

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA  
INSTITUTO DE QUÍMICA**



**LABORATÓRIO DE QUÍMICA  
FUNDAMENTAL**

**IQD 114090**

**ROTEIRO DOS EXPERIMENTOS**

**Segundo semestre de 2024**

**Brasília, outubro de 2024.**

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA**

**INSTITUTO DE QUÍMICA**



**GRADUAÇÃO**  
**IQD 114090**

**LABORATÓRIO DE QUÍMICA FUNDAMENTAL**

**Revisão para o 2º/2024:**

**Dra. Luciana Diniz Borges e Dr. David Mark Mendes Pinho**

**Segundo período de 2024.**

## Conteúdo

A. CALENDÁRIO PROPOSTO:.....	6
B. CONDIÇÕES PARA APROVAÇÃO: .....	6
C. MATERIAS BÁSICOS: .....	11
ANÁLISE DE DADOS .....	18
<b>Experimento 1 – Medidas de massa e volume; calibração e erro .....</b>	<b>23</b>
1.1 Objetivos.....	23
1.2 Introdução.....	23
1.3. Materiais, Reagentes e Equipamentos .....	25
1.4. Parte Experimental .....	25
1.4.1. Calibração de pipetas graduada e volumétrica .....	25
1.4.2 Calibração de balão volumétrico .....	27
1.4.3 Calibração de proveta .....	28
1.5 Resultados e Discussões (para as turmas que adotam o Relatório) .....	28
Referências .....	28
ANEXOS.....	29
<b>Experimento 2 – Preparo e diluição de soluções.....</b>	<b>30</b>
2.1. Objetivos.....	30
2.2. Introdução.....	30
2.3. Materiais, reagentes e equipamentos .....	31
2.4. Parte experimental .....	31
2.4.1. Preparação da solução de Ácido Clorídrico (HCl) 0,4 mol/L.....	31
2.4.2. Preparação da solução de Hidróxido de Sódio (NaOH) 1,0 mol/L.....	32
2.4.3. Solução de ácido acético 0,04 mol/L .....	33
2.5. Resultados e Discussões (para as turmas que adotam o Relatório) .....	34
2.6. O que fazer com os Resíduos Químicos? .....	34
Referências .....	34
<b>Experimento 3 – Padronização de Soluções.....</b>	<b>35</b>
3.1. Objetivos.....	35
3.2. Introdução.....	35
3.3. Materiais, Reagentes e Equipamentos .....	37
3.4. Parte Experimental .....	38
3.4.1. Padronização das Soluções de Hidróxido de Sódio.....	38
3.4.2. Padronização do Ácido Clorídrico .....	38
3.4.3. Influência dos indicadores no ponto final da titulação .....	39
3.5. Resultados e Discussões (para as turmas que adotam o Relatório) .....	39
3.6. O que fazer com os Resíduos Químicos? .....	40
Referências .....	40
<b>Experimento 4 – Síntese do Ácido Acetilsalicílico (AAS).....</b>	<b>41</b>
4.1. Objetivo .....	41
4.2. Introdução.....	41
4.3. Materiais, Reagentes e Equipamentos .....	42
4.4. Parte Experimental .....	42

Acompanhamento da reação .....	42
4.5. Resultados e Discussões(para as turmas que adotam o Relatório) .....	444
4.6. O que fazer com os Resíduos Químicos? .....	44
Referências .....	44
<b>Experimento 5 - Calorimetria .....</b>	<b>45</b>
5.1. Objetivos.....	45
5.2. Introdução.....	45
5.3. Materiais, Reagentes e Equipamentos .....	45
5.4. Parte experimental .....	46
5.4.1. Capacidade Calorífica do Calorímetro .....	46
5.4.2. Calor Específico de um Metal.....	46
5.4.3. Entalpia de Neutralização .....	46
5.4.4. Entalpia de Decomposição do Peróxido de Hidrogênio.....	47
5.5. Resultados e Discussões(para as turmas que adotam o Relatório) .....	47
5.6. O que fazer com os Resíduos Químicos? .....	48
Referências .....	48
<b>Experimento 6 - Equilíbrio Químico .....</b>	<b>49</b>
6.1. Objetivos.....	49
6.2. Introdução.....	49
6.3. Materiais, Reagentes e Equipamentos .....	50
6.4. Parte Experimental .....	50
6.4.1. Equilíbrio Homogêneo .....	50
6.4.2. Equilíbrio Heterogêneo .....	51
6.4.3. Equilíbrio de hidrólise do íon bicarbonato em presença do CO <sub>2</sub> .....	52
6.5. Resultados e Discussões (para as turmas que adotam o Relatório) .....	53
6.6. O que fazer com os Resíduos Químicos? .....	53
Referências .....	53
<b>Experimento 7 – Ácidos e Bases: medidas de pH.....</b>	<b>54</b>
7.1. Objetivos.....	49
7.2. Introdução.....	49
7.3. Materiais, Reagentes e Equipamentos .....	50
7.4. Parte Experimental .....	50
7.5. Resultados e Discussões (para as turmas que adotam o Relatório) .....	58
7.6. O que fazer com os Resíduos Químicos? .....	58
Referências .....	58
<b>Experimento 8 - Cinética Química – Velocidade de Reações Químicas.....</b>	<b>59</b>
8.1. Objetivos.....	59
8.2. Introdução.....	59
8.3. Materiais, Reagentes e Equipamentos .....	60
8.4. Parte Experimental .....	60
8.4.1. Efeito da concentração .....	60
8.4.2. Efeito da temperatura .....	61
8.4.3. Efeito do catalisador .....	62

8.5. Resultados e Discussões (para as turmas que adotam o Relatório) .....	63
8.6. O que fazer com os Resíduos Químicos? .....	63
Referências .....	63
<b>Experimento 9 – Eletroquímica: Pilhas .....</b>	<b>64</b>
9.1. Objetivos.....	64
9.2. Introdução.....	64
9.3. Materiais, Reagentes e Equipamentos .....	65
9.4. Parte experimental .....	66
9.5. Resultados e Discussões (para as turmas que adotam o Relatório) .....	68
9.6. O que fazer com os Resíduos Químicos? .....	68
Referências .....	68
<b>Experimento 10 – Eletroquímica: Processos Eletrolíticos .....</b>	<b>69</b>
10.1. Objetivos.....	69
10.2. Introdução.....	69
10.3. Materiais, Reagentes e Equipamentos .....	70
10.4. Parte experimental .....	70
10.4.1. Eletrodeposição de um metal: eletrólise de uma solução de sulfato de cobre .....	70
10.4.2. Oxidação anódica: Dissolução anódica de cobre metálico .....	71
10.4.3. Deposição simultânea de cobre metálico e dióxido de manganês.....	71
10.4.4. Eletrólise de uma solução mista de sulfato de zinco e iodeto de potássio.....	71
10.5. Resultados e Discussões (para as turmas que adotam o Relatório).....	72
10.6. O que fazer com os Resíduos Químicos? .....	72
Referências .....	72
ANEXOS .....	73

## **APRESENTAÇÃO**

Este conjunto de experimentos, orientações e sistemas de avaliação constitui a **Apostila** para a disciplina **Laboratório de Química Fundamental** (IQD 114090) dos seguintes cursos do Instituto de Química da Universidade de Brasília:

- Bacharelado em Química
- Licenciatura em Química
- Tecnológico em Química

A apostila foi elaborada a partir da orientação e de sugestões do Grupo REUNI/CAPES, composto pelos professores e bolsistas REUNI, de

Patrícia Fernandes Lootens Machado

Amanda Queiroz Guimarães

Gabriel Cardoso Oliveira da Silva

Lilian Braga

Marcelo Oliveira

encarregado pelo IQ de reformular a Disciplina, de forma a torná-la mais representativa no que diz respeito a técnicas que o estudante vai encontrar no seu curso de graduação. O Grupo foi estabelecido no primeiro semestre de 2009 e se reúne periodicamente para novas avaliações e alterações de conteúdo.

**A. CALENDÁRIO PROPOSTO:****LABORATÓRIO DE ENSINO DE QUÍMICA FUNDAMENTAL - IQD 114634 - 2º/2024**

<b>Semana</b>	<b>(Lab. AT. 66/21 e AT. 80/21)</b>	
1	14/10/24 – 18/10/24	Aula introdutória e apresentação do curso: Normas de segurança e vidraria; entrega de ementa.
2	21/10/24 – 25/10/24	Experimento 1: Medidas de massa e volume; calibração e erro
3	28/10/24 – 01/11/24	Experimento 2: Preparo e diluição de soluções <b>(Feriado 28/10/24, segunda-feira – Dia do Servidor Público)</b>
4	04/11/24 – 08/11/24	<b>Semana Universitária</b>
5	11/11/24 – 15/11/24	Experimento 3: Padronização de soluções (para as turmas de terça e quarta-feira) <b>(Feriado 15/11/24, sexta-feira – Proclamação da República)</b>
6	18/11/24 – 22/11/24	Experimento 3: Padronização de soluções (apenas para as turmas de sexta-feira) <b>(Feriado 20/11/24, quarta-feira – Dia da Consciência Negra)</b>
7	25/11/24 – 29/11/24	Experimento 4: Preparação da aspirina
8	02/12/24 – 06/12/24	Finalização do Experimento 4: Preparação da aspirina - pesagem Experimento 5: Calorimetria
9	<b>09/12/24 – 13/12/24</b>	<b>Avaliação 1:</b> sobre os 5 experimentos iniciais
10	16/12/24 – 20/12/24	<b>Semana Livre para Reposição*</b>
11	23/12/24 – 04/01/25	<b>Intervalo do Semestre</b>
12	06/01/25 – 10/01/25	Experimento 6: Equilíbrio Químico
13	13/01/25 – 17/01/25	Experimento 7: Ácidos e Bases: medidas de pH
14	20/01/25 – 24/01/25	Experimento 8: Cinética química - velocidade de reações
15	27/01/25 – 31/01/25	Para as turmas do Laboratório 80/21: Experimento 9: Eletroquímica – pilhas  Para as turmas do Laboratório 66/21: Experimento 10: Eletroquímica - processos eletrolíticos
16	03/02/25 – 07/02/25	Para as turmas do Laboratório 66/21: Experimento 9: Eletroquímica – pilhas  Para as turmas do Laboratório 80/21: Experimento 10: Eletroquímica - processos eletrolíticos
17	<b>10/02/25 – 14/02/25</b>	<b>Avaliação 2:</b> sobre os 5 experimentos finais
18	17/02/25 – 21/02/25	Notas, vistas e menções

*\*As datas de reposição previstas no calendário são para **TURMAS** que perderam a prática (ou provas) por razão justificável, e não para poucos alunos. Caso algum aluno, por motivo justificável, perca uma prática, ele poderá, em casos excepcionais e com a anuência de seu professor, repor o experimento em outra turma ao longo da semana vigente. A reposição poderá ser feita em turmas que não comprometam a segurança do laboratório e com a autorização do docente que ministrará a aula do dia em que o aluno puder fazer a reposição.*

## **B. CONDIÇÕES PARA APROVAÇÃO:**

O professor poderá adotar o seu próprio sistema. Abaixo são sugeridos dois sistemas de avaliação.

### **I. Sistema com base em testes e relatórios:**

A avaliação dos trabalhos de Laboratório será feita com base em:

- 1) Notas de 10 testes (2 ou 3 questões cada) aplicados antes e/ou após os experimentos (peso 30%).
- 2) Notas de 10 relatórios dos experimentos (peso 30%).
- 3) Notas de 2 avaliações (práticas ou escritas, a critério do professor) (peso 40%).

**Média final** = Média dos Testes (x 0,3) + Média dos Relatórios (x 0,3) + Média das Avaliações (x 0,4)

**Média final**  $\geq 5,0$  e **Frequência**  $\geq 75\%$

### **II. Sistema com base em testes-relato pós-experimentos:**

A avaliação dos trabalhos de Laboratório será feita com base em:

- 1) Notas de 10 testes-relatos aplicados após os experimentos (peso 60 %).
- 2) Nota de 2 avaliações (práticas ou escritas, a critério do professor) (peso 40%).

**Observação:** no teste-relato, feito logo após o experimento, o aluno responderá algumas questões e fará um relato sobre o experimento, apresentando os dados obtidos e as anotações realizadas.

**Média final** = Média dos Testes-relato (x 0,6) + Média das Avaliações (x 0,4)

**Média final**  $\geq 5,0$  e **Frequência**  $\geq 75\%$

### **Observações gerais sobre os experimentos:**

- 1) Constituem-se de aulas práticas com acompanhamento do professor e monitor.
- 2) O não comparecimento a qualquer aula, teste, ou prova, bem como a não entrega de relatórios, quando for o caso, implicará em nota zero.
- 3) Qualquer pedido de revisão deverá ser feito ao professor antes do término do período letivo.
- 4) Ao final do semestre, serão aceitos os pedidos de revisão de menção final, dentro do prazo previsto no Calendário Acadêmico.
- 5) As menções finais serão atribuídas de acordo com o procedimento da UnB.

**Na primeira aula, os alunos formam dupla se adotam um local na bancada que será sempre utilizada pela mesma dupla durante o semestre.**



## B.1 RECOMENDAÇÕES GERAIS

Por razões de segurança, solicita-se que, durante as aulas, quando necessário, deve ser requisitado o auxílio de professor, do técnico ou do monitor de turma. **O uso de jaleco de algodão e mangas compridas, óculos de proteção, sapato fechado e calça comprida são obrigatórios nesta disciplina, bem como para o desenvolvimento de qualquer atividade experimental no Instituto de Química, como prevê a resolução do IQ nº 11/2009.** Essas são medidas visam à segurança de cada aluno e dos demais usuários do laboratório. **Sem qualquer um desses Equipamentos de Proteção Individual (EPI) o aluno será impedido de assistir as aulas.**

Pelas características perigosas de um laboratório, onde se manuseiam diversos produtos químicos, é expressamente proibido beber, comer, maquiar-se e fumar. Nesta disciplina serão exercitadas e cobradas boas práticas de segurança em laboratório.

O professor informará, no primeiro dia de aula, o Sistema de Avaliação adotado, se o Sistema I, com testes e relatórios, ou o Sistema II, com testes-relato, ou, ainda, outro sistema definido pelo professor, bem como a distribuição do tempo das aulas para testes, explicações, testes-relato e parte experimental na bancada, incluindo a limpeza dos materiais antes e depois do experimento.

Recomenda-se que os grupos procedam com a lavagem e limpeza de toda vidraria e material que utilizarão na aula, antes de fazer o experimento. Ao final da aula, deve-se atentar para a disposição correta dos resíduos. Os grupos deverão observar como encontraram a bancada e os materiais, limpos e organizados, e, ao final da aula, devem deixar da mesma forma. O professor ou alguém que ele designar fará a supervisão para liberar o grupo.

Se adotado o Sistema I de Avaliação, no prazo de **uma semana**, após a realização do experimento, o **GRUPO** deverá entregar um relatório no qual deverão estar descritas todas as observações macroscópicas realizadas durante a aula com as respectivas interpretações, acompanhadas de equações químicas balanceadas, se houver. Na próxima Seção, B2, são disponibilizadas as características das várias partes que compõem um relatório.

Se adotado o Sistema II de Avaliação, o professor fornecerá as condições de preparação do teste-relato. Entretanto, o docente poderá adotar um sistema próprio de avaliação.

## B.2 RECOMENDAÇÕES PARA ELABORAÇÃO E ENTREGA DE RELATÓRIOS

O professor também define a forma como o Relatório deverá ser preparado, se manuscrito ou digitado, e outras definições quanto a papel, fonte, espaçamento etc. A seguir são sugeridas as várias partes que compõem um relatório e que servem como orientação básica para o aluno.

**Capa:** deve trazer, pelo menos, as seguintes informações:

- créditos à Instituição;
- número e título do respectivo experimento;
- nome completo e número de matrícula dos dois alunos da dupla;
- turma e professor; e
- data de execução do experimento e do relatório.

Obrigatoriamente o relatório deve conter as seguintes partes:

(o título da seção do Relatório está apontado em **negrito** e o valor de cada seção está indicado ao final, entre parênteses)

1. **Resumo** do experimento (0,5 ponto)

Inicialmente, deve ser feito um resumo dos principais aspectos a serem abordados no relatório, tendo por base as etapas constantes do procedimento experimental desenvolvido e dos resultados obtidos. Esse item deve ser elaborado de forma clara e sucinta para proporcionar ao leitor as informações contidas no documento. **Não deve ultrapassar 100 palavras.**

2. Breve **Introdução Teórica** à matéria do respectivo experimento (1,5 ponto)

A cópia literal e não referenciada de textos das bibliografias consultadas, sejam elas livros, artigos ou arquivos da internet será considerada plágio, o que se constitui grave infração, como crime de falsidade ideológica.

3. **Objetivos** do respectivo experimento (0,5 ponto)

4. Descrição detalhada da **Parte Experimental**- Procedimento (1 ponto)

Descrição detalhada do experimento realizado, dos métodos analíticos e técnicas empregadas, bem como descrição dos instrumentos utilizados. Não deve ser escrita como um receituário. Esse item precisa conter elementos suficientes para que qualquer pessoa possa ler e reproduzir o experimento no laboratório. Utiliza-se desenhos e diagramas para esclarecer sobre a montagem da aparelhagem ou esquema das experiências. Não deve incluir resultados ou a sua discussão.

5. **Resultados e Discussões** (5,0 pontos)

Descrição detalhada do que foi observado, interpretação dos fenômenos observados à luz de uma teoria existente, equações químicas balanceadas das reações, representando os fenômenos observados, tabelas, gráficos e espectros.

Esta é a principal parte do relatório, em que serão mostrados todos os resultados obtidos, podendo ser numéricos ou não. Deverá ser feita uma análise dos resultados obtidos, com as observações e comentários pertinentes. Em um relatório desse tipo, espera-se que o aluno discuta os resultados em termos dos fundamentos teóricos estabelecidos na introdução, mas também que sejam descritos os resultados e observações inesperados, procurando uma justificativa plausível para os fatos. Podem ser utilizadas tabelas, gráficos e figuras como suporte para melhor esclarecer o que se pretende explicar.

6. **Conclusão** geral (1,0 ponto)

Neste item, deverá ser feita uma avaliação, a qual descreverá se os objetivos estabelecidos foram alcançados, bem como se deve fazer uma análise global do experimento realizado. É necessário apresentar, de forma sucinta, os fatos extraídos do experimento, apontando possíveis explicações, fontes de erro experimental e oferecer uma crítica ao experimento como um todo. Não é uma síntese do que foi feito (isso já está no Resumo) e também não é a repetição da discussão.

**Referências** consultadas (0,5 ponto)

Listar a bibliografia consultada para a elaboração do relatório, utilizando as normas recomendadas pela ABNT:

Sobrenome do autor, iniciais do nome completo. Título do livro: subtítulo. Tradutor. Nº da edição. Local de publicação: Editora, Ano de publicação, Páginas consultadas.

Ex.: ATKINS, P.; LORETTA, J. Princípios de Química: questionando a vida moderna e o meio ambiente. Tradução Ricardo Bicca de Alencastro. 3 ed. Porto Alegre: Bookman, 2006, p. 383.

Listar sítios consultados com data da consulta como, por exemplo:

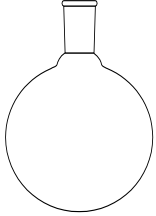
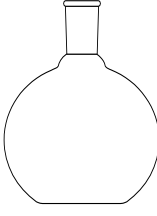
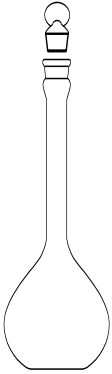
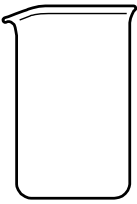


Nome do Portal (ou Autor). Título da Matéria. Disponível em: [www.siteconsultado.com.br](http://www.siteconsultado.com.br). Acessado em: 14/10/2024.

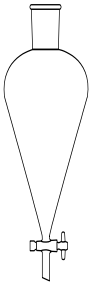
**NOTAS IMPORTANTES**



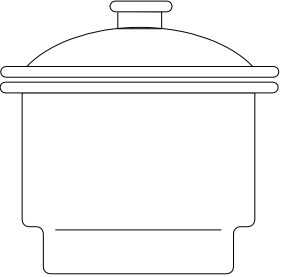
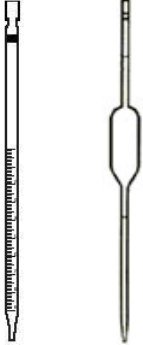
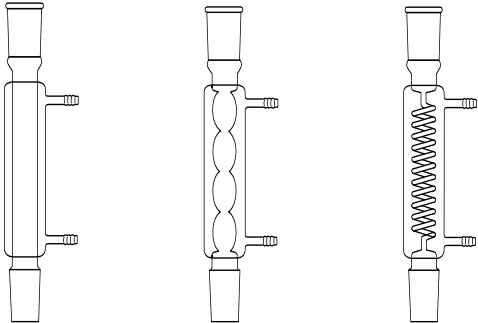
- Cada grupo deverá entregar o relatório no prazo de uma semana após a realização do experimento e até o início do experimento seguinte; cada 12 horas de atraso na entrega acarretará a perda de um ponto na nota do relatório.

- O professor definirá se o relatório deve ou pode ser encaminhado via correio eletrônico.

**C. MATERIAS BÁSICOS:****C.1 MATERIAIS DE VIDRO (VIDRARIAS)**

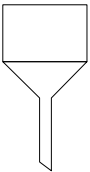
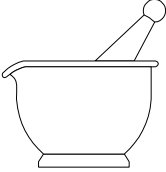
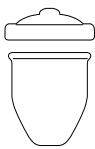


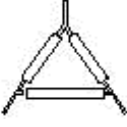
<p><b>Balão de fundo redondo</b></p>  <p>Muito utilizado em destilações, sendo usado para colocar o líquido a ser destilado ou serve para coletar o líquido após a condensação do vapor.</p>	<p><b>Balão de fundo chato</b></p>  <p>Usado para armazenar ou aquecer líquidos e reações com desprendimento de gases.</p>	<p><b>Balão volumétrico (*)</b></p>  <p>Empregado no preparo e na diluição de soluções de concentração definida.</p>
<p><b>Béquer (*)</b></p>  <p>Recipiente usado na pesagem de sólidos, dissolução de substâncias, aquecimentos de líquidos e reações de precipitação e recristalização. Pode ser aquecido sobre o tripé com a proteção da tela de amianto.</p>	<p><b>Tubo de ensaio</b></p>  <p>Usado para efetuar reações em pequenas escalas, como testes de reações. Pode ser aquecido diretamente na chama do bico de Bunsen com muito cuidado.</p>	<p><b>Bureta (*)</b></p>  <p>Vidraria calibrada para medida precisa de volume. Serve para escoar volumes variáveis de líquidos e é muito utilizada em titulações.</p>

<p><b>Erlenmeyer</b></p>  <p>Muito usado em titulações, dissolução de substâncias, reações químicas e no aquecimento de líquidos.</p>	<p><b>Kitassato ou kitasato</b></p>  <p>Utilizado para efetuar filtrações a vácuo e nas reações de obtenção de gases.</p>	<p><b>Proveta (*)</b></p>  <p>Empregada para medir e transferir volumes aproximados de líquidos. Recipiente de vidro ou plástico.</p>
<p><b>Funil simples</b></p>  <p>Usado na filtração de líquido e retenção de partículas sólidas. Utiliza-se no interior do funil um filtro que pode ser de papel, lã de vidro e algodão; a sua escolha depende do tipo de material a ser filtrado.</p>	<p><b>Funil de separação ou decantação (*)</b></p>  <p>Utilizado em extração, decantação, separação de líquidos imiscíveis e adição gradativa de reagentes durante uma reação química.</p>	<p><b>Vareta de vidro, bastão ou baqueta</b></p>  <p>Empregado para agitar, homogeneizar as substâncias e auxiliar na transferência de um líquido de um recipiente para outro.</p>

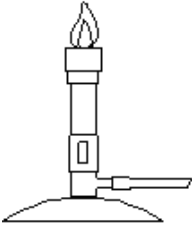

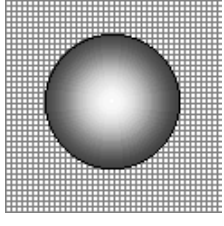
<p style="text-align: center;"><b>Picnômetro (*)</b></p>  <p>Utilizado para determinar a densidade relativa de substâncias sólidas ou líquidas com grande precisão.</p>	<p style="text-align: center;"><b>Vidro relógio</b></p>  <p>Serve para cobrir béqueres, evaporar líquidos das soluções lentamente e realizar pesagens em geral.</p>	<p style="text-align: center;"><b>Dessecador</b></p>  <p>Utilizado para resfriar e guardar substâncias em ambiente com baixo teor de umidade.</p>
<p style="text-align: center;"><b>Pipeta(*)</b></p>  <p>(A) (B)</p> <p>Usada para transferências de volumes de líquidos.</p> <p>(A) Pipetas graduadas - permitem medir volumes variáveis de líquidos.</p> <p>(B) Pipetas volumétricas - permitem medir um volume fixo de líquido com elevada precisão.</p>	<p style="text-align: center;"><b>Condensador</b></p>  <p>(A) (B) (C)</p> <p>Empregado para condensar vapores gerados pelo aquecimento de líquidos. Usados nas destilações ou aquecimentos sob refluxo. Os mais empregados em laboratório são:</p> <p>(A) Condensador reto – apresenta uma superfície de condensação pequena não sendo indicado para o resfriamento de líquidos de baixo ponto de ebulição.</p> <p>(B) Condensador de bolas - usado em refluxo. Permite que vapores condensados retornem ao balão de origem.</p> <p>(C) Condensador de serpentina – apresenta uma maior superfície de condensação é usado principalmente no resfriamento de líquidos de baixo ponto de ebulição.</p>	

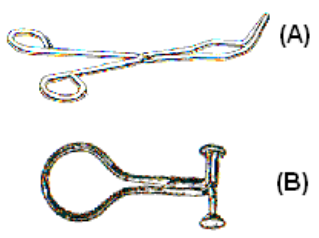



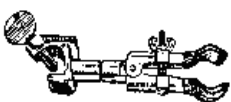

**(\*) Estes materiais não devem ser aquecidos para não perder a calibração.**

### C.2 MATERIAIS DE PORCELANA

<p><b>Funil de Büchner</b></p>  <p>Usado em filtração a vácuo e deve ser acoplado a um frasco de kitasato.</p>	<p><b>Almofariz e pistilo</b></p>  <p>Utilizado para triturar e pulverizar amostras sólidas.</p>	<p><b>Cadinho de porcelana</b></p>  <p>Usado na secagem, no aquecimento e na calcinação de substâncias.</p>
<p><b>Cápsula de porcelana</b></p>  <p>Usada em evaporação de solução, sublimação, calcinação e secagem de sólidos.</p>	<p><b>Espátula</b></p>  <p>Utilizada para transferir substâncias sólidas. É fabricada em aço inoxidável, porcelana e plástico.</p>	<p><b>Triângulo de porcelana</b></p>  <p>Suporte para cadinho em aquecimento direto no bico de Bunsen.</p>

### C.3 MATERIAIS METÁLICOS

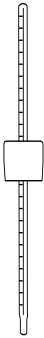
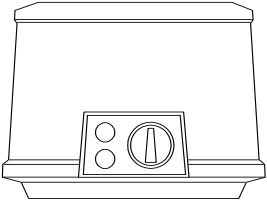
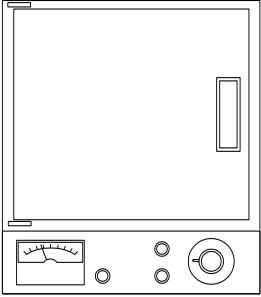
<p><b>Bico de Bunsen</b></p>  <p>Fonte de aquecimento de matérias inflamáveis.</p>	<p><b>Tripé</b></p>  <p>Usado para sustentar a tela de amianto ou o triângulo de porcelana.</p>	<p><b>Tela de amianto</b></p>  <p>Usada para aquecer e distribuir uniformemente o calor aos recipientes de vidro ou metal expostos à chama do bico de Bunsen.</p>
-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

<p style="text-align: center;"><b>Pinças</b></p> <div style="text-align: center;">  <p>(A)</p> <p>(B)</p> </div> <p>(A) Pinças metálicas - usadas para manipular e segurar materiais aquecidos como cadinhos e cápsulas.                  (B) Pinças de Mohr - utilizada para impedir ou reduzir a passagem de líquidos e gases através de tubos flexíveis.</p>	<p style="text-align: center;"><b>Anel ou argola</b></p> <div style="text-align: center;">  </div> <p>Usado como suporte para a tela de amianto, funil de separação, funil simples, entre outros.</p>	<p style="text-align: center;"><b>Suporte universal</b></p> <div style="text-align: center;">  </div> <p>Muito usado para sustentar peças em geral, como: argolas, garras e filtros.</p>
<p style="text-align: center;"><b>Garras</b></p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;"> <div style="text-align: center;">  <p>(A)</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>(B)</p> </div> </div> <p>Permitem sustentar diversos tipos de materiais no suporte universal, tais como: buretas, condensadores, frasco kitasato e balões de fundo redondo.                  (A) garra sem mufa                  (B) garra com mufa</p>		<p style="text-align: center;"><b>Mufa</b></p> <div style="text-align: center;">  </div> <p>Adaptador para prender peças ao suporte.</p>



**C.4 MATERIAIS DIVERSOS**

<p><b>Estante para tubos de ensaio</b></p>  <p>Suporte para tubos de ensaio.</p>	<p><b>Manta elétrica</b></p>  <p>Empregada para aquecer líquidos contidos em balões de fundo redondo.</p>	<p><b>Pipetador</b></p>  <p>(A) três vias (pêra) (B) automático</p> <p>Utilizada para pipetar soluções.</p>
<p><b>Frasco lavador ou pisseta</b></p>  <p>Armazena pequenas quantidades de água destilada, álcool e outros solventes. Muito usado para completar os balões e efetuar lavagem de recipientes.</p>	<p><b>Balança analítica</b></p>  <p>Serve para determinar a massa de reagentes ou substância em quantidades definidas.</p>	<p><b>Centrífuga</b></p>  <p>É um aparelho que acelera o processo de decantação de sólidos suspensos em líquidos através da rotação gerada de uma força centrífuga.</p>

Termômetro	Mufla	Estufa
		
<p>Instrumento usado para medida de temperatura durante o aquecimento de um experimento.</p>	<p>Usada na calcinação de substâncias e em geral atinge temperaturas na faixa de 1000 a 1500 °C.</p>	<p>Muito utilizada em laboratórios para a secagem de materiais e atinge temperaturas de até 200 °C.</p>

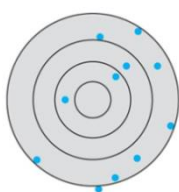
## ANÁLISE DE DADOS

A química é uma ciência teórico-experimental, sendo necessário o domínio de conceitos e técnicas laboratoriais para a execução correta dos experimentos ou ensaios. Não menos importante, também é necessário o conhecimento de como analisar os dados obtidos. Dessa forma, no início da disciplina de Laboratório de Química Fundamental, recomenda-se que os estudantes aprendam noções de medidas e análise de dados (algarismos significativos e arredondamentos), as quais são importantíssimas para garantir confiabilidade aos resultados. Durante as aulas práticas, os processos de medidas sempre estarão presentes e irão envolver uma operação ou uma sequência de operações, em que o observador mede um valor numérico relacionado a uma grandeza física (massa, volume, temperatura) utilizando, geralmente, instrumentos específicos (balanças, vidrarias, termômetros entre outros) e, na sequência, é realizada uma análise estatística das medidas. Portanto, a validade dos dados obtidos dependerá de você se esforçar para realizar medidas *precisas* e *exatas*, mediante a utilização de instrumentos previamente calibrados.

### Qual a diferença entre *precisão* e *exatidão*?

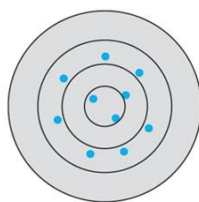
Todas as medidas realizadas experimentalmente possuem certa variação ou erro experimental. Dependendo do erro da medida, esse erro pode afetar a exatidão ou a precisão das medidas, conforme definido e exemplificado (Figura 1):

- **EXATIDÃO:** refere-se ao quanto uma medida se aproxima do seu valor "real" ou de referência, isto é, valor aceito na literatura como verdadeiro.
- **PRECISÃO:** refere-se à quão próximo diversos valores de uma medida estão entre si.



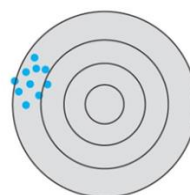
**baixa exatidão e  
baixa precisão**

**(A)**



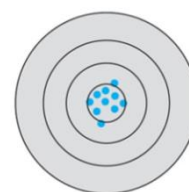
**alta exatidão e  
baixa precisão**

**(B)**



**baixa exatidão e  
alta precisão**

**(C)**



**alta exatidão e  
alta precisão**

**(D)**

**Figura 1.** Representação da exatidão e precisão das medidas experimentais (adaptado da ref. Skoog, et.al.).

Em relação à exatidão, nota-se que, nas Figuras 1B e 1D, a média dos conjuntos de medidas se aproximam do centro do tiro ao alvo, ou seja, do valor verdadeiro (alta exatidão), enquanto que, nas Figuras 1A e 1C, a média das medidas se afastam do centro (baixa exatidão). No caso da precisão, pode-se verificar, nas Figuras 1C e 1D, que as medidas estão próximas entre si (alta precisão), já nas Figuras 1A e 1B são observadas altas dispersões entre as medidas (baixa precisão).

## ❖ ALGARISMOS SIGNIFICATIVOS

O termo "*algarismo*" significa símbolos usados na representação de números inteiros ou reais em sistemas numerais posicionais. Já o termo *algarismo significativo* refere-se ao número mínimo de algarismos necessários para expressar o valor de uma medida experimental sem perda de exatidão.

Por exemplo:

$$\text{Massa do objeto} = 0, \underline{4567} \text{ g}$$

4 algarismos significativos

Por definição, dos quatro algarismos significativos, o último algarismo (sublinhado) é considerado duvidoso ou incerto (contando da esquerda para direita), pois nunca teremos a medida exata do objeto. Entretanto, esse último algarismo é ainda considerado significativo para a medida.

Para a determinação dos algarismos significativos de um número são utilizadas algumas regras:

### Dígito zero:

- É significativo quando faz parte do número (negrito e sublinhado).

$$2\underline{0}8 \qquad 0,2\underline{0}8 \qquad 0,02\underline{0}8 \qquad 0,002\underline{0}8$$

- Situado à esquerda de outro dígito, não é significativo (negrito e sublinhado).

$$208 \qquad \underline{0},208 \qquad \underline{0},\underline{0}208 \qquad \underline{0},\underline{00}208$$

- Situado à direita de outros dígitos:

- É significativo se for resultado de uma medida (negrito).

- Não é significativo se indicar a ordem de grandeza de um número (sublinhado).

$$\underline{3,1025} \text{ g} = \underline{0,0031025} \text{ kg} = \underline{3102,5} \text{ mg}$$

**Todos apresentam 5 algarismos significativos**

- Neste caso, é conveniente usar notação científica.

$$\underline{3,1025} \text{ g} = \underline{3,1025} \times 10^{-3} \text{ kg} = \underline{3,1025} \times 10^3 \text{ mg}$$

**Todos continuam com 5 algarismos significativos**

Vale lembrar que o número de algarismos significativos não depende do número de casas decimais.

### Operações com Algarismos Significativos:

- **Adição e subtração**

Na adição ou subtração, o número de algarismos significativos na resposta pode ser maior ou menor, portanto o que importa no resultado final será o número de *casas decimais* do componente com **menor número de casas decimais**.

$$2,3876 \qquad 4 \text{ casas decimais e 5 algarismos significativos}$$

$$\begin{array}{r}
 3,456 \quad 3 \text{ casas decimais e 4 algarismos significativos} \\
 4,3 \quad 1 \text{ casa decimal (componente com menor dígito) e 2 algarismos significativos} \\
 \hline
 10,1 \quad 436 \\
 \text{Não é significativo} \quad \underbrace{\hspace{1.5cm}}
 \end{array}$$

Portanto, o resultado final da medida será 10,1, lembrando que o componente com menor dígito contém apenas uma casa decimal.

### • Multiplicação e divisão

Na multiplicação ou divisão, a limitação se dá de acordo com o número de *algarismos significativos* contidos no número com **menor número de algarismos significativos**.

$$\begin{array}{r}
 25,11 \times 0,1041 = 0,1046 \quad 4 \text{ algarismos significativos em todos os números} \\
 \hline
 24,98
 \end{array}$$

$$\begin{array}{r}
 23,1 \times 0,1410 = 0,130 \quad 3 \text{ algarismos significativos (componente com menor dígito)} \\
 \hline
 24,985
 \end{array}$$

## ARREDONDAMENTO

Ao efetuar os ensaios experimentais, as medidas obtidas devem conter um número adequado de algarismos significativos, portanto é importante realizar o arredondamento do número. Lembre-se, o arredondamento deverá ser feito somente no final do resultado, pois, se realizado a cálculos com resultados parciais, irá ocasionar erros de arredondamento.

Para se efetuar o arredondamento de medidas, pode-se aplicar as seguintes regras:

- Se o dígito a ser suprimido for < 5 o algarismo permanece inalterado.

Ex.: 6,43 arredondar para 6,4

- Se o dígito a ser suprimido for > 5 aumenta uma unidade o algarismo anterior.

Ex.: 7,76 arredondar para 7,8

- Se o dígito a ser suprimido for = 5 existe duas possibilidades:

a) se o antecessor for um **dígito par** o algarismo permanece inalterado.

Ex.: 0,625 arredondar para 0,62

b) se o antecessor for um **dígito ímpar** adicionar uma unidade ao algarismo.

Ex.; 0,635 arredondar para 0,64

## EXERCÍCIOS

1. Quantos algarismos significativos existem em cada uma das medidas:

a)  $1,60217653 \times 10^{-19}$

b)  $1,40 \times 10^4 \text{ g}$

c)  $6,0221415(10) \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$

d) 0,02009 g

e)  $4,021 \times 10^{-3} \text{ m}$

f)  $4,0 \times 10^{-26} \text{ Kg}$

g) 540,31 m

h) 34,5700 L

i) 8,4 mL

2. Simplifique a expressão abaixo e escreva o resultado com dois algarismos significativos:

$$2,0 \times 10^{15} + \frac{40 \times 10^{-12}}{5 \times 10^{-27}} \times 0,5 \times 10^2$$

3. Efetue o arredondamento na casa decimal que se pede dos seguintes números classificados na tabela.

	<b>1ª casa decimal</b>	<b>2ª casa decimal</b>	<b>3ª casa decimal</b>
<b>6,5676</b>			
<b>3,342</b>			
<b>1,0154</b>			
<b>6,12461</b>			
<b>5,8932</b>			
<b>4,5555</b>			
<b>2,12245</b>			
<b>7,7777</b>			

4. Escreva cada resposta com o número correto de algarismos significativos de acordo com as regras da soma, subtração, multiplicação e divisão:
- $1,021 + 2,69$
  - $12,3 - 1,63$
  - $4,34 \times 9,2$
  - $0,0602 : (2,113 \times 10^4)$
  - $106,9 - 31,4$
  - $107,868 - (2,113 \times 10^2) + (5,623 \times 10^3)$

**Respostas dos exercícios**

- 1.
- |      |      |      |
|------|------|------|
| a) 9 | b) 3 | c) 8 |
| d) 4 | e) 4 | f) 2 |
| g) 5 | h) 6 | i) 2 |

2.  $4,0 \times 10^{17}$

3.

	<b>1ª casa decimal</b>	<b>2ª casa decimal</b>	<b>3ª casa decimal</b>
<b>6,5676</b>	6,6	6,57	6,568
<b>3,342</b>	3,3	3,34	3,342
<b>1,0154</b>	1,0	1,02	1,015
<b>6,12461</b>	6,1	6,12	6,125
<b>5,8932</b>	5,9	5,89	5,893
<b>4,5555</b>	4,6	4,56	4,556
<b>2,12245</b>	2,1	2,12	2,122
<b>7,7777</b>	7,8	7,78	7,778

- 4.
- a) 3,71
  - b) 10,7
  - c) 40
  - d)  $2,85 \times 10^{-6}$
  - e) 75,5
  - f)  $5,520 \times 10^3$

**Referências**

- Powlowsky, A.M.; Lemos de Sa, E.; Messerschmidt, I.; Souza, J.S.; Oliveira, M.A.
- Sierakowski, M.R.; Suga, R. Experimentos de Química Geral. Curitiba: Ed. da UFPR, 1994.
- Skoog, D.A.; West, D.M.; Holler, F.J.; Crouch, S.R. Fundamentos de Química Analítica. São Paulo: Cengage Learning, 2008.
- Harris, D.C. Análise Química Quantitativa. Rio de Janeiro: LTC, 6ª Edição, 2005.

## Experimento 1 – Medidas de massa e volume; calibração e erro

### 1.1 Objetivos

- Identificar, manusear, realizar medidas básicas de massa e volume e calibrar algumas vidrarias do laboratório.
- Estimar o erro associado a algumas vidrarias utilizadas no laboratório.

### 1.2 Introdução

A calibração é um importante procedimento laboratorial que permite estimar o erro de medida da vidraria. Essa metodologia visa verificar a confiabilidade dos valores fornecidos pelo fabricante do volume de pipetas, buretas e balões. Todo material de vidro, volumétrico ou graduado, é calibrado pela medida da massa do líquido contido no recipiente, geralmente, se utiliza água destilada ou deionizada e tomando-se a densidade tabelada, na temperatura em que o experimento foi realizado. Nos ANEXOS, encontra-se Tabela 1.1, com valores da densidade da água no intervalo de temperatura entre 10 e 29 °C.

Para se determinar a pesagem de uma vidraria é indispensável a utilização de uma balança analítica, pois, dessa forma, é possível a obtenção de massas com maior exatidão e precisão.

Durante a manipulação de uma balança e na calibração da vidraria, algumas **precauções** devem ser tomadas para evitar erros nas medições, tais como:

- ✓ Observar e compreender o mecanismo da balança (consulte o professor);
- ✓ Para sucessivas pesagens, no decorrer da prática, **usar sempre a mesma balança**;
- ✓ Ajustar a balança analítica ou semianalítica (consulte o professor);
- ✓ Centralizar o peso do recipiente no prato de forma correta;
- ✓ Evitar contato direto com o recipiente para não o contaminar com umidade ou gordura das mãos; use luvas ou papéis para segurar objetos secos;
- ✓ Evitar a formação de bolhas nos recipientes;
- ✓ Controlar a velocidade de escoamento da pipeta ou bureta durante os ensaios;
- ✓ Anotar a temperatura do laboratório e da água usada no experimento;
- ✓ Evitar erro no ajuste do menisco (erro de paralaxe).

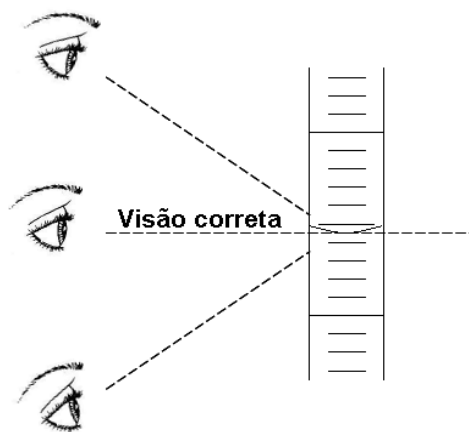


**Erros de paralaxe** são medições incorretas que se faz por observação errada na escala de graduação de vidrarias, como: buretas, provetas, pipetas etc. Dessa forma, acontecem devido a um erro no ângulo de visão do observador. Por exemplo, quando é necessário medir um volume na proveta, se você não observar o menisco de uma altura que o faça ficar exatamente na altura dos seus olhos, você poderá ter uma medida errada e, portanto, um erro de paralaxe, podendo obter uma medida maior ou menor do que a correta, dependendo do ângulo de observação.

Para uma leitura correta do menisco é indicado posicionar o olho em relação à altura do menisco do líquido de forma que a linha de visão fique sempre no mesmo nível da superfície do líquido, conforme apresentado na Figura 1.1.

Observar, ao pipetar líquidos, o volume correto; para os translúcidos, o menisco deve ficar acima da graduação desejada.





**Figura 1.1** - Forma correta da leitura do menisco: linha de visão no mesmo nível da superfície do líquido.

É útil ter conhecimento de quão grande foi o erro obtido no experimento em relação à medida. Em geral, para estimar o erro de medida da vidraria são calculados o desvio padrão (**s**), correspondente ao **erro absoluto** (ou limite de erro), isto é, à incerteza associada às medidas, e o desvio padrão relativo (ou desvio aleatório), também conhecido como coeficiente de variação (**CV**).

O desvio padrão (**s**) baseia-se nos desvios dos dados individuais em relação à média, como expresso pela Equação 1.

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

**(Equação 1)**

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} 100$$

**(Equação 2)**

Onde:  $x_i$  = valor medido

$\bar{x}$  = média dos valores medidos








( $N - 1$ ): "N" é o número total de medidas realizadas e "N - 1" é o número de graus de liberdade, ou seja, o número de medidas independentes.

A unidade do desvio padrão é a mesma da grandeza que está sendo medida, sendo, muitas vezes, indicada como a precisão da medida. O coeficiente de variação (CV), por sua vez, corresponde à fração que o desvio padrão representa do valor medido ou da média dos valores medidos e indica até que ponto os valores medidos em várias medições aproximam-se uns dos outros. Comumente, ele é expresso como porcentagem, sendo calculado por meio da Equação 2.

Além disso, o termo "Limite de Erro" (LE) é usado como sendo a variação máxima aceitável entre o volume real medido ( $V_{\text{real}}$ ) e o volume nominal da vidraria ( $V_{\text{nominal}}$ ), de forma que uma vidraria se encontrará dentro dos limites aceitáveis de calibração quando  $LE \geq |V_{\text{real}} - V_{\text{nominal}}|$ .

Neste experimento, esses parâmetros serão utilizados para verificar o erro associado às vidrarias utilizadas no laboratório.

### 1.3. Materiais, Reagentes e Equipamentos

- 1 Pipeta graduada de 5 ou 10 mL 
- 1 Pipeta volumétrica de 5 ou 10 mL 
- 1 Pesa filtro ou frasco de 50 mL com tampa 
- 1 Balão volumétrico de 100 mL 
- 1 Termômetro 
- 1 Proveta de 50 mL 
- 1 Pipetador de três vias (pera) 

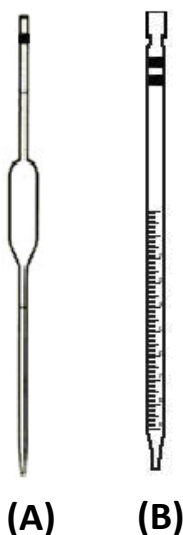
### 1.4. Parte Experimental



**ATENÇÃO:** antes de executar o procedimento de calibração, é necessário que as vidrarias sejam lavadas adequadamente com água e sabão e que estejam secas e limpas para a obtenção de resultados confiáveis. O correto é deixar a vidraria secar naturalmente ( $\sim 24$  h) e, após secagem, realizar o procedimento de calibração. Entretanto, como na aula prática não se dispõe desse tempo, deve-se usar uma pisseta de etanol ou acetona para a secagem rápida das vidrarias que serão calibradas.

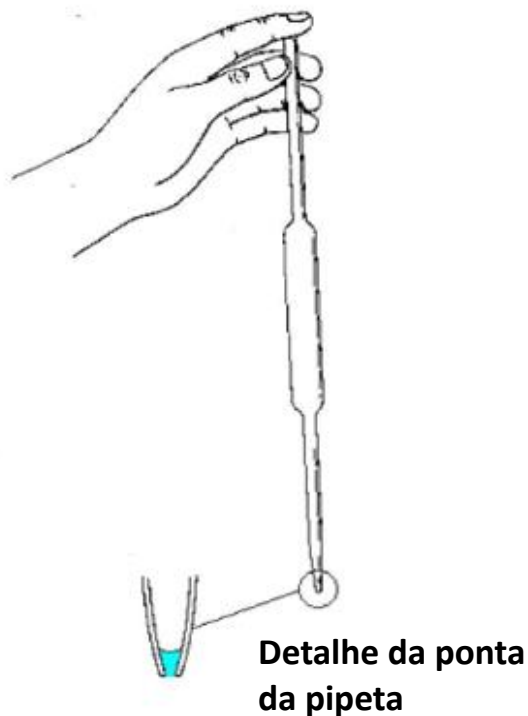
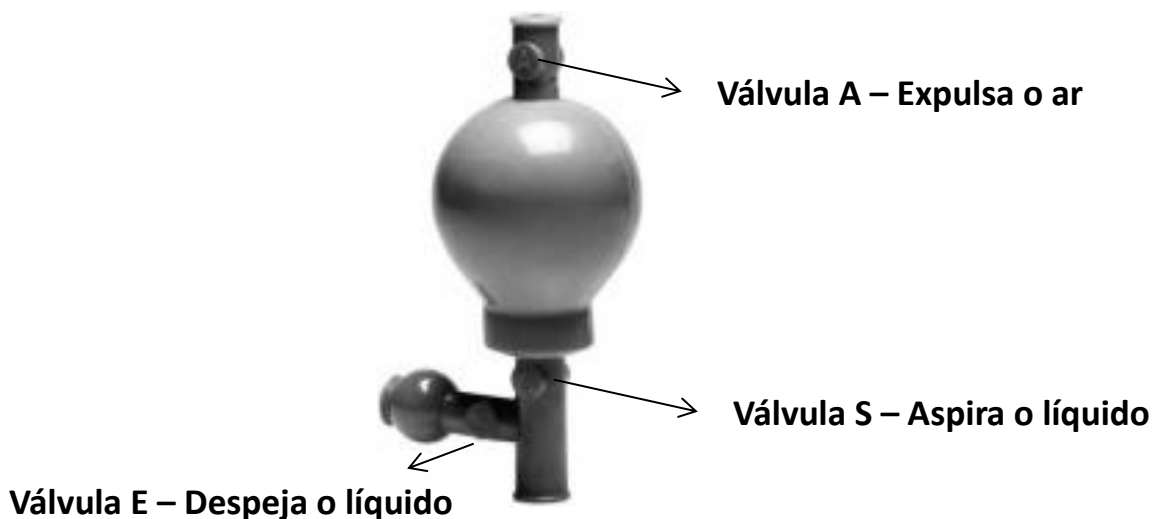
#### 1.4.1. Calibração de pipetas graduada e volumétrica

Existem duas formas de pipetas: volumétrica (A) e graduada (B), ambas de capacidades variadas, desde 0,1 mL até 100 mL. Para evitar erros de medidas, no momento de dispensar o líquido, deve-se verificar, na parte superior da pipeta, se ela contém uma ou duas faixas. Pipeta com *uma faixa*, Figura 1.2 (A), significa que a medição é exata, de apenas uma quantidade específica do líquido e, portanto, não deve ser escorrida completamente (uma gota restará na ponta da pipeta). Já a pipeta que apresenta *duas faixas* na parte superior, exemplo da Figura 1.2 (B), foi calibrada de tal maneira que sua capacidade total é atingida quando a última gota escorrer completamente para fora.



**Figura 1.2**– Tipos de pipetas: em (A), uma pipeta volumétrica de uma faixa (medição exata, sem o escorrimento total); e, em (B), uma pipeta graduada de duas faixas (esgotamento total).

Para pipetar um líquido, será utilizado o pipetador de três vias de borracha, mais conhecido como “pera de sucção”. Seu funcionamento pode ser visto na Figura 1.3. Esse aparato possui três válvulas para passagem do ar: A, S e E. Ao ser pressionada a válvula A, ela se abre, permitindo retirar o ar do bulbo (fazer vácuo). Uma vez evacuado o bulbo, ao ser pressionada a válvula S, consegue-se succionar o volume desejado do líquido para dentro da pipeta. Em seguida, esse volume pode ser transferido, isto é, a pipeta pode ser esvaziada, pressionando-se a válvula E.



**Figura 1.3** - Utilização do pipetador de três vias de borracha.

**Orientações Iniciais:** Utilizar uma pipeta volumétrica e uma pipeta graduada de “volumes iguais”;  
Fazer 3 repetições do mesmo procedimento para cada pipeta;  
Fazer as pesagens em uma balança semianalítica ou analítica.

**Procedimento:**

1. Pese um frasco com tampa, limpo e seco, em uma balança e anote sua massa.
2. Utilize a pipeta a ser calibrada e pipete água destilada até a marca do volume total (observar na Figura 1.2 e 1.3 a maneira correta de usar o pipetador e a pipeta).

**ATENÇÃO:** ajuste o menisco como ilustrado na Figura 1.1

3. Transfira o volume para o frasco anteriormente pesado e feche-o com a tampa.
4. Pese o frasco com tampa contendo a água destilada.
5. Determine a massa da água destilada transferida a partir da diferença das duas pesagens.
6. Verifique a temperatura da água com o auxílio de um termômetro.
7. Repita o mesmo procedimento para a outra pipeta a ser calibrada.
8. Calcule o volume real da pipeta para cada replicata de acordo com a Equação 3 (consultar a Tabela 1.1 para verificar a densidade da água correspondente a da temperatura encontrada no experimento).

$$V = \frac{M_{H_2Otrans}}{d_{H_2O}} \quad \text{(Equação 3)}$$

Onde: V = volume da pipeta calibrada

$M_{H_2Otrans}$  = massa da água transferida

$d_{H_2O}$  = densidade da água na temperatura observada

9. Estime o desvio padrão (Equação 1) e o coeficiente de variação (Equação 2) da vidraria calibrada. Verifique, na Tabela 1.2, se os valores encontrados para o volume real aferido estão em acordo com o limite de tolerância da capacidade da pipeta graduada e volumétrica.

**OBSERVAÇÃO:** Este mesmo procedimento pode ser utilizado na calibração de buretas.

#### 1.4.2 Calibração de balão volumétrico

**Orientações Iniciais:** Fazer 3 repetições do mesmo procedimento;

Fazer as pesagens em uma balança semianalítica ou analítica.

**Procedimento:**

1. Pese o balão volumétrico seco, com sua respectiva tampa, e anote sua massa.
2. Encha o balão com água destilada até o nível da marca da sua capacidade volumétrica.  
ATENÇÃO: ajuste do menisco como ilustrado na Figura 1.1.
3. Pese o balão com a água destilada e verifique se a parte externa está completamente seca.
4. Determine a massa de água pela diferença entre as duas pesagens.
5. Verifique a temperatura da água com o auxílio de um termômetro.
6. Calcule o volume do balão volumétrico, em acordo com a Equação 3.

7. Estime o desvio padrão (Equação 1) e o coeficiente de variação (Equação 2). Verifique, na Tabela 1.2, se os valores encontrados para o volume real aferido estão em acordo com o limite de tolerância da capacidade da pipeta graduada e volumétrica.

### 1.4.3 Calibração de proveta

**Orientações Iniciais:** Fazer 3 repetições do mesmo procedimento;

Fazer as pesagens em uma balança semianalítica ou analítica.

**Procedimento:**

1. Pese a proveta e anote sua massa.
2. Preencha a proveta com água destilada até o nível indicado da capacidade.
3. Pese a proveta preenchida com a água destilada.  
ATENÇÃO: ajuste do menisco como ilustrado na Figura 1.
4. Determine a massa de água a partir da diferença das duas pesagens e verifique sua temperatura.
5. Calcule o volume da proveta calibrada, segundo a Equação 3.
6. Estime o desvio padrão (Equação 1) e o coeficiente de variação (Equação 2). Verifique, na Tabela 1.2, se os valores encontrados para o volume real aferido estão em acordo com o limite de tolerância da capacidade da pipeta graduada e volumétrica.

### 1.5 Resultados e Discussões (para as turmas que adotam o Relatório)

- a) Monte uma tabela contendo: o volume de referência, o estimado pela calibração, o desvio padrão e o coeficiente de variação de cada vidraria.
- b) Discuta os resultados e explique quais vidrarias são mais apropriadas para a medida de volumes e preparo de soluções.
- c) Identificar as principais fontes de erro no experimento e apresentá-las na Discussão dos resultados.



### Referências

- Skoog, D.A.; West, D.M.; Holler, F.J.; Crouch, S.R. Fundamentos de Química Analítica. São Paulo: Cengage Learning, 2008.
- Powlowsky, A.M.; Lemos de Sá, E.; Messerschmidt, I.; Souza, J.S.; Oliveira, M.A.; Sierakowski, M.R.; Suga, R. Experimentos de Química Geral. Curitiba: Ed. da UFPR, 1994.
- Lide, D.R. Handbook of chemistry and physics. CRC PRESS, 84TH Edition 2003-2004.
- Mendham, J.; Denney, R.C.; Barnes, J.D.; Thomas, M.J.K. Vogel Análise Química quantitativa. Rio de Janeiro: LTC, 2008.
- Chrispino, A.; Faria, P. Manual de Química Experimental. Campinas, SP: Editora Átomo, 2010.
- Harris, D.C. Análise Química Quantitativa. Editora LTC, 6º Edição, 2005.
- Silva, R. R. da; Bocchi, N.; Rocha-Filho, R. C.; Machado, P. F. L. Introdução à Química Experimental. São Carlos: Editora da Universidade Federal de São Carlos (EDUFSCar), 2ª Edição, 2014.

## ANEXOS

**Tabela 1.1** - Valores da densidade da água em diferentes temperaturas.

T (°C)	Densidade (g/cm <sup>3</sup> )		T (°C)	Densidade (g/cm <sup>3</sup> )
10	0,999700		20	0,998203
11	0,999605		21	0,997992
12	0,999498		22	0,997770
13	0,999377		23	0,997538
14	0,999244		24	0,997296
15	0,999099		25	0,997044
16	0,998943		26	0,996783
17	0,998774		27	0,996512
18	0,998595		28	0,996232
19	0,998405		29	0,995944

Lide, D.R., 2003-2004.

**Tabela 1.2**–Tolerância (ou limite máximo de erro - LE) de algumas vidrarias de Classe A\*.

Capacidade (mL)	Limite de erro (mL)**			
	Pipeta volumétrica	Pipeta graduada	Balão volumétrico	Proveta
0,5	±0,006	-	-	-
1	±0,006	±0,01	±0,02	-
2	±0,006	±0,01	±0,02	-
3	±0,01	-	±0,015	-
4	±0,01	-	±0,02	-
5	±0,01	±0,02	±0,02	±0,02
10	±0,02	±0,03	±0,02	±0,02
15	±0,03	-	-	-
20	±0,03	-	±0,03	-
25	±0,03	±0,05	±0,03	±0,03
50	±0,05	-	±0,05	±0,05
100	±0,08	-	±0,08	±0,10
250	-	-	±0,10	-
500	-	-	±0,12	-
1000	-	-	±0,20	-

Mendham, J.; et al., 2008 e Harris, D.C. 2005.

\*Classe A designa sempre o mais alto grau de exatidão de uma vidraria.

\*\*Comparar os dados obtidos no experimento com os da Tabela 1.2 verificando se:

$$LE \geq | \text{Volume}_{\text{real}} - \text{Volume}_{\text{nominal}} |$$

Muitas vezes, o limite de erro vem identificado na própria vidraria.

## Experimento 2 - Preparo e diluição de soluções

### 2.1. Objetivos

Efetuar cálculos para determinar o volume e a massa necessária para preparar soluções aquosas ácidas e básicas.

Preparar soluções aquosas a partir de um sólido PA (Pró-Análise) e de um reagente líquido PA; efetuar diluição e mistura de soluções.

### 2.2. Introdução

Uma solução é uma mistura ou dispersão homogênea de duas ou mais substâncias (soluto e solvente) cuja proporção pode variar dentro de certos limites. Quando as dispersões apresentam o diâmetro das partículas dispersas inferiores a 10 Angstroms (10 Å), tem-se uma solução. Quando esse diâmetro se situa entre 10 e 10000 Å, tem-se dispersões coloidais. As soluções podem ser de vários tipos, a saber: líquido em líquido (l/l), sólido em líquido (s/l), sendo essas duas bastante comuns, mas há ainda gás em líquido (g/l), gás em gás (g/g) e soluções de sólido em sólido (s/s).

No preparo de uma solução, o soluto é a substância minoritária (disperso) e o solvente é a majoritária (dispersante), que está em maior proporção na mistura e dissolve o soluto. Geralmente, nos laboratórios de química, o solvente mais utilizado é a água destilada.

As soluções podem ser classificadas de acordo com as quantidades de soluto dissolvido, podendo ser insaturadas, saturadas ou supersaturadas. Para defini-las, é importante lembrar que a solubilidade de um soluto é a quantidade máxima deste que pode dispersar-se numa determinada quantidade de solvente a uma dada temperatura.

- Solução insaturada ou não saturada: ocorre quando a quantidade de soluto adicionada é inferior a sua solubilidade numa dada temperatura.
- Solução saturada: ocorre quando a quantidade de soluto dissolvido é igual a sua solubilidade numa dada temperatura.
- Solução supersaturada: ocorre quando a quantidade de soluto dissolvido é maior que a sua solubilidade numa dada temperatura.

Para preparar uma solução concentrada ou diluída é muito importante definir a **concentração** desejada. A concentração é a relação entre a quantidade (massa, volume, quantidade de matéria) de soluto e da quantidade de solvente. São exemplos de algumas unidades de concentrações mais usuais em química:

- ✓ Concentração em grama por litro (g/L)
- ✓ Concentração em mol por litro (mol/L)
- ✓ Composição percentual (% m/m, % m/V, % V/V)

Neste experimento, essas unidades de concentrações serão aplicadas para determinar a massa ou volume de ácido e base que serão utilizadas para preparar e diluir soluções aquosas.

### 2.3. Materiais, reagentes e equipamentos

- Balão volumétrico de 100 mL
- Balão volumétrico de 250 mL
- Pipetador de três vias (pera)
- Pisseta com água destilada
- Béqueres de 100 mL
- Bastão de vidro
- Espátulas
- Pipeta graduada de 5 mL



- Pipeta volumétrica de 25 mL
- Balança
- Ácido Clorídrico PA  
37% (d = 1,19 g/mL / MM = 36,461 g/mol)
- Hidróxido de sódio PA  
98% (MM = 39,997 g/mol)
- Ácido Acético PA (Prática Extra)  
(d = 1,049 g/mL / MM = 60,04 g/mol)



As soluções listadas abaixo, preparadas nessa prática, serão armazenadas para titulação no Experimento 3:

HCl – 0,1 mol/L

NaOH – 0,1 mol/L

Ácido Acético – 0,04 mol/L

**OBSERVAÇÃO:** as equações para os cálculos estão disponíveis em **ANEXO**, no final da apostila.

### 2.4. Parte experimental

#### 2.4.1. Preparação da solução de Ácido Clorídrico (HCl) 0,4 mol/L

**Orientações Iniciais:** Para preparar uma solução de ácido clorídrico, é importante consultar o rótulo do frasco que contém a solução concentrada, de forma a se obter os valores da densidade (m/V) e da percentagem (título) (m/m) do ácido no reagente concentrado.



**ATENÇÃO:** jamais adicione água a uma solução concentrada de ácido; sempre adicione o ácido concentrado à água. A adição de água ao ácido libera uma grande quantidade de calor e isso pode fazer com que o ácido respingue para fora do frasco.

#### Procedimento:

1. Consulte as informações do HCl: sua densidade, massa molar e pureza.
2. De posse desses dados, calcule a massa de HCl necessária para se preparar 100 mL de solução 0,4 mol/L. Com o valor da densidade, transforme a massa calculada (em gramas) em volume de HCl (em mililitros). Tente fazer os cálculos envolvidos para o preparo da solução. Procure o professor para mostrar os cálculos ou para ver como são feitos, caso não tenha conseguido.
3. Em um béquer limpo, coloque uma pequena quantidade de água destilada (cerca de 30 mL).
4. Na capela, com auxílio do pipetador de três vias, ambiente a pipeta que será utilizada pipetando uma pequena porção de HCl. Descarte o líquido em local designado pelo técnico do laboratório. Com a pipeta já ambientada, transfira o volume calculado de HCl para o béquer contendo a água destilada e aguarde a solução final resfriar.
5. Transfira **quantitativamente** a solução do béquer para um balão volumétrico de 100 mL.



6. No mesmo béquer utilizado anteriormente, coloque mais uma pequena porção de água destilada e transfira o líquido para o balão. Com esse procedimento, qualquer quantidade de HCl que permaneça no béquer é recuperada e transferida para o balão, evitando perdas de massa.
7. Complete o volume da solução com água destilada até a marca de aferição do balão (menisco).
8. Tampe e agite o balão volumétrico para a completa homogeneização da solução.
9. Reserve a solução preparada, pois ela será utilizada como solução-estoque para a diluição seguinte.

#### 2.4.1.1. Diluição da solução de ácido clorídrico

**Orientações Iniciais:** nesta etapa, será preparada uma solução diluída a partir da solução-estoque (solução mais concentrada) de HCl feita anteriormente.

**Procedimento:**

1. Realize os cálculos para preparar uma solução de HCl de concentração igual a 0,1 mol/L em um balão volumétrico de 100 mL a partir da solução-estoque 0,4 mol/L.
2. Com auxílio de um pipetador de três vias e uma pipeta, transfira o volume calculado de solução de HCl para o balão volumétrico.
3. Complete o volume do balão com água destilada até sua marca de aferição (menisco).
4. Tampe e agite o balão para a completa homogeneização da solução.
5. Armazene a solução diluída em um frasco fornecido pelo técnico do laboratório, pois ela será utilizada no próximo experimento. Não se esqueça de rotular o frasco com as seguintes informações: nome da solução, concentração, data e nome do responsável. A solução de HCL 0,4 mol/L que sobrou também será armazenada em local próprio designado pelo técnico.

#### 2.4.2. Preparação da solução de hidróxido de sódio (NaOH) 1,0 mol/L.

**Orientações Iniciais:** para preparar a solução de hidróxido de sódio, consulte o grau de pureza e a massa molar (g/mol) da base NaOH.



**ATENÇÃO:** o hidróxido de sódio, conhecido popularmente como soda cáustica, é uma substância altamente **higroscópica e corrosiva!** Portanto, exige-se o uso correto de EPIs e sua manipulação na capela.

**Procedimento:**

1. Calcule a massa de NaOH necessária para preparar 100 mL de solução 1,0 mol/L.
2. Pese a quantidade calculada de NaOH num béquer de 100 mL.



**ATENÇÃO:** por ser higroscópico e corrosivo, o NaOH deve ser manipulado cautelosamente em sua pesagem. Assim, após pesar o sólido, **verifique se a balança não está contaminada/suja** com o NaOH. Caso esteja, ela deve ser limpa imediatamente, pois resíduos dessa base são suficientes para corroer as partes metálicas da balança.

3. Na capela, solubilize a maior quantidade possível de NaOH com um pouco de água destilada utilizando o bastão de vidro para facilitar a dissolução. A dissolução dessa base libera energia (reação exotérmica) e, portanto, haverá forte aquecimento do recipiente, além da liberação de vapores irritantes.

- Após a solução se resfriar, a transfira para um balão volumétrico limpo de 100 mL com o auxílio do bastão de vidro.
- Repita as etapas 3 e 4 até que não reste mais sólido no béquer. Cuidado para que o volume de água destilada utilizado para a dissolução não ultrapasse o volume total do balão (100 mL). Por isso, é importante dissolver os sólidos com a menor quantidade de água possível.
- Complete o volume da solução com água destilada até a marca de aferição do balão (menisco).
- Tampe e agite com cuidado o balão para a completa homogeneização da solução.
- Reserve a solução preparada, pois ela será utilizada como solução-estoque para a diluição seguinte.

#### 2.4.2.1. Diluição da solução de hidróxido de sódio

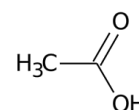
**Orientações Iniciais:** nesta etapa, será feita uma diluição da solução-estoque (solução mais concentrada) de NaOH preparada anteriormente.

**Procedimento:**

- Realize os cálculos para preparar 250 mL de uma solução de NaOH diluída 0,1 mol/L a partir da solução-estoque 1,0 mol/L.
- Com auxílio de um pipetador de três vias e uma pipeta volumétrica, transfira o volume calculado de NaOH para o balão volumétrico.
- Complete o volume do balão com água destilada até sua marca de aferição (menisco).
- Tampe e agite o balão para a completa homogeneização da solução.
- Armazene a solução diluída em um frasco plástico fornecido pelo técnico do laboratório. Não se esqueça de rotulá-lo com as seguintes informações: nome da solução, concentração, data e nome do responsável. A solução de NaOH 1,0 mol/L que sobrou também será armazenada em local próprio designado pelo técnico.

#### 2.4.3. Solução de ácido acético 0,04 mol/L (PRÁTICA EXTRA: A critério do professor)

**Orientações Iniciais:** para preparar uma solução de ácido acético (HAc ou H<sub>3</sub>CCOOH), é importante consultar o rótulo do frasco que contém a solução concentrada, de forma a obter os valores da densidade (m/V) e da percentagem (m/m) do ácido no reagente concentrado.



**Procedimento:**

- Consulte as informações do HAc: sua densidade, massa molar e pureza.
- De posse desses dados, calcule a massa de HAc necessária para se preparar 100 mL de solução 0,04 mol/L. Com o valor da densidade, transforme a massa calculada (em gramas) em volume de HAc (em mililitros). Tente fazer os cálculos envolvidos para o preparo da solução. Procure o professor para mostrar os cálculos ou para verificar como são feitos, caso não o tenha conseguido.
- Em um balão volumétrico de 100 mL limpo, coloque uma pequena quantidade de água destilada (cerca de 20 mL).

4. Com auxílio do pipetador de três vias e de uma pipeta graduada, transfira o volume calculado de HAc para o balão volumétrico de 100 mL já contendo água destilada (realizar esta parte na capela).
5. Complete o volume da solução com água destilada até a marca de aferição do balão (menisco).
6. Tampe e agite o balão volumétrico para a completa homogeneização da solução.
7. Armazene sua solução em um frasco fornecido pelo técnico do laboratório. Não se esqueça de rotulá-lo com as seguintes informações: nome da solução, concentração, data e nome do responsável.

## 2.5. Resultados e Discussões (para as turmas que adotam o Relatório)

- a) Apresente todos os cálculos realizados para o preparo e diluição das soluções.
- b) Quais os cuidados necessários para o preparo de uma solução ácida a partir de uma solução concentrada?
- c) Discuta os resultados e explique o motivo de o hidróxido de sódio ser uma substância dita higroscópica?

## 2.6. O que fazer com os Resíduos Químicos?

As soluções preparadas durante esta aula serão utilizadas como insumo, ou seja, como reagentes de partida para a atividade experimental de Padronização de Soluções. Se houver sobras de pequenas quantidades de reagentes ácidos ou básicos diluídos, esses podem ser neutralizados e dispostos na pia com fluxo de água. Caso os resíduos sejam soluções concentradas, esses devem ser diluídos com cuidado devido à liberação de calor. A neutralização pode ser simplesmente juntar as soluções que restaram, no entanto, a solução resultante, a ser descartada na pia, deverá ter acidez entre pH 6,0 e 8,0. As soluções de HCl 0,4 mol/L e de NaOH 1 mol/L serão guardadas pelo técnico e utilizadas na prática de Calorimetria.



## Referências

- Powlowsky, A.M.; Lemos de Sá, E.; Messerschmidt, I.; Souza, J.S.; Oliveira, M.A.; Sierakowski, M.R.; Suga, R. Experimentos de Química Geral. Curitiba: Ed. da UFPR, 1994.
- Menham, J.; Denney, R.C.; Barnes, J.D.; Thomas, M.J.K. Vogel Análise Química quantitativa. Rio de Janeiro: LTC, 2008.
- Silva, R. R. da; Bocchi, N.; Rocha-Filho, R. C.; Machado, P. F. L. Introdução à Química Experimental. São Carlos: Editora da Universidade Federal de São Carlos (EDUFSCar), 2ª Edição, 2014.

## Experimento 3 – Padronização de Soluções

### 3.1. Objetivos

Aprender a preparar e manipular as vidrarias utilizadas na técnica de titulação. Padronizar soluções ácidas e básicas.

### 3.2. Introdução

Durante o preparo de algumas soluções, muitas vezes, alguns erros não podem ser evitados. Como exemplos estão as imprecisões na determinação da massa ou de volume dos reagentes devido às características higroscópicas, à volatilidade, ao baixo grau de pureza, dentre outras. Uma maneira de aferir a concentração da solução preparada é utilizar o método de padronização.

Para a realização da padronização, o ideal é utilizar substâncias com características bem definidas, conhecidas como padrões primários, que são utilizadas como referência na correção da concentração de soluções. Para ser considerada como um padrão primário, a substância deve apresentar as seguintes características:

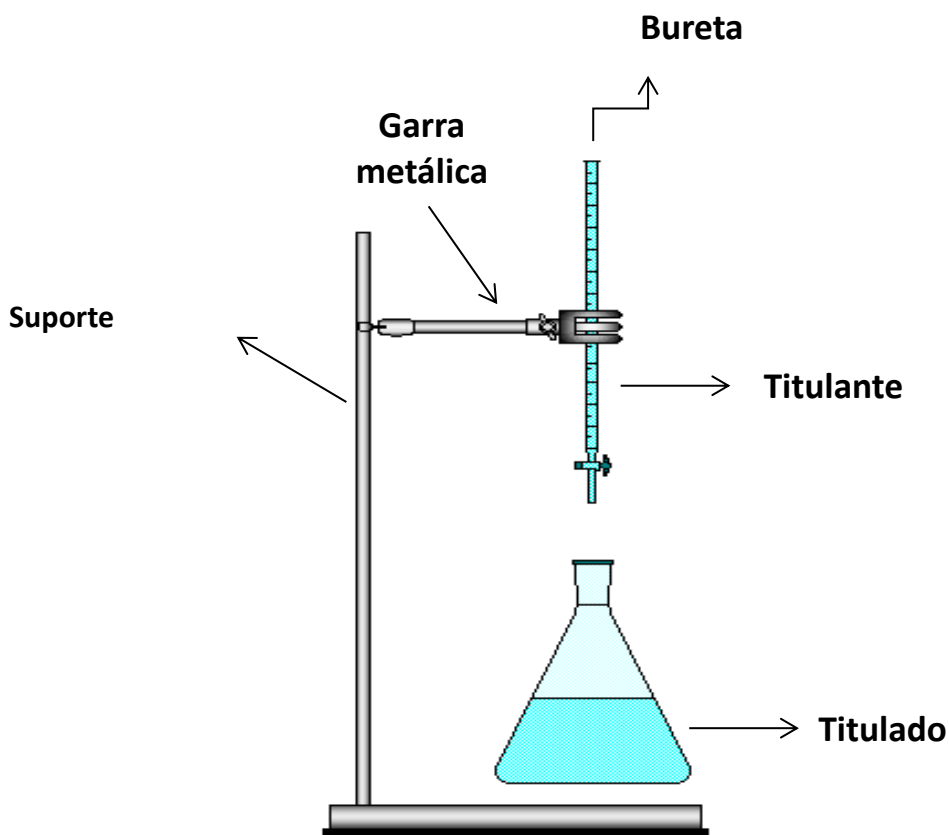
- ✓ Ter alta pureza, fácil obtenção, conservação e secagem;
- ✓ Possuir uma massa molar elevada, para que os erros relativos cometidos nas pesagens sejam insignificantes;
- ✓ Ser estável ao ar sob condições ordinárias, se não por longos períodos, pelo menos durante a pesagem, não podendo ser higroscópica nem reagir com o ar;
- ✓ Apresentar boa solubilidade em água;
- ✓ As reações de que participa devem ser rápidas, irreversíveis e praticamente completas;
- ✓ Não deve formar produtos secundários.

Na Tabela 3.1 são apresentados alguns exemplos de padrões primários rotineiramente utilizados nos laboratórios de química com suas aplicações.

**Tabela 3.1** - Exemplos de alguns padrões primários e suas respectivas aplicações.

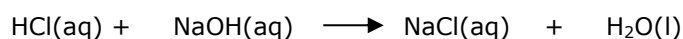
Padrão primário	Exemplos de substâncias a padronizar
- Ácido oxálico ( $C_2H_2O_4$ ) ou oxalato de sódio ( $Na_2C_2O_4$ )	- $KMnO_4$ (aq)
- Carbonato de sódio ( $Na_2CO_3$ )	- $HCl$ (aq) e $H_2SO_4$ (aq)
- Biftalato de potássio ( $KHC_8H_4O_4$ )	- $NaOH$ (aq)
- Dicromato de potássio ( $K_2Cr_2O_7$ ) ou iodato de potássio ( $KIO_3$ )	- $Na_2S_2O_3$ (aq)
- Cloreto de sódio ( $NaCl$ )	- $AgNO_3$ (aq)

No procedimento de padronização é utilizada a técnica de titulação, também conhecida como volumetria, que consiste em um método de análise quantitativa para determinar a concentração de uma solução desconhecida (titulado) a partir de uma solução de concentração conhecida (titulante). Para proceder a uma titulação, utiliza-se uma bureta conforme a Figura 3.1.



**Figura 3.1** - Montagem da bureta no suporte universal.

Seu princípio está fundamentado na reação química das duas substâncias em questão, de forma que, ao final do procedimento, essa reação seja completa. Por exemplo, para uma reação com estequiometria 1:1, como no caso da reação do HCl com o NaOH, tem-se:



Ou seja, um mol de titulante (NaOH) reage com um mol de titulado (HCl) e, então, diz-se que a solução foi neutralizada. Assim, ao final da titulação:

**Quantidade de matéria do titulante = Quantidade de matéria do titulado (Equação 1)**

Lembrando que a concentração molar da solução ( $m$ ) é igual à quantidade de matéria ( $n$ ), em mol, dividida pelo volume ( $V$ ), em litros, tem-se que:

$$m = \frac{n}{V} \text{ ou } n = m \cdot V \quad \text{(Equação 2)}$$

Assim, a concentração molar ( $m$ ) da solução que está sendo titulada pode ser calculada substituindo-se a Equação 1 pela Equação 2:

$$m_{\text{titulante}} \cdot V_{\text{titulante}} = m_{\text{titulado}} \cdot V_{\text{titulado}} \quad \text{(Equação 3)}$$

Para identificar o final da reação entre o titulante e o titulado (ponto final da titulação), são utilizadas substâncias indicadoras que apresentam cores distintas antes e após o término da reação química devido às características das substâncias presentes no meio.

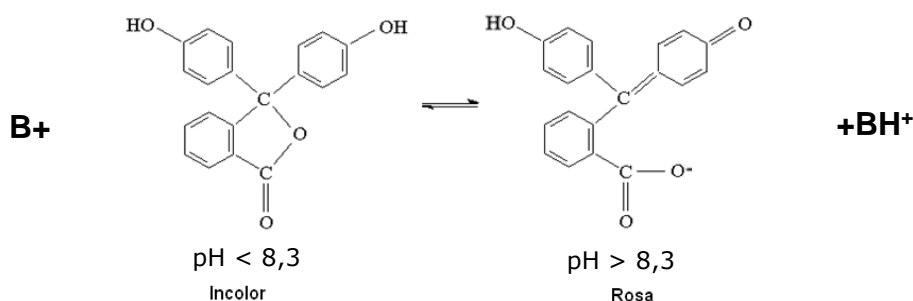
Na Tabela 3.2, são apresentados alguns tipos de indicadores ácido-base e suas respectivas mudanças de cores e o intervalo de pH em que ocorre a transição de cor (viragem do indicador).

**Tabela 3.2** - Faixas de viragem de indicadores ácido-base.

Indicador	Cor	Faixa de pH de "viragem"	Cor
Azul de timol	vermelho	1,2 – 2,8	amarelo
Azul de bromofenol	amarelo	2,5 – 4,5	violeta
Alaranjado de metila	vermelho	3,1 – 4,3	amarelo
Vermelho de metila	vermelho	4,2 – 6,2	amarelo
Vermelho de fenol	amarelo	6,0 – 8,0	vermelho
Fenolftaleína	incolor	8,3 – 10,0	rosa
Amarelo de alizarina R	amarelo	10,1 – 12,0	vermelho



Nas titulações ácido-base, os indicadores utilizados são ácidos e bases orgânicos fracos, que apresentam colorações diferentes em função da concentração de íons  $H_3O^+$  na mistura da reação.

Na Figura 3.2 pode ser vista a estrutura química da fenolftaleína nas suas duas formas em solução aquosa.



**Figura 3.2** - Estrutura química da fenolftaleína antes e após o pH de viragem.

### 3.3. Materiais, Reagentes e Equipamentos

- Erlenmeyers 250 mL 
- béquer de 100 mL
- Bureta 25 mL 
- Suporte universal
- 1 garra
- pipeta volumétrica 10 mL
- Soluções indicadoras (fenolftaleína e vermelho de metila)
- Solução de ácido acético preparada na aula anterior
- Soluções de NaOH e HCl preparadas na aula anterior
- Balança analítica ou semianalítica
- Biftalato de potássio (disponível ao lado das balanças)
- Água destilada

### 3.4. Parte Experimental

#### 3.4.1. Padronização das Soluções de Hidróxido de Sódio

**Orientações Iniciais:** utilize a solução de NaOH 0,1 mol/L preparada na aula anterior.

O processo de titulação/padronização deve ser feito em triplicata.

**Procedimento:**

1. Lave a bureta com água e sabão, verificando se a mesma se encontra sem gorduras. Depois, ambiente a bureta três vezes com pequenas quantidades da solução de NaOH (aproximadamente 5 mL) e escoe todo o líquido antes da adição do novo volume.
2. Preencha a bureta com a solução de NaOH até que o nível do líquido fique um pouco acima de zero.
3. Fixe a bureta no suporte universal, conforme a Figura 3.1, e acerte o menisco na marca zero da bureta, lembrando-se das orientações para verificação da altura do menisco descritas na Figura 1.1.
4. Calcule a massa de biftalato de potássio ( $\text{KC}_8\text{H}_5\text{O}_4$ ),  $\text{MM} = 204,1 \text{ g/mol}$ , necessária para consumir aproximadamente 10 mL de solução de NaOH. Lembre-se que a reação é 1:1.
5. Pese a massa de biftalato calculada dentro de um frasco Erlenmeyer de 250 mL.
6. Adicione aproximadamente 30 mL de água destilada para dissolver o biftalato de potássio.
7. Após total dissolução, adicione 3 gotas de indicador fenolftaleína.
8. Coloque o Erlenmeyer sob a torneira da bureta e escoe lentamente o titulante (solução de NaOH), o agitando continuamente com movimentos circulares até que se observe a mudança de coloração da solução. Leia com exatidão o volume gasto de NaOH e anote.  
Caso haja dúvida quanto ao ponto final, consulte o professor ou o monitor.
9. A partir dos volumes medidos, calcule a concentração de NaOH nas três titulações, a concentração média ( $\bar{X}$ ), o desvio padrão ( $S_{\bar{x}}$ ) e o coeficiente de variação (CV - desvio padrão relativo). Caso o coeficiente de variação seja maior que 2%, exclua a replicata mais discordante, realize uma nova titulação e calcule novamente o CV. Repita esse procedimento até que o CV seja menor que 2%. Mostre seus cálculos ao professor.

#### 3.4.2. Padronização do Ácido Clorídrico

**Orientações Iniciais:** utilize a solução de HCl 0,1 mol/L preparada na aula anterior.

O processo de titulação de cada solução de HCl deve ser feito em triplicata.

Nesta etapa, as soluções de HCl serão padronizadas utilizando-se as soluções de NaOH que já foram padronizadas no item anterior. Portanto, o NaOH é utilizado como padrão secundário. Para realizar a padronização da solução de HCl, o mesmo procedimento anterior será repetido, substituindo-se o biftalato de potássio por uma alíquota de 10 mL de solução HCl a ser padronizada.

**Procedimento:**

1. Com o auxílio de uma pipeta volumétrica e um pipetador de três vias, adicione 10 mL da solução HCl a ser padronizada a um frasco Erlenmeyer.
2. Adicione ao Erlenmeyer aproximadamente 20 mL de água destilada e acrescente 3 gotas de fenolftaleína como indicador.
3. Realize a titulação e anote o volume gasto de NaOH para atingir o ponto de viragem (ponto final da titulação) em cada titulação. A partir dos volumes medidos, calcule a concentração de HCl nas três titulações, a concentração média ( $\bar{X}$ ), o desvio padrão ( $S_{\bar{x}}$ ) e o coeficiente de variação (CV - desvio padrão relativo). Caso o coeficiente de variação seja maior que 2%, exclua a replicata mais discordante, realize uma nova titulação e calcule novamente o CV. Repita esse procedimento até que o CV seja menor que 2%. Mostre seus cálculos ao professor.

### 3.4.3. Influência dos indicadores no ponto final da titulação (PRÁTICA EXTRA: A critério do professor)

**Orientações Iniciais:** utilize as soluções de HAc 0,04 mol/L preparada na aula anterior.

O mesmo procedimento anterior será utilizado para padronizar o ácido acético.

Realize duas titulações utilizando o **indicador fenolftaleína** e mais duas com o indicador **vermelho de metila**.

**Procedimento:**

1. Com o auxílio de uma pipeta e um pipetador de três vias, adicione 25 mL da solução HAc em um frasco Erlenmeyer.
2. Adicione ao Erlenmeyer aproximadamente 20 mL de água destilada e acrescente 3 gotas do indicador desejado.
3. Realize a titulação e anote o volume gasto de NaOH para atingir o ponto de viragem (ponto final da titulação) em cada titulação, comparando com o volume que deveria ser obtido pela quantidade de ácido acético titulado.
4. Com base nos resultados, indique o indicador mais apropriado e explique sua influência no volume para o ponto final.

### 3.5. Resultados e Discussões (para as turmas que adotam o Relatório)

- a) O que é solução padrão? Por que nem todas as soluções preparadas podem ser consideradas padrões?
- b) As soluções de ácido que você preparou podem ser consideradas soluções padrão? Por quê?
- c) O que é padronização? Quando ela é necessária?
- d) O que é padrão primário? Quais os requisitos para que uma substância seja um padrão primário? Por que é preciso secá-lo antes de sua utilização?
- e) Quais são as fontes de erro no preparo e padronização de soluções?
- f) Quais cuidados devem ser tomados antes da padronização do NaOH com biftalato de potássio?



- g) Explique como funciona o indicador ácido-base?
- h) O que é ponto de viragem?
- i) Ponto de viragem é sinônimo de ponto final? Justifique sua resposta.

Sugestões: usar essas informações/perguntas para fundamentação teórica do relatório e para a discussão dos resultados experimentais.

### 3.6. O que fazer com os Resíduos Químicos?

- 1) As soluções restantes nos Erlenmeyers (após as titulações), ao final do experimento encontram-se neutralizadas. Como não há íons de elevada toxicidade, essas soluções poderão ser dispostas na pia.
- 2) As sobras dos ácidos e/ou bases remanescentes nas buretas não podem ser devolvidas aos seus frascos originais. No entanto, são soluções que podem ser utilizadas para neutralizar resíduos ácidos ou básicos posteriormente no laboratório.



#### Referências

- Skoog, D.A.; West, D.M.; Holler, F.J.; Crouch, S.R. Fundamentos de Química Analítica. São Paulo: Cengage Learning, 2008.
- Mendham, J.; Denney, R.C.; Barnes, J.D.; Thomas, M.J.K. Vogel Análise Química quantitativa. Rio de Janeiro: LTC, 2008.

## Experimento 4 – Síntese do Ácido Acetilsalicílico (AAS)

### 4.1. Objetivo

Preparar o ácido acetilsalicílico (AAS) a partir do ácido salicílico e utilizar/aprender as técnicas de acompanhamento de reação e de filtração a vácuo.

### 4.2. Introdução

O ácido acetilsalicílico é o principal componente da Aspirina. Trata-se de fármaco do grupo dos anti-inflamatórios não-esteróides utilizado como anti-inflamatório, antipirético, analgésico e, também, como antiplaquetar. É preparado a partir do ácido salicílico (ácido 2-hidroxi-benzóico) na presença de anidrido acético e em meio ácido (Esquema 4.1). O ácido salicílico é um composto bifuncional formado por um grupo fenol (OH diretamente ligado ao anel benzênico) e um ácido carboxílico.









**Esquema 4.1** Preparação do AAS.

As reações de síntese geralmente formam misturas e a maneira mais adequada para se obter o produto puro é realizar a técnica de recristalização, que é um método de purificação de compostos que são sólidos à temperatura ambiente. O princípio desse método consiste em dissolver o sólido em um solvente quente, uma solução ou em uma mistura de solventes. O fator crítico da recristalização é a escolha do solvente, que não deve solubilizar as impurezas. Em seguida, para separar as impurezas, deve ser realizada uma filtração que pode ser simples ou à pressão reduzida. Com o filtrado em mãos, é necessário fazer o sólido precipitar da solução e isso pode ser conseguido deixando a solução resfriar lentamente (quando utilizado solvente quente), deixando o solvente que foi utilizado para solubilizar o composto evaporar, (quando utilizada uma mistura de solventes) ou, ainda, adicionando uma solução que mude as características do meio, fazendo com que o sólido precipite. Se o processo for lento ocorrendo formação de cristais, podemos denominar também de cristalização.

Após obter o sólido precipitado ou cristalizado, uma nova filtração (a vácuo) deve ser realizada. Nesse caso, o sólido obtido é lavado com um líquido que não solubiliza o produto. A lavagem é mais eficaz quando se lava com diversas parcelas de líquido de lavagem, esgotando (filtrando ao máximo) o líquido completamente entre cada duas lavagens. O líquido de lavagem ideal deve atender, tanto quanto possível, as seguintes condições:

1. Não ter ação solvente sobre o precipitado, mas dissolver com facilidade as substâncias estranhas;
2. Não ter ação dispersora sobre o precipitado;
3. Não formar produto volátil ou insolúvel com o precipitado;
4. Ser facilmente volatilizado na temperatura de secagem do precipitado.

### 4.3. Materiais, Reagentes e Equipamentos

- Papel de filtro 
- 1 Pipeta Pasteur 
- 1 Pipeta graduada (5,0 mL)
- 1 Bastão de vidro
- 7 Tubos de ensaio
- 2 Béquers (100 e 150) 
- 1 Erlenmeyer (125 mL)
- 1 Funil de Büchner 
- 2 Kitassatos (250 mL) 
- Vidro-relógio 
- Banho-maria a 40 °C
- Proveta de 5,0 mL
- Ácido salicílico (1,0 g)
- Anidrido acético (3,0 mL)
- Ácido sulfúrico concentrado (5 gotas)
- Solução 1% de cloreto de ferro (III)
- Água destilada
- Ácido Acetil Salicílico PA

### 4.4. Parte Experimental

#### 4.4.1. Síntese e Acompanhamento da Reação

##### Procedimento:

1. Pese 1,0 g (7,5 mmol) de ácido salicílico e coloque em um frasco Erlenmeyer.
2. **Na capela**, adicione 3,0 mL (30,0 mmol) de anidrido acético e homogeneíze bem a mistura.
3. Acrescente lentamente 5 gotas de ácido sulfúrico concentrado (**CUIDADO!!!**), homogeneizando sempre a mistura após a adição de cada gota.
4. Agite o frasco até que o ácido salicílico seja dissolvido em sua totalidade.
5. Aqueça o frasco levemente em banho-maria (40 °C) por, aproximadamente, 20 minutos.

##### Acompanhamento da reação

6. Enquanto o frasco Erlenmeyer está no banho-maria, é interessante fazer o acompanhamento da reação, de forma a verificar, ao longo do tempo, se a reação está formando os produtos desejados. Para tanto, será utilizado um teste que envolve uma reação entre o cloreto férrico (cloreto de ferro (III)) e o fenol, advindo do reagente ácido salicílico. Para proceder com o teste, lave e separe inicialmente 2 tubos de ensaio.

A reação mostrada no Esquema 4.2, entre o cloreto férrico e o fenol, ilustra a formação de um complexo ferro-fenol, de cor violeta. Dessa forma, é possível acompanhar o progresso da reação de síntese da aspirina, tendo em vista que o reagente principal, ácido salicílico, possui uma estrutura fenólica em sua molécula, mas o produto, o ácido acetilsalicílico, não tem. Assim, a **diminuição** da cor violeta, obtida após a mistura de uma pequena alíquota do meio reacional com o cloreto férrico, será uma medida do desaparecimento do ácido salicílico reagente.

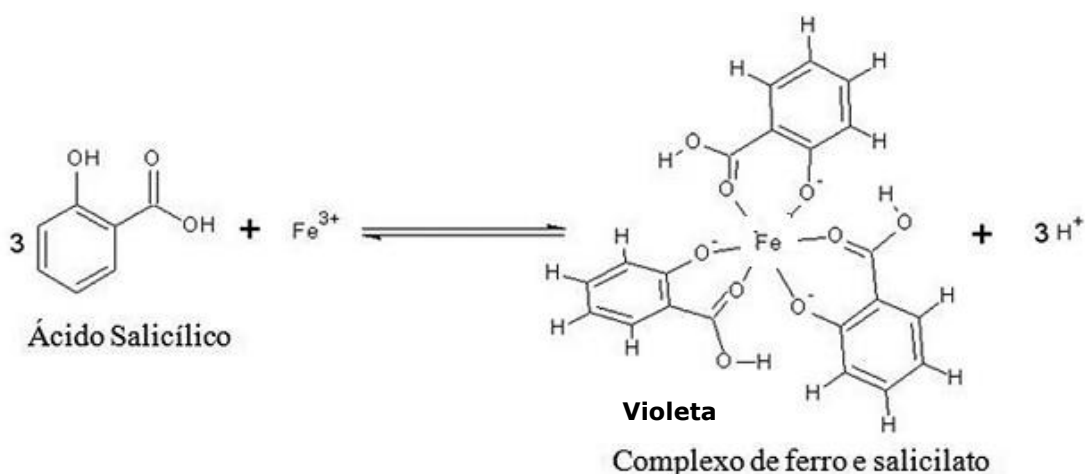
Utilizando os tubos de ensaio, proceda então com o acompanhamento da formação da aspirina retirando uma pequena alíquota do frasco Erlenmeyer de tempos em tempos (por exemplo, a cada 10 minutos). A alíquota é uma pequena amostra de seu meio reacional. Evite retirar grandes quantidades de amostra, pois isso implicará na perda do rendimento da reação.

6.1. **TUBO 1:**

- 6.1.1. Em um tubo de ensaio, coloque, com o auxílio da proveta, 5,0 mL de água, alguns cristais de ácido salicílico e cerca de 4 gotas de uma solução de cloreto de ferro (III).
- 6.1.2. Observe a cor resultante e reserve esse tubo para futuras comparações, pois ele será o padrão de coloração indicativa da presença de reagente no meio reacional.

6.2. **TUBO 2:**

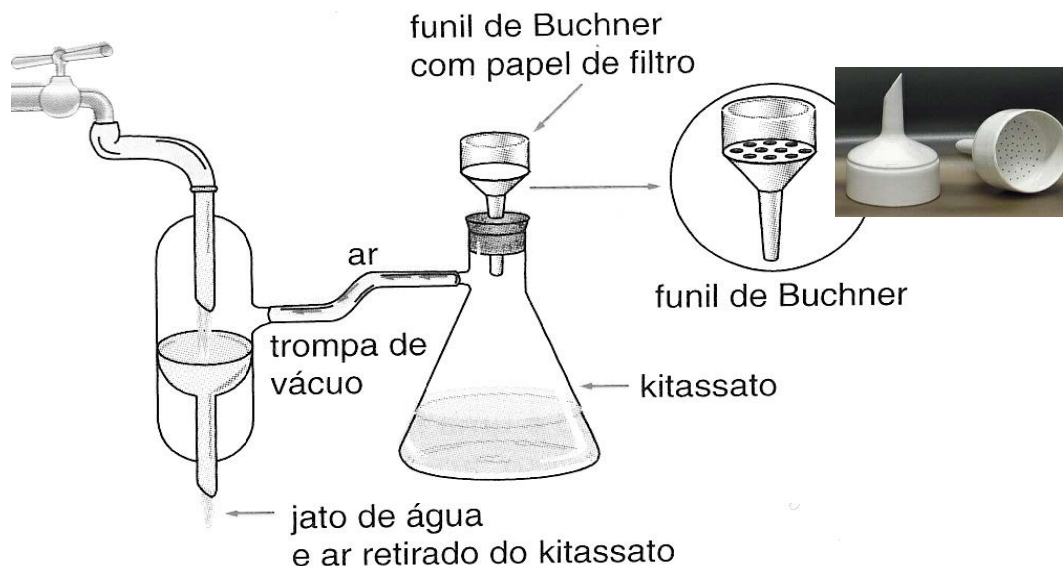
- 6.2.1. Após 10 minutos de reação, em outro tubo de ensaio, acompanhe a reação de formação do AAS, adicionando ao tubo 5 mL de água e 4 gotas de cloreto férrico.
- 6.2.2. Adicione também nesse tubo uma alíquota da reação, que pode ser retirada utilizando-se um bastão de vidro. O contato do bastão de vidro com o meio reacional é suficiente para a realização do teste.
- 6.2.3. Observe a cor obtida e verifique se a coloração violeta está desaparecendo ou diminuindo.
- 6.3. Se necessário, repita o procedimento do item 6.2 de tempos em tempos utilizando outros tubos de ensaio limpos até que a cor violeta desapareça. **Anote e discuta os resultados.**



**Esquema 4.2.** Formação do complexo ferro-fenol com o ânion salicilato.

7. Assim que a cor violeta desaparecer ou se tornar bastante clara nos testes de acompanhamento da reação, retire o frasco Erlenmeyer do banho-maria e o deixe esfriar até a temperatura ambiente. Durante esse tempo, o ácido acetilsalicílico começará a cristalizar-se a partir da mistura reacional. Se isso não acontecer, raspe lentamente as paredes do Erlenmeyer com um bastão de vidro e resfrie a mistura em um banho de gelo até que ocorra a cristalização. Provavelmente, o produto aparecerá como uma massa sólida quando a precipitação for completa.
8. Colete o sólido por filtração a vácuo em um funil de Büchner até que os cristais estejam secos. Para isso, conecte o kitassato, provido de um funil de Büchner, à mangueira de água do sistema de pressão reduzida (Figura 4.1). Corte um círculo de papel de filtro com diâmetro cerca de 1 a 2 mm menor que o diâmetro interno do funil. Coloque o papel no funil de modo a cobrir seus orifícios, mas sem chegar até as paredes do funil. Ligue a trompa de água, umedeça o papel de filtro com água destilada e efetue a filtração. Apenas colete o sólido quando ele estiver bem seco. Antes de fechar a torneira da trompa de água, libere a pressão interna formada desconectando o funil do kitassato cuidadosamente.

Normalmente, o produto obtido pode conter algum ácido salicílico e polímeros. A filtração a vácuo possui vantagens sobre a filtração simples, por ser mais rápida e por deixar menor quantidade de impurezas e solvente no sólido. O aumento da velocidade é provocado pelo aumento no fluxo de filtrado devido à sucção provocada pelo vácuo. A Figura 4.1 ilustra a montagem de uma filtração a vácuo.



**Figura 4.1.** Sistema de filtração a vácuo.

9. Coloque os cristais em um recipiente indicado pelo técnico e o deixe secando em ar até a próxima semana. Após uma semana, pese o produto e calcule o rendimento do processo.

#### 4.5. Resultados e Discussões

- a) Elabore um texto discutindo o experimento realizado.
- b) Demonstre os cálculos efetuados para determinar o rendimento da reação. Quais dificuldades ocorridas ao longo do procedimento experimental podem ter interferido no rendimento?
- c) Por que a amostra teve que ser aquecida e, em seguida, resfriada?

#### 4.6. O que fazer com os Resíduos Químicos?

Resíduos de fenol devem ser descartados em recipiente designado pelo técnico e o AAS preparado será colocado em frasco plástico indicado.



#### Referências

- Pavia, D. L.; Lapman, G. M.; Kriz, G. Z.; "Introduction to Organic Laboratory: Techniques a Contemporary Approach". 2nd ed. Saunders, College Publ., 1982.
- SOLOMONS, T. W. G.; FRYHLE, C. Química Orgânica. 6. Ed. Vols 1 e 2. LTC Livros Técnicos e Científicos Editora: Rio de Janeiro, 1996.
- MORRISON, R. T.; BOYD, ROBERT. Química Orgânica. 6 ed. Fundação Calouste Gulbenkian: Lisboa, 1996.
- Voguel, A.I. Química Orgânica – Análise Orgânica Qualitativa. Ao Livro Técnico S.A., v.2., (1971), 656-661.
- MCMURRY, J. Química Orgânica. 4 ed. Vols 1 e 2. LTC Livros Técnicos e Científicos Editora: Rio de Janeiro, 1997.
- Eco Química – Portal de química e meio ambiente.

## Experimento 5 - Calorimetria

### 5.1. Objetivos

Determinar a capacidade térmica de um calorímetro, o calor específico de um metal, o calor de neutralização de um ácido com uma base e a entalpia de decomposição do peróxido de hidrogênio.

### 5.2. Introdução



Todos os processos físicos e químicos envolvem liberação ou absorção de energia. Processos que produzem calor são chamados **exotérmicos** e processos que consomem calor são chamados **endotérmicos**. A quantificação dessa energia é uma das maneiras de estudar esses processos, o que, muitas vezes, é extremamente importante na determinação da estrutura da matéria e no estabelecimento de condições ótimas em processos industriais, para evitar, até mesmo, situações desastrosas. A quantidade de calor liberada ou consumida por um processo de transformação física ou química é denominada entalpia do processo ou  $\Delta H$ . O símbolo  $\Delta$  (delta) indica que a grandeza é deduzida pela diferença entre dois outros valores: a entalpia do estado inicial e a entalpia do estado final.

Em um processo endotérmico a entalpia do sistema cresce (calor é absorvido do ambiente), portanto  $\Delta H$  é positivo. Já em um processo exotérmico, o oposto acontece: a entalpia diminui (calor é liberado para o ambiente) e, portanto,  $\Delta H$  é negativo. A variação de entalpia em reações químicas  $\Delta H$  é expressa em unidades de quantidade de calor por mol de substância transformada, ou kJ/mol.

Na maioria das vezes, a medida dessa energia é feita utilizando calorímetros, que numa definição bem ampla, são aparelhos para medir variações de energia em situações as quais a temperatura desempenha um papel primordial. O calorímetro é um sistema fechado que não permite troca de calor com o ambiente, semelhante a uma garrafa térmica. Geralmente, a natureza do processo é que define as características do calorímetro a ser utilizado: modo de operação, dimensões e material de construção.

Para resultados mais exatos, é necessário levar em consideração o calor absorvido pelo próprio calorímetro. Uma maneira simples de se fazer isso é misturar água quente com água fria dentro do calorímetro. Num calorímetro perfeito, ou seja, um calorímetro em que não ocorre troca de calor entre ele e a vizinhança, a energia ganhada pela água fria, na forma de calor, deverá ser igual à energia perdida, também na forma de calor, pela água quente. Porém isso nunca ocorre. O isopor é um bom isolante e o calor absorvido pelo calorímetro será pequeno, mas, para resultados exatos, mesmo quantidades pequenas de perdas devem ser levadas em consideração.

### 5.3. Materiais, Reagentes e Equipamentos

- |                                                                                                   |                             |                                                         |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------|---------------------------------------------------------|
| - Calorímetro  | - Placa de Aquecimento      | - solução de HCl 0,4 mol/L (preparada no Experimento 2) |
| - Banho-maria a 80 °C (na capela)                                                                 | - Bloco de alumínio         | - solução de NaOH 1 mol/L (preparada no Experimento 2)  |
| - Termômetro (-10 a 110°C)                                                                        | - Bloco de cobre            |                                                         |
| - Espátula     | - Água de torneira          |                                                         |
| - Béquer                                                                                          | - Dióxido de manganês       |                                                         |
| - Proveta                                                                                         | - Água oxigenada a 3% (v/v) |                                                         |

## 5.4. Parte experimental

**Orientações Iniciais:** o calorímetro que você irá utilizar é feito de isopor e contém, em seu interior, um béquer de 150 mL, além de um termômetro para aferição da temperatura. Ao final de cada experimento, você poderá lavar seus componentes com sabão e água destilada.

### 5.4.1. Capacidade Calorífica do Calorímetro

**Procedimento:**

1. Adicione 50 mL de água da torneira no calorímetro, fazendo a leitura da temperatura. Essa será a temperatura da água fria ( $t_F$ ).
2. Adicione, rapidamente, 50 mL de água quente ( $t_Q = 70\text{ }^\circ\text{C}$ ) no calorímetro.
3. Tampe o calorímetro imediatamente e agite suavemente para homogeneizar o meio resultante.
4. Observe a variação de temperatura do sistema. Quando atingir um valor constante (parar de aumentar), anotar a temperatura final da mistura. Essa será a temperatura de equilíbrio,  $T_{eq}$ .
5. Fazer a determinação mais duas vezes e calcular a média das variações da temperatura.

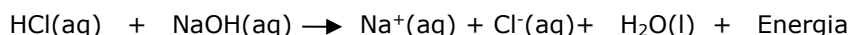
### 5.4.2. Calor Específico de um Metal

**Procedimento:**

1. Adicione 50 mL de água da torneira no calorímetro e meça a temperatura.
2. Em outro béquer, pese duas ou três peças de alumínio e anote sua massa total.
3. Aqueça as peças de alumínio acrescentando água quente ( $\sim 75\text{ }^\circ\text{C}$ ) ao béquer (somente o suficiente para cobrir as peças metálicas).
4. Monitore a temperatura da água do béquer até que ela esfrie e alcance  $\sim 60\text{ }^\circ\text{C}$ .
5. **Rapidamente** e com o auxílio de uma pinça de madeira, coloque somente as peças metálicas aquecidas no béquer do calorímetro que contém água na temperatura ambiente. Tampe o calorímetro o mais rápido possível.
6. Faça a leitura da temperatura de equilíbrio.
7. Repita a operação com o cobre.

### 5.4.3. Entalpia de Neutralização

A reação de neutralização de um ácido com uma base é uma reação exotérmica. No caso da reação do ácido clorídrico com hidróxido de sódio, tem-se:

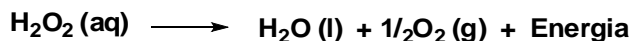


**Procedimento:**

1. Adicione ao calorímetro 50 mL de ácido clorídrico 0,4 mol/L.
2. Meça exatamente a temperatura da solução. Essa será a temperatura inicial ( $t_i$ ).
3. Adicione 20 mL de hidróxido de sódio 1 mol/L e tampe rapidamente o calorímetro.
4. Agite o calorímetro suavemente.
5. Observe a variação de temperatura do sistema até que esse atinja um valor máximo estabilizado. Essa será a temperatura final ( $t_f$ ).
6. Calcule a variação de temperatura, que será usada nos cálculos da entalpia de reação.
7. As soluções residuais podem ser descartadas na pia, pois já estão neutralizadas.

#### 5.4.4. Entalpia de Decomposição do Peróxido de Hidrogênio

A decomposição do peróxido de hidrogênio é uma reação exotérmica dada pela equação:



Obs.: como o gás oxigênio é liberado durante essa reação, é necessário um pequeno orifício adicional na tampa do calorímetro para permitir a saída do gás e, conseqüentemente, manter a pressão constante. No caso do calorímetro utilizado nesse experimento, esse orifício não é necessário, já que o local de entrada do termômetro não é totalmente vedado.

##### Procedimento:

1. Adicione ao calorímetro 50 mL de água oxigenada a 3%.
2. Meça exatamente a temperatura da solução. Essa será a temperatura inicial ( $t_i$ ).
3. Adicione 1,5 g de dióxido de manganês e tampe rapidamente o calorímetro.
4. Agite o calorímetro suavemente.
5. Observe a variação de temperatura do sistema até que esse atinja um valor máximo estabilizado. Essa será a temperatura final ( $t_f$ ).
6. Calcule a variação de temperatura, que será usada nos cálculos da entalpia de reação.
7. Os resíduos dessa prática devem ser colocados em recipiente indicado pelo técnico, pois o dióxido de manganês pode ser recuperado e reutilizado.

#### 5.5. Resultados e Discussões

- a) Calcule a capacidade calorífica (C) do calorímetro, utilizando as equações abaixo:

Equação Fundamental da Calorimetria:  $Q = m.c.\Delta t$  **(Equação 1)**

Onde: Q = quantidade de calor recebida ou cedida; m = massa do líquido; c = calor específico, dado em cal/g.°C; e  $\Delta t$  = variação da temperatura.

A Capacidade Térmica é definida como:  $C = \frac{Q}{\Delta t_{eq}}$  **(Equação 2)**

Onde: C = capacidade térmica, dada em cal/°C; Q = quantidade de calor recebida ou cedida; e  $\Delta t_{eq}$  = variação entre a temperatura inicial e a temperatura de equilíbrio.

De acordo com o princípio fundamental da calorimetria, se os corpos, no interior de um recipiente isolado termicamente, trocam calor, os de maior temperatura cedem calor aos de menor temperatura até que se estabeleça o equilíbrio térmico. Dessa forma, a soma algébrica dos calores trocados é igual a zero. Em outras palavras, o calor recebido ( $Q_r$  ou  $Q_{\text{H}_2\text{O}fria}$ ) deverá ser igual ao calor cedido ( $Q_c$  ou  $Q_{\text{H}_2\text{O}quente}$ ):

$$Q_{\text{H}_2\text{O}fria} + Q_{\text{Calorímetro}} + Q_{\text{H}_2\text{O}quente} = 0$$

$$Q_{\text{H}_2\text{O}fria} + Q_{\text{Calorímetro}} = -Q_{\text{H}_2\text{O}quente} \quad \textbf{(Equação 3)}$$

Substituindo as Equações 1 e 2 na Equação 3, tem-se:



$$[m_{H_2O\text{fria}}c_{H_2O} \cdot (t_{eq} - t_{fria})] + [C \cdot (t_{eq} - t_{fria})] = -[m_{H_2O\text{quente}}c_{H_2O} \cdot (t_{eq} - t_{quente})] \quad \text{(Equação 4)}$$

$$m_{H_2O\text{fria}}c_{H_2O} \cdot (t_{eq} - t_{fria}) + C \cdot (t_{eq} - t_{fria}) = m_{H_2O\text{quente}}c_{H_2O} \cdot (t_{quente} - t_{eq})$$

Onde:  $m_{H_2O\text{fria}}$  = massa do da água fria colocada no calorímetro (considere 1mL água = 1g de água);  $m_{H_2O\text{quente}}$  = massa do da água quente colocada no calorímetro (considere 1mL água = 1g de água);  $c_{H_2O}$  = calor específico da água (considere 1 cal/g.°C);  $t_{eq}$  = temperatura final após mistura da água quente com a água fria;  $t_{fria}$  = temperatura da água fria (temperatura inicial da água);  $t_{quente}$  = temperatura da água quente, antes de entrar no equilíbrio (70 °C); e C = capacidade calorífica do calorímetro (que se deseja descobrir).

- b) Calcule o calor específico do alumínio e do cobre, empregando a expressão utilizada no item anterior com as devidas adaptações. Compare o valor experimental com os valores obtidos na literatura.
- $$Q_{H_2O} + Q_{Calorímetro} + Q_{Al} = 0 \quad \text{(Equação 5)}$$

- c) Calcule a entalpia de decomposição do peróxido de hidrogênio utilizando a Equação 6:

$$Q_{liberado} = m_{solução}c_{H_2O} \cdot \Delta t + C \cdot \Delta t \quad \text{(Equação 6)}$$

Lembrando que a água oxigenada utilizada é dada a 3% (v/v) e que o efeito térmico causado pelo escape do oxigênio deverá ser considerado insignificante. E sabendo, ainda, que:

$Q_{liberado}$  = quantidade de calor liberado

$c_{H_2O}$  = calor específico da água (1 cal/g.°C ou 4,18 J.g<sup>-1</sup>(°C)<sup>-1</sup>)

$m_{solução}$  = massa da solução de peróxido de hidrogênio adicionada ao calorímetro

$\Delta t$  = diferença entre a temperatura final ( $t_f$ ) e a inicial ( $t_i$ )

C = capacidade calorífica do calorímetro ou constante calorimétrica (determinada no item "a").

O valor que você obteve de  $Q_{liberado}$  é para os 50 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>3%, que corresponde a 0,065 mol. A entalpia deverá ser dada para um mol de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.

## 5.6. O que fazer com os Resíduos Químicos?

As soluções de HCl e NaOH, quando misturadas no calorímetro, foram neutralizadas e, portanto, podem ser descartadas na pia. Os resíduos de dióxido de manganês devem ser recolhidos em recipiente designado pelo técnico, pois ele pode ser recuperado e reutilizado.



### Referências

- P. Atkins; L. Jones, Princípios de Química, (3ª ed. Bookman) 2006;
- B.H. Mahan, Química: um curso universitário (4ª ed. Edgard Blucher) 1997;
- G. Castellan, Fundamentos de físico-química (2ª ed. LTC) 1996;
- P. C. Braathen et al, Entalpia de Decomposição do Peróxido de Hidrogênio: uma Experiência Simples de Calorimetria com Material de Baixo Custo e Fácil Aquisição (Química Nova na Escola nº 29), 2008.
- Simoni, J. A; Jorge, R. A. Um calorímetro versátil e de fácil construção, *Química Nova*, 1990, 13(2), 108.

## Experimento 6 - Equilíbrio Químico

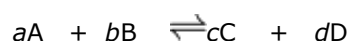
### 6.1. Objetivos

Observar experimentalmente as características fundamentais do equilíbrio químico.

Demonstrar o princípio de Le Chatelier por meio de exemplos simples de reações homogêneas e heterogêneas em solução aquosa.

### 6.2. Introdução

O equilíbrio químico é um processo que ocorre em um sistema isolado, em uma reação reversível, na qual a velocidade da reação direta é igual à da reação inversa e, conseqüentemente, as concentrações de todas as substâncias participantes permanecem constantes.



O estado de equilíbrio é descrito pela expressão formulada por Guldberg e Waage em 1867:

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

Onde: [ ] concentrações em mol/L dos reagentes (A e B) e produtos (C e D)

a, b, c e d: são os coeficientes estequiométricos

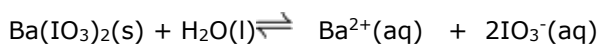
$K_c$ : constante de equilíbrio da reação

Cada reação de equilíbrio possui a sua constante, a qual sempre possui o mesmo valor para uma mesma temperatura. Um valor alto da constante ( $K_c > 1$ ) significa que os produtos são favorecidos em relação aos reagentes. No caso de baixo valor da constante ( $K_c < 1$ ), os reagentes são favorecidos e pouco dos produtos são formados quando o equilíbrio é atingido.

Em 1888, Henry Louis de Le Chatelier, buscando entender as regularidades entre grande quantidade de dados experimentais a respeito de equilíbrio químico, resumiu suas conclusões no Princípio de Le Chatelier: sistemas em equilíbrio tendem a minimizar perturbações sofridas para estabelecer novamente a situação de equilíbrio. Dessa forma, se energia é fornecida a um sistema em equilíbrio, por exemplo, se for aumentada a temperatura de uma reação endotérmica, ocorrerá um deslocamento do equilíbrio no sentido dos produtos de forma a consumir a energia adicionada. O sistema evolui no sentido da reação direta até seu retorno ao equilíbrio. Em uma reação exotérmica, o aumento da temperatura desloca o equilíbrio no sentido dos reagentes (favorecimento da reação inversa). Já com a variação da concentração de reagentes e produtos, observa-se que um aumento da concentração dos reagentes resultará no consumo do excesso dos reagentes e deslocará o equilíbrio para o sentido dos produtos, e vice-versa.

Os sistemas em equilíbrio químico são classificados em: equilíbrios homogêneos (são aqueles que envolvem substâncias numa única fase), equilíbrios heterogêneos (que envolvem substâncias em fase de agregação diferentes) e os equilíbrios de solubilização/precipitação (ocorrem entre espécies dissolvidas e uma fase sólida).

Quase todos os sais pouco solúveis encontram-se totalmente dissociados em soluções aquosas saturadas. Quando atingido o equilíbrio entre o sólido e seus íons em solução, tem-se o processo de solubilização. Neste caso, o aumento da quantidade de sólido não altera as concentrações dos íons na solução sobrenadante. Por exemplo, quando um excesso de iodato de bário está em equilíbrio com a água, o processo de dissociação é descrito de forma adequada pela equação:






A correspondente constante de equilíbrio pode ser escrita na forma:

$$K_{\text{ps}} = [\text{Ba}^{2+}] \cdot [\text{IO}_3^{-}]^2$$

A quantidade do sólido  $\text{Ba}(\text{IO}_3)_2$  não tem nenhuma importância sobre as concentrações dos íons em solução, que, no estado de equilíbrio, atingiram o valor máximo possível na temperatura considerada. O  $K_{\text{ps}}$  é denominado constante do produto de solubilidade ou produto de solubilidade e constitui um valor característico para cada sal a uma dada temperatura. Por exemplo: um valor alto de  $K_{\text{ps}}$  ( $> 1$ ) corresponde a uma solubilidade alta. O sal pouco solúvel  $\text{Ba}(\text{IO}_3)_2$ , a  $25^\circ\text{C}$ , tem  $K_{\text{ps}}$  igual a  $1,57 \times 10^{-9}$ .

O processo inverso à solubilização corresponde à precipitação de um sólido. Em uma solução aquosa contendo os íons  $\text{Ba}^{2+}$  e  $\text{IO}_3^{-}$ , se o produto  $[\text{Ba}^{2+}][\text{IO}_3^{-}]^2$  for levado a exceder o valor de  $K_{\text{ps}}$ , pela adição de um íon comum  $\text{Ba}^{2+}$  ou  $\text{IO}_3^{-}$ , por exemplo, o sistema tentará reestabelecer o equilíbrio, isto é, tentará igualar o produto  $[\text{Ba}^{2+}][\text{IO}_3^{-}]^2$  ao  $K_{\text{ps}}$  novamente, por meio do deslocamento do equilíbrio no sentido da precipitação de  $\text{Ba}(\text{IO}_3)_2(\text{s})$ , resultando no processo de precipitação.

### 6.3. Materiais, Reagentes e Equipamentos

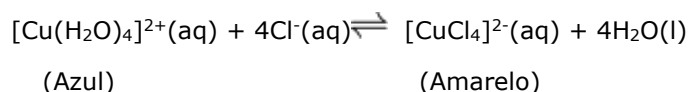
- |                              |                                                                                     |                                                                 |
|------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------|
| - Tubos de ensaio            |   | - Ácido clorídrico concentrado                                  |
| - Estante de tubos de ensaio |                                                                                     | - Solução Saturada Cloreto de amônio ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) |
| - Pipeta de Pasteur          |  | - Solução Saturada Cloreto de Bário ( $\text{BaCl}_2$ )         |
| - Bastão de Vidro            |  | - Solução Saturada Cloreto de Sódio ( $\text{NaCl}$ )           |
| - Béquer                     |                                                                                     | - Solução Saturada Cloreto de Cálcio ( $\text{CaCl}_2$ )        |
| - Almofariz                  |                                                                                     | - Solução de sulfato de cobre 0,2 mol/L.                        |
|                              |                                                                                     | - Indicador Vermelho de Fenol                                   |
|                              |                                                                                     | - Cloreto de Sódio ( $\text{NaCl}$ ) sólido                     |
|                              |                                                                                     | - Solução de Bicarbonato de Sódio 0,01 mol/L                    |



**Cada grupo deverá trazer para a aula 2 comprimidos efervescentes (tipo "Sonrisal").**

### 6.4. Parte Experimental

#### 6.4.1. Equilíbrio Homogêneo



Soluções aquosas de sais de cobre (II) apresentam cor azul-celeste, característica do íon complexo tetraaquacobre (II)  $[\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_4]^{2+}$ . Acrescentando-se cloreto à solução, a cor muda para verde e, finalmente, para amarelo, devido à formação do íon complexo tetraclorocuprato (II)  $[\text{CuCl}_4]^{2-}$ .

Esse é um exemplo de uma reação de substituição em que as moléculas de água, coordenadas ao cátion de cobre (II), são deslocadas pelos íons cloreto.

#### 6.4.1.1. Parte I

**Procedimento:**

1. Enumere cinco tubos de ensaio de 1 a 5 e os coloque na estante.
2. Adicione 2 mL da solução de sulfato de cobre em cada tubo. O tubo 1 serve como parâmetro de comparação.
3. Dilua a solução do tubo 2 pela metade adicionando 2 mL de água destilada e reserve para comparação.
4. Adicione, aos tubos 3 e 4, ácido clorídrico concentrado, gota a gota, até não observar mais mudanças aparentes.
5. Dilua a solução do tubo 4 com água destilada até atingir a coloração da solução do tubo 2.
6. Ao tubo 5, adicione ácido clorídrico apenas o suficiente para produzir uma mudança perceptível do estado inicial.
7. Compare os cinco tubos e discuta os resultados quanto ao deslocamento do equilíbrio químico em cada tubo de ensaio.

#### 6.4.1.2. Parte II

**Procedimento:**

1. Enumere três tubos de ensaio de 1 a 3 e coloque-os na estante.
2. Adicione 2 mL da solução de sulfato de cobre em cada tubo. O tubo 1 serve como parâmetro de comparação.
3. Adicione, aos tubos 2 e 3, cloreto de sódio sólido em pequenas porções e sob constante agitação, até observar uma mudança pronunciada na coloração da solução.
4. Aqueça a solução do tubo 3 (sem ferver) e verifique a mudança de coloração em relação à solução do tubo 2.
5. Deixe o tubo 3 esfriar e verifique a mudança de coloração em relação à solução do tubo 2.
6. Dilua a solução do tubo 2 com água destilada e observe a mudança da coloração.
7. Compare os três tubos e discuta os resultados quanto ao deslocamento do equilíbrio químico em cada tubo de ensaio.

#### 6.4.2. Equilíbrio Heterogêneo

##### 6.4.2.1 – Equilíbrio de Solubilidade: Precipitação e Solubilização de Cloreto de Bário

**Procedimento:**

1. Enumere quatro tubos de ensaio e os coloque na estante.
2. Adicione 2 mL da solução de cloreto de bário em cada tubo.
3. Em cada tubo de ensaio, adicione, gota a gota, as soluções descritas abaixo com a pipeta Pasteur e com agitação até o início da formação do precipitado (máximo de 20 gotas):

Tubo 1 – ácido clorídrico concentrado

Tubo 2 – solução saturada de cloreto de sódio

Tubo 3 – solução saturada de cloreto de cálcio

Tubo 4 – solução saturada de cloreto de amônio

4. Anote os casos em que se observou a formação de precipitado e tente entender o que ocorreu (pesquise as constantes de solubilidade dos sais, Kps, para fazer uma análise mais precisa);
5. Para verificar a reversibilidade do equilíbrio, adicione, sob agitação, água destilada em pequenas porções aos tubos que apresentaram a formação de precipitado até dissolução completa do precipitado.
6. Discuta os resultados obtidos em cada tubo de ensaio e escreva as equações químicas envolvidas em cada experimento.

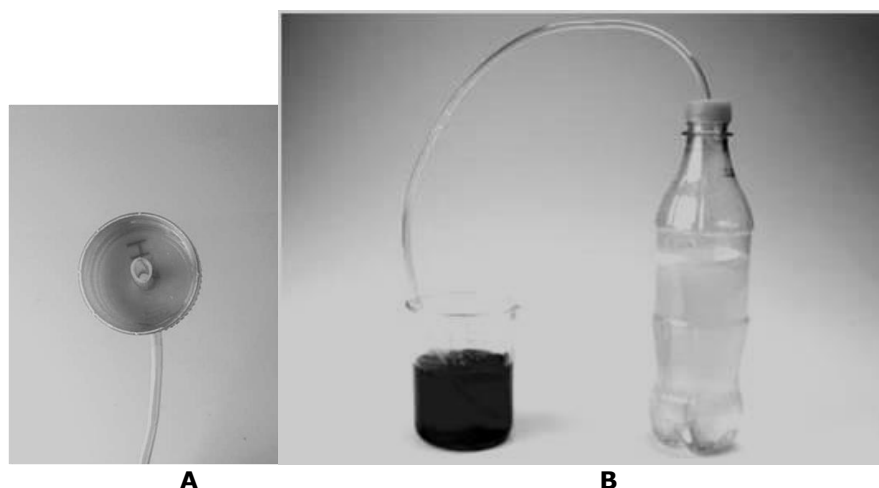


Descarte os resíduos de bário em local designado pelo técnico. Não os jogue na pia!

### 6.4.3. Equilíbrio de hidrólise do íon bicarbonato em presença do CO<sub>2</sub>

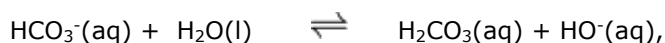
#### Procedimento:

1. Coloque 150 mL de uma solução de bicarbonato de sódio 0,01 mol/L em um béquer de 250 mL.
2. Adicione algumas gotas de indicador vermelho de fenol (para saber o pH de viragem, *vide* Anexos, p. 74) e observe a coloração da solução.
3. Transfira 50 mL dessa solução com indicador para outro béquer e a reserve, pois ela servirá como um padrão para posterior comparação.
4. Em um frasco plástico com tampa (garrafa PET), adicione 450 mL de água.
5. Macere alguns comprimidos efervescentes em um almofariz com pistilo. Colete o pó do comprimido macerado e coloque-o em um pedaço de papel manteiga.
6. Adicione o pó na garrafa e, **rapidamente**, tampe o frasco. A tampa desse frasco deve ter acoplada uma mangueira fina, conforme mostrado na Figura 6.1A.
7. **Rapidamente**, coloque a outra extremidade da mangueira dentro do béquer que contém a solução de bicarbonato de sódio para borbulhar o gás carbônico, como mostra a Figura 6.1B.
8. Observe o que acontece com a solução e compare os resultados com o padrão reservado na etapa 3.

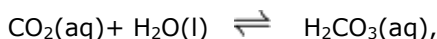


**Figura 6.1.** Experimento de equilíbrio químico: **(A)** tampa do frasco acoplado com uma mangueira fina e **(B)** montagem do sistema.

O equilíbrio 1, está presente no béquer com a solução de bicarbonato:

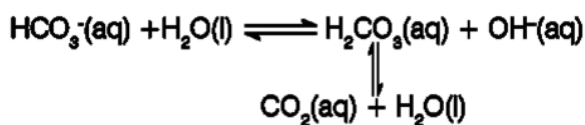


Na garrafa, a dissolução do efervescente libera  $\text{CO}_2$ , gerando o equilíbrio 2:



O qual também pode ser escrito como:  $\text{CO}_2(\text{aq}) + \text{H}_2\text{O}(\text{l}) \rightleftharpoons \text{H}^+(\text{aq}) + \text{HCO}_3^-(\text{aq})$

Os dois equilíbrios interligados podem ser descritos da seguinte maneira:



Com o borbulhamento de gás carbônico, o equilíbrio 2 é deslocado no sentido dos produtos, aumentando a concentração do ácido carbônico ( $\text{H}_2\text{CO}_3$ ). Por sua vez, esse aumento de  $\text{H}_2\text{CO}_3$  desloca o equilíbrio 1, presente no bquer, no sentido dos reagentes, consumindo os íons  $\text{OH}^-$ .

### 6.5. Resultados e Discussões (para as turmas que adotam o Relatório)

- a) Escreva todas as equações químicas envolvidas nos experimentos.
- b) Quais das reações estudadas são reversíveis? Explique.
- c) Pela coloração observada das soluções nos tubos 3, 4 e 5 da parte I de equilíbrio homogêneo, quais são as espécies predominantes.
- d) Qual é o efeito do cloreto de amônio e do ácido clorídrico sobre o equilíbrio homogêneo do cobre?
- e) Qual é o efeito da temperatura sobre este equilíbrio?
- f) Por que somente em alguns casos observou-se a formação de precipitado no estudo de equilíbrio heterogêneo?

### 6.6. O que fazer com os Resíduos Químicos?

Verifique com o professor o local de descarte (resíduo) de bário e de cobre. As soluções de bicarbonato podem ser diluídas e descartadas na pia.



### Referências

- BROWN, T. L.; LEMAY Jr, H. e BURSTEN, R. E. "Química a Ciência Central" 9ª Edição – Pearson Editora, Prentice Hall, 2007.
- ATKINS, P. e JONES, L "Princípios de química, questionando a vida moderna e o meio ambiente" 3ª Edição – Bookman Editora, 2006.
- <http://www.pontociencia.org.br/experimentos-interna.php?experimento=301&EQUILIBRIO+QUIMICO+DO+ION+BICARBONATO+EFEITO+DA+CONCENTRACAO>

## Experimento 7 – Ácidos e Bases: medidas de pH

### 7.1. Objetivos

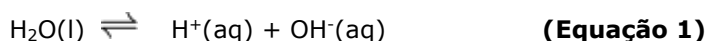
Aprender a verificar os valores de pH utilizando diferentes formas de medidas.

Avaliar e comparar os valores de pH de soluções testes e de produtos comerciais.

### 7.2. Introdução

O termo pH significa “potencial hidrogeniônico” e expressa a quantidade de íons hidrogênio em uma solução aquosa. É considerada uma grandeza que indica a acidez ( $\text{pH} < 7$ ), neutralidade ( $\text{pH} = 7$ ) e basicidade ( $\text{pH} > 7$ ) na temperatura de  $25^\circ\text{C}$ .

Em uma solução aquosa, a água é considerada fracamente ionizada de acordo com equilíbrio apresentado pela Equação 1:



A esse equilíbrio, associa-se uma constante de equilíbrio ( $K_w$ ) que também depende da temperatura, expressa pela Equação 2:

$$K_w = [\text{H}^+][\text{OH}^-] \quad \text{(Equação 2)}$$

A partir dos valores obtidos na literatura de  $K_w$ , na temperatura indicada, é possível encontrar as concentrações de  $\text{H}^+$  e  $\text{OH}^-$  e determinar o valor do pH (Equação 3) ou mesmo do pOH (Equação 4) da solução em estudo.

$$\text{pH} = -\log[\text{H}^+] \quad \text{(Equação 3)}$$

$$\text{pK}_w = \text{pH} + \text{pOH} \quad \text{(Equação 4)}$$

Contudo, os valores de pH podem ser determinados de diferentes formas, usando indicadores (soluções e papéis) ou equipamento (pHmetro).

Os indicadores de pH podem ser naturais (como, por exemplo, uva, jabuticaba, açaí, amora e repolho roxo) ou sintéticos (como, por exemplo, fenolftaleína e alaranjado de metila) e podem ser empregados na forma de solução ou papel. A *solução indicadora* é adicionada em pequenas quantidades a soluções de diversos pH, permitindo conhecer, por meio da mudança da cor, se a solução é ácida, básica ou neutra. O mesmo pode ser observado para o *indicador de papel* (exemplo: papel indicador universal e tornassol), que apresenta modificações na cor das tiras de papel quando em contato com soluções de diferentes pH.

Outra forma de medir o pH é utilizar um pHmetro, instrumento eletrônico baseado numa cela eletroquímica. Eletrodos de vidro associados a um potenciômetro formam o que comumente se conhece por pHmetros, esses são equipamentos comerciais que servem para medidas de pH.

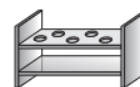
Nesta aula, serão apresentadas e utilizadas essas formas de medidas de pH.

### 7.3. Material, Reagentes e Equipamentos

- Solução de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  0,1 mol/L
- Solução de  $\text{NaHCO}_3$  0,1 mol/L
- Solução de  $\text{H}_3\text{CCOOH}$  0,1 mol/L
- Solução de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0,1 mol/L
- Solução tampão universal
- Produtos comerciais



- Tubos de ensaio
- Estante de tubos de ensaio
- Béquer de 50 mL
- Papel tornassol azul e vermelho
- Indicadores A (fenolftaleína), B (vermelho de metila) e C (azul de bromotimol)
- Indicador misto de Yamada



**Os indicadores e a solução tampão universal com pH variando de 3 a 11 (9 frascos) serão disponibilizados pelo técnico.**

Preparo da solução tampão universal: para preparar 1 L do tampão universal adicione a um balão os reagentes: ácido cítrico, fosfato de potássio monobásico, tetraborato de sódio, tris hidroxiaminometano e cloreto de potássio na concentração de 0,1 mol/L. Em seguida, complete o balão com água destilada e corrija o pH com solução de HCl ou NaOH no pH desejado.

Preparo do indicador misto de Yamada: para preparar 100 mL do indicador é necessário adicionar ao balão 5 mg de azul de timol, 25 mg de vermelho de metila, 60 mg de azul de bromotimol e 60 mg de fenolftaleína. Adicione 75 mL de etanol e complete o balão com água destilada. Adicione gotas de hidróxido de sódio 0,1 mol/L até atingir a tonalidade verde.

### 7.4. Parte Experimental

#### 7.4.1. Construção de uma escala de cores para determinar os valores de pH

##### Procedimento:

1. Enumere 9 tubos de ensaio de 3 a 11 e adicione, individualmente, a cada tubo, aproximadamente 5 mL da solução tampão com o respectivo pH.
2. Em seguida, adicione 2 gotas do indicador misto de Yamada e observe a mudança de cor.
3. A escala de cores deve ficar à disposição para continuação dos experimentos.

#### 7.4.2. Soluções-teste com o indicador misto de Yamada

**Orientações Iniciais:** serão fornecidas aos grupos, 4 soluções aquosas (soluções-teste): ácido acético, cloreto de amônio, bicarbonato de sódio e carbonato de sódio na concentração de 0,1 mol/L.



Antes de determinar as medidas do pH de cada solução, **pesquise o valor das constantes  $K_a$  ou  $K_b$**  e calcule o valor estimado do pH de cada solução. Apresente os resultados na Tabela 7.1.

##### Procedimento:

1. Enumere 4 tubos de ensaio e adicione 5 mL das soluções-teste a cada um.
2. Adicione 2 gotas do indicador misto de Yamada em cada tubo de ensaio, compare com a escala de cores e anote o pH de cada solução na Tabela 7.1.



**Tabela 7.1.** Resultados dos valores de pH das soluções com indicador misto de Yamada.

Soluções 0,1 mol/L	Faixa de pH	
	Valor estimado	Indicador misto de Yamada
- H <sub>3</sub> CCOOH		
- NH <sub>4</sub> Cl		
- NaHCO <sub>3</sub>		
- Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>		

**7.4.3. Soluções-teste com diferentes soluções indicadoras****Procedimento:**

1. Enumere 4 tubos de ensaio e, em cada um, adicione 5 mL das soluções-teste.
2. Adicione o indicador A (fenolftaleína) e observe a mudança na coloração das soluções.
3. Verifique a faixa de viragem do indicador utilizado (Tabela 7.2) e indique se o seu caráter é ácido ou básico na presença das soluções analisadas. Anote todos os resultados na Tabela 7.3.
4. Descarte as soluções em local designado pelo técnico e lave os tubos de ensaio.
5. Repita o mesmo procedimento (etapas 1 a 4) utilizando o indicador B (vermelho de metila) e, em seguida, o indicador C (azul de bromotimol).

**Tabela 7.2.** Faixa de viragem dos indicadores.

Indicador	Cor	Zona de pH de mudança de cor	Cor
Vermelho de Metila	vermelho	4,2 - 6,2	amarelo
Azul de bromotimol	amarelo	6,2 - 7,6	azul
Fenolftaleína	incolor	8,2 - 10,0	Rosa-carmim

**Tabela 7.3.** Resultados das soluções com diferentes indicadores.

Soluções 0,1 mol/L	Caráter ácido ou básico		
	Indicador A	Indicador B	Indicador C
H <sub>3</sub> CCOOH			
NH <sub>4</sub> Cl			
NaHCO <sub>3</sub>			
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>			

**7.4.4. Soluções-Teste com diferentes tipos de papel indicador****Procedimento:**

1. Enumere 4 tubos de ensaio e, em cada um, adicione 5 mL das soluções-teste.
2. Dentro de cada tubo de ensaio, coloque uma fita de *papel indicador universal*.
3. Ao observar mudança na coloração do papel, retire a fita de dentro da solução, compare com a tabela de cores indicada na caixa do fabricante, como mostra a Figura 7.1, e anote o pH correspondente.

- A fita do papel indicador universal pode ser reutilizada. Por isso, após sua utilização, deixe-a de molho em um béquer indicado pelo técnico contendo água destilada.
- Repita o mesmo procedimento (etapas 1 a 3) utilizando o *papel tornassol azul e tornassol vermelho* e observe o que ocorre. Após as análises, os papéis podem ser jogados no lixo. No caso do tornassol, não há um conjunto de cores como ocorre no papel indicador universal. O tornassol vermelho só muda de cor em contato com soluções básicas, passando de vermelho para azul. O papel tornassol azul, ao contrário, só varia sua coloração em contato com soluções ácidas, passando de azul para vermelho.
- Organize os resultados obtidos na Tabela 7.4.



**Figura 7.1** – Maneira correta de fazer a leitura do papel indicador universal.

**Tabela 7.4.** Resultados dos valores de pH das soluções com diferentes tipos de papel indicador.

Soluções 0,1 mol/L	Faixa de pH		
	Papel indicador universal	Papel Tornassol azul	Papel Tornassol vermelho
H <sub>3</sub> CCOOH			
NH <sub>4</sub> Cl			
NaHCO <sub>3</sub>			
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>			

#### 7.4.5. Determinação do pH de produtos comerciais com uso do pHmetro

**Orientações Iniciais:** esta parte da aula deverá ser previamente demonstrada pelo professor.

Antes da utilização do pHmetro, o equipamento precisa ser calibrado e, para isso, são utilizadas soluções-tampão de pH conhecido, como pH = 7 e pH = 4, em temperatura ambiente.

**Procedimento:**

- Acompanhe o procedimento de calibração do pHmetro.
- Após a calibração, realize as medidas de pH das soluções de produtos comerciais descritos na Tabela 7.5. Anote, nessa tabela, os valores obtidos pelo pHmetro.
- Na sequência, prepare tubos de ensaio com cerca de 5 mL de cada solução de produto comercial e estime o pH de cada uma delas com papel indicador universal e indicador misto de Yamada. Indique o caráter ácido, neutro ou básico das soluções organizando os resultados na Tabela 7.5 e compare os resultados com os dados obtidos com o pHmetro.

**Tabela 7.5.** Resultados dos valores de pH dos produtos comerciais.

Substâncias	pHmetro	Papel indicador universal	Indicador misto de Yamada	Caráter (ácido, base ou neutro)
Água destilada				
Água destilada, assoprada com canudinho				
Água da torneira				
Solução de detergente				
Solução de sabão de coco				
Solução de refrigerante				

### 7.5. Resultados e Discussões (para as turmas que adotam o Relatório)

- Compare os valores de pH das soluções teste e dos produtos comerciais; tente avaliar e discutir quais as vantagens e desvantagens de se utilizar solução indicadora, papel indicador e o pHmetro. Como você avalia a confiabilidade dos diferentes tipos de medida?
- Quais as vantagens em se utilizar uma mistura de indicadores, como no caso do indicador misto de Yamada, ao invés de um único, como a fenolftaleína, vermelho de metila ou azul de bromotimol?
- Sabendo-se que foi dissolvido 1,00 g de bicarbonato de sódio ( $\text{NaHCO}_3$ ) em água, qual o pH da solução?
- Uma solução 1,0 mol/L de HCl foi misturada a outra solução 2,0 mol/L de NaOH. Qual o pH da solução final?

### 7.6. O que fazer com os Resíduos Químicos?

Verifique com o professor o local de descarte (resíduo) e reaproveitamento das soluções. As soluções dos produtos comerciais contendo indicadores podem ser diluídas e descartadas na pia.



### Referências

- Atkins, P.; Jones, L. Princípios de Química. Bookman, Porto Alegre, 2001.
- Baccan, N.; Andrade, J. C.; Godinho, O.E.S.; Barone, J. S. Química Analítica Quantitativa Elementar. 3ª ed., Editora Edgard Blucher, São Paulo, 2001.
- Silva, C.R.; Simoni J.A. Avaliação da capacidade tamponante – Um experimento participativo. Química Nova, 23 (3), 2000.

## Experimento 8- Cinética Química – Velocidade de Reações Químicas

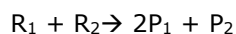
### 8.1. Objetivos

Observar os fatores que alteram a velocidade das reações químicas.

Determinar e avaliar de que forma estes fatores influenciam na velocidade das reações químicas.

### 8.2. Introdução

A cinética química é o estudo da velocidade na qual as reações químicas ocorrem. Considerando uma reação hipotética, homogênea e em uma única fase temos:



Quando os reagentes são colocados em contato, reagem produzindo os produtos. De acordo com a definição da velocidade de reação, considerando um intervalo de tempo  $t$ , é possível expressar a reação acima como:

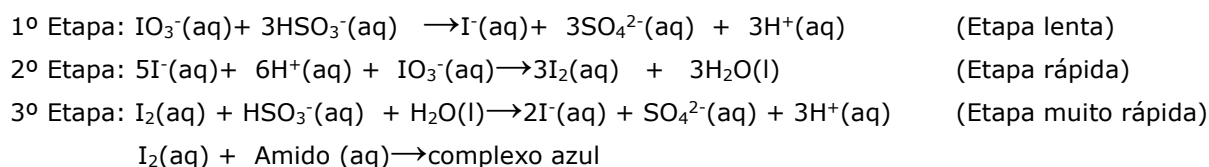
$$V = \frac{-\Delta[R_1]}{\Delta t} = \frac{-\Delta[R_2]}{\Delta t} = \frac{1\Delta[P_1]}{\Delta t} = \frac{\Delta[P_2]}{\Delta t}$$

Onde  $\Delta [ ]$  representam variações finitas que podem ser medidas experimentalmente.

Para que a reação química ocorra de forma efetiva, as substâncias devem interagir quimicamente e suas moléculas colidirem entre si. O número de colisões efetivas depende de fatores, como a energia e as orientações das colisões que, por sua vez, dependem da concentração dos reagentes, da temperatura, da superfície de contato, do catalisador, da pressão, dentre outros fatores que favorecem a obtenção do produto desejado.

O aumento da *temperatura* provoca aumento da velocidade das reações químicas devido ao aumento da energia cinética, ou seja, o aumento no número de colisões entre as partículas. A velocidade de uma reação geralmente depende da *concentração* dos reagentes, pois, quanto maior a quantidade de soluto por volume da solução, maior o número de colisões entre as partículas. Quanto menor as dimensões das partículas dos materiais reagentes, maior será a *área superficial de contato* total exposta, o que permite um melhor contato a qualquer instante, resultando em reações químicas mais rápidas. O *catalisador* é uma substância que aumenta a velocidade de uma reação sem ser consumida; depois que cessa a reação, ela pode ser recuperada da mistura reacional quimicamente inalterada.

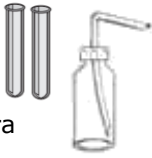

O estudo destes fatores tem aplicações práticas importantes, um exemplo interessante do estudo cinético é a "reação-relógio". Esse experimento parte de duas soluções, são elas: a solução A (iodato de potássio) e a solução B (hidrogenossulfito de sódio, ácido sulfúrico e amido). Ao misturar adequadamente as soluções, serão observadas reações químicas segundo um mecanismo em quatro etapas, indicadas pelas equações abaixo:



As etapas 1 e 2 são as mais lentas. A etapa 3 apresenta uma reação rápida e não permite a acumulação do iodo molecular; isso ocorre devido à presença dos íons hidrogenossulfito que estão ainda em solução, não se observando, portanto, a formação do complexo azul. Após os ânions

hidrogenossulfito serem totalmente consumidos, o iodo molecular não é mais consumido na etapa 3 e a coloração do complexo amido-iodo aparece repentinamente, indicando o término da “reação-relógio” na etapa 4.

### 8.3. Materiais, Reagentes e Equipamentos

- |                                                                                                                                                                                                                                                                    |                                                                                   |                                                                                                                                                                                                                                                                |                                                                                     |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| <ul style="list-style-type: none"> <li>- Tubos de ensaio (grandes)</li> <li>- Água destilada ou da torneira</li> <li>- Estante para tubo de ensaio</li> <li>- Termômetro (-10 a 100 °C)</li> <li>- Cronômetro</li> <li>- Banho de gelo</li> <li>- Zinco</li> </ul> |  | <ul style="list-style-type: none"> <li>- Solução I</li> <li>- Solução II</li> <li>- Solução III</li> <li>- Cristal de KNO<sub>3</sub></li> <li>- Solução de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1,0 mol/L</li> <li>- Solução de KMnO<sub>4</sub> 0,01 mol/L</li> </ul> |  |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|

### 8.4. Parte Experimental

**Orientações Iniciais:** serão fornecidas três soluções aquosas para cada grupo:

- ✓ Solução I: 8,6 g iodato de potássio (KIO<sub>3</sub>) em 2L H<sub>2</sub>O (0,02 mol/L).
- ✓ Solução II: 8,0 g (4,3 mL) de ácido sulfúrico, 20 mL de etanol e 2,32 g de sulfito de sódio, dissolvido em 2L de água destilada. Deve ser preparada no momento do experimento.
- ✓ Solução III: Mistura-se 1,0 g de amido solúvel com 20 mL de água destilada fria, adicione essa mistura a 500 mL de água destilada fervendo, com agitação, deixa-se esfriar e decanta-se caso necessário.

#### 8.4.1. Efeito da concentração

**Procedimento:**

1. Enumere 5 tubos de ensaio de 1 a 5 e adicione, a cada um deles, 5 mL de **Solução I**.
2. Enumere outros 5 tubos de ensaio de 1' a 5' e adicione 2 mL da **Solução III**.
3. Ainda nos tubos de 1' a 5', adicione **Solução II** e água destilada, conforme os dados apresentados da Tabela 8.1. Misture bem, homogeneizando as soluções.

**Tabela 8.1. Proporções da Solução II para obtenção de diferentes concentrações de HSO<sub>3</sub><sup>-</sup>.**

Tubo	HSO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (mL)	H <sub>2</sub> O destilada (mL)
1'	4,5	0,5
2'	3,5	1,5
3'	2,5	2,5
4'	1,5	3,5
5'	0,5	4,5

4. Verta a solução do Tubo 1 (Solução I) no Tubo 1' (Solução II diluída+Solução III) e dispare imediatamente o cronômetro, agitando sem parar o Tubo 1' de forma a homogeneizar as soluções.



Só dispare o cronômetro no instante em que as duas soluções entrarem em contato. Fique atento, pois algumas reações podem ser bem rápidas.

5. Pare o cronômetro quando a coloração azul aparecer. Anote o tempo decorrido entre o instante em que as soluções I, II e III entram em contato e o aparecimento da coloração azul.
6. Repita o mesmo procedimento para os tubos 2 e 2' e assim sucessivamente.
7. Preencha a Tabela 8.2 com os resultados obtidos e os discuta por meio da construção de um gráfico do tempo de reação x concentração de íon bissulfito.
8. As soluções podem ser descartadas na pia após diluição com água da torneira.

**Tabela 8.2. Efeito da concentração do íon bissulfito sobre a velocidade da "reação-relógio".**

Tubos	$n_{\text{HSO}_3^-}$ *	$n_{\text{IO}_3^-}$ *	$[\text{HSO}_3^-]$ **	$[\text{IO}_3^-]$ **	Tempo de reação (s)
1/1'					
2/2'					
3/3'					
4/4'					
5/5'					

\*Quantidade de matéria, dada em mol, de  $\text{HSO}_3^-$  e  $\text{IO}_3^-$  logo após a mistura das soluções.

\*\*Concentrações de  $\text{HSO}_3^-$  e  $\text{IO}_3^-$  logo após a mistura, expressa em mol/L.

#### 8.4.2. Efeito da temperatura

##### Procedimento:

1. Prepare 4 tubos de ensaio (1 a 4), contendo 5,0 mL da **Solução I**.
2. Em outros 4 tubos de ensaio (1' a 4'), adicione 5,0 mL da **Solução II**, 2 mL da **Solução III** e 10 mL de água.
3. Coloque os dois conjuntos de tubos em banho de gelo e espere que as temperaturas sejam atingidas em acordo com a Tabela 8.3.
4. Verta a solução do tubo que contém a Solução I no tubo com a Solução II diluída+Solução III e dispare imediatamente o cronômetro, agitando a solução final de forma a homogeneizar as soluções. O tubo com a solução final deve ficar imerso no banho de gelo durante todo o experimento.
5. Anote o tempo transcorrido desde o contato das soluções I, II e III até o aparecimento da coloração azul.
6. As soluções podem ser descartadas na pia após diluição com água da torneira.

**Tabela 8.3.** Temperatura das diferentes misturas de reação.

Tubos	Temperatura (°C)
1 e 1'	20
2 e 2'	15
3 e 3'	10
4 e 4'	5

7. Complete a Tabela 8.4 com os dados obtidos, construa um gráfico do tempo de reação x temperatura de reação e discuta os resultados.

**Tabela 8.4. Efeito da temperatura sobre a velocidade da "reação-relógio".**

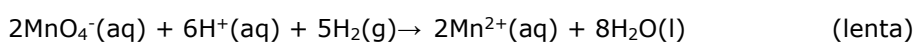
Tubos	Tempo de reação (s)
1/1'	
2/2'	
3/3'	
4/4'	

### 8.4.3. Efeito do catalisador

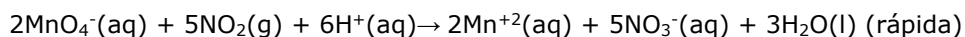
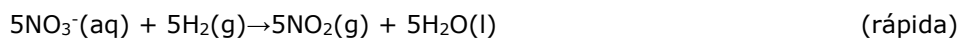
#### Procedimento:

1. Enumere dois tubos de ensaio e, em cada um, coloque um grânulo de zinco e 1 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1 mol/L. Inicialmente, observa-se o desprendimento de H<sub>2</sub>.
2. Adicione 2 gotas de KMnO<sub>4</sub> 0,01 mol/L a cada um dos tubos.
3. Ao tubo 2, adicione um pequeno cristal de KNO<sub>3</sub>. Observe e anote o que ocorre. A reação química ocorre da seguinte maneira:

Sem catalisador:



Na presença do catalisador:



Observações das etapas das reações:

A redução do KMnO<sub>4</sub> diretamente pelo H<sub>2</sub> é muito lenta. Quando adicionamos NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, o H<sub>2</sub>O reduz rapidamente a NO<sub>2</sub> e este, por sua vez, reduz rapidamente o MnO<sub>4</sub><sup>-</sup> a Mn<sup>2+</sup>. Desta forma, substituímos uma reação lenta por duas reações rápidas.

4. Descarte os resíduos ácidos no local designado pelo técnico.

### 8.5. Resultados e Discussões (para as turmas que adotam o Relatório)

- a) Apresente o gráfico do tempo de reação x concentração de bissulfito. Descreva e justifique o efeito da diluição dos reagentes na velocidade da reação química.
- b) Apresente o gráfico do tempo de reação x temperatura e discuta o efeito da temperatura sobre a velocidade da reação química. Procure justificar as observações experimentais.
- c) Discuta e justifique o que foi observado nos tubos de ensaio do experimento 8.4.3.
- d) Qual a finalidade de adicionar  $\text{KNO}_3$  na reação 8.4.4.? Explique as observações experimentais.

### 8.6. O que fazer com os Resíduos Químicos?

Somente as soluções dos experimentos 8.4.1 e 8.4.2 podem ser diluídas e descartadas na pia. Os outros resíduos devem ser colocados em frascos separados pelo técnico para posterior tratamento.



#### Referências

- Kotz, John C. Treichel, Paul. Química & Reações Químicas. 5ª ed. Volume 2. tradução de José A. P. Bonapace e Oswaldo E. Barcia. Rio de Janeiro: LTC, 2005, p.3-4.
- Powlowsky, A.M.; Lemos de Sá, E.; Messerschmidt, I.; Souza, J.S.; Oliveira, M.A.; Sierakowski, M.R.; Suga, R. *Experimentos de Química Geral*. Curitiba: Ed. da UFPR, 1994.



## Experimento 9 – Eletroquímica: Pilhas

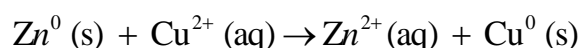
### 9.1. Objetivos

- Entender o funcionamento das pilhas voltaicas.
- Preparar diferentes pilhas eletroquímicas.
- Determinar a força eletromotriz (fem) das pilhas preparadas na aula experimental.

### 9.2. Introdução

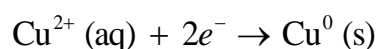
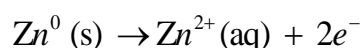
A primeira pilha foi inventada por Alessandro Volta em 1800. Em suas experiências, Volta montou uma pilha, suficientemente alta, de pares de discos constituídos pelos metais zinco e prata, separados por discos de papel embebidos em água salgada (salmoura) e percebeu um choque elétrico fraco quando tocava as duas extremidades da pilha. Posteriormente, Volta mostrou que, com diferentes metais, era possível construir outras pilhas. Em homenagem ao pesquisador as pilhas são denominadas pilhas voltaicas.

Uma pilha popularmente conhecida no século XIX foi construída, em 1836, pelo químico inglês John Frederick Daniell utilizando zinco e cobre. O princípio de construção era o mesmo da pilha de Volta, mas cada metal estava mergulhado numa solução de seu íon correspondente e as duas soluções eram separadas por uma barreira de cerâmica porosa. Na pilha construída nessas condições, ocorre uma reação química de oxirredução, considerada espontânea e capaz de gerar energia, como ilustrada a seguir:



As reações de oxirredução envolvem a transferência de elétrons de uma espécie para outra. Na reação mencionada, o zinco metálico se transforma em íon Zn(II) ao perder dois elétrons e o íon cobre (II) se transforma em cobre metálico ao ganhar dois elétrons. Globalmente, há a transferência de dois elétrons do elemento zinco para o íon de cobre (II).

Assim, toda reação de oxirredução pode ser separada em duas meias-reações, uma delas envolvendo a perda de elétrons (oxidação) e a outra envolvendo o ganho de elétrons (redução). A reação entre o zinco e os íons cobre (II) pode ser escrita dividida em duas partes:



No caso, a reação envolvendo o zinco é uma meia-reação de oxidação. A reação envolvendo o cobre é uma meia-reação de redução. A espécie química que perde elétrons (o zinco, no exemplo) é o agente redutor, que oxida. A outra espécie química na reação (o íon cobre, no exemplo) ganha elétrons e é, portanto, o agente oxidante, que reduz.

A pilha voltaica é uma célula eletroquímica constituída por eletrodos mergulhados em eletrólitos, na qual ocorre uma reação química espontânea que gera corrente elétrica.

Cada eletrodo é constituído pelo metal (Zn ou Cu) e sua solução (Zn<sup>2+</sup> ou Cu<sup>2+</sup>) é chamada meia-célula ou meia-pilha; as meias-células, que estão eletricamente conectadas, são chamadas de célula voltaica. Em uma célula voltaica, duas meias-células são conectadas de tal maneira que elétrons fluem de um eletrodo para outro, através de um circuito externo, enquanto íons fluem de

uma meia-célula para outra, por meio de uma conexão interna da célula, denominada ponte salina, que é um tubo que contém um eletrólito gelatinoso. Em uma pilha eletroquímica o eletrodo em que ocorre a redução é chamado de cátodo, e o eletrodo em que ocorre a oxidação é chamado de ânodo.

A diferença máxima de potencial entre os eletrodos de uma célula voltaica é a força eletromotriz (fem). Essa, também chamada de potencial da pilha ( $E_{\text{pilha}}$ ), é medida em volts (V) e é a responsável pela passagem de corrente elétrica pelo fio externo que conecta os eletrodos.

A  $E_{\text{pilha}}$ , em qualquer pilha, depende da natureza das reações químicas que estão ocorrendo, das concentrações das espécies (ou pressões parciais, no caso de gases) e da temperatura da pilha. Para concentrações de 1 mol/L (ou pressões parciais iguais a 1 atm), a 25 °C, a fem é denominada potencial padrão da pilha ( $E^{\circ}_{\text{pilha}}$ ).

Nas situações em que as células eletroquímicas operam fora das condições-padrão supracitadas, como no caso das pilhas de concentração, a Equação de *Nerst* é utilizada para se calcular a ddp real envolvida no processo:

$$E = E^{\circ} - \frac{RT}{nF} \ln Q$$

Em que:

$E^{\circ}$ : potencial nas condições-padrão

T: temperatura (em K)

R: constante geral dos gases = 8,31 J/K.mol

F: constante de Faraday =  $9,65 \times 10^4$  J/V.mol

Q: quociente reacional (representa as relações, dadas em concentração ou pressão, entre espécies químicas envolvidas)

n: número de elétrons envolvidos nas semirreações



**OBSERVAÇÃO:** os alunos deverão procurar os potenciais padrão dos elementos utilizados no experimento para calcular teoricamente os potenciais das pilhas.

### 9.3. Materiais, Reagentes e Equipamentos

- Multímetro digital (0 - 2,5 V)



- Fios elétricos e terminais tipo "jacaré"



- Papel de filtro

- Algodão

- Palha de aço

- Proveta de 25 mL

- 2 Béqueres de 50 mL

- Papel toalha

-  $\text{CuSO}_4$  sólido

- Prego (ferro)

- Solução saturada de NaCl

- Solução de NaCl 10% (m/v)

- Tira de cobre

- Tira de zinco

- Tira de magnésio

- Eletrodo de grafite

- Solução de  $\text{CuSO}_4$  0,2 mol/L

- Solução de  $\text{CuSO}_4$   $10^{-3}$  mol/L

### Orientações Iniciais gerais para TODOS os Experimentos:



**As tiras de metais devem ser limpas (limpe a superfície com palha de aço, e, em seguida, lave-as com água destilada);**

**Cuidado para que os terminais metálicos do jacaré não encostem na solução, pois, caso isso aconteça, haverá variação no potencial medido e os jacarés irão ser oxidados!**

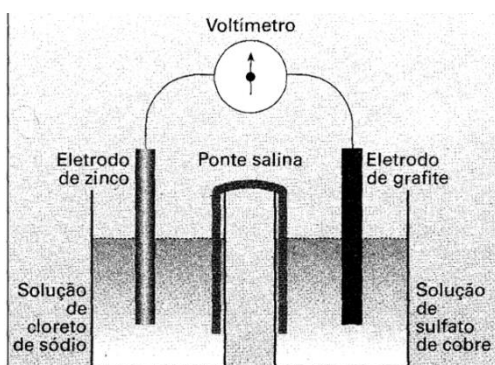
#### 9.4. Parte experimental

##### 9.4.1. Efeito do eletrólito

1. Dobre duas lâminas (uma de zinco e uma de cobre) de forma a prendê-las na parede de um Béquer, com a porção maior das lâminas voltadas para o seu interior.
2. Conecte a lâmina de zinco ao anodo (polo negativo do voltímetro) e, a de cobre ao catodo (polo positivo do voltímetro) com o auxílio de prendedores denominados "jacarés".
3. Adicione água destilada ao Béquer.
4. Efetue a leitura correspondente no voltímetro e anote.
5. Repita o procedimento substituindo a água destilada por água da torneira e, novamente, efetue a leitura correspondente no voltímetro.
6. Repita a operação acima, mas, desta vez, utilizando uma solução saturada de NaCl.

##### 9.4.2. Pilha de Daniell (Figura 9.1)

1. Em um béquer, coloque 20 mL de solução 10% de NaCl e, em outro, 20 mL de solução de  $\text{CuSO}_4$  0,2 mol/L.
2. Prenda um eletrodo de zinco com o jacaré e introduza no béquer contendo a solução de cloreto de sódio.
3. Prenda um eletrodo de cobre com o jacaré e introduza no béquer contendo a solução de sulfato de cobre.
4. Conecte o eletrodo de zinco ao polo negativo do voltímetro e o eletrodo de cobre ao polo positivo, efetuando a leitura no voltímetro. Anote o valor lido.
5. Corte um papel de filtro de maneira a obter uma tira de aproximadamente 15 cm de comprimento e 1 cm de espessura.
6. Molhe a tira de papel com a solução saturada de cloreto de sódio e mergulhe suas extremidades em cada uma das semicélulas (em cada um dos béqueres).
7. Efetue a leitura no voltímetro e anote o resultado.
8. Substitua o eletrodo de zinco por um de magnésio e anote a voltagem obtida.
9. Agora, substitua por um eletrodo de ferro e anote a voltagem.

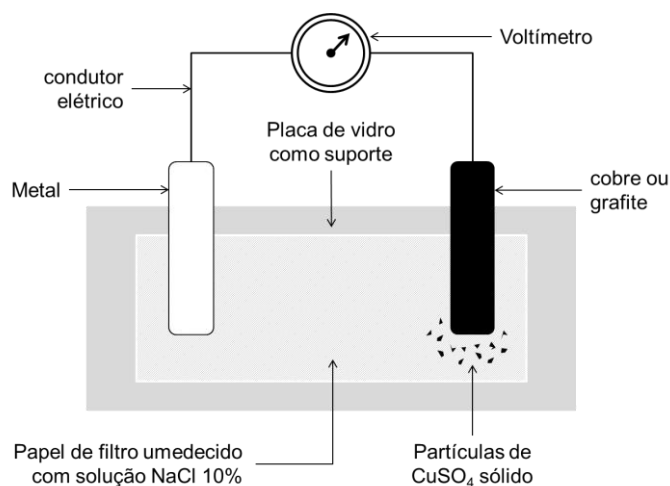


**Figura 9.1.** Montagem da pilha simplificada de Daniell.

### 9.4.3. Pilha de Eletrólito Sólido-Úmido (Pilha Econômica) (Figura 9.2)

Este experimento representa a forma mais econômica para demonstrar o princípio do funcionamento de uma pilha eletroquímica.

1. Corte uma tira de papel de filtro com tamanho pouco inferior à placa de vidro que será utilizada na montagem da pilha.
  2. Molhe completamente essa tira de papel de filtro com a solução de cloreto de sódio a 10%.
  3. Estenda o papel sobre a placa de vidro.
  4. Coloque, em uma das extremidades do papel, uma porção pequena de sulfato de cobre sólido (alguns grãos do sal).
  5. Prenda os eletrodos de zinco e de cobre (ou de grafite) com conectores tipo jacaré.
  6. Conecte o eletrodo de zinco ao polo negativo do voltímetro e o eletrodo de cobre ao polo positivo do voltímetro.
  7. Encoste os eletrodos sobre as extremidades do papel (o eletrodo de cobre ou grafite sobre o lado onde foi colocado o sulfato de cobre).
1. Efetue a leitura no voltímetro e anote o resultado.
  2. Substitua o eletrodo de zinco por um de magnésio e anote a voltagem obtida.
  3. Agora, substitua por um eletrodo de ferro e anote a voltagem.



**Figura 9.2.** Montagem da pilha econômica.

#### 9.4.4. Pilha de concentração

1. Em um béquer, adicione 20 mL da solução 0,2 mol/L de  $\text{CuSO}_4$  e, em outro, 20 mL de solução  $10^{-3}$  mol/L de  $\text{CuSO}_4$ .
2. Prenda cada um dos eletrodos de cobre com um jacaré e introduza-os em cada um dos béqueres.
3. Corte um papel de filtro de maneira a obter uma tira de aproximadamente 15 cm de comprimento e 1 cm de espessura.
4. Molhe a tira de papel com a solução saturada de cloreto de sódio e mergulhe suas extremidades em cada uma das semicélulas (em cada um dos béqueres).
5. Conecte os eletrodos ao voltímetro e efetue a leitura. Anote os valores lidos.

#### 9.5. Resultados e Discussões

- a) Escreva as meias-reações (oxidação e redução) dos processos ocorridos nos dois eletrodos e a equação química global para as diferentes pilhas construídas.
- b) Calcule a FEM teórica da pilha para cada caso e compare com os valores experimentais obtidos. Sugira uma explicação para eventuais diferenças.
- c) Compare os resultados obtidos no experimento. Qual das montagens apresentou maior eficiência?
- d) Mostre a direção do fluxo de elétrons no circuito externo e a direção preferencial dos íons presentes no circuito interno.
- e) Quais fatores que determinam a vida útil das pilhas estudadas?

#### 9.6. O que fazer com os Resíduos Químicos?

As soluções de NaCl podem ser descartadas na pia (ou retornadas de volta ao frasco de origem em caso de não contaminação) e as soluções de  $\text{CuSO}_4$  deverão ser colocadas em frascos designados pelo técnico do laboratório para serem recuperadas.



#### Referências

- Ebbing, D., Wrighton, M. S., General Chemistry, 3a ed. Roughton Mifflin Company, Boston, 1990.
- Denaro, A. R., Fundamentos de Eletroquímica, Ed. Edgard Blucher, Sao Paulo, 1994.
- Carvalho de Sales, L. A., Eletroquímica - Experiências, Leis e Conceitos Fundamentais. Fund. Salim Farah Maluf, Sao Paulo, 1986.
- Roesky, H. w., Mockel, K., Chemical Curiosities. VCR, Weinheim, 1996.
- BESSLER, K. E.; NEDER, A. V. F. Química em Tubos de Ensaio - Uma Abordagem para Principiantes. São Paulo, Edgard Blucher, 2004.

## Experimento 10 – Eletroquímica: Processos Eletrolíticos

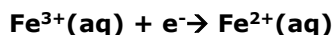
### 10.1. Objetivos

Conhecer diversos exemplos de processos eletrolíticos, empregando substratos inorgânicos em meio aquoso.

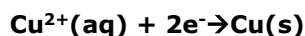
### 10.2. Introdução

Uma célula eletrolítica é um sistema eletroquímico em que uma corrente elétrica impulsiona uma reação química não espontânea. O processo de provocar modificação química numa cuba eletrolítica é denominado eletrólise. Muitas substâncias importantes, como o cloro e o alumínio, são produzidas industrialmente por eletrólise.

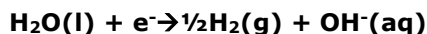
O cátodo, eletrodo negativo, fornece elétrons e, portanto, sempre apresenta propriedades redutoras. Em soluções aquosas de eletrólitos, cátions metálicos podem ser transformados, no cátodo, para um estado de oxidação inferior:



Cátions metálicos também podem ser reduzidos ao estado elementar, o que leva à deposição de metais no eletrodo (eletrodeposição):



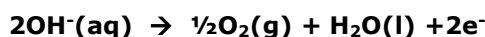
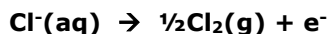
As moléculas do solvente também podem ser reduzidas no cátodo:



O ânodo, eletrodo positivo, age como sumidouro de elétrons e, portanto, apresenta sempre propriedades oxidantes. Assim, ânions podem ser transformados no ânodo, para um estado de oxidação superior, como é o caso da oxidação de clorato em perclorato, em que, no clorato, o cloro se encontra no estado de oxidação V; no perclorato, o estado de oxidação do cloro é VII.



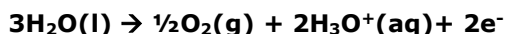
Certos ânions também podem ser oxidados ao estado elementar:



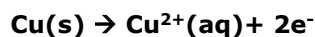
Os cátions de alguns metais são oxidados no ânodo, com deposição de óxidos com estados de oxidação superiores:



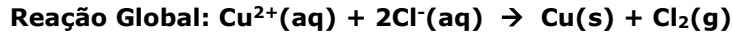
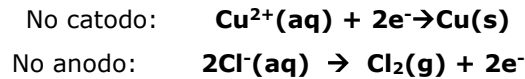
As moléculas do solvente também podem ser oxidadas no ânodo:



Ânodos metálicos sofrem corrosão oxidativa em processos eletrolíticos denominados dissolução anódica, por exemplo:



Quando submetemos uma solução de cloreto de cobre à eletrólise, temos as seguintes reações de redução e oxidação no cátodo e no ânodo:



Dessa maneira, obtivemos, com ajuda da energia elétrica, uma reação química não espontânea ou reação forçada. Essa reação ocorre espontaneamente no sentido contrário, ou seja, o cobre metálico reage com o cloro elementar com formação de cloreto de cobre e fornecimento de energia.

A eletrólise representa um valioso método produtivo no laboratório e na indústria. O processo eletrolítico industrial mais importante é a produção de soda cáustica (hidróxido de sódio) e cloro, por eletrólise do cloreto de sódio em meio aquoso. Os metais alumínio, magnésio, cálcio e potássio são produzidos exclusivamente pela eletrólise de sais fundidos.

### 10.3. Materiais, Reagentes e Equipamentos

-Fonte de Tensão e Voltímetro	-Solução de sulfato de cobre 0,2 mol/L
-Fios elétricos e terminais tipo "jacaré"	-Solução de sulfato de manganês 0,1 mol/L
-Eletrodos de grafite ou de aço inox	-Solução de sulfato de sódio 0,1 mol/L
-Eletrodos de cobre	-Solução mista: sulfato de zinco e iodeto de potássio (1:1, v/v) – preparada pelo técnico.
-Papel toalha	-Água destilada
-Tubo em U (garra+suporte para prendê-lo)	-Peróxido de hidrogênio
-Chumaço de algodão	

#### Orientações Iniciais para TODOS os experimentos a seguir:

As tiras de metais devem ser limpas (limpe a superfície com palha de aço, e, em seguida, lave-as com água destilada);

Cuidado para que o metal do material elétrico não entre em contato com a solução;

Preencha o tubo em U com a solução até 2 cm da borda superior.

### 10.4. Parte experimental

#### 10.4.1. Eletrodeposição de um metal: eletrólise de uma solução de sulfato de cobre

1. Prenda o tubo em um suporte e o preencha com a solução de sulfato de cobre. Seque as bordas do tubo com papel toalha.
2. Prenda cada eletrodo de grafite ou aço inox com um terminal tipo jacaré.
3. Coloque cada eletrodo em uma extremidade do tubo. Mostre a montagem ao professor.
4. Conecte os eletrodos à fonte de tensão e observe os fenômenos que ocorrem nos dois eletrodos durante alguns minutos. (Se a deposição de cobre não for percebida em até 5 minutos, consulte o professor para rever o circuito elétrico);

5. Desligue a fonte e retire os eletrodos do tubo.
6. Para remover o cobre metálico, lixe o eletrodo com palha de aço. Em seguida, lave os eletrodos com água destilada.
7. Os eletrodos devem ser guardados e a solução de sulfato de cobre deve ser colocada em local indicado pelo técnico do laboratório para posterior tratamento.

#### **10.4.2. Oxidação anódica: Dissolução anódica de cobre metálico**

1. Coloque um chumaço de algodão compactado e embebido com solução 0,1 mol/L de sulfato de sódio ( $\text{Na}_2(\text{SO}_4)$ ) no fundo do tubo em U, de forma a impedir a mistura dos líquidos nos dois braços do tubo.
2. Prenda o tubo em um suporte e preencha seus dois lados com a solução 0,1 mol/L de sulfato de sódio.
3. Prenda cada um dos eletrodos de cobre com um terminal tipo jacaré.
4. Coloque cada eletrodo de cobre em uma extremidade do tubo.
5. Conecte os eletrodos à fonte de tensão e observe os fenômenos que ocorrem nos dois lados. (Se a dissolução do cobre não for observada em até 10 minutos, consulte o professor para rever o circuito elétrico).
6. Desligue a fonte, retire os eletrodos do tubo e lave-os com água destilada.
7. Os eletrodos podem ser guardados e a solução de sulfato de sódio pode ser jogada na pia.

#### **10.4.3. Deposição simultânea de cobre metálico e dióxido de manganês**

1. Prenda o tubo em um suporte e preencha-o com uma mistura de volumes iguais das soluções de sulfato de cobre e de sulfato de manganês.
2. Prenda cada um dos eletrodos de aço inox com um terminal tipo jacaré.
3. Coloque cada eletrodo de aço em uma extremidade do tubo.
4. Conecte os fios à fonte de tensão e observe os fenômenos ocorridos nos eletrodos durante alguns minutos. Se o efeito não aparecer em até 10 minutos, consulte o professor.
5. Desligue a fonte e retire os eletrodos do tubo.
6. Identifique os depósitos formados (cobre metálico e dióxido de manganês) nos dois eletrodos. Para provar a identidade do depósito de  $\text{MnO}_2$ , coloque o eletrodo dentro de uma solução de peróxido de hidrogênio. O  $\text{MnO}_2$  catalisa a decomposição de peróxido de hidrogênio, provocando um forte borbulhamento de oxigênio, assim como visto no experimento de Calorimetria! Em seguida, lave o eletrodo com água destilada e guarde-o.
7. Para remover o cobre metálico, lixe o eletrodo com palha de aço até o desaparecimento total do depósito avermelhado. Em seguida, lave-o com água destilada e guarde-o. A solução de cobre deve ser colocada em local designado pelo técnico do laboratório.

#### **10.4.4. Eletrólise de uma solução mista de sulfato de zinco e iodeto de potássio**

1. Prenda o tubo em U num suporte e preencha-o com a solução 0,1 mol/L de iodeto de potássio e de sulfato de zinco (1:1) – essa solução misturada é preparada pelo técnico.



2. Prenda cada um dos eletrodos de grafite com um terminal tipo jacaré.
3. Coloque cada eletrodo de grafite em uma extremidade do tubo.
4. Conecte os dois eletrodos à fonte de tensão e observe os fenômenos que ocorrem nos dois eletrodos durante alguns minutos. Se o efeito não aparecer em até 10 minutos, consulte o professor para revisão do sistema.
5. Desligue a fonte, desconecte os fios (mantendo os eletrodos dentro do tubo) e os ligue no voltímetro para fazer o teste da voltagem da bateria.
6. Desligue o voltímetro, retire os eletrodos do tubo e desconecte os cabos.
7. Limpe os eletrodos. Para remover o zinco metálico, lixe levemente o eletrodo com palha de aço até o desaparecimento total do depósito metálico. Em seguida, lave o eletrodo com água destilada e guarde-o.
8. Lave o outro eletrodo com álcool para remover restos de iodo e o guarde.
9. A solução de iodeto de zinco deve ser descartada em local apropriado, designado pelo técnico do laboratório para posterior tratamento.

### 10.5. Resultados e Discussões

- a) O cobre metálico se deposita no cátodo ou no ânodo?
- b) Escreva as equações químicas para as semirreações ocorridas nos eletrodos e para a reação total.
- c) Por que devemos usar um ânodo inerte neste experimento?
- d) Explique a origem da coloração azul observada na solução em torno de um dos eletrodos.
- e) Classifique os eletrodos, em que ocorreu a deposição de cobre e de dióxido de manganês, como cátodo ou ânodo.
- f) Classifique os eletrodos, em que ocorreu a deposição de zinco e de iodo, como cátodo ou ânodo.
- g) A presença de cátions de potássio e ânions de sulfato tem algum efeito sobre o resultado do processo eletrolítico observado?

### 10.6. O que fazer com os Resíduos Químicos?

As soluções de cobre e de zinco devem ser despejadas em local designado pelo técnico para posterior tratamento. A solução de sulfato de sódio pode ser descartada na pia. A solução de sulfato de manganês, se não contaminada com outros metais, pode ser devolvida ao frasco de origem para ser reutilizada.



### Referências

- Ebbing, D., Wrigton, M. S., General Chemistry, 3a ed. Roughton Mifflin Company, Boston, 1990.
- Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, 3ª ed., J. Wiley, New York, 1979.
- Büchner, w., Schliebs, R., Winter, G., Büchel, K. H., Industrial Inorganic Chemistry, Verlag Chemie, Weinheim, 1989.

## ANEXOS À APOSTILA DE LQF

### INDICADORES

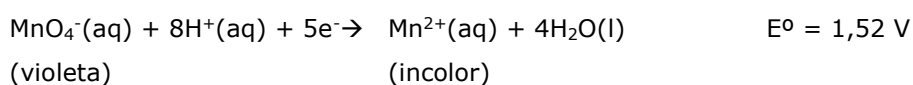
#### -INDICADORES DE ÓXIDO-REDUÇÃO

##### - INDICADORES OXIDANTES INORGÂNICOS

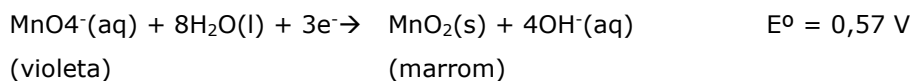
(Indicam a presença de espécies redutoras em solução aquosa)

1) Permanganato  $\text{MnO}_4^{1-}$  (cor violeta)

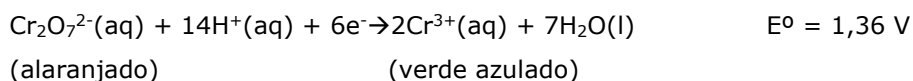
a) em solução ácida



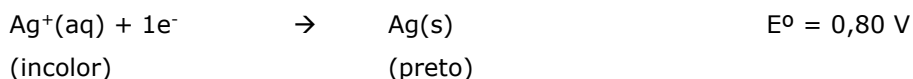
b) em solução básica



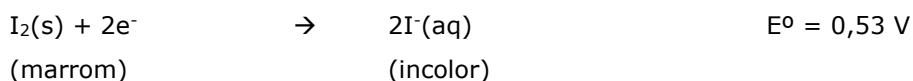
2) Dicromato  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  (cor alaranjada) em solução ácida



3) Cátion de prata (I)  $\text{Ag}^{1+}$  (incolor)



4) Iodo  $\text{I}_2$  (marrom)



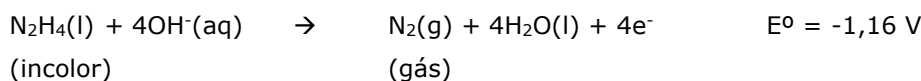
##### - INDICADORES REDUTORES INORGÂNICOS

(Indicam a presença de espécies oxidantes em solução aquosa)

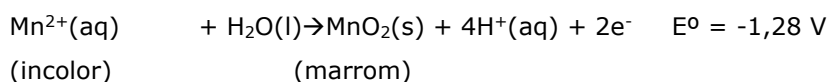
1) Iodeto  $\text{I}^{1-}$  (incolor)



2) Hidrazina  $\text{N}_2\text{H}_4$  (incolor)



3) Cátion de manganês (II)  $\text{Mn}^{2+}$  (incolor)



**- ALGUNS INDICADORES ÁCIDO-BASE**

<b>INDICADOR</b>	<b>COR</b>	<b>COR NA VIRAGEM</b>	<b>COR</b>	<b>FAIXA DE pH DE VIRAGEM</b>
Alaranjado de Metila	vermelho	alaranjado	amarelo	3,1 - 4,4
Azul de Bromotimol	amarelo	verde	azul	6,0 - 7,6
Fenolftaleína	incolor	rosa	rosa	8,2 - 10,0
Timolftaleína	incolor	celeste	azul	9,3 - 10,6
Verde de Bromocresol	amarelo	verde	azul	3,8 - 5,4
Vermelho de Fenol	amarelo	alaranjado	vermelho	6,6 - 8,0
Vermelho de Metila	vermelho	alaranjado	amarelo	4,2 - 6,3

**- ALGUMAS EQUAÇÕES PARA CÁLCULOS**

<b>Quantidade de Matéria (n)</b>	$n = \frac{m}{MM}$	n (mol), m (g), MM (g/mol)
<b>Concentração molar ou Molaridade (mol/L)</b>	$M = \frac{n}{V}$	M (mol/L), n (mol), V (L)
<b>Concentração (g/L)</b>	$C = \frac{m}{V}$	C (g/L), m(g), V(L)
<b>Diluição de solução</b>	$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2$ ou $M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$	C <sub>1</sub> e C <sub>2</sub> (g/L) ou (mol/L)
<b>Densidade</b>	$d = \frac{m}{V}$	d (g/mL), m(g), V(mL)

**- POTENCIAIS DE REDUÇÃO**

Potenciais de Redução a 25 °C em água (em ordem alfabética).

Semi-reação	E° (V)	Semi-reação	E° (V)
$\text{Ag}^+ + \text{e}^- \rightarrow \text{Ag}$	+ 0,80	$\text{I}_2 + 2\text{e}^- \rightarrow 2\text{I}^-$	+0,54
$\text{Ag}^{2+} + \text{e}^- \rightarrow \text{Ag}^+$	+1,98	$\text{K}^+ + \text{e}^- \rightarrow \text{K}$	-2,93
$\text{AgCl} + \text{e}^- \rightarrow \text{Ag} + \text{Cl}^-$	+0,22	$\text{Mg}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Mg}$	-2,36
$\text{Al}^{3+} + 3\text{e}^- \rightarrow \text{Al}$	-1,66	$\text{Mn}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Mn}$	-1,18
$\text{Cu}^+ + \text{e}^- \rightarrow \text{Cu}$	+0,52	$\text{Na}^+ + \text{e}^- \rightarrow \text{Na}$	-2,71
$\text{Cu}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Cu}$	+0,34	$\text{Ni}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Ni}$	-0,23
$\text{Cu}^{2+} + \text{e}^- \rightarrow \text{Cu}^+$	+0,16	$\text{NO}_3^- + 4\text{H}^+ + 3\text{e}^- \rightarrow \text{NO} + 2\text{H}_2\text{O}$	+0,96
$\text{Fe}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Fe}$	-0,44	$\text{O}_2 + 2\text{H}_2\text{O} + 4\text{e}^- \rightarrow 4\text{OH}^-$	+0,40
$\text{Fe}^{3+} + 3\text{e}^- \rightarrow \text{Fe}$	-0,04	$\text{O}_2 + 4\text{H}^+ + 4\text{e}^- \rightarrow 2\text{H}_2\text{O}$	+1,23
$\text{Fe}^{3+} + \text{e}^- \rightarrow \text{Fe}^{2+}$	+0,77	$\text{Pb}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Pb}$	-0,13
$2\text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightarrow \text{H}_2$	0.00	$\text{Pt}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Pt}$	+1,20
$2\text{H}_2\text{O} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{H}_2 + 2\text{OH}^-$	-0,83	$\text{Sn}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Sn}$	-0,14
$\text{H}_2\text{O}_2 + 2\text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightarrow \text{H}_2\text{O}$	+1,78	$\text{SO}_4^{2-} + 4\text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightarrow \text{H}_2\text{SO}_3 + \text{H}_2\text{O}$	+0,17
$2\text{Hg}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Hg}_2^{2+}$	+0,92	$\text{Ti}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Ti}$	-1,63
$\text{Hg}_2^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow 2\text{Hg}$	+0,79	$\text{Zn}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Zn}$	-0,76

**- ESTUDO DIRIGIDO**

- 1) O que é erro de paralaxe? Explique-o.
- 2) Quais são as maiores fontes de erros associados a medições em experimentos de química?
- 3) Discuta os resultados observados no Experimento 1 e explique quais vidrarias são mais apropriadas para a medida de volumes e preparo de soluções utilizando os conceitos de desvio-padrão e coeficiente de variação.
- 4) Com base na resposta anterior, quais vidrarias são mais aconselháveis para a preparação de uma solução?
- 5) A partir de uma solução 2,0 mol/L de NaOH, mostre os cálculos necessários para se produzir uma solução de 200 mL com uma concentração de 12,0 g/L. Descreva todos os procedimentos que serão executados no laboratório para esta produção.
- 6) O que é solução padrão? Por que nem todas as soluções preparadas podem ser consideradas padrões?
- 7) O que é padronização? Quando ela é necessária?
- 8) O que é padrão primário? Quais os requisitos para que uma substância seja um padrão primário? Por que é preciso secá-lo antes de sua utilização?
- 9) Quais são as fontes de erro no preparo e padronização de soluções?
- 10) Que cuidados devem ser tomados antes da padronização do NaOH com biftalato de potássio?
- 11) Explique: como funciona o indicador ácido-base?
- 12) O que é ponto de viragem?
- 13) Ponto de viragem é sinônimo de ponto final? Justifique sua resposta.

- 14) Qual a técnica utilizada no procedimento de padronização? É uma técnica qualitativa ou quantitativa? Justifique.
- 15) Na síntese do AAS, como é possível determinar o reagente limitante? Como é feito o cálculo do rendimento?
- 16) A que se deve a variação de temperatura durante a determinação do calor de neutralização quando são misturadas as soluções de HCl e NaOH? Justifique sua resposta.
- 17) De acordo com o experimento de medidas de pH, responda:
- Quais são as vantagens e desvantagens de se utilizar solução indicadora, papel indicador e o pHmetro. Como você avalia a confiabilidade dos diferentes tipos de medida?
  - Quais as vantagens em se utilizar uma mistura de indicadores, como no caso do indicador misto de Yamada, ao invés de um único como a fenolftaleína, azul de timol ou azul de bromotimol?
  - Em quais situações se recomenda utilizar os indicadores apresentados neste experimento?
- 18) A respeito de equilíbrio químico, responda:
- O que significa um valor alto de K (constante de equilíbrio)?
  - O que é o princípio de Le Chantelier?
  - O que acontece se aquecermos um sistema que se encontra em equilíbrio? Comente tanto para uma reação exotérmica como endotérmica.
  - Descreva as reações que aconteceram nos tubos de ensaios e informe qual o sentido da reação de acordo com suas observações (a cor que predomina). Quando houver precipitado, descreva detalhadamente o porquê aconteceu em alguns casos e outros não.
  - Comente o que ocorreu com o equilíbrio químico do íon bicarbonato em presença de CO<sub>2</sub>. Descreva as reações envolvidas.
  - Qual o efeito do NaCl e do HCl sobre o equilíbrio homogêneo do cobre? Justifique suas respostas utilizando fórmulas e exemplos.
- 19) A respeito de cinética química, responda:
- Defina o que é cinética química.
  - A partir da reação  $A + B \rightarrow C$ , expresse a velocidade de reação.
  - Como o aumento da temperatura afeta a cinética da reação?
  - E o catalisador? Como ele afeta a reação?
  - Descreva a reação ocorrida no experimento e explique por que há mudança de cor.
  - Comente sobre o efeito de temperatura e concentração na cinética química. Justifique suas respostas utilizando fórmulas e exemplos.
- 20) A respeito de pilhas de Daniell, responda:
- Faça um esquema de uma pilha de Daniell e defina quem é o cátodo e quem é o ânodo. Escreva as meias-reações (oxidação e redução) dos processos ocorridos nos dois eletrodos.
  - Qual a finalidade da ponte salina? E a do grafite?
  - Quais os fatores que determinam a vida útil das pilhas estudadas?
- 21) O que é a eletrólise? Descreva detalhadamente como ela ocorre. Desenhe um esquema de seu funcionamento.
- No experimento **10.4.3.**, o Cu(s) se deposita no cátodo ou no ânodo? Por quê?
  - Escreva as semirreações que ocorreram nos eletrodos em cada uma das reações estudadas.
  - Por que devemos utilizar um ânodo inerte em alguns experimentos?