante para os olhos.
R36a	Lacrimogêneo.
R37	Irritante para as vias respiratórias.
R38	Irritante para a pele.
R39	Perigo de efeitos irreversíveis muito graves.
R40	Possibilidade de efeitos irreversíveis.
R41	Risco de lesões oculares graves.
R42	Possibilidade de sensibilização por inalação.
R43	Possibilidade de sensibilização em contato com a pele.

R44	Risco de explosão se aquecido em ambiente fechado.
R45	Pode causar câncer.
R46	Pode causar alterações genéticas hereditárias.
R47	Pode causar má formação congênita.
R48	Risco de efeitos graves para a saúde em caso de exposição prolongada.
R49	Pode causar cancro por inalação.
R50	Muito tóxico para os organismos aquáticos.
R51	Tóxico para os organismos aquáticos.
R52	Nocivo para os organismos aquáticos.
R53	A longo prazo pode provocar efeitos negativos no ambiente aquático.
R54	Tóxico para a flora.
R55	Tóxico para a fauna.
R56	Tóxico para os organismos do solo.
R57	Tóxico para as abelhas.
R58	A longo prazo pode causar efeitos negativos no meio ambiente.
R59	Perigoso para a camada de ozônio.
R60	Pode comprometer a fertilidade.
R61	Risco durante a gravidez com efeitos adversos para a descendência.
R62	Possíveis riscos de comprometer a fertilidade.
R63	Possíveis riscos, durante a gravidez, de efeitos indesejáveis na descendência.
R64	Pode causar danos nos bebês alimentados com o leite materno.
R65	Nocivo: pode causar danos nos pulmões se ingerido.
R66	Pode provocar secura da pele ou fissuras, por exposição repetida.
R67	Pode provocar sonolência e vertigens, por inalação dos vapores.
R68	Possibilidade de efeitos irreversíveis.

Tabela 13.2: Lista completa de frases de risco combinadas.

Código	Frase de risco combinadas
R14/15	Reage violentamente com água, liberando gases extremamente inflamáveis.
R15/29	Em contato com água, libera gases tóxicos e extremamente inflamáveis.
R20/21	Nocivo por inalação e contato com a pele.
R20/22	Nocivo por inalação e por ingestão
R20/21/22	Nocivo por inalação, por ingestão e em contato com a pele.
R21/22	Nocivo em contato com a pele e por ingestão.
R23/24	Tóxico por inalação e contato com a pele.
R23/25	Tóxico por inalação e por ingestão
R23/24/25	Tóxico por inalação, por ingestão e em contato com a pele.
R24/25	Tóxico em contato com a pele e por ingestão.
R26/27	Muito tóxico por inalação e contato com a pele.
R26/28	Muito tóxico por inalação e por ingestão.
R26/27/28	Muito tóxico por inalação, por ingestão e em contato com a pele.
R27/28	Muito tóxico em contato com a pele e por ingestão.
R36/37	Irrita os olhos e as vias respiratórias.
R36/38	Irrita os olhos e a pele.
R36/37/38	Irrita os olhos, a pele e as vias respiratórias.
R37/38	Irrita os olhos, a pele e as vias respiratórias.
R39/23	Tóxico: perigo de efeitos irreversíveis muito graves por inalação.
R39/24	Tóxico: perigo de efeitos irreversíveis muito graves em contato com a pele
R39/25	Tóxico: perigo de efeitos irreversíveis muito graves por ingestão.
R39/23/24	Tóxico: perigo de efeitos irreversíveis muito graves por inalação e contato com a pele.
R39/23/25	Tóxico: perigo de efeitos irreversíveis muito graves por inalação e ingestão.
R39/23/24/25	Tóxico: perigo de efeitos irreversíveis muito graves por inalação, contato com a pele e ingestão.
R39/26	Muito tóxico: perigo de efeitos irreversíveis muito graves por inalação.
R39/27	Muito tóxico: perigo de efeitos irreversíveis muito graves em contato com a pele.
R39/28	Muito tóxico: perigo de efeitos irreversíveis muito graves por ingestão.

R39/26/27	Muito tóxico: perigo de efeitos irreversíveis muito graves por inalação e contato com a pele.
R39/26/28	Muito tóxico: perigo de efeitos irreversíveis muito graves por inalação e ingestão.
R39/26/27/28	Muito tóxico: perigo de efeitos irreversíveis muito graves por inalação, contato com a pele e ingestão.
R40/20	Nocivo: possibilidade de efeitos irreversíveis por inalação.
R40/21	Nocivo: perigo de efeitos irreversíveis em contato com a pele.
R40/22	Nocivo: perigo de efeitos irreversíveis por ingestão.
R40/20/21	Nocivo: perigo de efeitos irreversíveis por inalação e contato com a pele.
R40/20/22	Nocivo: perigo de efeitos irreversíveis por inalação e ingestão.
R40/21/22	Nocivo: perigo de efeitos irreversíveis em contato com a pele e ingestão.
R40/20/21/22	Nocivo: perigo de efeitos irreversíveis por inalação, contato com a pele e ingestão.
R42/43	Possibilidade de sensibilização por inalação e contato com a pele.
R48/20	Nocivo: perigo de efeitos graves para a saúde em caso de exposição prolongada por inalação
R48/21	Nocivo: perigo de efeitos graves para a saúde em caso de exposição prolongada por contato com a pele.
R48/22	Nocivo: perigo de efeitos graves para a saúde em caso de exposição prolongada por ingestão.
R48/20/21	Nocivo: perigo de efeitos graves para a saúde em caso de exposição prolongada por inalação e em contato com a pele.
R48/20/22	Nocivo: perigo de efeitos graves para a saúde em caso de exposição prolongada por inalação e por ingestão.
R48/21/22	Nocivo: perigo de efeitos graves para a saúde em caso de exposição prolongada em contato com a pele e por ingestão.
R48/20/21/22	Nocivo: perigo de efeitos graves para a saúde em caso de exposição prolongada por contato com a pele e ingestão.
R48/23	Tóxico: perigo de efeitos graves para a saúde em caso de exposição prolongada por inalação.
R48/24	Tóxico: perigo de efeitos graves para a saúde em caso de exposição prolongada por contato com a pele.
R48/25	Tóxico: perigo de efeitos graves para a saúde em caso de exposição prolongada por ingestão.
R48/23/24	Tóxico: perigo de efeitos graves para a saúde em caso de exposição prolongada por inalação e em contato com a pele.
R48/23/25	Tóxico: perigo de efeitos graves para a saúde em caso de exposição prolongada por inalação e por ingestão.
R48/23/24/25	Tóxico: perigo de efeitos graves para a saúde em caso de exposição prolongada por inalação, em contato com a pele e por ingestão.
R50/53	Muito tóxico para os organismos aquáticos, podendo provocar a longo prazo efeitos negativos no meio ambiente aquático.
R51/53	Tóxico para os organismos aquáticos, podendo provocar a longo prazo efeitos negativos no meio ambiente aquático.
R52/53	Nocivo para os organismos aquáticos, podendo provocar a longo prazo efeitos negativos no meio ambiente aquático.

Tabela 13.3: Lista completa de frases de segurança.

Código	Frase de segurança
S1	Conservar bem trancado.
S2	Manter fora do alcance das crianças.
S3	Conservar em lugar fresco.
S4	Manter longe de lugares habitados.
S5	Conservar em ... (líquido apropriado a especificar pelo fabricante) (1).
S6	Conservar em ... (gás inerte a especificar pelo fabricante) (2).
S7	Manter o recipiente bem fechado.
S8	Manter o recipiente ao abrigo da umidade.
S9	Manter o recipiente em lugar bem ventilado.
S10	Manter o conteúdo úmido.
S11	Evitar o contato com o ar.
S12	Não fechar o recipiente hermeticamente.
S13	Manter longe de comidas e bebidas, incluindo de a dos animais.
S14	Manter afastado de ... (materiais incompatíveis os quais serão indicados pelo fabricante).

S15	Conservar longe do calor.
S16	Conservar longe de fontes de ignição. Não fumar.
S17	Manter longe de materiais combustíveis.
S18	Abrir e manipular o recipiente com cautela.
S20	Não comer nem beber durante a utilização.
S21	Não fumar durante a utilização.
S22	Não respirar o pó.
S23	Não respirar o vapor/gás/fumo/aerossol.
S24	Evitar o contato com a pele.
S25	Evitar o contato com os olhos.
S26	Em caso de contato com os olhos lavar imediata e abundantemente com água e chamar um médico.
S27	Retirar imediatamente a roupa contaminada.
S28	Em caso de contato com a pele, lavar imediata e abundantemente com (produto adequado indicado pelo fabricante).
S29	Não jogar os resíduos nos esgotos.
S30	Nunca adicionar água no produto.
S33	Evitar o acúmulo de cargas eletrostáticas.
S34	Evitar choques e fricções.
S35	Eliminar os resíduos do produto e os seus recipientes com todas as precauções possíveis.
S36	Usar vestuário de proteção adequado.
S37	Usar luvas adequadas.
S38	Em caso de ventilação insuficiente, usar equipamento respiratório adequado.
S39	Usar proteção adequada para os olhos/rosto.
S40	Para limpar o solo e os objetos contaminados com este produto utilizar.... (especificado pelo fabricante).
S41	Em caso de incêndio e/ou explosão não respirar os fumos.
S42	Durante as fumigações/pulverizações, usar equipamento respiratório adequado (denominação(s) adequada(s) a especificar pelo fabricante.
S43	Em caso de incêndio usar ... (meios de extinção a especificar pelo fabricante. Se a água aumentar os riscos acrescentar "Não utilizar água").
S44	Em caso de indisposição consultar um médico (se possível mostrar-lhe o rótulo do produto).
S45	Em caso de acidente ou indisposição consultar imediatamente um médico (se possível mostrar-lhe o rótulo do produto).
S46	Em caso de ingestão consultar imediatamente um médico e mostrar o rótulo ou a embalagem.
S47	Conservar a uma temperatura inferior a ... °C (a especificar pelo fabricante).
S48	Conservar úmido com ... (meio apropriado a especificar pelo fabricante) (1).
S49	Conservar unicamente no recipiente de origem
S50	Não misturar com ... (a especificar pelo fabricante).
S51	Usar unicamente em locais bem ventilados.
S52	Não usar sobre grandes superfícies em lugares habitados.
S53	Evitar a exposição - obter instruções especiais antes de usar.
S54	Obter autorização das autoridades de controlo de contaminação antes de despejar nas estações de tratamento de águas residuais.
S55	Utilizar as melhores técnicas de tratamento antes de despejar na rede de esgotos ou no meio aquático.
S56	Não despejar na rede de esgotos nem no meio aquático. Utilizar para o efeito um local apropriado para o tratamento dos resíduos.
S57	Utilizar um contentor adequado para evitar a contaminação do meio ambiente.
S58	Elimina-se como resíduo perigoso.
S59	Informar-se junto do fabricante de como reciclar e recuperar o produto.
S60	Elimina-se o produto e o recipiente como resíduos perigosos.
S61	Evitar a sua libertação para o meio ambiente. Ter em atenção as instruções específicas das fichas de dados de Segurança.
S62	Em caso de ingestão não provocar o vomito: consultar imediatamente um médico e mostrar o rótulo ou a embalagem.

Tabela 13.4: Lista completa de segurança combinadas.

Código	Frase de segurança
S1/2	Conservar bem trancado e manter fora do alcance das crianças.
S3/7/9	Conservar o recipiente num lugar fresco, bem ventilado e manter bem encerrado.
S3/9	Conservar o recipiente num lugar fresco e bem ventilado.
S3/9/14	Conservar num local fresco, bem ventilado e longe de ... (materiais incompatíveis a especificar pelo fabricante).
S3/9/14/49	Conservar unicamente no recipiente original num local fresco, bem ventilado e longe de ... (materiais incompatíveis a especificar pelo fabricante).
S3/9/49	Conservar unicamente no recipiente original, em lugar fresco e bem ventilado.
S3/14	Conservar em lugar fresco e longe de ... (materiais incompatíveis a especificar pelo fabricante).
S7/8	Manter o recipiente bem fechado e num local fresco.
S7/9	Manter o recipiente bem fechado e num local ventilado.
S20/21	Não comer, beber ou fumar durante a sua utilização.
S24/25	Evitar o contacto com os olhos e com a pele.
S36/37	Usar luvas e vestuário de proteção adequados.
S36/37/39	Usar luvas e vestuário de proteção adequados bem como proteção para os olhos/cara.
S36/39	Usar vestuário adequado e proteção para os olhos/cara.
S37/39	Usar luvas adequadas e proteção para os olhos/cara.
S47/49	Conservar unicamente no recipiente original e a temperatura inferior a ... °C (a especificar pelo fabricante).

- (1) poderá ser água, parafina líquida, petróleo ou outro, dependendo da substância em causa;
 (2) poderá ser azoto, argônio, ou outro, dependendo da substância em causa;
 (3) poderá ser água, solução de sulfato de cobre a 2%, propilenoglicol, polietilenglicol/etanol (1:1), água e sabão ou outro, dependendo da substância em causa.

TABELA PERIÓDICA DOS ELEMENTOS

1

1.008*

H

HIDRÓGENIO

2

4.0026

He

HÉLIO

3

6.94*

Li

BERÍLIO

4

9.0122

Be

BERÍLIO

11

22.990

Na

Mg

SÓDIO

MAGNÉSIO

12

24.305*

19

39.098

20

40.078(4)

K

Ca

POTÁSSIO

CÁLCIO

37

85.468

38

87.62

Rb

Sr

RUBÍDIO

ESTRÔNCIO

55

132.91

56

137.33

Cs

Ba

CÉSIO

BÁRIO

87

88

Fr

Ra

FRÂNCIO

RÁDIO

89-103

21

44.956

22

47.867

23

50.942

24

51.996

25

54.938

26

55.845(2)

27

58.933

28

58.693

29

63.546(3)

30

65.38(2)

31

69.723

32

72.630(8)

33

74.922

34

78.971(8)

35

79.904*

36

83.798(2)

37

85.468

38

87.62

39

88.906

40

91.224(2)

41

92.906

42

95.95

43

44

101.07(2)

45

102.91

46

108.42

47

107.87

48

112.41

49

114.82

50

118.71

51

121.76

52

127.60(3)

53

128.90

54

131.29

55

132.91

56

137.33

57-71

72

178.49(2)

73

180.95

74

183.84

75

186.21

76

190.23(3)

77

192.22

78

195.08

79

196.97

80

200.59

81

204.38*

82

207.2

83

208.98

84

85

86

87

88

89-103

1

1.008*

H

HIDRÓGENIO

2

4.0026

He

HÉLIO

3

6.94*

Li

BERÍLIO

4

9.0122

Be

BERÍLIO

11

22.990

Na

Mg

SÓDIO

MAGNÉSIO

12

24.305*

19

39.098

20

40.078(4)

K

Ca

POTÁSSIO

CÁLCIO

37

85.468

38

87.62

Rb

Sr

RUBÍDIO

ESTRÔNCIO

55

132.91

56

137.33

Cs

Ba

CÉSIO

BÁRIO

87

88

Fr

Ra

FRÂNCIO

RÁDIO

89-103

21

44.956

22

47.867

23

50.942

24

51.996

25

54.938

26

55.845(2)

27

58.933

28

58.693

29

63.546(3)

30

65.38(2)

31

69.723

32

72.630(8)

33

74.922

34

78.971(8)

35

79.904*

36

83.798(2)

37

85.468

38

87.62

39

88.906

40

91.224(2)

41

92.906

42

95.95

43

44

101.07(2)

45

102.91

46

108.42

47

107.87

48

112.41

49

114.82

50

118.71

51

121.76

52

127.60(3)

53

128.90

54

131.29

55

132.91

56

137.33

57-71

72

178.49(2)

73

180.95

74

183.84

75

186.21

76

190.23(3)

77

192.22

78

195.08

79

196.97

80

200.59

81

204.38*

82

207.2

83

208.98

84

85

86

87

88

89-103

1

1.008*

H

HIDRÓGENIO

2

4.0026

He

HÉLIO

3

6.94*

Li

BERÍLIO

4

9.0122

Be

BERÍLIO

11

22.990

Na

Mg

SÓDIO

MAGNÉSIO

12

24.305*

19

39.098

20

40.078(4)

K

Ca

POTÁSSIO

CÁLCIO

37

85.468

38

87.62

Rb

Sr

RUBÍDIO

ESTRÔNCIO

55

132.91

56

137.33

Cs

Ba

CÉSIO

BÁRIO

87

88

Fr

Ra

FRÂNCIO

RÁDIO

89-103

21

44.956

22

47.867

23

50.942

24

51.996

25

54.938

26

55.845(2)

27

58.933

28

58.693

29

63.546(3)

30

65.38(2)

31

69.723

32

72.630(8)

33

74.922

34

78.971(8)

35

79.904*

36

83.798(2)

37

85.468

38

87.62

39

88.906

40

91.224(2)

41

92.906

42

95.95

43

44

101.07(2)

45

102.91

46

108.42

47

107.87

48

112.41

49

114.82

50

118.71

51

121.76

52

127.60(3)

53

128.90

54

131.29

55

Atenção: para saber como obter uma tabela periódica com muitas outras informações adicionais, acesse www.s bq.org.br/divulgacao

57	138,91	58	140,12	59	140,91	60	144,24	61		62	150,36(2)	63	151,96	64	157,25(3)	65	158,93	66	162,50	67	164,93	68	167,26	69	168,93	70	173,05	71	174,97
La	LANTÂNIO	Ce	CÉRIO	Pr	PRASEODÍMIO	Nd	NEODÍMIO	Pm	PROMÉCIO	Sm	SAMÁRIO	Eu	EURÓPIO	Gd	GADOLÍNIO	Tb	TÉRBIO	Dy	DISPRÓSIO	Ho	HÓLMIO	Er	ÉRBIO	Tm	TÚLIO	Yb	ÍTERBIO	Lu	LUTÉCIO
89	90	232,04	91	231,04	92	238,03	93		94		95		96	97	98	99	100	101	102	103									
Ac	ACTÍNIO	Th	TÓRIO	Pa	PROTACTÍNIO	U	URÂNIO	Np	NEPTÚNIO	Pu	PLUTÓNIO	Am	AMÉRICIO	Cm	CÚRIO	Bk	BERKÉLIO	Cf	CALIFÓRNIO	Es	EINSTÊNIO	Fm	FÉRMIO	Md	MEDELEVIO	No	NOBÉLIO	Lr	LAURENCIO