

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO  
INSTITUTO DE QUÍMICA DE SÃO CARLOS

**Oficina Didática de Química Geral Experimental**

**Autores**

Prof. Dr. Artur de Jesus Motheo

Profa. Dra. Carla Profa. Dra. Carla Cristina Schmitt Cavalheiro

Profa. Dra. Eny Maria Vieira

Prof. Dr. Júlio César Borges

Profa. Dra. Maria Olímpia de Oliveira Rezende

Discente Yasmin Belleze Borin Silva

São Carlos  
2022

## **Oficina Didática de Química Geral Experimental**

### **APRESENTAÇÃO**

As aulas experimentais aqui apresentadas são: Medidas de massa, volume e temperatura e preparo de soluções; Ácidos e bases: determinação e construção de pH; Solubilidade de sólidos em líquidos; Síntese da aspirina; Reações de óxido-redução; Cinética química: influência da concentração e da temperatura na velocidade das reações químicas e Titulação ácido-base: determinação de acidez em produtos comerciais.

Esta apostila, que descreve a execução de atividades práticas de química geral, está dividida em duas partes: a primeira trata de noções de segurança e do descarte adequado dos resíduos gerados durante a execução das aulas. Na segunda parte estão as sete aulas a serem ministradas.

As aulas práticas têm como objeto de estudo técnicas de pesagem, equilíbrio químico, cinética química, sistemas redox e caracterização de substâncias.

O conhecimento adquirido com a execução das práticas laboratoriais aqui apresentadas tem como objetivo ajudar os alunos a compreender o universo microscópico e a ir sempre mais além.

*Bom estudo!*

## SUMÁRIO

APRESENTAÇÃO.....	2
NORMAS DE SEGURANÇA.....	4
TÉCNICAS BÁSICAS.....	5
Utensílios de vidro.....	5
Utensílios de porcelana.....	7
Utensílios metálicos.....	8
Outros materiais.....	9
Manuseio de sólidos.....	9
Manuseio de líquidos.....	10
Aquecimento de substâncias.....	10
Manuseio de tubos de vidro.....	10
Inserção de tubos de vidro em rolhas.....	10
Manuseio do bico de Bunsen.....	11
Destinação de resíduos químicos.....	12
Aula Experimental 1 - Medidas de massa, volume e temperatura e preparo de soluções.....	14
Aula Experimental 2 - Ácidos e bases: determinação e construção de escala de pH.....	20
Aula Experimental 3 - Solubilidade de sólidos em líquidos.....	23
Aula Experimental 4 - Reações de óxido-redução.....	25
Aula Experimental 5 - Cinética química: influência da concentração e da temperatura na velocidade das reações químicas.....	27
Aula Experimental 6 - Volumetria de precipitação e de complexação....	31
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	33

## Normas de Segurança

---

Essas normas objetivam um trabalho laboratorial seguro para você e para os colegas que o cercam. Somada a essas normas, você deve utilizar sua intuição e o bom senso para reconhecer perigos em potencial. Familiarize-se com os equipamentos de segurança do laboratório, tais como: extintor de incêndio, cobertores para abafar fogo, chuveiro de emergência, lava olhos e caixa de primeiros socorros, perguntando sobre sua localização e seu funcionamento ao responsável pelo laboratório.

1. Fogo é um perigo constante. Conheça a localização dos extintores mais próximos e como utilizá-los. O laboratório também deve ser equipado com um chuveiro e um cobertor para extinção de fogo. **Se o cabelo ou roupas pegarem fogo, apague-o cobrindo as chamas com um cobertor ou molhando-se no chuveiro de emergência.** Não fume no laboratório. Não deixe frascos de substâncias inflamáveis próximos ao fogo.
2. Calçados muito abertos não são aconselháveis para uso em laboratórios. Vidros quebrados e produtos químicos, tais como ácidos concentrados, podem cair ou formar uma poça no chão. **Também é exigido o uso de um avental**, de preferência longo e de mangas compridas, para a proteção das pernas e dos braços.
3. A utilização de óculos de proteção é recomendada durante todo o tempo. Não utilize lentes de contato durante o trabalho no laboratório, mesmo com a proteção de óculos de segurança. **No caso de qualquer reagente químico entrar em contato com os olhos, lave-os com água em abundância.**
4. Cuidado com ferimentos expostos ao contato com reagentes químicos. O ferimento pode irritar, bem como servir de entrada de substâncias na corrente sanguínea.
5. Os vapores de um grande número de soluções são muito tóxicos e podem causar irritação ou prejudicar a mucosa nasal e a garganta. Utilize sua mão para trazer os vapores em direção ao seu rosto. A abertura, bem como a manipulação, de frascos contendo substâncias que produzem vapores deve ser realizada na câmara de exaustão (capela). Reações que produzam gases venenosos devem ser feitas na capela.
6. Em várias práticas é necessário aquecer soluções em tubos de ensaio. Nunca aplique calor no fundo do tubo; sempre aplique-o na região do tubo correspondente ao nível superior da solução. Seja cuidadoso, quanto a direção para onde o tubo está voltado; evite voltá-lo para a sua face ou na direção de um colega.
7. Evite ingerir reagentes químicos. Não coma e nem beba no laboratório. Lave bem as mãos antes de sair do laboratório.
8. Ao utilizar uma pipeta para retirar líquidos de frascos utilize sempre um pipetador (ou pêra). **Em nenhuma hipótese realize esta operação utilizando a boca para chupar o líquido.**
9. **Nunca adicione água (ou álcool) em ácidos. Sempre o ácido na água.**
10. Nunca realize experimentos não autorizados e nem trabalhe sozinho no laboratório.
11. Cuidado com material de vidro quente. Ao retirar material da estufa, faça-o utilizando uma luva apropriada e deixe-o resfriar por alguns minutos até pode-lo manipular com segurança.

12. Não jogue material sólido nem reagentes dentro das pias. Reagentes devem ser colocados em recipientes apropriados para posterior tratamento.
13. Ao introduzir rolhas em tubos de vidro, lubrifique o vidro levemente com água ou glicerina. Em seguida enrole parcialmente o vidro e a rolha com uma toalha de forma a proteger as mãos. Segure o tubo de vidro próximo a rolha e pressione-o levemente contra o orifício fazendo movimentos circulares.
14. Neutralize ácido ou base como a seguir:
  - Ácidos em roupas, use solução diluída de bicarbonato de sódio;
  - Álcali em roupa, use uma solução de ácido bórico (50 g/L);
  - Ácido ou Álcali sobre a bancada, utilize bicarbonato de sódio em ambos os casos, seguido de água.
15. Ao deixar o laboratório verifique se as torneiras de gás estão fechadas e todos os equipamentos utilizados devidamente desligados.

## Técnicas Básicas

---

Seu comportamento no laboratório é um fator determinante na sua segurança e no desenvolvimento eficiente de seus experimentos. Para desenvolver suas atividades laboratoriais de forma organizada, você deverá estudar o roteiro da aula *antes* de entrar no laboratório, preparando uma estratégia de trabalho onde deverão ser incluídos, por exemplo, os cálculos para o preparo de soluções e os valores de parâmetros encontrados na bibliografia.

O seu local de trabalho deve estar sempre limpo, devendo ser evitados obstáculos inúteis ao seu redor e em torno de seu sistema ou equipamento em uso. Quando montar um sistema, chame o responsável pelo laboratório, antes de iniciar o experimento, para uma verificação final.

Você deve aprender a limpar o seu próprio material, antes e depois do uso, tendo sempre em mente as *normas de segurança* do laboratório.

A seguir serão descritos alguns utensílios mais comuns utilizados em um laboratório, bem como, algumas das técnicas de manipulação geralmente empregadas. Na primeira aula do curso, serão feitas várias demonstrações que complementarão essas informações.

### UTENSÍLIOS DE VIDRO

Antes de utilizar qualquer material de vidro verifique se o mesmo não está quebrado ou se não possui trincas. Vidros quebrados podem causar cortes profundos e frascos trincados, quando aquecidos, podem quebrar, com consequências imprevisíveis. Todo o material de vidro quebrado deve ser entregue ao responsável pelo laboratório, pois grande parte pode ser recuperada.

O procedimento mais comum recomendado para a limpeza de materiais de vidro é o de lavar o objeto cuidadosamente com uma escova e detergente, enxaguar com água da

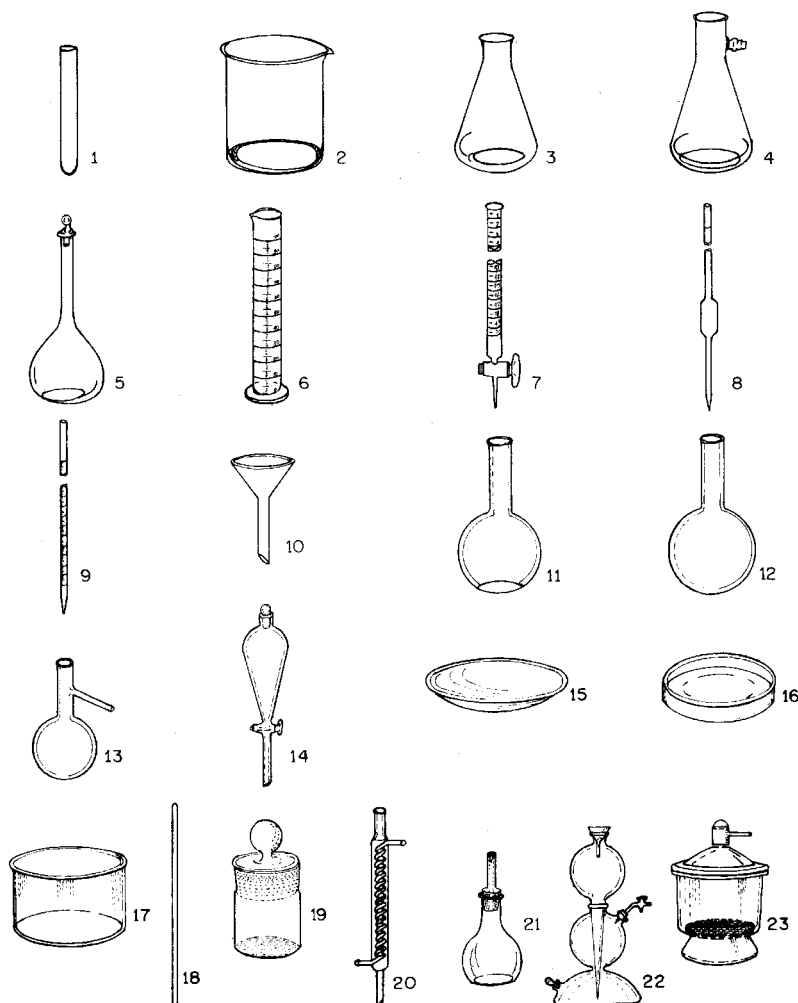
torneira e, finalmente, enxaguar com água destilada. Após a lavagem deixe a água escorrer colocando o objeto com a boca voltada para baixo ou seque-o em uma estufa. Quando for necessário a utilização imediata do material, enxague-o de duas a três vezes com pequenas porções da solução a ser utilizada.

Se uma limpeza mais cuidadosa for necessária, pode ser empregada uma solução de sulfocrômica, seguida de lavagem com água destilada. Cuidado ao empregar soluções de limpeza que contenham ácidos ou álcalis pois os respingos podem destruir suas roupas bem como causar queimaduras sérias. *Não as utilize sem a supervisão do responsável pelo laboratório!*

A **Figura 1** ilustra os materiais de vidro de uso mais comuns no laboratório, cujas denominações e principais usos são descritos a seguir:

1. *Tubo de Ensaio*: utilizado para realizar reações químicas em pequena escala;
2. *Béquer*: copo de vidro utilizado para preparar soluções e aquecer líquidos;
3. *Erlenmeyer*: usado para titulações e aquecimento de líquidos;
4. *Kitassato*: parte do conjunto usado para filtrações a vácuo;
5. *Balão Volumétrico*: frasco calibrado de precisão utilizado para preparar e diluir soluções;
6. *Cilindro Graduado (ou proveta)*: usado para medidas aproximadas de volumes de líquidos;
7. *Bureta*: usada para medidas volumétricas precisas;
8. *Pipeta Volumétrica*: usada para medir volumes fixos de líquidos;
9. *Pipeta Graduada*: usada para medir volumes variáveis de líquidos;
10. *Funil*: usado para transferências de líquidos e para filtrações. O funil com colo longo e estrias é chamado de funil analítico;
11. *Balão de Fundo Chato*: usado para aquecimento e armazenamento de líquidos;
12. *Balão de Fundo Redondo*: usado para aquecimento de líquidos e para realizar reações que envolvam desprendimento de gases;
13. *Balão de Destilação*: possui saída lateral e é usado para destilações;
14. *Funil de Decantação*: usado para a separação de líquidos imiscíveis;
15. *Vidro de Relógio*: usado para cobrir béqueres durante evaporações, pesagens, etc.;
16. *Placa de Petri*: usada para cobrir cristalizadores, para o desenvolvimento de culturas, e inúmeros outros fins;
17. *Cuba de Vidro*: utilizado para conter misturas refrigerantes e finalidades diversas;
18. *Bastão de Vidro*: usado na agitação e transferência de líquidos;
19. *Pesa-Filtro*: recipiente usado para a pesagem de sólidos;
20. *Condensadores*: utilizados na condensação de vapores em processos de destilação ou de aquecimento sob refluxo;
21. *Picnômetro*: utilizado na determinação da densidade de líquidos;
22. *Aparelho de Kipp*: utilizado na produção de gases, tais como, H<sub>2</sub>S e CO<sub>2</sub>;
23. *Dissecador*: utilizado no armazenamento de substâncias sob pressão reduzida ou em atmosfera com baixo teor de umidade.

**Figura 1.** Utensílios de vidro comuns em laboratórios químicos



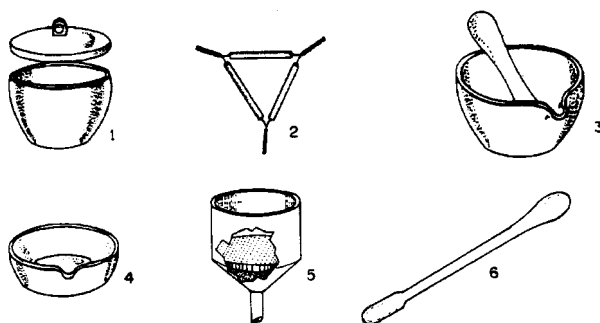
**OBSERVAÇÃO:** Não seque na estufa a vidraria graduada e volumétrica, pois o aquecimento, seguido de resfriamento, deformará o vidro, comprometendo a precisão das medidas posteriores.

### UTENSÍLIOS DE PORCELANA

Na **Figura 2** estão mostrados os utensílios mais comuns feitos de porcelana, cujos empregos são descritos a seguir:

1. *Cadinho*: usado em calcinações de substâncias;
2. *Triângulo de Porcelana*: usado para sustentar cadinhos de porcelana em aquecimentos diretos no bico de Bunsen;
3. *Almofariz e Pistilo*: usados para triturar e pulverizar substâncias sólidas;
4. *Cápsula*: usada na evaporação de líquidos;
5. *Funil de Büchner*: usado em conjunto com um kitassato para filtrações a vácuo;
6. *Espátula*: usada para a transferência de sólidos.

**Figura 2.** Utensílios de porcelana de uso em laboratórios químicos

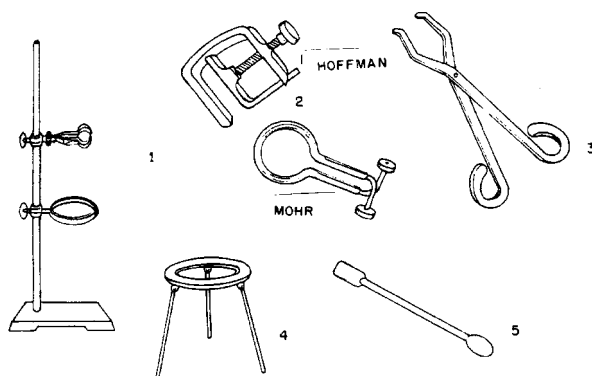


### UTENSÍLIOS METÁLICOS

Vários utensílios utilizados em um laboratório de Química são metálicos. Alguns deles são representados na **Figura 3** e seus usos específicos são descritos a seguir:

1. *Suporte Universal, Mufla e Garra:* usados na sustentação de peças para as mais diferentes finalidades. A garra metálica pode ser específica para determinadas peças, por exemplo, garra para buretas (garra dupla), garra para destiladores (formato arredondado) e anel para funil;
2. *Pinças de Mohr e de Hofmann:* usadas para impedir ou reduzir o fluxo de líquidos ou gases através de mangueiras;
3. *Pinça Metálica:* usada para segurar objetos aquecidos;
4. *Tripé:* usado como suporte de telas de amianto e de triângulos em processos de aquecimento com bico de Bunsen;
5. *Espátula:* similar a de porcelana é de uso mais comum devido ao preço e a grande variedade de formatos, contudo tem limitações quanto ao ataque por substâncias corrosivas.

**Figura 3.** Utensílios metálicos de uso em laboratórios químicos



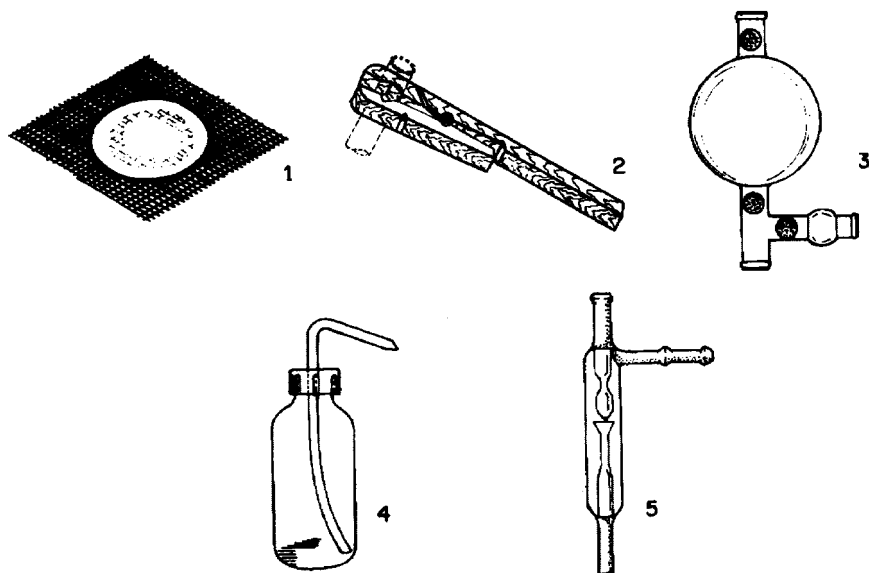


## OUTROS MATERIAIS

Além dos materiais já descritos, existem alguns outros materiais que são descritos a seguir e mostrados na **Figura 4**.

1. *Tela de Amianto*: usada para produzir uma distribuição uniforme de calor durante o aquecimento com um bico de gás. Trata-se de uma tela metálica com a região central coberta de amianto;
2. *Pinça de Madeira*: usada para segurar tubos de ensaio;
3. *Pipetador ou Pêra*: é para ser acoplado em pipetas, auxiliando na técnica de pipetar líquidos;
4. *Pisseta*: usualmente feita de plástico, pode conter água destilada,
5. *Trompa de Água*: acoplada a uma torneira, serve para aspirar o ar e reduzir a pressão no interior de um frasco (na figura correspondente está representada uma trompa feita de vidro).

**Figura 4.** Alguns utensílios de uso comum em laboratórios químicos



## MANUSEIO DE SÓLIDOS

Para retirar um sólido, na forma de pó ou grânulos, de um frasco é utilizada uma espátula cuidadosamente limpa, para evitar contaminações. Se o frasco tiver uma boca estreita, impossibilitando a introdução de uma espátula, deve ser feita em primeiro lugar, uma transferência do sólido para um pedaço de papel ou para um recipiente de vidro.

Após o uso, feche bem o frasco para evitar a contaminação do reagente através da entrada de poeira ou do aumento da umidade.

### MANUSEIO DE LÍQUIDOS

Quando retirar líquidos de um frasco, algumas precauções devem ser tomadas:

- Ao transferir um líquido, evite que o mesmo esorra externamente, danificando o rótulo de identificação, impedindo assim, a leitura do nome da substância;
- Antes de derramar um líquido, incline o frasco de modo a molhar o gargalo, o que evitará que o líquido escoe bruscamente.
- Ao verter líquidos em um recipiente utilize um funil ou um bastão de vidro pelo qual o líquido escorrerá;
- Em nenhuma circunstância coloque bastões de vidro, pipetas ou quaisquer outros materiais dentro de frascos de reagentes. Para pipetar, transfira uma porção do líquido para um frasco limpo e seco, e a partir deste efetue a operação;
- Não retorne líquido não utilizado ao frasco de reagente. Retire o mínimo necessário e o excesso coloque em um frasco separado para futuros usos ou para ser recuperado;
- Não coloque líquidos aquecidos dentro de frascos volumétricos, pois o processo de expansão/contração, devido ao aquecimento seguido de resfriamento, altera a calibração desses frascos.

### AQUECIMENTO DE SUBSTÂNCIAS

Os utensílios mais comuns utilizados no aquecimento de substâncias são: bico de Bunsen, chapa aquecedora e manta aquecedora. Alguns cuidados gerais devem ser observados quando da realização de aquecimento de substâncias:

- Não utilize uma chama para aquecer substâncias inflamáveis;
- Não aqueça substâncias em frascos volumétricos;
- Não aqueça substâncias em recipientes totalmente fechados;
- Iniciar sempre o aquecimento de forma branda, intensificando-o depois de alguns segundos;
- Ao aquecer líquidos em tubos de ensaio, não aqueça o fundo do tubo. Posicione a chama na altura do nível do líquido. Use uma pinça de madeira para segurar o tubo. Não volte a boca do tubo de ensaio em sua direção ou na direção de seus companheiros;
- Terminado o uso do gás, verifique se todos os registros estão devidamente fechados, evitando assim o perigo de escape.

### MANUSEIO DE TUBOS DE VIDRO

O trabalho com vidro exige muito cuidado, pois envolve o perigo de cortes e queimaduras (veja *Normas de Segurança*). As técnicas para cortar, dobrar e esticar tubos de vidro lhe será demonstrada (por um especialista) no primeiro dia de atividades.

### INSERÇÃO DE TUBOS DE VIDRO EM ROLHAS

Nesta operação verifique se:

- As bordas do tubo de vidro não contêm regiões cortantes;
- O orifício na rolha tem um diâmetro condizente com o diâmetro do tubo.

Em seguida, observe as seguintes etapas de procedimento:

- Aplique uma pequena quantidade de lubrificante à superfície do vidro (glicerina ou água);

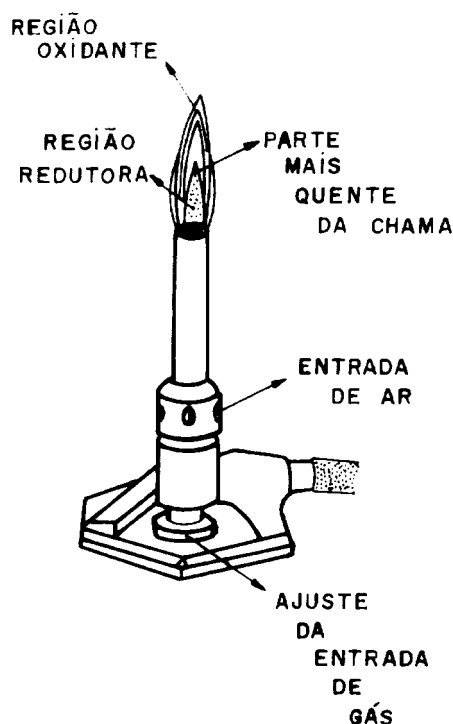


- Proteja as mãos com um tecido grosso;
- Segure o tubo de vidro bem próximo à rolha;
- Aplique uma leve pressão combinada com movimentos de rotação.

### MANUSEIO DO BICO DE BUNSEN

Geralmente o aquecimento em laboratório é feito utilizando-se queimadores de gases combustíveis sendo o mais simples deles o bico de Bunsen (**Figura 5**).

**Figura 5.** Esquema de um bico de Bunsen



Outro desses queimadores é o bico de Meker, o qual é uma modificação do bico de Bunsen. Este queimador é maior que o de Bunsen e possui uma grelha que ajuda na formação de uma chama mais quente e mais distribuída.

De uma maneira geral, o gás entra no queimador pela sua base e seu fluxo é regulado por uma torneira externa na parte inferior do bico. À medida que o gás sobe pelo tubo do queimador, o ar é injetado através de orifícios situados um pouco acima da base. A quantidade de ar pode ser controlada girando-se o anel que fica sobre os orifícios.

A etapa inicial para se acender um bico de gás é fechar a entrada de ar e posicionar o queimador longe de objetos inflamáveis. A seguir, deve-se abrir o gás e acender o queimador. A chama obtida apresenta uma cor amarela brilhante e é bastante grande. Esta chama é "fria" e inadequada ao uso porque a mistura é pouco oxidante. Para que uma chama mais quente seja obtida, deve-se deixar o ar entrar gradualmente no sistema, até que sua coloração se torne azulada. Nota-se então, duas regiões cônicas distintas, como

mostradas na **Figura 5**: a interna, mais fria, chamada de zona redutora, e a externa, quase invisível, chamada de zona oxidante. A região mais quente, com temperatura em torno de 1560 °C, está situada logo acima do cone interno.

## DESTINAÇÃO DE RESÍDUOS QUÍMICOS

Este conceito está intimamente relacionado às condutas e paradigmas relacionados aos profissionais da área ambiental. Desta forma a boa formação trará benefícios, não somente técnico, mas também cidadão.

Atualmente, existe uma preocupação crescente com a minimização da produção de resíduos e de suas destinações de forma racional. Esta conscientização é mandatória não somente em empresas que usufruem ou modificam substâncias químicas, mas também nos laboratórios de pesquisa, de controle e de ensino. Para tanto, os princípios da química verde têm sido cada vez mais empregados.

O tratamento de resíduos é uma parte essencial para qualquer laboratório de ensino de química. O gerenciamento de resíduos é essencial para o desenvolvimento do profissional afim à química. Associando-se à minimização de descarte, buscando-se a otimização da utilização de reagentes e solventes, são preocupações fundamentais para se contribuir na diminuição do impacto deletério do meio ambiente.

Na sociedade, o conceito de verde é julgado como sinônimo de sustentável e é apontado como peça determinante para o desenvolvimento social e econômico, preservando-se ao máximo o bioma dos recursos naturais.

A classificação de resíduos envolve a identificação do processo ou atividade que lhes deu origem.

A separação dos resíduos na fonte geradora em função das características químicas e a identificação da sua origem são parte integrante dos laudos de classificação. A descrição clara e inequívoca de matérias primas, de insumos e do processo no qual o resíduo foi gerado é considerada como a garantia para o tratamento e destinação seguros dos resíduos.

De acordo com as normas ABNT (NBR 12809 e 10004), os resíduos são classificados em:

- a) Classe I – Resíduos Perigosos;
- b) Classe II – Resíduos Não perigosos;
  - b1) Classe II A – Resíduos Não inertes.
  - b2) Classe II B – Resíduos Inertes.

Conceitualmente a periculosidade é aplicada a substâncias ou organismos vivos que, em função de propriedades físicas, químicas ou infectocontagiosas, podem apresentar risco à saúde pública, provocando mortalidade, incidência de doenças ou acentuando seus índices e riscos ao meio ambiente.

Segundo essas normas, o resíduo que não for classificado como perigoso poderia ser tratado como lixo comum e, portanto, poderia ser descartado no lixo ou no esgoto urbano. Entretanto, no caso de resíduos químicos toda atenção e cuidado devem ser tomados. A melhor opção é nunca descartar em lixo ou rede de esgoto e sempre verificar a possibilidade de recuperação, reciclagem ou doação.

Para se compreender o significado de periculosidade, o diagrama de Hommel (Figura 6), também conhecido como diamante do perigo, auxilia na classificação de produtos químicos.

**Figura 6. Diagrama de Hommel**



Fonte: Laboratório de Resíduos Químicos  
(<http://www.cpsc.usp.br/residuos/rotulagem/index.html>)

É bom lembrar que *o lema é sempre o da não geração de resíduos.*

Pergunta: como se chama um tambor de resíduos perigosos com uma gota de champanhe?

**Resposta:** *Resíduo perigoso!*

Pergunta: Como se chama um tambor de champanhe com uma gota de resíduos perigosos?

**Resposta:** *Resíduo perigoso!*

## Aula Experimental 1

---

### Medidas de massa, volume e temperatura e preparo de soluções

#### Objetivos

- ✓ Observar os tipos de medidas mais comuns em um laboratório de Química.
- ✓ Coletar dados quantitativos e interpretar os erros envolvidos em observações quantitativas.
- ✓ Conhecer algumas das propriedades físicas das substâncias.
- ✓ Aprender a preparar soluções aquosas.

#### Introdução

A Química é uma ciência basicamente experimental. O estabelecimento de teorias e leis fundamentais da natureza e do comportamento da matéria depende de medidas cuidadosas de várias grandezas, como, por exemplo, massa, volume, comprimento, temperatura, tempo e propriedades elétricas.

O sistema métrico de unidades é especialmente conveniente para a quantificação de medidas por tratar-se de um sistema decimal. As unidades métricas foram originalmente relacionadas a certas quantidades na natureza. Por exemplo, o metro foi estabelecido para ser  $10^{-7}$  vezes o arco de meridiano compreendido entre o equador e o pólo, ou seja,  $1/40.000.000$  do meridiano terrestre.

O primeiro metro padrão internacional foi definido como a distância - medida a  $0^{\circ}\text{C}$  e à pressão de 1 atmosfera - entre duas linhas finas gravadas em uma barra de uma liga platina- irídio mantida em uma cápsula no Instituto Internacional de Pesos e Medidas, na França. Essa liga não é atacada pela corrosão, sendo praticamente indestrutível

Em 1960, um novo padrão foi adotado na 11.<sup>a</sup> Conferência Geral de Pesos e Medidas e o metro padrão foi definido como sendo 1.650.763,73 comprimentos de onda da raia vermelho - alaranjada emitida pelo isótopo 86 de criptônio. Este padrão tem a vantagem de permitir comparações dez vezes mais precisas do que o padrão da liga metálica e com a conveniência de não sofrer perdas acidentais ou completa destruição.

Contudo, devido aos fatos de que o tempo pode ser atualmente medido muito precisamente com o uso de relógios atômicos e de que a velocidade da luz tem seu valor determinado com alta precisão, a Conferência Geral em Pesos e Medidas de 1983 redefiniu o metro em termos da velocidade da luz (padrão atualmente em vigor) como sendo "o comprimento do caminho percorrido pela luz no vácuo durante um intervalo de tempo de  $1/299.792.458$  de segundo".

O múltiplo e submúltiplos do metro (representado por m) de utilização mais comuns são mostrados na **Tabela 1**.

Uma outra unidade de medida que deve ser conhecida é o *ångström* ( $\text{\AA}$ ), cuja utilização é usual em *óptica* e em técnicas de raios-X:

$$1 \text{ \AA} = 10^{-8} \text{ cm} = 10^{-10} \text{ m}$$

**Tabela 1.** Múltiplos e submúltiplos do metro

1 km	1 quilômetro	$10^{+3}$ m
1 dm	1 decímetro	$10^{-1}$ m
1 cm	1 centímetro	$10^{-2}$ m
1 mm	1 milímetro	$10^{-3}$ m
1 $\mu\text{m}$	1 micrômetro	$10^{-6}$ m
1 nm	1 nanômetro	$10^{-9}$ m

O quilograma foi definido como sendo a massa de um decímetro cúbico ( $1.000 \text{ cm}^3$ ) de água. O presente padrão de massa é um cilindro da liga platina - irídio, mantido no Instituto Internacional de Pesos e Medidas, com massa de 1 quilograma. Cada país tem seus próprios padrões métricos, mas todos eles são baseados e cuidadosamente comparados com os originais mantidos na França.

Os submúltiplos mais comuns do quilograma (kg) são o grama (g) e o miligrama (mg). Os termos massa e peso são usualmente utilizados indistintamente pelos cientistas, apesar de representarem conceitos diferentes. Massa é definida em termos do padrão de quilograma em Paris; peso é uma força caracterizada pela ação da gravidade sobre uma massa.

Em Química, a preocupação primária é com a massa, porém, como virtualmente todas as pesagens no laboratório envolvem a comparação de uma massa desconhecida com uma massa padrão, a operação chamada de pesagem é realmente uma medida de massa. Esta dupleterminologia às vezes causa problemas.

Uma unidade usual de volume é o litro (L). Esta é uma unidade derivada, significando o volume encerrado em 1 decímetro cúbico. Observe que as unidades de volume têm dimensão de unidade de comprimento elevada ao cubo (Ex.:  $\text{m}^3$ ,  $\text{dm}^3$ ,  $\text{cm}^3$ , etc.). O mililitro (mL), a mais comum das unidades de volume em um laboratório químico, é igual a  $10^{-3}$  L. Recentemente, o mililitro foi redefinido precisamente como:  $1 \text{ mL} = 1 \text{ cm}^3$ .

As inúmeras definições apresentadas são aplicadas quando da realização de medidas físicas. Estas medidas, por sua vez, estão intrinsecamente relacionadas com a precisão dos equipamentos escolhidos para realizá-las. Os equipamentos devem ser consistentes com a precisão desejada. Por exemplo, para uma precisão de 1% no peso de uma amostra de 50 g é necessária somente uma balança com 0,5 g de precisão; contudo, se a amostra for da ordem de 1 g, será necessária uma balança com precisão de 0,01 g. Neste experimento, o estudante terá a oportunidade de utilizar balanças com diferentes precisões, escolhendo-as conforme a precisão necessária.



Através de medidas de massa ( $m$ ) e volume ( $V$ ) é possível determinar uma propriedade física importante da matéria: a *densidade* ( $d$ ), definida como a razão entre a massa e o volume ( $d = m/V$ ).

No sistema métrico esta razão pode ser expressa como gramas por centímetro cúbico ( $\text{g cm}^{-3}$ ) ou gramas por mililitro ( $\text{g mL}^{-1}$ ). Cada substância apresenta uma densidade característica, que depende da pressão e da temperatura em que é medida. Por exemplo: água ( $1,00 \text{ g cm}^{-3}$  a  $4 \text{ }^\circ\text{C}$ ), ouro ( $19,3 \text{ g cm}^{-3}$  a  $25 \text{ }^\circ\text{C}$ ) e gás hidrogênio ( $0,0899 \text{ g L}^{-1}$  a  $1 \text{ atm}$  e  $25 \text{ }^\circ\text{C}$ ). Os líquidos e os sólidos têm densidades bem maiores que os gases, sendo que as densidades dos primeiros têm pequenas dependências com a temperatura, enquanto que as densidades dos gases sofrem grandes alterações com pequenas mudanças na temperatura e na pressão.

As medidas de densidade são necessárias para uma grande variedade de importantes determinações em ciência, tais como a determinação do peso molecular de uma substância a partir da densidade de seu gás e a determinação da concentração de uma solução a partir de sua densidade.

Um conceito que é bem familiar a todos é o de temperatura. Tal fato decorre da sensibilidade do organismo humano a variações de temperatura. Quando um pedaço de gelo é tocado a sensação é de frio porque sua temperatura é mais baixa que a do corpo humano. Por outro lado, ao tocar água em ebulição a sensação é de “muito quente”. Nestes dois exemplos a descrição é dada tendo como referência a temperatura do corpo humano. De uma forma ligeiramente diferente, temperatura pode ser definida como o fator que determina a direção do fluxo de calor. Ou seja, quando dois corpos com temperaturas distintas se tocam, o calor flui daquele com temperatura mais elevada para aquele de temperatura mais baixa.

Para medir a temperatura pode ser usado um termômetro de mercúrio, pois este metal, como todas as outras substâncias, expande com o aumento da temperatura. Os termômetros utilizados em química são marcados em graus *Celsius*<sup>1</sup> (antigamente chamados “graus centígrados”, nomenclatura abandonada atualmente). Nesta escala, o ponto de fusão da água é marcado a  $0^\circ\text{C}$  e o ponto de ebulição a  $100 \text{ }^\circ\text{C}$ , sob pressão de 1 atmosfera.

A temperatura pode ser expressa em diferentes escalas, contudo uma escala particularmente importante em termodinâmica é a escala absoluta ou escala Kelvin<sup>2</sup>. A relação entre temperaturas medidas em kelvin ( $K$ ) e em  $^\circ\text{C}$  é:  $K = ^\circ\text{C} + 273,15$ .

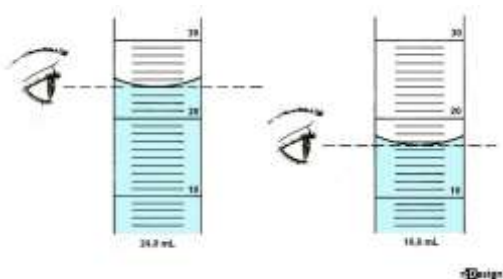
**OBSERVAÇÕES:**

- ✓ O uso das várias balanças disponíveis será explicado pelos encarregados do laboratório;
- ✓ Convém lembrar que uma balança é um instrumento de precisão, DEVENDO SER MANTIDA LIMPA! Utilizar um pincel para remover partículas sólidas que porventura venham a cair na câmara de pesagem ou sobre o(s) prato(s).
- ✓ Materiais líquidos derramados devem ser removidos utilizando um papel absorvente.
- ✓ Nunca pesar diretamente sobre o prato. Utilizar um béquer ou um pedaço de papel para depositar o material a ser pesado. Para tanto, calibrar a balança com o recipiente a ser utilizado vazio.



- ✓ Tomar muito cuidado ao manusear os termômetros, principalmente o de precisão, pois são instrumentos frágeis.
- ✓ Sempre realizar as leituras de volume no ponto mais baixo do menisco, como mostrado na **Figura 1**. Observar a posição dos olhos em relação ao nível do líquido.

**Figura 1.** Forma de leitura de volumes em frascos graduados



### PARTE A: COMPARAÇÃO DA PRECISÃO DE FRASCOS VOLUMÉTRICOS

1. Pesar os frascos 1 a 5 COM AS ROLHAS CORRESPONDENTES, em uma balança analítica e anotar as medidas na folha de relatório. Utilizar um papel para segurar o material de vidro a fim de evitar alterações de peso devido à gordura das mãos;
2. Utilizando o suporte universal e a garra apropriada, montar a bureta. Em seguida, chamar o responsável para verificar a montagem e orientar sobre a correta manipulação da bureta;
3. Encher a bureta com água destilada, observando para que não haja bolhas de ar retidas na região próxima à torneira. Se forem observadas bolhas de ar, abrir a torneira, deixando o fluxo de água arrastá-las. Terminar de completar o volume da bureta, até a marca de zero, anotando em seguida a leitura do volume inicial com o devido erro (observar a **Figura 1**);
4. Transferir aproximadamente 25 mL da água contida na bureta ao frasco 1, fechar o frasco COM A ROLHA CORRESPONDENTE, esperar cerca de 30 segundos para que a água escorra pelas paredes da bureta e então ler o volume final, anotando-o devidamente.
5. Utilizando a pipeta volumétrica de 25 mL transferir, com o auxílio de um pipetador (observar a **Figura 2** e chamar o responsável para explicar a correta manipulação da pipeta e do pipetador), 25 mL de água destilada ao frasco 2, tampando-o em seguida COM A ROLHA CORRESPONDENTE;
6. Repetir o procedimento anterior utilizando a pipeta graduada de 10 mL, transferindo 25 mL de água para o frasco 3. OBSERVAR QUE COM A PIPETA GRADUADA A TRANSFERÊNCIA É REALIZADA EM TRÊS ETAPAS;

**Figura 2.** Utilização de pipeta volumétrica. O volume restante na ponta da pipeta não deve ser retirado - o volume correto já leva em conta este resíduo



7. Medir a temperatura ambiente;
8. Pesar os frascos COM AS ROLHAS CORRESPONDENTES, com a mesma balança utilizada anteriormente, anotando os novos valores na folha de relatório e a temperatura ambiente;
9. A seguir, encher a proveta e o béquer até a marca de 25 mL com água destilada. Transferir cada um desses 25 mL aos frascos 4 e 5 (vazios e secos), respectivamente;
10. Voltar a fechá-los COM AS ROLHAS CORRESPONDENTES e pesá-los em seguida. Não esquecer de anotar o resultado das pesagens, bem como a temperatura ambiente.

### **PARTE B: PRECISÃO DE MEDIDAS VOLUMÉTRICAS COM PROVETA E BÉQUER**

1. Completar o volume da bureta com água e anotar o volume marcado;
2. Colocar a proveta sob a bureta e preenchê-la até a marca de 25 mL, tão exatamente quanto possível;
3. Em seguida, ler o volume marcado na bureta, esvaziar a proveta e repetir o procedimento por mais duas vezes;
4. Repetir o mesmo procedimento dos parágrafos anteriores por três vezes, utilizando o béquer no lugar da proveta;
5. Anotar os volumes iniciais e finais da bureta na folha de relatório.

### **PARTE C: PRECISÃO EM MEDIDAS DE TEMPERATURA**

1. Preparar 1 béquer de 250 mL com mistura de água destilada e gelo e um outro de 600 mL com água destilada em ebulição;
2. Separar os três termômetros: o de precisão, o de escala de 0 a 110 °C e o de escala de 0 a 360 °C;
3. Colocar um dos termômetros no banho de gelo e esperar até a estabilização da leitura de temperatura; Anotar.
4. Em seguida, colocar imediatamente o termômetro no banho de água em ebulição e acompanhar a variação de temperatura com o tempo. Anotar na folha do

relatório o tempo em que o termômetro acusa 8 leituras de temperatura, começando a medição a partir de 70 °C até a temperatura de estabilização. Anotar o valor final obtido.

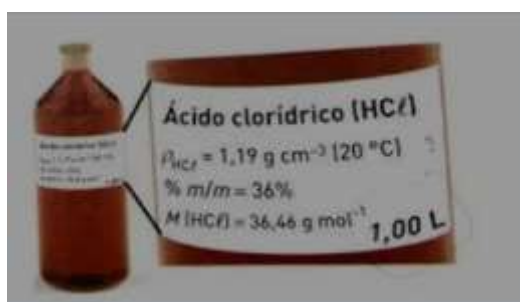
5. Repetir o procedimento anterior, fazendo o inverso, ou seja, partindo da água em ebulição colocar o termômetro no banho de gelo. Acompanhar a variação da leitura com o tempo e anotar na folha do relatório o tempo em que o termômetro acusa 8 leituras de temperatura, começando a medição a partir de 30 °C até a temperatura de estabilização. Anotar o valor final obtido

Repetir as duas experiências descritas acima utilizando os outros dois termômetros.


### Instruções para a próxima aula

#### Preparo de solução de HCl e de NaOH

A partir das informações do rótulo do frasco de HCl concentrado, calcular como preparar 200 mL de uma solução de concentração 0,10 mol L<sup>-1</sup>.



A partir das informações do rótulo do frasco de NaOH, calcular como preparar 250 mL de uma solução de concentração de 0,10 mol L<sup>-1</sup>.

 <b>HIDRÓXIDO DE SÓDIO PA. (LENTILHAS)</b> NaOH PM. 40,00 CORROSIVO R: 35 S: 2 - 26 - 37/39 LOTE Nº 01477	Nº 1021 1000 gr.	<b>ESPECIFICAÇÕES</b> Pureza <b>min 97%</b> <b>LIM. MÁX. DE IMPUREZAS</b> Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 0,001% Na <sub>2</sub> O 0,001% Sulfato 0,001% Cálcio 0,001% Magnésio 0,001% Alúmina 0,001% Silício 0,001% Comp. Hidrogenada 0,001% Peróxido 0,001% Metais Pesados 0,001%	 Perigo Fórmula: NaOH Peso Molecular: 40 g/mol Ponto de ebulição: 1390 °C (1013 hPa) Ponto de Fusão: 323 °C
--	---------------------	---	---

#### Diluição de soluções

Construa uma tabela com os volumes necessários da solução de HCl de concentração aproximada 0,1 mol L<sup>-1</sup>, para a preparação de soluções de concentração final aproximada de 0,01; 0,001 e 0,05 mol L<sup>-1</sup>, com volume final de 1 L.

Repita o procedimento para a solução de NaOH.

## Aula Experimental 2

# Ácidos e bases: determinação e construção de escala de pH

### Objetivos

- ✓ Aprender a técnica de titulação ácido-base utilizando uma bureta para medir o volume e um indicador para determinar o ponto de viragem da titulação.
- ✓ Determinar a constante de dissociação do ácido acético através de medidas de pH de uma solução contendo uma concentração conhecida de ácido acético e de acetato de sódio.
- ✓ Aprender a utilizar um medidor de pH e indicadores para medir o pH de uma solução.

### Procedimento Experimental

*Produtos Químicos:* ácido clorídrico; hidróxido de sódio; ácido acético; carbonato de sódio p.a.; biftalato de potássio p.a.; solução de HCl e de NaOH preparadas no Experimento 1; fenolftaleína; alaranjado de metila; verde de bromocresol; tropeolina 00; soluções tampão com pH definidos.

*Outros Materiais:* medidor de pH; bureta de 50 mL (1); balões volumétricos de 50 (1), 100 (2), 250 (1) e 500 mL (1); provetas de 25 (1) e 100 mL (1); béquer de 50 mL (6); Erlenmeyer de 250 mL (3); tubo de ensaio (20).

**SEGURANÇA:** Antes da realização da aula experimental, leia as FISPQ de todos os produtos químicos a serem utilizados na aula. Após a aula, descarte adequadamente os resíduos químicos gerados.

### Parte A: Padronização da solução de NaOH 0,10 mol L<sup>-1</sup>

1. Pese em balança analítica aproximadamente 0,400 e 0,500 g de biftalato de potássio p.a., anotando corretamente as massas.
2. Coloque cada uma das amostras em Erlenmeyers, acrescente 25 mL de água destilada a cada amostra e agite com cuidado até a dissolução total do sal;
3. Adicione a cada Erlenmeyer contendo a solução de ftalato ácido de potássio, 1 gota de fenolftaleína;
4. Encha a bureta com a solução de NaOH recém-preparada no experimento 1;
5. Titule cada amostra com a solução de NaOH, até o aparecimento de uma leve coloração rosada que persista por aproximadamente 30 segundos. Este é o ponto final da titulação. Anote o volume de solução de NaOH. Particularmente nas proximidades do ponto de equivalência as adições da solução de NaOH deverão ser lentas;
6. Repita o procedimento com a outra massa de ftalato ácido de potássio.

### Parte B: Padronização da solução de HCl 0,10 mol L<sup>-1</sup>

1. Pipetar 10,00 mL do ácido clorídrico para um Erlenmeyer, adicionar cerca de 10 mL de água e 1 gota de solução de fenolftaleína.
2. Titular com a solução de NaOH padronizada no item A, até o aparecimento da primeira coloração rosa claro persistente;
3. Anotar o volume gasto, calcular a concentração analítica da solução de HCl em mol L<sup>-1</sup>, apresentando a reações químicas envolvidas.
4. Repetir o procedimento.

### Parte C: Uso de indicadores para medidas de pH

O primeiro passo é a preparação de padrões de pH para comparação.

1. Utilizar uma solução 0,10 mol L<sup>-1</sup> de HCl para a solução de pH = 1,0.
2. Cuidadosamente, diluir 5 mL da solução 0,10 mol L<sup>-1</sup> de HCl, com água destilada, a um volume de 50 mL em um balão volumétrico. Após misturar bem a solução, isto fornecerá uma solução de pH = 2,0.
3. Seguindo o mesmo procedimento com 5,0 mL da solução de pH = 2,0, será obtida uma solução de pH = 3,0.
4. Para o intervalo intermediário de pH de 4 a 6 serão fornecidas soluções tampão adequadas.
5. Limpar cuidadosamente uma série de seis tubos de ensaio e etiquetá-los.
6. Colocar 5 mL do padrão de pH = 1 no primeiro tubo.
7. Colocar 5 mL do padrão de pH = 2 no segundo tubo.
8. Continuar a colocação de 5 mL dos diferentes padrões, até ter cada deles (pH de 1 a 6) em cada um dos tubos de ensaio.
9. A cada um deles adicionar uma gota de indicador *tropeolina 00* e homogeneizar as soluções.
10. Anotar as cores que são características de cada pH.
11. Manter os três ou quatro tubos que mostraram variação de cor para comparação com uma solução desconhecida.
12. Repetir o procedimento utilizando o indicador *alaranjado de metila*, anotando cuidadosamente as observações sobre mudanças de cor e separar os três ou quatro tubos cujas soluções apresentaram mudança de coloração.
13. Finalmente, repetir o procedimento com o indicador *verde de bromocresol*. Não esquecer de anotar as observações e separar os tubos com soluções que tiveram a coloração alterada.

Quando este procedimento tiver terminado, deverá haver sobre a bancada cerca de doze tubos de ensaio devidamente etiquetados, mostrando os intervalos de cores de cada um dos três indicadores.

Para determinar o pH de uma solução desconhecida que será fornecida:

1. Colocar, em três tubos de ensaio limpos, 5 mL da solução em cada um.

2. Adicionar uma gota de cada um dos indicadores utilizados anteriormente em cada um dos tubos.
3. Pela comparação das cores das amostras da solução desconhecida com os padrões preparados, será possível estimar o pH da solução desconhecida.

## Aula Experimental 3

### Solubilidade de sólidos em líquidos

#### Objetivos

- ✓ Observar o comportamento de soluções insaturadas, saturadas e supersaturadas.
- ✓ Construir a curva de solubilidade de um sal inorgânico.

#### Procedimento Experimental

*Materiais:* bico de Bunsen; tubos de ensaio; pinça de madeira; béquer; proveta de 10 mL; balança semi-analítica; termômetro.

*Reagentes:* tiosulfato de sódio pentaidratado ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ); nitrato de potássio ( $\text{KNO}_3$ ).

**SEGURANÇA:** Antes da realização da aula experimental, leia as FISPQ de todos os produtos químicos a serem utilizados na aula. Após a aula, descarte adequadamente os resíduos químicos gerados.

#### PARTE A: Soluções insaturadas, saturadas e supersaturadas

##### A1

1. Colocar cerca de 1 mL de água destilada em um tubo de ensaio.
2. Adicionar uns poucos cristais de tiosulfato de sódio pentaidratado.
3. Agitar até que o sal se dissolva totalmente.
4. Adicionar mais alguns cristais e agitar.
5. Os cristais se dissolveram? A solução, antes dessa última adição, estava saturada ou insaturada? O que você deve observar para poder afirmar que a solução está saturada?

##### A2

1. Adicionar à mesma solução uma espátula da solução de tiosulfato de sódio.
2. Agitar o tubo por alguns minutos.
3. Observar se há variação na temperatura da mistura.
4. Se todos os cristais se dissolverem, adicionar mais sal, agitar o tubo durante um minuto, e repetir esse procedimento até que o sal adicionado não mais se dissolva.
5. Esperar a mistura decantar e transferir a solução sobrenadante para um tubo de ensaio seco.
6. Adicionar um cristal de tiosulfato de sódio a essa solução e agitar por um minuto.
7. O cristal adicionado se dissolveu? Esta solução está saturada?

##### A3

1. Transferir a solução de volta para o primeiro tubo de ensaio, onde ficaram os cristais de tiosulfato de sódio não dissolvidos.
2. Adicionar mais cinco pontas de espátula do sal e aquecer o tubo de ensaio até que todos os cristais se dissolvam por completo.
3. Agitar o tubo suavemente durante o aquecimento, para que o conteúdo se misture bem. Não permitir que o líquido entre em ebulição.





4. Colocar o tubo de ensaio em um béquer com água à temperatura ambiente, e deixar o sistema em repouso durante cerca de cinco minutos.
5. Caso comece a haver cristalização na mistura, aquecer o tubo de ensaio novamente para dissolver os cristais, e colocar o tubo novamente na água fria.
6. Quando a solução houver esfriado até a temperatura ambiente, segurar o tubo na mão de modo a poder perceber uma eventual variação de temperatura no sistema, e adicionar um pequeno cristal (*gérmen de cristalização*) de tiosulfato de sódio.
7. Observar o que ocorre. Antes da colocação do gérmen, a solução estava saturada? Explicar.

### PARTE B: Obtenção da curva de solubilidade do $\text{KNO}_3$

Para a construção da curva de solubilidade do nitrato de potássio, serão determinadas as temperaturas em que 10 soluções, de concentrações conhecidas, tornam-se saturadas. Isto será feito pela preparação de soluções insaturadas e o abaixamento de suas temperaturas; o início da cristalização indica as temperaturas em que cada solução se torna saturada. Cada equipe irá determinar um ponto da curva, assim, ao final do experimento, cada equipe deverá coletar os dados de toda a classe para a construção do gráfico.

1. Pesar, em balança semi-analítica, a quantidade de nitrato de potássio que lhes é atribuída. Supondo 15 equipes, por exemplo, as massas poderão ser 1,00; 2,00; 3,00; 4,00; 5,00; 6,00; 7,00; 8,00; 9,00; 10,00; 11,00; 12,00; 13,00; 14,00 ou 15,00 g.
2. Fazer transferências quantitativas desse sal para tubos de ensaio secos.
3. Adicionar 10,0 mL de água destilada ao tubo de ensaio.
4. Aquecer cuidadosamente a mistura. Não permitir a ebulição, nem a projeção delas para fora do tubo de ensaio.
5. Quando todo o sólido houver dissolvido, cessar o aquecimento, colocar o termômetro na solução e deixar esfriar.
6. Retirar o termômetro, agitar rapidamente, retornar o termômetro, e observar atentamente, pois a temperatura deverá ser anotada no instante em que for possível observar o início da cristalização do sal.
7. Caso não haja cristalização quando a solução atingir a temperatura ambiente, introduzir o tubo de ensaio num béquer com água gelada.
8. Prosseguir com a agitação e a observação atenta até que os cristais comecem a se formar.
9. Repetir as determinações da temperatura como descrito no item 6, utilizando a mesma mistura (basta reaquecer o tubo de ensaio até dissolver os cristais, e acompanhar novamente a queda da temperatura).
10. Caso as duas temperaturas obtidas sejam concordantes, calcular a média aritmética das duas.
11. Caso as duas temperaturas sejam muito diferentes, repetir o procedimento até encontrar duas medidas que sejam próximas.
12. Colocar os valores médios de temperatura numa tabela para a consulta das demais equipes, e anotar os resultados obtidos por todos.



## Aula Experimental 4

### Reações de óxido-redução

#### Objetivos

- ✓ Compreensão de reações redox.
- ✓ Determinação da concentração de íons Fe(II) em uma amostra desconhecida.
- ✓ Verificar o comportamento de reações redox espontâneas. Construir uma tabela redox com os pares eletroquímicos estudados.

#### Procedimento Experimental

##### *Materiais necessários*

Água destilada; balança analítica; béquer 50mL; bico de Bunsen; bureta; erlenmeyer de 250 mL; erlenmeyer de 250 mL com tampa; oxalato de sódio; proveta 100 mL; solução de ácido clorídrico; solução de ácido sulfúrico; solução de permanganato de potássio; termômetro; espátula; vidro de relógio, pedaços de cobre, zinco e ferro; solução de FeCl<sub>2</sub> (recém preparada); solução de Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>; solução de CuSO<sub>4</sub>; solução de ZnSO<sub>4</sub>; tubo de ensaio.

**SEGURANÇA:** Antes da realização da aula experimental, leia as FISPQ de todos os produtos químicos a serem utilizados na aula. Após a aula, descarte adequadamente os resíduos químicos gerados.

#### Parte A: Permanganometria

##### **Determinação de íons Fe(II) em amostra desconhecida com solução padronizada de KMnO<sub>4</sub>**

1. Coloque 10 mL da amostra contendo Fe(II) em um erlenmeyer de 250 mL.
2. Acrescente 50 mL de água e 10 mL de ácido sulfúrico 1 mol L<sup>-1</sup>.
3. Titule com a solução padronizada de KMnO<sub>4</sub> 0,02 mol L<sup>-1</sup>.
4. Repetir o procedimento mais uma vez.

OBS: A solução passará por uma coloração amarelada, mas o ponto final é o vermelho claro. Calcular a concentração analítica da solução de permanganato de potássio.

#### Parte B: Estudo da interação entre metais

##### **B1: Verificação do sentido espontâneo da reação Zn || Pb**

1. Em um béquer colocar 10 mL de solução de Pb(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub> (acetato de chumbo);
2. Mergulhar nessa solução um bastão de zinco limpo, deixando-o, para melhor observação, suspenso na solução;
3. Em outro béquer, adicionar 10 mL de uma solução de ZnSO<sub>4</sub> (sulfato de zinco) e mergulhar um bastão de chumbo;
4. Verificar o que acontece.
5. Escrever as reações químicas envolvidas, no caderno de laboratório.

**B2: Cu, Zn e Fe e seus íons**

1. Colocar pequena quantidade (ponta da espátula) dos metais cobre, zinco e ferro em 6 diferentes tubos de ensaio devidamente identificados (sendo o mesmo metal em dois tubos diferentes);
2. Adicionar a cada um deles aproximadamente 40 gotas de solução  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$  dos íons dos outros metais, ou seja: **TUBO 1:**  $\text{Cu} + \text{Zn}^{2+}$ ; **TUBO 2:**  $\text{Cu} + \text{Fe}^{2+}$ ; **TUBO 3:**  $\text{Zn} + \text{Cu}^{2+}$ ; **TUBO 4:**  $\text{Zn} + \text{Fe}^{2+}$ ; **TUBO 5:**  $\text{Fe} + \text{Cu}^{2+}$ ; **TUBO 6:**  $\text{Fe} + \text{Zn}^{2+}$ ;
3. **NÃO ESQUECER DE IDENTIFICAR OS TUBOS ADEQUADAMENTE, INDICANDO METAL E ÍON ADICIONADO!!!!!!**
4. Observar o que ocorre e determinar qual metal é o agente redutor mais forte e qual é o mais fraco;
5. Estabelecer também quais são os íons que apresentam características de agente oxidante mais forte e mais fraco;
6. Construir uma série redox com esses pares.

## Aula Experimental 5

# Cinética química: influência da concentração e da temperatura na velocidade das reações químicas

### Objetivos

- ✓ Estudar a influência da concentração sobre a velocidade das transformações químicas.
- ✓ Estudar a influência da temperatura do meio reacional sobre a velocidade das transformações químicas.
- ✓ Ilustrar o método de obtenção de uma curva de calibração e usá-la para determinar a concentração de uma solução desconhecida.

### Introdução

Todas as reações químicas se desenvolvem com uma velocidade definida que depende da natureza dos reagentes, de suas concentrações, da temperatura, da superfície exposta dos reagentes e da presença de catalisadores. Muitas reações, como a explosão de uma mistura de oxigênio e hidrogênio, ocorrem tão rapidamente que a medida de sua velocidade é extremamente difícil. Outras, como a oxidação de ferro (formação de ferrugem), são tão vagarosas que as medidas de velocidade são também difíceis. Porém, existem muitas reações incluindo aquela que será realizada nesta prática, que ocorrem a velocidades fáceis de serem calculadas. Chama-se cinética química o estudo das velocidades das reações. Quanto à natureza dos reagentes, observa-se que as reações iônicas geralmente tendem a ser mais rápidas do que as reações que envolvem a quebra de ligações covalentes. Considerando-se a estrutura submicroscópica da matéria, uma reação química pode ocorrer somente quando os átomos, íons ou moléculas dos reagentes entram em contato através das colisões. Assim, a velocidade de uma dada reação dependerá da frequência com a qual as partículas colidem. Porém, nem todas as colisões produzem uma reação química, porque elas não têm as condições energéticas necessárias (Figura 1) ou porque não apresentam as orientações relativas adequadas (Figura 2).

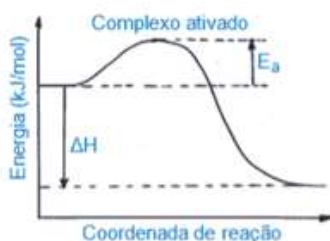


Figura 1 - Gráfico com complexo ativado e energia de ativação

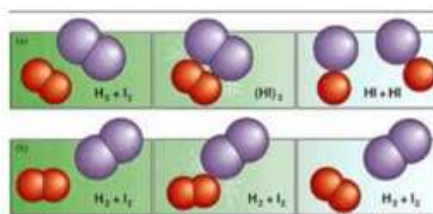


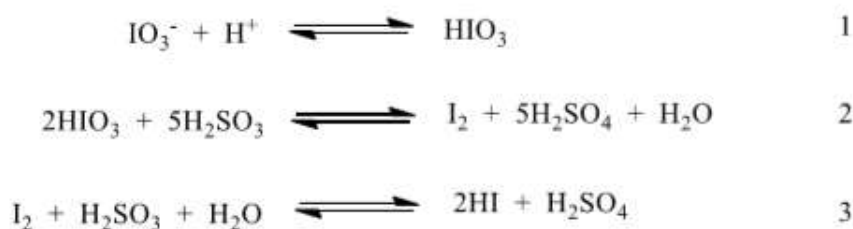
Figura 2 - Esquemas de colisões

De qualquer modo, qualquer mudança de condições que aumente o número de colisões entre as partículas, aumentará a velocidade de uma reação química. Experimentalmente observa-se que as seguintes mudanças aumentam a velocidade de uma reação:

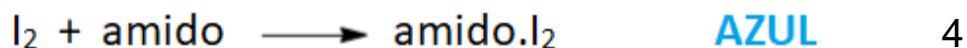
a) Aumento de concentração do reagente, com isto aumenta o número de partículas num dado volume e, portanto, as colisões serão mais frequentes. b) Aumento da temperatura. Isto acelera as partículas e por isso ocorrem mais colisões por unidade de tempo. A velocidade de reação também aumenta porque mais moléculas terão energia suficiente para vencer a barreira de energia para esta reação. Muitas vezes a velocidade de reação dobra para cada aumento de temperatura de 10 °C. c) Aumento da área superficial das partículas. Um pedaço de carvão requer certo tempo para queimar, enquanto que o carvão pulverizado pode produzir uma explosão por causa do aumento da área superficial. d) catalisadores aumentam a velocidade de reação. Inibidores podem ser usados para desacelerar velocidades de reações. Os catalisadores atuam diminuindo a barreira energética (energia de ativação).

Muitas vezes para uma reação ocorrer são necessários vários estágios elementares sucessivos antes que haja formação de produto final. O conjunto destes estágios é definido como mecanismo de uma reação e a velocidade de reação é então determinada pelas velocidades individuais de todos estes estágios. Se um deles for mais lento que os demais, a velocidade de reação

dependerá da velocidade deste único estágio mais lento, que é, portanto, o determinante da velocidade. As reações que ocorrerão nesta prática são as seguintes:



Enquanto houver íons sulfito, o iodo molecular, I<sub>2</sub>, formado conforme a equação 2, será reduzido a iodeto como descrito pela equação 3.



Ao se acumular iodo molecular, ele formará um aduto de cor azul com o amido, equação 4, indicando com precisão o final da reação, possibilitando uma medida do tempo de reação. A fim de verificar-se o efeito da concentração dos reagentes sobre a velocidade de uma reação, será construído um gráfico a partir dos dados dos experimentos conduzidos a partir de cinco (5) soluções contendo concentrações diferentes de iodato. A concentração desconhecida de iodato de uma solução pode então ser determinada a partir do gráfico construído. Nesta prática, pode-se construir um gráfico de leitura fácil, colocando-se o inverso do tempo no eixo das ordenadas e a concentração molar no eixo das abscissas. O inverso do tempo é proporcional à velocidade média de reação. Para

verificar o efeito da temperatura sobre a velocidade de uma reação, serão mantidas as concentrações das soluções dos reagentes e variada a temperatura.

**Segurança:** O contato com iodo na pele pode causar lesões, dependendo da suscetibilidade do indivíduo. O iodo neste experimento estará complexado com amido, contudo evite contato da solução com a pele. Em caso de contacto lave a região afetada com água e sabão. Antes da realização da aula experimental, leia as FISPQ de todos os produtos químicos a serem utilizados na aula. Após a aula, descarte adequadamente os resíduos químicos gerados.

### Procedimento

*Materiais necessários:* Balão volumétrico de 50 mL; Bastão de vidro; Béquer de 50 mL, 100 mL e 150 mL; Bureta; Pipeta Pasteur; Solução de iodato de potássio; Solução de bissulfito de sódio; Solução desconhecida; Termômetro.

#### A – Influência da concentração na velocidade da reação

1. Solução 1: 4,28 g de  $\text{KIO}_3$  em 1 L de solução (solução pronta);
2. Solução 2: 0,852 g  $\text{NaHSO}_3$ , 4 mL de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  conc a 50 mL de suspensão de amido, em 1 L de solução (Solução pronta);
3. Condicionar a bureta (identificada como 1) com pequenas porções da solução 1 e a bureta (identificada como 2) com a solução 2;
4. Colocar as buretas no suporte vertical e completar seus volumes com as soluções 1 e 2, até a marca zero;
5. Preparar as soluções de **A** até **E** conforme indicado na Tabela 1, do seguinte modo: no balão volumétrico de 50 mL marcado **1**, colocar, diretamente da bureta, a quantidade indicada na Tabela 1. Acrescentar água destilada até a marca de volume do balão volumétrico. Agitar bem. Para o balão volumétrico **2**, repita a operação com a Solução 2. Não esquecer de utilizar a pipeta Pasteur para ajustar o menisco do balão.
6. Para efetuar a reação, transferir a solução 1 para um béquer de 150mL. Colocar um bastão de vidro nessa solução. Transferir a solução 2 para outro béquer de 100mL;
7. Colocar a solução 2 na solução 1 e disparar imediatamente o cronômetro. Agitar a mistura com o bastão de vidro durante 2 ou 3 segundos. Anotar o tempo necessário para o aparecimento da cor azul;
8. Repetir esse procedimento para cada solução (de B até E). Entre cada uso, lavar os béqueres com água destilada;
9. Usando uma solução desconhecida no lugar da Solução 1, proceder à mistura conforme a Tabela 1 usando o mesmo procedimento das anteriores. Anotar o tempo.

**Tabela 1.** Modo de preparo das soluções 1 e 2 e tempo de reação

Amostra	Solução 1 (mL)	Solução 2 (mL)	Tempo de reação (s)	Tempo recíproco (s <sup>-1</sup> )	Concentração molar após mistura (V <sub>f</sub> = 100 mL)	
					KIO <sub>3</sub>	NaHSO <sub>3</sub>
A	5,00	10,00				
B	10,00	10,00				
C	15,00	10,00				
D	20,00	10,00				
E	25,00	10,00				
Amostra desconhecida		10,00				

10. Fazer o gráfico padrão colocando a concentração de KIO<sub>3</sub> no eixo horizontal e o tempo recíproco no eixo vertical. Traçar a melhor reta entre os pontos experimentais;
11. Use o gráfico como padrão para determinar a concentração da solução desconhecida.

**B – Influência da temperatura na velocidade da reação**

1. Colocar no balão volumétrico marcado **1**, 15,0 mL da solução 1, completar o volume com água destilada até 50 mL;
2. Colocar no balão volumétrico marcado **2**, 10,0 mL de solução 2, completar o volume com água destilada até 50 mL;
3. Transferir as soluções 1 e 2 dos balões para os béqueres 1 e 2, respectivamente, e coloque os béqueres dentro de um banho de água aquecida e espere as soluções atingirem 32°C. Colocar um termômetro em cada béquer. Lembre-se que a temperatura deve ser medida no meio da solução;
4. Colocar a solução do béquer 2 no béquer 1 para efetuar a reação marcando o tempo como na experiência anterior, fora do banho de água aquecida;
5. Anotar o tempo e a temperatura no momento da reação;
6. Efetuar os cálculos e comparar com o resultado obtido na **amostra C** do experimento anterior;
7. Repetir o procedimento anterior, substituindo o aquecimento pelo resfriamento em banho de gelo com água. Não se esqueça de anotar a temperatura da solução, que deverá estar entre 4 e 6°C;

Anote a temperatura ambiente para poder comparar seus resultados com os descritos na Tabela 1.

## Aula Experimental 6

### Volumetria de precipitação e de complexação

#### Volumetria de precipitação

##### Objetivo

- ✓ Preparar uma solução padronizada de  $\text{AgNO}_3$ ;
- ✓ Determinar a concentração de íons cloreto ( $\text{Cl}^-$ ) em soluções desconhecidas, utilizando volumetria de precipitação.

##### Parte experimental I – Preparo e padronização da solução de $\text{AgNO}_3$

- 1- Pesar aproximadamente 4,00 g (com precisão de  $\pm 0,01$  g) de  $\text{AgNO}_3$ ;
- 2- Transferir essa massa para um balão volumétrico de 250 mL;
- 3- Dissolver, homogeneizar e completar o volume;
- 4- Pesar duas porções de NaCl, previamente seco em estufa a 120 °C por 24 h, com aproximadamente 0,17 g com precisão de  $\pm 0,1$  mg e transferir cuidadosamente cada porção para um erlenmeyer;
- 5- Dissolver o NaCl em aproximadamente 50 mL de água, adicionar 1 mL de cromato de potássio 5%;
- 6- Titular com a solução de nitrato de prata e calcular a concentração desta solução.

Atenção: a solução de prata deve ser sempre encapada com papel alumínio, para evitar redução de  $\text{Ag}^+$  para  $\text{Ag}^0$ , por ação da luz.

A solução de  $\text{Ag}^+$  é tóxica e mancha as mãos, a bancada e o avental! Em excesso, pode causar queimaduras. Cuidado!

##### Parte experimental II – Determinação da concentração da solução de KCl: Método de Mohr

- 1- Retirar duas alíquotas de 25,00 mL da solução de concentração desconhecida de KCl e transferi-las para dois erlenmeyers;
- 2- Adicionar 1 mL da solução de cromato de potássio 5% e titular;
- 3- Calcular a concentração da solução desconhecida de KCl.

#### Volumetria de complexação

##### Objetivo

- ✓ Preparar uma solução padronizada de EDTA;
- ✓ Determinar o teor de cálcio e magnésio em água dura, o teor de cálcio em leite e em uma amostra de calcário.



### Parte experimental I – Preparo da solução padrão de $\text{Ca}^{2+}$

- 1- Pesar aproximadamente 0,20 g (com precisão de  $\pm 0,1$  mg) de  $\text{CaCO}_3$ ;
- 2- Dissolver essa massa com ácido clorídrico diluído (1:2 v/v) gota a gota, tomando cuidado para não haver excesso de ácido;
- 3- Transferir para um balão volumétrico de 100 mL e completar o volume;
- 4- Calcular a concentração de  $\text{Ca}^{2+}$  na solução resultante.

### Parte experimental II – Preparo e padronização da solução de EDTA

- 1- Pesar aproximadamente 3,60 g de  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (com precisão de  $\pm 0,1$  mg);
- 2- Dissolver em um béquer com aproximadamente 100 mL de água;
- 3- Transferir essa massa para um balão volumétrico de 250 mL e completar o volume;
- 4- Calcular a concentração de EDTA na solução;
- 5- Retirar duas alíquotas de 25,0 mL da solução de cálcio e adicionar 10,0 mL de água destilada, 2 mL de solução de NaOH 10% m/v e 3 mL de etanolamina;
- 6- Adicionar 3 gotas do indicador Calcon (1% m/v) e adicionar NaOH gota a gota até a coloração da solução se tornar rosa;
- 7- Titular as duas alíquotas de 25,0 mL da solução de cálcio com a solução de EDTA;
- 8- Calcular a concentração real da solução de EDTA.

### Parte experimental III – Determinação da concentração de $\text{Ca}^{2+}$ em água dura

- 1- Adicionar duas alíquotas de 10,00 mL da amostra de água dura em dois erlenmeyers diferentes;
- 2- Adicionar 10,0 mL de água destilada, 2 mL de solução de NaOH 10% m/v e 3 mL de etanolamina;
- 3- Adicionar 3 gotas do indicador Calcon (1% m/v) e adicionar NaOH gota a gota até a coloração da solução se tornar rosa;
- 4- A solução deve apresentar pH próximo a 12;
- 5- Titular a solução resultante com a solução padrão de EDTA;
- 6- Calcular a concentração de cálcio na água dura;
- 7- Expressar a dureza encontrada em ppm e  $\text{mol L}^{-1}$ . Compare seus resultados com aqueles obtidos pela turma.

### Parte experimental IV – Determinação da concentração de $\text{Ca}^{2+}$ e $\text{Mg}^{2+}$ (dureza total) em água dura

- 1- Adicionar duas alíquotas de 5,00 mL da amostra de água dura em dois erlenmeyers;
- 2- Adicionar 3 mL de trietanolamina, 10 mL da solução tampão pH 10 e uma “ponta de espátula” de negro de ério T;
- 3- Titular com a solução padrão de EDTA e calcular a concentração de  $\text{Ca}^{2+}$  e  $\text{Mg}^{2+}$  e a de  $\text{Mg}^{2+}$  por diferença, usando o resultado da etapa anterior;
- 4- Expressar a dureza em ppm e as concentrações de  $\text{Ca}^{2+}$  e  $\text{Mg}^{2+}$  em  $\text{mol L}^{-1}$ .



**REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

ATKINS, P.; JONES, L. Princípios de Química. Porto Alegre: Bookman, 2012.

BACCAN, N.; ANDRADE, J.C.; GODINHO, O.E.S.; BARONE, J.S. Química analítica quantitativa elementar. São Paulo: Edgard Blücher, 2005. 308 p.

CHRISTIAN, G.D. Analytical chemistry. New York: John Wiley, 1994. 830 p.

FORMOSINHO, S.J., Fundamentos de Cinética Química. Lisboa, Fundação Calouste Gulbenkian, 1982, pp. 16 a 51.

SKOOG, D. A.; WEST, D.M.; HOLLER, F.J. Fundamentos de química analítica. São Paulo: CENGAGE Learning, 2010. 999 p.