



USP QUÍMICA
RIBEIRÃO PRETO

DEPARTAMENTO DE QUÍMICA
FACULDADE DE FILOSOFIA, CIÊNCIAS E LETRAS DE RIBEIRÃO PRETO – USP

**APOSTILA DE FUNDAMENTOS DE
QUÍMICA EXPERIMENTAL**

1º semestre de 2017

Docentes responsáveis: Profa. Dra. Glaucia Maria da Silva
Prof. Dr. João Barros Valim

Técnicas: Ivana Aparecida Borin
Janaína de Godoy Gonçalves

Ribeirão Preto – SP

Sumário

Instruções gerais	1
Experimento 1 – <i>Vidrarias e materiais de laboratório</i>	10
Experimento 2 – <i>Introdução ao Laboratório químico</i>	16
Experimento 3 – <i>Densidade</i>	27
Experimento 4 – <i>Cromatografia</i>	34
Experimento 5 – <i>Cristalização e recristalização</i>	41
Experimento 6 – <i>Ponto de ebulição e Destilação</i>	59
Experimento 7 – <i>Destilação e extração de óleos essenciais</i>	74

INSTRUÇÕES GERAIS

De acordo com vários cientistas, a Química corresponde ao ramo da ciência que estuda a composição das substâncias, suas propriedades e transformações, utilizando convenções, classificações, princípios e generalizações para auxiliar no entendimento e interpretação de modelos.

Levando em conta essa definição, optou-se por dedicar a parte inicial da disciplina *Química Geral Experimental* ao estudo das propriedades das substâncias e dos métodos de separação.

1. Preparação para realizar os experimentos

Sempre leia com antecedência o roteiro da prática que será realizada, procurando compreender os objetivos e os procedimentos experimentais, prestando muita atenção às advertências em relação à segurança. Nos roteiros dos experimentos existe uma seção, denominada “Pré-exercícios de laboratório” (PEL), que o guiará para se preparar para a aula. Esses exercícios geralmente envolvem a resposta de questões e a preparação de tabelas, quadros e fluxogramas e seu cumprimento é OBRIGATÓRIO.

2. Recomendações para as aulas de laboratório

Para frequentar as aulas práticas, todo aluno deve usar um avental ou jaleco e portar uma espátula, um caderno de laboratório e o roteiro do experimento a ser executado no dia. Sem o avental, o aluno não poderá entrar no laboratório para realizar a prática e a falta de um ou mais itens será penalizada com nota zero de comportamento. A pontualidade também é muito importante.

O Caderno de laboratório deve ter o registro completo das atividades efetuadas no laboratório, numa linguagem direta e resumida. Os “Pré-exercícios de laboratório” devem ser feitos antes da realização do experimento e a maioria das anotações deve ser realizada durante a própria aula para evitar que se percam informações. Recomenda-se:

- o início do registro com o número do experimento e a data. Em seguida, o título e um breve resumo do que será feito durante a aula, contendo os objetivos e o procedimento que pode ser descrito através de um fluxograma, principalmente quando envolver várias etapas. Construa também tabelas para anotações dos dados experimentais, quando necessário.
- o desenvolvimento do hábito de fazer anotações dos dados e das observações individualmente e à tinta, evitando ocultar as anotações incorretas que podem ser úteis.
- o registro da análise dos dados (cálculos, construção de gráficos...) e das conclusões que respondem aos questionamentos iniciais.

As aulas práticas serão desenvolvidas em duplas. Não se recomenda o trabalho em equipe de três ou mais integrantes. Se um dos integrantes da dupla faltar, o outro integrante deverá realizar o trabalho individualmente. Siga o roteiro do experimento e não se esqueça dos procedimentos e normas de segurança discutidos na primeira aula da disciplina, tomando todas as precauções para evitar acidentes. Faça apenas as experiências indicadas e tente aproveitar o máximo para aprender técnicas e desenvolver habilidades. No final da aula, descarte os resíduos em recipientes adequados e lave toda a vidraria com detergente e uma escova apropriada. Enxágue várias vezes com água da torneira e duas ou três vezes com água destilada. Não é necessário enxugar nenhum material mas, após a limpeza, os mesmos deverão ser colocados nas bandejas que ficam na bancada principal.

3. Orientações para elaboração dos relatórios

De acordo com as Diretrizes Curriculares Nacionais para os cursos de Química (disponível em <http://portal.mec.gov.br/sesu/arquivos/pdf/130301Quimica.pdf>), os estudantes de química precisam, ao longo do seu curso de graduação, aprender a “interpretar e utilizar as diferentes formas de representação (tabelas, gráficos, símbolos, expressões, etc.)” e “comunicar corretamente os projetos e resultados de pesquisa na linguagem científica, oral e escrita (textos, relatórios, pareceres, "posters", internet, etc.) em idioma pátrio.” O desenvolvimento dessas competências e habilidades fazem parte dos objetivos das disciplinas práticas de Química como a Química Geral Experimental.

No intuito de contribuir para desenvolver no estudante o hábito de relatar por escrito, de forma circunstanciada, os experimentos desenvolvidos em laboratório, será então cobrado um relatório sobre cada prática realizada na disciplina Química Geral Experimental. O referido relatório deverá conter as seguintes partes:

a) **CAPA:** folha de apresentação com o nome da universidade, unidade, departamento, curso, disciplina, semestre e ano, título do experimento em destaque, nome dos integrantes da equipe que estão fazendo o relatório, nome dos professores responsáveis pela disciplina, data de entrega.

b) **RESUMO:** Texto de, no máximo, dez linhas que apresente de maneira clara, direta e concisa, o que você fez no experimento, principalmente os resultados alcançados.

c) **INTRODUÇÃO:** Texto que demanda a realização de um levantamento bibliográfico em livros e artigos científicos para que seja apresentada uma síntese da teoria necessária ao entendimento da prática e à discussão dos resultados. Tente identificar palavras chaves de assuntos abordados no experimento e não esqueça de citar as referências consultadas. Sugere-se que a citação das referências, em qualquer parte do trabalho, seja feita pelo número correspondente na lista de referências bibliográficas, conforme o modelo a seguir:

...o precipitado deve ser conversível em uma substância pura de composição química definida [1].

No final do relatório, no item referências bibliográficas, o item [1] será:

[1] BASSETT, J.; DENNEY, R.C.; JEFFERY, G.H.; MENDHAM, J. **Vogel:** Análise Inorgânica quantitativa. 4ª ed. São Paulo: Editora Guanabara, 1981. p. 335-371.

d) **OBJETIVOS:** Descrição dos objetivos que deveriam ser alcançados ao realizar o experimento, em relação à aprendizagem.

e) **MATERIAIS E MÉTODOS:** Descrição completa da metodologia utilizada, que permite a compreensão e interpretação dos resultados, bem como a reprodução do experimento. Sugere-se sua divisão em duas partes: a) Materiais e reagentes e b) Procedimento experimental. O primeiro item, Materiais e reagentes, deve conter uma lista de todo o material utilizado, tanto vidraria como reagentes e equipamentos. Coloque a procedência do reagente, o grau de pureza, a validade, a fórmula e o nome correto. A marca e especificação de cada equipamento devem ser citadas também. O segundo item deve descrever objetivamente o procedimento adotado no laboratório (incluindo modificações que tenham sido feitas no decorrer do experimento em relação ao procedimento originalmente proposto). Além disso, devem ser fornecidos detalhes como as quantidades utilizadas, temperaturas medidas, vidrarias, esquemas de montagens, tempo gasto e outras informações importantes para a compreensão do que foi realizado como as técnicas empregadas, os equipamentos utilizados e os procedimentos seguidos. Na redação das frases, utilize o tempo verbal de maneira apropriada e impessoal (determinou-se, transferiu-se, coletou-se). Não inclua nesse item as observações experimentais e os dados, pois, as mesmas fazem parte dos Resultados e Discussão.

f) **RESULTADOS E DISCUSSÃO:** Esta parte descreve os principais resultados obtidos em aula, na sequência em que o procedimento foi realizado. Neste item estão incluídos os dados coletados (que podem ser apresentados na forma de tabela quando forem numerosos), o tratamento destes dados e sua análise, até se chegar aos resultados. É necessário apresentar detalhadamente todos os cálculos efetuados e os resultados obtidos podem ser apresentados na forma de tabelas ou gráficos. Mostre as equações das reações realizadas no laboratório, quando houver. Sempre que possível, compare os resultados obtidos com o que era esperado tendo por base a teoria (descrita na Introdução) ou resultados já publicados. Se os resultados forem muito diferentes do que era esperado, procure explicar porque à luz da literatura consultada na introdução, ou em possíveis erros experimentais. Indique sempre as unidades usadas nas medidas. Além disso, discuta (explique) cada observação experimental (mudança de cor, aquecimento, turvação, etc.) e os resultados obtidos (massa final, rendimento, ponto de fusão, entre outros).

As tabelas que apresentam os dados obtidos experimentalmente ou encontrados na literatura devem possuir um título e serem numeradas como no seguinte exemplo:

Tabela 1. Variação da constante de velocidade de decomposição do cefaclor, com a temperatura.

Temperatura (°C)	$10^2 \times k_{obs}$ (s ⁻¹)
30	1,785
40	3,653
50	7,640
60	16,90

Os gráficos, por sua vez, também devem ter um título e serem numerados. No entanto, essa indicação deve ser feita na parte inferior.

As ilustrações de qualquer tipo, assim como os gráficos e as tabelas, devem ser numeradas, identificadas e inseridas o mais próximo possível do texto no qual foram citadas. Jamais apresente uma tabela ou uma figura antes de citá-las no relatório:

Exemplo: A variação da ação enzimática da pepsina com a temperatura pode ser observada na Figura 1. (Insere-se a figura logo a seguir)

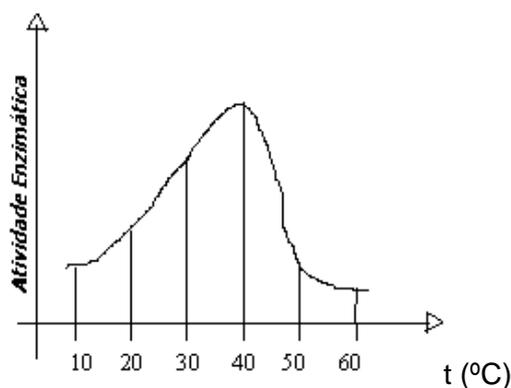


Figura 1. Variação da ação enzimática da pepsina em função da temperatura.

g) **CONCLUSÃO:** Parte do relatório em que se deve retomar cada um dos objetivos propostos e, com base nas observações que foram realizadas, comentar se os mesmos foram atingidos de forma satisfatória ou não. Coloque sua opinião sobre cada etapa realizada, como o preparo do

experimento, os procedimentos realizados e a coleta e a análise dos dados. E, por fim, faça uma síntese sobre as conclusões alcançadas com o trabalho. Não apresente nenhuma conclusão que não seja fruto de discussão do seu grupo.

h) REFERÊNCIAS: Espaço reservado à citação dos livros e artigos usados para escrever o relatório, bem como dos endereços eletrônicos. As referências devem ser numeradas na ordem de aparecimento no texto e devem ser escritas de acordo com as normas da ABNT, conforme os exemplos a seguir.

Livros: Sobrenome do primeiro autor em letras maiúsculas, vírgula, seguido pelas iniciais do(s) nome(s) desse autor. Idem para segundo e terceiro autores, sendo o nome dos autores separados por ponto e vírgula. Título do livro em itálico, negrito ou sublinhado seguido por ponto. Edição também seguida por ponto. Cidade da edição seguida por dois pontos. Editora, vírgula, em seguida ano da edição. Página(s) consultada(s).

Obs: Se houver mais de 03 autores acrescenta-se a expressão et al. após o primeiro autor.

[1] CONSTANTINO, M. G.; SILVA, G. V. J.; DONATE, P. M. *Fundamentos de Química Experimental*. São Paulo: EDUSP, 2004. 250 p.

Capítulo de livros: Sobrenome do primeiro autor do capítulo em letras maiúsculas, vírgula, seguido pelas iniciais do(s) nome(s) desse autor. Idem para segundo e terceiro autores, sendo o nome dos autores separados por ponto e vírgula. Título do capítulo. Palavra “In:” seguida pelo sobrenome do primeiro autor do livro em letras maiúsculas,, vírgula, iniciais do(s) nome(s) desse autor. Idem para segundo e terceiro autores, sendo o nome dos autores separados por ponto e vírgula. Título do livro em itálico, negrito ou sublinhado seguido por ponto. Edição também seguida por ponto. Cidade da edição seguida por dois pontos. Editora, vírgula, em seguida ano da edição. Página(s) consultada(s).

[2] JUSTI, R. Modelos e modelagem no ensino de química: um olhar sobre aspectos essenciais pouco discutidos. In: SANTOS, W.L.P.; MALDANER, O.A. *Ensino de química em foco*. Ijuí: Unijuí, 2010. p.94-125.

Artigos: Sobrenome do primeiro autor em letras maiúsculas, vírgula, seguido pelas iniciais do(s) nome(s) desse autor. Idem para segundo e terceiro autores, sendo o nome dos autores separados por ponto e vírgula. Título do artigo. Título do periódico científico (abreviado ou não) em itálico, negrito ou sublinhado seguido por vírgula. Local de publicação, numeração correspondente ao volume, fascículo ou número, páginas inicial e final, ano da publicação.

[3] GIBIN, G.B; FERREIRA, L.H. Avaliação dos Estudantes sobre o Uso de Imagens como Recurso Auxiliar no Ensino de Conceitos Químicos. *Química Nova na Escola*. São Paulo, v.35, n.1, p.19-26, 2013.

Artigos disponíveis na Internet: Idem ao anterior, seguido por “Disponível em: <endereço na Internet>” e por “Acesso em: dia mês abreviado ano”.

[4] GIBIN, G.B; FERREIRA, L.H. Avaliação dos Estudantes sobre o Uso de Imagens como Recurso Auxiliar no Ensino de Conceitos Químicos. *Química Nova na Escola*. São Paulo, v.35, n.1, p.19-26, 2013. Disponível em: <http://qnesc.sbq.org.br/online/qnesc35_1/04-RSA-87-10.pdf>. Acesso em: 15 mar. 2013.

Documentos de acesso exclusivo por computador (on line): Sobrenome do primeiro autor em letras maiúsculas, vírgula, seguido pelas iniciais do(s) nome(s) desse autor. Denominação do documento. Endereço eletrônico entre os sinais < > precedido da expressão – Disponível em: – e a data de acesso precedida da expressão – Acesso em:.

[5] BOTELHO, D. Historiadores x jornalistas. Lista moderada pelo professor Galba Di Mambro. Mensagem recebida da lista eletrônica de História do Brasil; administrada pela Coordenação do Sistema de Informação da Universidade Federal de Juiz de Fora. Disponível em: <<http://www.elionet.ufjf.br/hbr-1>>. Acesso em: 19 jan. 2000.

Trabalhos apresentados em congressos e eventos: Sobrenome do primeiro autor em letras maiúsculas, vírgula, seguido pelas iniciais do(s) nome(s) desse autor. Idem para segundo e terceiro autores, sendo o nome dos autores separados por ponto e vírgula. Título do trabalho. Palavra “In:” seguida pelo nome do evento em letras maiúsculas, edição do evento, ano de realização, local de realização. Título da publicação em negrito (Atas, Anais, Livro de Resumos..) seguindo por três pontos. Local da publicação seguida por dois pontos, ano de publicação, páginas inicial e final do trabalho.

[6] CARNEIRO, M.H.S. As imagens no livro didático. In: ENCONTRO NACIONAL DE PESQUISA EM ENSINO DE CIÊNCIAS, 1, 1997, Águas de Lindóia. **Atas...** Águas de Lindóia, 1997. v. 1. p. 366-376.

ELABORAÇÃO DE FLUXOGRAMAS

O termo Fluxograma designa uma representação gráfica de um determinado processo ou fluxo de trabalho, efetuado geralmente com recurso a figuras geométricas normalizadas e as setas unindo essas figuras geométricas. Através desta representação gráfica é possível compreender de forma rápida e fácil a transição de informações ou documentos entre os elementos que participam no processo em causa. (http://www.oficinadanet.com.br/artigo/desenvolvimento/como_fazer_um_fluxograma).

Em qualquer prática experimental é fundamental saber detalhadamente os procedimentos que deverão ser efetuados. No intuito de facilitar a interpretação do roteiro de nossas aulas práticas, vamos utilizar uma ferramenta, chamada fluxograma, que nada mais é do que um diagrama. Em sua montagem sugerimos que sejam usadas algumas representações propostas no projeto Chemical Bond Approach.

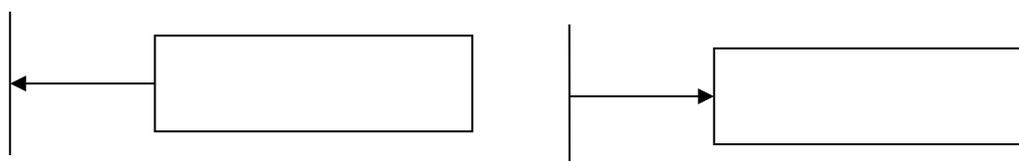
1) No começo do diagrama, insira os nomes, fórmulas e quantidades dos materiais iniciais (reagentes) em um retângulo. A partir da base do retângulo trace uma linha vertical até a próxima etapa;



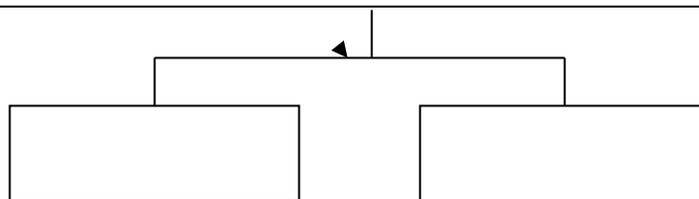
2) Indique a adição/retirada de um reagente dos materiais iniciais por meio de uma flecha perpendicular à linha vertical que une as duas etapas do processo;

Adição

Retirada



3) Para indicar uma operação que resulte em dois caminhos, trace uma linha horizontal no fim da linha vertical e escreva o nome da operação entre parênteses, logo abaixo da linha horizontal.



REPRESENTAÇÃO GRÁFICA

Nas aulas práticas você verificará que os gráficos são freqüentemente utilizados para representar dados experimentais. No lugar de olhar para uma tabela como um conjunto de medidas realizadas, o cientista olha para o gráfico traçado a partir desses dados e percebe o comportamento geral das grandezas envolvidas naquela medição. Apesar de conter as mesmas informações da tabela, os gráficos propiciam o rápido reconhecimento de máximos, mínimos e de pontos de inflexão. Além de facilitarem operações matemáticas como interpolação, cálculo de valores médios e integração, que são difíceis de realizar por métodos numéricos.

Um gráfico é útil para mostrar a conexão entre duas ou mais grandezas físicas, sendo uma representação visual do modo como umas variam em relação às outras, ou seja, se existe uma linearidade, se existe apenas uma faixa de valores de x para os quais y aumenta linearmente e depois sofre um desvio desse comportamento, se existe uma função exponencial nessa relação e assim por diante. Esta informação visual fornecida pode então ser relacionada com o fenômeno físico ou químico envolvido.

Em geral, um gráfico é construído em um sistema de coordenadas cartesianas, que consiste de duas retas perpendiculares: o eixo x (**eixo das abscissas**), onde deve ser representada a variável independente, e o eixo y (**eixo das ordenadas**), onde deve ser representada a variável dependente.

A construção de um gráfico envolve as seguintes etapas:

1) Definição dos eixos

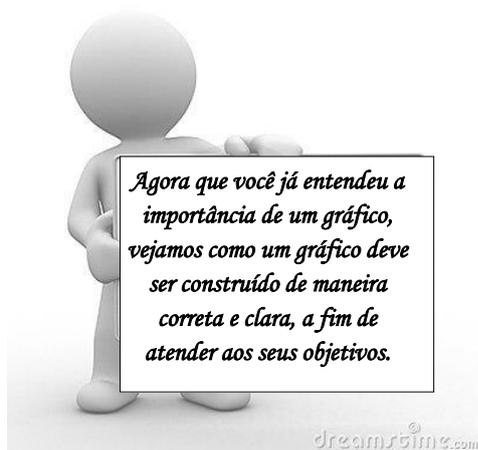
No eixo das abscissas (eixo horizontal ou eixo dos x) deve ser registrada a variável independente associada à grandeza que, ao variar, assume valores que não dependem dos valores da outra grandeza.

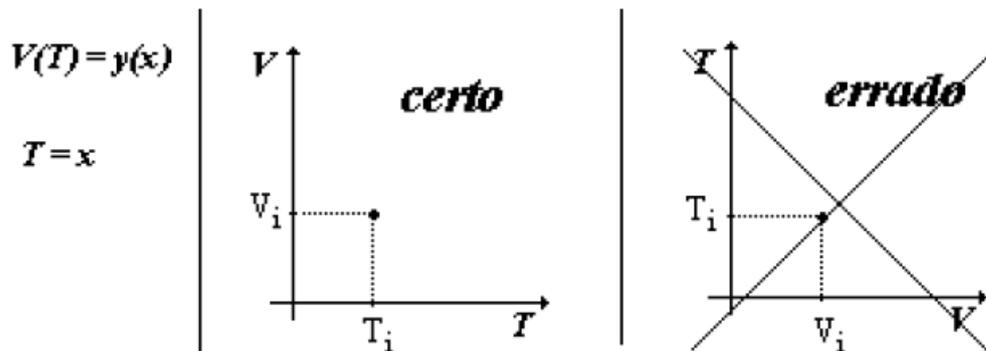
No eixo das ordenadas (eixo vertical ou eixo dos y) deve ser registrada a variável dependente associada à grandeza que, para variar, depende de como varia a outra grandeza.

Em outras palavras, registra-se a causa, variável x , no

eixo horizontal e o efeito, variável y , ou função $y(x)$, no eixo vertical.

Exemplo: Se estamos observando como o volume responde à variação da temperatura, o volume é a variável dependente pois varia com a mudança de temperatura. Não seria razoável afirmar o contrário, afinal como se poderia dizer que a temperatura variou em função da mudança do volume!





2) Registro dos eixos

Na parte inferior do eixo das abscissas, à direita, e preferencialmente fora da região quadriculada do papel milimetrado, deve ser registrada a variável independente, com sua unidade entre parênteses.

Na parte superior do eixo das ordenadas, à esquerda, e preferencialmente fora da região quadriculada do papel milimetrado, deve ser registrada a variável dependente, com sua unidade entre parênteses.

Observação: Se a unidade da grandeza incluir uma eventual potência de 10, com expoente positivo ou negativo, esta potência também deverá ser representada entre parênteses, junto com a unidade.

Exemplo: $V (10^{-9} \text{ m}^3)$

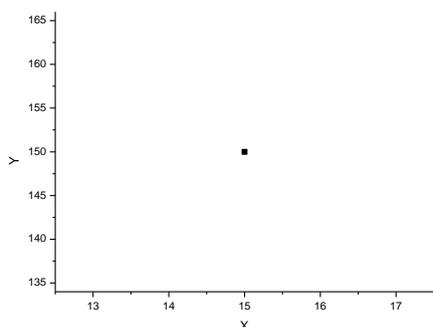
3) Determinação da posição do papel

Uma folha de papel milimetrado geralmente tem 28 cm no eixo vertical, e 18 cm no eixo horizontal, então, podemos usá-la nesta posição (“retrato”) ou em outra posição, invertendo os eixos (“paisagem”). Deve ser escolhida uma destas duas possibilidades: “retrato” ou “paisagem”, de modo a otimizar a construção do gráfico visando ocupar o melhor possível a folha.

Entretanto, “ocupar o melhor possível a folha” não significa que se deve usar a escala que preenche todo o papel. Na prática, deve-se escolher uma escala que facilite a leitura dos pontos experimentais, ou qualquer outro ponto representado no gráfico. Escolha uma escala com intervalos razoáveis, que facilitam a colocação dos dados e sua leitura.

4) Determinação das escalas

Na escolha da escala que vai ser usada em cada eixo deve-se localizar na tabela os valores máximos e mínimos das duas variáveis e em seguida traçar a escala de maneira a abranger todo o intervalo de valores da grandeza a ser representada, ou seja, de forma que todos os pontos caibam no gráfico.



5) Indicação de valores nos eixos

Tanto no eixo vertical, quanto no horizontal, devem ser indicados valores referenciais adequados à escala, em intervalos equidistantes, marcados com pequenos traços feitos perpendicularmente ao eixo em questão. Esses valores devem ser, preferencialmente, múltiplos de 2, 5, 10, 20, 50, 100, etc. **Nunca** use múltiplos ou submúltiplos de números primos ou fracionários, tais como 3, 7, 9, 11, 13, 15, 17, ou

2,5; 3,3; 7,5; 8,25; 12,5; 16,21; etc. **Jamais** coloque os valores que correspondem aos dados (a não ser que esses, por acaso, coincidam com os intervalos escolhidos para um dos eixos). Além disso, a escala deve ser legível, isto é, *qualquer* ponto poderá ser lido no gráfico.

Por exemplo, uma escala que coincida o máximo possível com as linhas dos milímetros em uma folha de papel milimetrado, correspondendo cada cm da escala a 100g (assim, cada milímetro vale 10g), seria uma escala bastante razoável.

6) Marcação dos pontos experimentais

É fundamental que os pontos experimentais sejam bem marcados no gráfico, ou seja, para cada dado coletado, existirá um ponto com coordenadas x e y a ser marcado no gráfico. Por exemplo, para um líquido que, na temperatura de 15°C , ocupa um volume de 150 mL, o ponto correspondente no gráfico terá as seguintes coordenadas: (15, 150). Esses pontos devem ser identificados por um sinal que não deixe dúvidas sobre sua localização. Veja os exemplos a seguir:



Depois de marcado o ponto experimental não faça nenhuma marcação adicional, tal como fazer tracejados desde o ponto até os eixos. *Identifique apenas os pontos experimentais!*

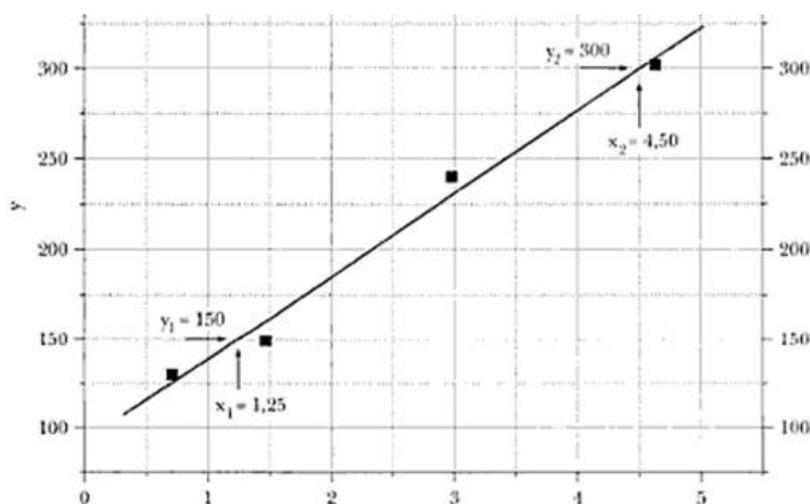
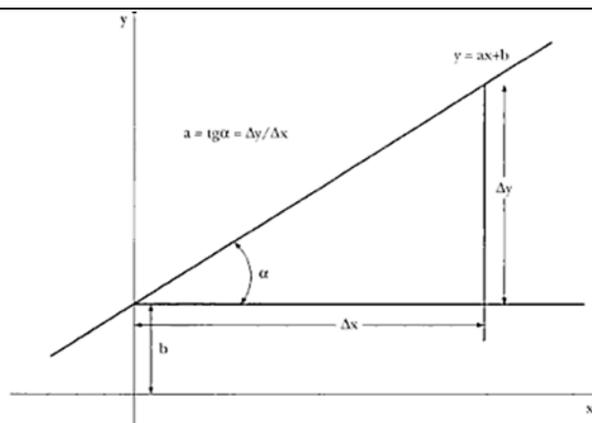
7) Traçado da curva

Após todos os pontos terem sido marcados, deve-se avaliar de que forma estes se relacionam para que possam ser unidos. O traçado da curva deve ser suave e contínuo, ajustando-se o melhor possível aos pontos experimentais. Nunca una os pontos experimentais por linhas retas, pois isto significa que a relação entre as grandezas é descontínua, o que dificilmente será verdadeiro.

No entanto, mesmo sabendo que a relação entre as grandezas é linear, como traçar uma reta se nem todos os pontos experimentais estão alinhados? Nesse caso podemos usar o conceito de **reta média**, ou da melhor reta, isto é, a reta que passa pela maioria dos pontos ou que melhor define a tendência dos pontos, mesmo que ela não os contenha todos. A reta média é facilmente traçada por computadores, mas quando traçada a mão exige certo cuidado e, portanto, dedique especial atenção nos casos em que seja necessário.

Equação da reta

A equação que define uma reta é $y = ax + b$, onde o parâmetro a é denominado *coeficiente angular* e b , *coeficiente linear da reta*. O parâmetro a relaciona as grandezas x e y e é, na verdade, a razão entre a variação das coordenadas de dois pontos quaisquer pertencentes à reta, ou seja, $a = \Delta y / \Delta x$. Tomando dois pontos quaisquer (P_1 e P_2), pertencentes à reta e diferentes dos pontos experimentais (dados tabelados), com coordenadas (x_1, y_1) e (x_2, y_2) respectivamente, a inclinação da reta será $a = (y_2 - y_1) / (x_2 - x_1)$. É importante atentar para o fato de que não se deve escolher os dados experimentais para esse cálculo, *exceto* no caso de só haver exatamente dois pontos experimentais. Também é recomendável tomar dois pontos bastante espaçados para minimizar os erros e pontos que tenham o valor de pelo menos uma das coordenadas igual ao valor de uma das divisões da escala. O coeficiente linear, por sua vez, indica o valor de y para o qual $x = 0$, ou seja, o valor de y correspondente ao ponto onde a reta intercepta o eixo das ordenadas.



Observação: Outro ponto importante é a **origem do gráfico**. Isto por dois motivos: o primeiro é a dúvida frequente dos estudantes sobre a possibilidade da origem ser outro ponto que não o (0,0), ou seja, se os eixos podem começar de valores não-nulos e se cada eixo pode começar de valores diferentes. Ambos os casos são possíveis, isto é, os eixos não precisam começar do valor zero, baseado na conveniência para a escala, como num caso em que se tivesse o primeiro ponto sendo no valor 150, por exemplo, que fica muito distante do ponto 0 e isso prejudicaria na visualização do gráfico. Já com relação aos eixos começarem em valores diferentes, é igualmente por conta da conveniência, como num caso em que o primeiro valor de um eixo é 2 e do outro 1000, por exemplo. Se ambas as escalas comessem em um valor próximo ao 2 e tivessem o mesmo espaçamento entre os pontos, imagine o tamanho da folha para chegar ao valor 1000, certo?! O segundo motivo é a relação entre as grandezas que, em algumas vezes, implica em a origem ser um ponto do gráfico sem que isto esteja explícito pela determinação experimental. Para entender melhor isto, pense num carro que partirá de um ponto e com o decorrer do tempo percorrerá uma distância. Se avaliarmos como a distância percorrida varia em função do tempo, facilmente se pode perceber que, não decorrido tempo (ou decorrido 0 segundos de tempo), nenhuma distância terá sido percorrida, ou seja, para o tempo igual a 0 corresponde única e exclusivamente uma distância percorrida 0 e, portanto, o ponto (0,0) obrigatoriamente faz parte da reta do gráfico, sem que se tenha "medido" isto, mas está lá e influencia na construção do gráfico. Será que este mesmo raciocínio se aplica à relação entre massa e volume de um líquido (sem que seja "medido" 0mL de líquido, você infere que isso corresponderia a uma massa 0 obrigatoriamente e o ponto (0,0) estaria no gráfico?).

Experimento 1 – Vidrarias e materiais de Laboratório

1. Introdução

O laboratório químico é um local especialmente desenhado para um trabalho eficiente e satisfatório em Química. A execução de qualquer experimento nessa área, além de um espaço adequado, em geral envolve a utilização de uma variedade de materiais e de equipamentos de laboratório, a maioria muito simples, porém com finalidades específicas. Você precisará, portanto, conhecer a linguagem particular da Química e se esforçar para aprender o significado exato desses novos termos, além dos objetivos e das condições em que uma dada experiência será executada para ser capaz de escolher os equipamentos e os materiais mais adequados.

No intuito de ajudá-lo nessa caminhada, são apresentadas informações relativas às matérias-primas frequentemente empregadas na fabricação dos materiais mais utilizados em laboratórios de Química bem como alguns quadros que descrevem suas características e seus principais usos.

1. Vidro

O material mais utilizado em laboratórios químicos é o vidro. O vidro comum é basicamente um silicato sintético de cálcio e de sódio em estado não cristalino (estado vítreo), obtido por fusão de uma mistura de sílica (SiO_2), carbonato de sódio (Na_2CO_3) e calcário (CaCO_3) em proporções variáveis. Já o tipo de vidro amplamente usado nos laboratórios (borossilicato) contém alguns outros componentes (óxidos de boro e de alumínio) que proporcionam maior resistência química, mecânica e térmica. Entre as propriedades mais úteis do vidro para seu uso na fabricação de materiais de laboratório estão: sua transparência perfeita, o que facilita a observação através das paredes dos recipientes; sua boa resistência química, sendo apenas corroído por ácido fluorídrico e bases concentradas e sua resistência térmica (até 300°C). Entretanto, possui algumas limitações como ser frágil (sensível a impactos mecânicos); ser sensível a choques térmicos e deformar, amolecer ou derreter a temperaturas mais elevadas (acima de 400°C).

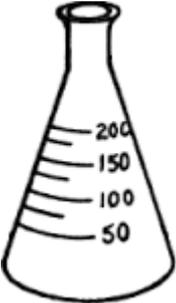
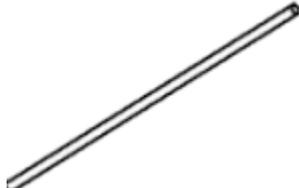
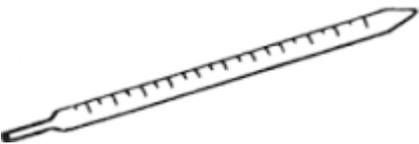
Tabela 1 – Composição das principais famílias de vidros a base de sílica.

Tipo do vidro	SiO_2	Na_2O	K_2O	CaO	MgO	B_2O_3	Al_2O_3	PbO
I. "Soda"-silicato ^a (<i>water glass</i>)	Composição variável razão $\text{SiO}_2 - \text{Na}_2\text{O}$ de 1,6 a 3,7							
II. "Soda-lime" ^b silicato (<i>lime glass</i>)	72,1	21,1	–	2,8	–	–	2,0	–
	72,1	14,0	–	9,9	3,2	–	0,3	–
III. Borossilicato	81,0	4,5	–	–	–	12,5	2,0	–
IV. Aluminossilicato	54,5	–	–	17,5	4,5	10,0	14,0	–
	59,0	11,0	0,5	16,0	5,5	3,5	4,5	–
	65,8	3,8	–	10,4	–	–	6,6	–
V. Silicato de chumbo	56,0	2,0	13,0	–	–	–	–	29,0
	3,0	–	–	–	–	11,0	11,0	75,0
	5,0	–	–	–	–	10,0	3,0	62,0
VI. Alta sílica	96,7	–	–	–	–	2,9	0,4	–
	99,9	–	–	–	–	–	–	–

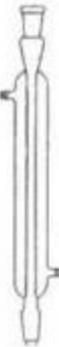
^asoda (do inglês) = Na_2O ; ^blime (do inglês) = CaO .

Fonte: ALVES, O.L.; GIMENEZ, I.F.; MAZALI, I.O. Vidros. *Química Nova na Escola*, Cadernos Temáticos, Ed. Especial, p. 9-20, 2001.

Quadro 1 – Materiais de vidro

 <p>Tubo de ensaio Tubo de vidro, cilíndrico, com tamanhos variados, usado principalmente para efetuar reações químicas em pequena escala. Pode ser aquecido, com cuidado, diretamente sobre a chama do Bico de Bunsen.</p>	 <p>Béquer Copo de vidro utilizado para aquecer e cristalizar substâncias, recolher filtrados, fazer decantações, misturar reagentes, preparar soluções e reações. Pode ser aquecido em banho-maria, banho de óleo, sobre tripé ou em chapa de aquecimento. Capacidade variável.</p>	 <p>Proveta Recipiente de vidro, de capacidade variável geralmente indicada em mL. Usado para medidas aproximadas de volumes de líquidos. Não pode ser aquecido.</p>
 <p>Erlenmeyer Recipiente de vidro utilizado para aquecer e cristalizar substâncias, principalmente quando estas necessitam ser agitadas, pois dificulta a perda das mesmas. É utilizado também em titulações e para recolher filtrados. Capacidade variável.</p>	 <p>Kitassato Frasco de vidro de paredes espessas que resistem a alto vácuo, possui uma saída lateral, na qual geralmente adapta-se uma mangueira de borracha que é ligada à trompa de vácuo para filtração.</p>	 <p>Funil Funil de vidro ao qual se adapta um papel de filtro, lã de vidro ou algodão. Usado na transferência de líquidos e nas filtrações simples.</p>
 <p>Funil de separação Recipiente de vidro, em forma de pera que possui torneira e boca esmerilhada. É utilizado para fazer extração por meio de solventes e para separação de líquidos imiscíveis. Deixa-se decantar a mistura e a seguir abre-se a torneira deixando escoar a fase mais densa.</p>	 <p>Bureta Tubo de vidro uniformemente calibrado, graduado em mL ou 0,1 mL que na parte inferior possui uma torneira de vidro. Usado para escoar volumes variáveis de líquidos principalmente em um tipo de análise química denominada titulação. Existe também a bureta automática que possui dispositivo pelo qual o líquido é levado até seu interior automaticamente.</p>	<p>Bastão de vidro Cilindro maciço de vidro, usado para agitar e facilitar dissoluções, transferência de líquidos de um recipiente para outro e filtrações.</p> 
<p>Pipeta graduada Tubo de vidro alongado utilizado para medir volumes variáveis de líquidos. Em geral, usado para medir pequenos volumes. No entanto, não pode ser aquecida e não apresenta precisão na medida.</p> 	<p>Pipeta volumétrica Utilizada na medição de volumes fixos de líquidos. Possui na parte superior uma marca, que indica até onde devemos encher a pipeta, para obter o volume exato. Indicada para medir volumes com elevada precisão. Não pode ser aquecida.</p> 	<p>Pipeta Pasteur Utilizada na transferência de pequenos volumes, sem necessidade de precisão.</p> 

Quadro 1 – Materiais de vidro (continuação)

 <p>Balão de fundo chato Balão de vidro de volume variável utilizado em aquecimentos, refluxos, destilações (em reações com desprendimento de gases) e para armazenar líquidos ou soluções.</p>	 <p>Balão volumétrico Balão de fundo chato e gargalo comprido, calibrado (geralmente a 20°C) para conter determinados volumes de líquidos. Possui um traço de referência, que marca o volume exato. A distância entre o traço de referência e a boca do gargalo deve ser relativamente grande, para permitir a fácil agitação do líquido, depois de completado o volume até a marca. Ao ajustar o volume, a tangente à superfície inferior do menisco deve coincidir com o traço de referência que deve estar na mesma altura que os olhos do observador. Utilizado na preparação de soluções de concentração conhecida.</p>	 <p>Balão de fundo redondo Pode ser usado em reações (refluxo e adição), destilações e recolha de líquidos purificados em rotavapor.</p>
 <p>Pesa-filtro Recipiente indicado para a pesagem de sólidos quando o composto é higroscópico.</p>	 <p>Dessecador Recipiente de vidro inteiramente fechado e vedado, que contém em sua parte inferior uma substância capaz de absorver água. É usado para a conservação de sólidos ou líquidos, no estado seco ou mesmo para privá-los da umidade ou ainda para resfriá-los. Os agentes absorventes da umidade mais usados nesses dessecadores são: ácido sulfúrico, cloreto de cálcio (anidro) e sílica-gel. Alguns dessecadores possuem uma saída com torneira, na qual pode ser adaptada a trompa de vácuo, para efetuar secagens a pressão reduzida. Na parte superior são colocadas as substâncias, das quais se quer eliminar a água. As bordas do dessecador são untadas com vaselina para evitar a entrada e saída de ar.</p>	<p>Vidro de relógio Material utilizado em análises e evaporações em pequena escala, na pesagem de substâncias não voláteis e não higroscópicas e para cobrir béqueres.</p> 
 <p>Condensador de refluxo Utilizado em reações lentas que necessitam de aquecimento e quando um dos reagentes evapora-se na temperatura da reação. O líquido, que evapora constantemente, sobe pelo condensador e resfria-se, retornando ao balão, onde se processa o aquecimento. Possui geralmente 3 a 5 bolas. É refrigerado por água, sendo que esta entra na parte inferior e sai na parte superior do condensador.</p>	 <p>Coluna de Vigreux Tubo de vidro, utilizado em destilações fracionadas, que possui reentrâncias em forma de dentes, distribuídas de modo a que as pontas de um par de dentes quase se toquem.</p>	 <p>Condensador simples Destinado à condensação de vapores, em destilações ou aquecimento a refluxo.</p>

1.2 Porcelana

A porcelana é uma variedade de cerâmica dura e resistente, branca, impermeável, às vezes translúcida, que é preparada a partir de uma mistura triaxial de caulim, feldspato e quartzo. Ela se distingue de outros produtos cerâmicos, pela sua vitrificação, transparência, resistência, completa isenção de porosidade e sonoridade.

Quadro 2 - Materiais de Porcelana

 <p>Funil de Büchner Funil de porcelana espessa que internamente possui diversos furos. É usado nas filtrações rápidas (à pressão reduzida) quando é necessário separar sólidos de líquidos. É adaptado por meio de uma rolha ao kitassato, em filtração a vácuo.</p>	 <p>Cápsula Utilizada em evaporações, dissoluções a quente, calcinações: secagem e aquecimento. Pode ser colocada em estufas.</p>	 <p>Cadinho Pequeno copo de porcelana que resiste a altas temperaturas (1000 a 1100°C). Utilizado nas calcinações, na eliminação de substâncias orgânicas, secagem, aquecimento e fusão. Pode ser feito de outros materiais, como a platina.</p>
 <p>Almofariz com pistilo Empregados na pulverização e trituração de substâncias sólidas.</p>		

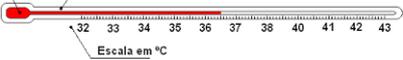
Quadro 3 - Materiais Metálicos

 <p>Suporte universal Suporte de ferro utilizado para prender argolas, mufas, entre outros.</p>	 <p>Argola ou anel Suporte para funil de separação, funil simples, tela de amianto e frascos que são colocados sobre a tela quando aquecidos. É presa no suporte universal.</p>	 <p>Garra Usada para segurar peças como funil de vidro e de decantação, kitassatos, condensadores, entre outros.</p>
 <p>Mufa Utilizada como peça de fixação no suporte universal para sustentação de garras.</p>	 <p>Tripé Usado como suporte de telas (antigamente a parte central dessas era feita de amianto que hoje em dia não é mais utilizado por ser considerado cancerígeno)</p>	 <p>Espátula Utilizada para retirar reagentes sólidos de seus frascos. Geralmente são feitas de aço inoxidável ou níquel.</p>
 <p>Pinça metálica Empregada para segurar cadinhos, cápsulas, etc., quando aquecidos. É geralmente feita de ferro ou níquel.</p>	 <p>Pinça de Mohr Usada para impedir ou diminuir a passagem de gases ou de líquidos através de tubos flexíveis.</p>	 <p>Triângulo suporte Triângulo construído de arame coberto por tubos de porcelana ou outro material refratário. Suporte para os cadinhos e cápsulas durante a calcinação. É colocado sobre a argola ou tripé.</p>

Quadro 4 - Materiais para aquecimento.

 <p>Bico de Bunsen Bico de gás, usado como principal fonte de aquecimento de materiais não inflamáveis. Produz chama cônica em que a zona mais quente pode chegar a 1500 C.</p>	 <p>Chapa de agitação magnética com aquecimento Para aquecimentos diversos e, também, para agitar/dissolver/homogeneizar líquidos por meio de uma barra magnética (pulga).</p>	 <p>Forno Mufla Utilizado na calcinação de substâncias, por aquecimento em altas temperaturas (até 1000 ou 1500 °C).</p>
 <p>Estufa Aparelho utilizado, entre outros, para a dessecação ou secagem de substâncias sólidas e, evaporações lentas de líquidos. Em geral são elétricas, e possuem um termostato para controlar a temperatura que varia de 40°C a 300° C.</p>	 <p>Manta de aquecimento Utilizada, em geral, no aquecimento de líquidos inflamáveis contidos em balão de fundo redondo. Possui temperatura controlada.</p>	<p>Banho maria Para aquecimentos até 100 °C (temperaturas acima do ponto de ebulição da água não são apropriadas devido ao risco de acidentes por queimaduras). Equipado com termostato.</p> 

Quadro 5 – Outros Materiais e Equipamentos.

 <p>Pisseta Recipiente de plástico no qual se armazena água destilada ou outros solventes. É usado para efetuar a lavagem de recipientes ou materiais com jatos do solvente armazenado.</p>	<p>Termômetro Utilizado para medida de temperatura em sistemas reacionais ou destilação.</p>  <p>Escala em °C</p>	<p>Estante para tubos de ensaio Suporte para tubos de ensaio de vários tamanhos, confeccionado em madeira ou metal.</p> 
 <p>Balança analítica Instrumento para determinação de massa (pesagem) com precisão de 4 a 5 casas decimais.</p>	 <p>Balança semi-analítica Instrumento para determinação de massa com precisão de, no máximo, 3 casas decimais.</p>	<p>Centrífuga Acelera a sedimentação (decantação) de sólidos suspensos em líquidos.</p> 
 <p>Pipetador ou Pera de sucção Utilizado para auxiliar nos procedimentos de pipetagem (suga e libera o líquido).</p>	 <p>Papel de filtro Papel poroso, que retém as partículas sólidas, deixando passar apenas a fase líquida. Quando o líquido é corrosivo, o papel de filtro é substituído por lã de vidro ou algodão comum. Após colocado no funil e ajustado, o papel de filtro deve ser umedecido, de forma que fique retido junto as paredes do funil.</p>	<p>Pinça de madeira Para manusear objetos quentes ou que serão aquecidos como tubos de ensaio aquecidos diretamente no bico de Bunsen.</p> 

1.3 Limpeza

É importante que o graduando desenvolva o hábito de limpar os materiais que vai utilizar no laboratório antes e logo após o término do experimento, enquanto a natureza do resíduo é conhecida. Os materiais devem ser lavados com água e detergente com o auxílio de uma escova. Depois de bem enxaguados com água da torneira, enxaguar três vezes com água deionizada. Depois de lavado, o vidro deve permitir o escoamento de água sobre sua superfície, sem formar gotas, que indicam a presença de matéria gordurosa. No final do experimento, os materiais lavados devem ser guardados nos locais indicados pelos professores e pelos técnicos e a bancada utilizada deve ser adequadamente limpa com um pano.

2. Objetivos

Propiciar que os graduandos conheçam os equipamentos básicos de laboratório e suas regras básicas de utilização, limpeza e conservação.

3. Atividade

Complete a tabela a seguir a partir da observação dos materiais expostos na bancada e na capela.

Número do material	Denominação e função do material de laboratório da bancada
1	
2	
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	
10	
11	
12	
13	
14	
15	
16	
17	
18	
19	
20	
21	
22	
23	
24	
25	
26	
27	
	Materiais expostos nas capelas
28	
29	
30	
31	
32	
33	
34	
35	

Experimento 2 - Introdução ao Laboratório químico

O Laboratório Químico é um lugar de experimentação onde vocês terão a oportunidade de aprender Química sob um ponto de vista diferente do que poderiam atingir por intermédio de livros, demonstrações ou filmes; é a possibilidade de alcançar maior compreensão da Química e a oportunidade de ver e trabalhar com as próprias mãos. Para tal, são necessárias qualidades tais como dedicação, interesse, curiosidade, pontualidade, disciplina, entre outros.

A significação dos resultados obtidos dependerá muito do cuidado com que se desenvolverão as operações de laboratório. Boa técnica é mais do que uma questão de habilidade manual; requer uma atenção total aos propósitos essenciais da experiência.

No entanto, técnicas de Química não são objetivos, mas sim os instrumentos que nos permitem atingir a meta final, de extrair informações úteis a partir de observações pessoais. Aprender o manuseio de compostos e a manipulação de aparelhos é obviamente uma parte essencial à formação inicial de futuros professores de Química.

Nunca se esqueça que não se deve começar uma prática sem antes compreendê-la totalmente, isto significa **estudar o experimento antes de entrar no laboratório**.

1.1 Manuseio de líquidos e sólidos

Antes de retirar líquidos ou sólidos de um frasco, deve-se tomar alguns cuidados:

a) Ler o rótulo do frasco pelo menos duas vezes para se assegurar de que se tem em mãos, realmente, o líquido ou sólido desejado;

b) Se o líquido ou sólido que estiver manuseando for *corrosivo*, certifique-se que o frasco não esteja externamente umedecido; caso esteja, limpe-o com papel-toalha úmido e seque-o;

c) Para verter um líquido de um frasco, faça-o sempre no lado oposto ao rótulo; isto evita que o líquido escorra externamente sobre o rótulo, danificando-o e podendo, futuramente, impedir a identificação do líquido;

d) Ao retirar uma tampa plástica rosqueável de um frasco, nunca a coloque sobre a bancada com o lado aberto tocando a bancada. Deste modo, evita-se que o líquido, eventualmente, escorra da tampa para a bancada e, também, que a tampa se contamine por contato com a bancada;

e) Sob nenhuma hipótese, coloque objetos sujos no interior de um frasco, pois isto contaminaria a substância nele contida. Somente retorne uma substância ao seu frasco original se tiver certeza absoluta que ela não foi contaminada durante o seu manuseio;

f) Sempre que algum líquido ou sólido entrar em contato com as suas mãos, lave-as *imediatamente* com muita água e sabão.

g) Se a substância que se está manuseando é *volátil*, isto é, se ela evapora facilmente à temperatura ambiente (como é o caso de algumas substâncias nesta experiência), nunca cheire uma substância diretamente na boca do frasco, pois ela pode ser *muito tóxica*. Para evitar intoxicações graves, cheire as substâncias através do deslocamento de seus vapores, conforme ilustrado a seguir.



1.2 Técnicas de Volumetria

A prática de análise volumétrica requer a medida de volumes de líquidos com elevada precisão. Para efetuar tais medidas são empregados vários tipos de aparelhos, que podem ser classificados em duas categorias: **a)** Aparelhos calibrados para dar escoamento a determinados volumes; **b)** Aparelhos calibrados para conter um volume líquido. Na classe **a** estão contidas as pipetas e as buretas e, na classe **b**, estão incluídos os balões volumétricos.

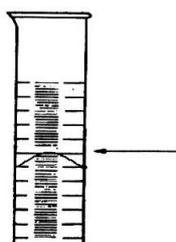
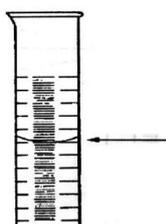
A medida de volumes líquidos com qualquer dos referidos aparelhos está sujeita a uma série de erros devido às seguintes causas:

- a) Ação da tensão superficial sobre as superfícies líquidas.
- b) Dilatações e contrações provocadas pelas variações de temperatura.
- c) Calibração imperfeita dos aparelhos volumétricos.
- d) Erros de paralaxe.

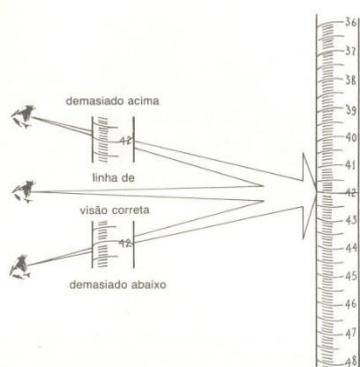
Medir volumes de líquidos em um recipiente significa comparar a sua superfície com a escala descrita no recipiente utilizado. Essa superfície é denominada menisco.

Os líquidos têm a propriedade de reduzir ao máximo a sua superfície. Esta propriedade denomina-se tensão superficial e está relacionada com a força na qual as moléculas de um líquido se atraem mutuamente. Se no interior de um líquido as forças de atração estão saturadas, na superfície está compensada só uma parte delas. Por isso as moléculas da superfície sofrem uma atração recíproca especialmente forte, é como se o líquido estivesse coberto por uma película autotensora. Essa força que contrai a superfície do líquido é o que chamamos de tensão superficial e varia para cada líquido, dependendo do caráter da interação intermolecular.

Para a água, a força de coesão entre as moléculas é parcialmente superada pelas de adesão entre ela e o vidro, e o menisco é côncavo, sendo que sua parte inferior (vértice) deverá coincidir com a linha de aferição.



No mercúrio, ao contrário, as forças de coesão são maiores que as de adesão entre o mercúrio e o vidro, e o menisco é convexo, sendo considerado para leitura sua parte superior.



Outra técnica importante é a posição do olho do observador. Este deverá estar sempre no mesmo nível da marca de aferição do recipiente. Se o observador estiver olhando por cima do menisco, observará um valor superior ao verdadeiro. Se estiver olhando por baixo do menisco, observará um valor inferior. Estes erros são conhecidos como **erros de paralaxe**.

De um modo geral, para medidas aproximadas de volumes de líquidos, usam-se provetas; para medidas precisas, usam-se pipetas, buretas e balões volumétricos, que constituem o chamado material volumétrico. Aparelhos volumétricos são calibrados pelo fabricante a uma temperatura padrão de calibração de 20° C.

Em trabalhos de laboratório, as medidas de volume aproximadas são efetuadas, na quase totalidade dos casos, com provetas graduadas, as medidas grosseiras, com béqueres com escala e as medidas volumétricas, chamadas precisas, com aparelhos volumétricos.

Aparelhos Volumétricos

a) Balões volumétricos: Os balões volumétricos são balões de fundo chato e gargalo comprido, calibrados para conter determinados volumes de líquidos.

Os balões volumétricos são providos de rolhas esmerilhadas de vidro ou de polietileno. O traço de referência marcando o volume pelo qual o balão volumétrico foi calibrado é gravado sobre a meia-altura do gargalo. A distância entre o traço de referência e a boca do gargalo deve ser relativamente grande para permitir a fácil agitação do líquido depois de ser completado o volume até a marca (a solução deve ser bem homogeneizada). O traço de referência é gravado sob a forma de uma linha circular, tal que, por ocasião da observação, o plano tangente à superfície inferior do menisco tem que coincidir com o plano do círculo de referência. Os balões volumétricos são construídos para conter volumes diversos; os mais usados são os de 50, 100, 200, 500 e 1000.

Os balões volumétricos são especialmente usados na preparação de soluções de concentração conhecida. Para se preparar uma solução em um balão volumétrico, transfere-se ao mesmo, o soluto ou a solução a ser diluída. Adiciona-se, a seguir, solvente até quase atingir o traço de referência no gargalo do balão. Misturam-se os componentes e deixa-se em repouso até atingir a temperatura ambiente, tendo-se o cuidado de não segurar o balão pelo gargalo. Adiciona-se solvente até “acertar o menisco”, isto é, até o nível do líquido coincidir com o traço de referência no gargalo do balão. O ajustamento do menisco ao traço de referência deverá ser feito com a maior precisão possível, adicionando as últimas porções do solvente com uma pipeta Pasteur e tomando cuidado para não deixar gotas ao longo do gargalo do balão. Fecha-se bem o balão e vira-se o mesmo de cabeça para baixo, várias vezes, agitando-o, para homogeneizar seu conteúdo.

b) Pipetas: Existem duas espécies de pipetas:

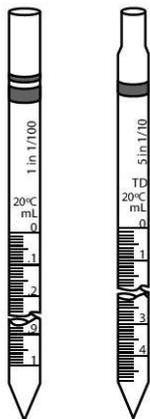
- *Pipetas volumétricas*, construídas para dar escoamento a um determinado volume.
- *Pipetas graduadas* ou cilíndricas que servem para escoar volumes variáveis de líquidos.

As *pipetas volumétricas* são constituídas por um tubo de vidro com um bulbo na parte central. O traço de referência é gravado na parte do tubo acima do bulbo. A extremidade inferior é afilada e o orifício deve ser ajustado de modo que o escoamento não se processe rápido demais, o que faria com que pequenas diferenças de tempo de escoamento ocasionassem erros apreciáveis. As pipetas volumétricas são construídas com as capacidades de 1, 2, 5, 10, 20, 50, 100 e 200 mL, sendo de uso mais freqüente as de 25 e 50 mL.

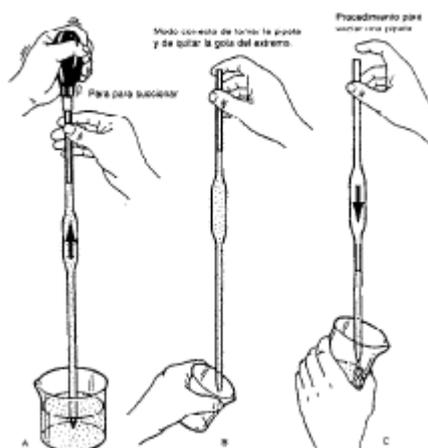
As *pipetas graduadas* consistem de um tubo de vidro estreito, geralmente graduado em 0,1mL. São usadas para medir pequenos volumes líquidos. Encontram pouca aplicação sempre que se quer medir volumes líquidos com elevada precisão. Têm a vantagem de se poder medir volumes variáveis.

Quanto ao modo de operação, há dois tipos de pipetas em uso atualmente:

- i) *Pipetas de esgotamento total*: contêm duas faixas na parte superior, indicando que as mesmas são calibradas para liberar sua capacidade total, assoprando-se até a última gota.
- ii) *Pipetas de esgotamento parcial*: contêm na parte superior uma faixa estreita que as diferencia das pipetas de escoamento total. Não precisa ser assoprada



Para se encher uma pipeta, coloca-se a ponta da mesma no líquido e faz-se a sucção com a pera de sucção (não use a boca para pipetar em laboratórios). Deve-se ter o cuidado em manter a ponta da mesma sempre abaixo do nível da solução do líquido. Caso contrário, ao se fazer a sucção, o líquido alcança a pera de sucção. A sucção deve ser feita até o líquido ultrapassar o traço de referência. Feito isto, deixa-se escoar o líquido lentamente até o traço de referência (zero). O ajustamento deve ser feito de maneira a evitar erros de paralaxe.



Para escoar os líquidos, deve-se colocar a pipeta na posição vertical, com a ponta encostada na parede do recipiente que vai receber o líquido; caso esteja usando a boca na pipetagem (técnica desaconselhável), levanta-se o dedo indicador até que o líquido escoe totalmente. Esperam-se 15 ou 20 segundos e retira-se a gota aderida a ponta da pipeta, encostando-a à parede do recipiente.

c) Buretas

As buretas servem para dar escoamento a volumes variáveis de líquidos. São constituídas de tubos de vidro uniformemente calibrados, graduados em 1mL e 0,1 mL. São providas de dispositivos, torneiras de vidro ou polietileno entre o tubo graduado e sua ponta afilada, que permitem o fácil controle de escoamento

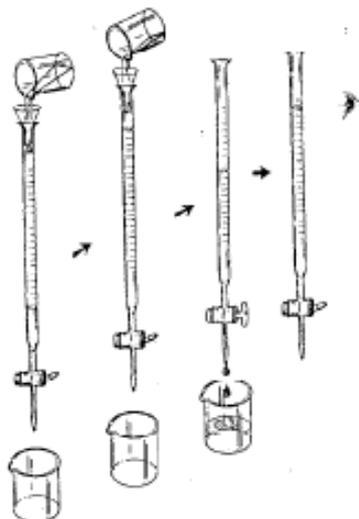
As buretas podem ser dispostas em suportes universais contendo mufas. As buretas de uso mais constantes são as de 50 mL, graduadas em décimos de mL; também são muito usadas as de 25 mL. Nos trabalhos de escala semimicro, são freqüentemente usadas as buretas de 5 e 10 mL, graduadas em 0,01 ou 0,02 mL.

Para o uso com soluções que possam sofrer o efeito da luz, são recomendadas buretas de vidro castanho.

As torneiras das buretas, quando forem de vidro, devem ser levemente lubrificadas para que possam ser manipuladas com mais facilidade. Serve para este fim uma mistura de partes iguais de vaselina e cera de abelhas; misturas especiais são encontradas no comércio.

Recomendações para uso da bureta

- A bureta limpa e vazia deve ser fixada em um suporte na posição vertical.
- Antes de se usar um reagente líquido, deve-se agitar o frasco que o contém, pois não é raro haver na parte superior do mesmo, gotas de água condensada.
- A bureta deve ser lavada, pelo menos uma vez, com uma porção de 5 mL do reagente em questão, o qual deverá ser adicionado por meio de um funil, em buretas que não possuam gargalo especial; cada porção é deixada escoar completamente antes da adição da seguinte.
- Enche-se então a bureta até um pouco acima do zero da escala e remove-se o funil.
- Abre-se a torneira para encher a ponta ou expulsar todo o ar e, deixa-se escoar o líquido, até que a parte inferior do menisco coincida exatamente com a divisão zero. Quando se calibra a bureta (acerto do zero) deve-se tomar o cuidado de eliminar todas as bolhas de ar que possam existir.
- Coloca-se o frasco que vai receber o líquido sob a bureta e deixa-se o líquido escoar, gota a gota, geralmente a uma velocidade não superior a 10 mL por minuto. Controla-se a torneira da bureta com a mão esquerda. Após o escoamento da quantidade necessária de líquido, espera-se de 10 a 20 segundos e lê-se o volume retirado.



1.3 Técnicas de Pesagem

A determinação de massa ou “pesagem” é uma das operações de laboratório mais importantes que é realizada com a utilização de balanças.

Há uma grande variedade de balanças de laboratório, desde as mais grosseiras até as de mais alta sensibilidade.

Balanças de mola: São balanças de um prato fixado em uma mola: A extensão da mola indica o peso.

Balanças de dois pratos: dois pratos são fixados nas pontas de uma alavanca. Em um deles a amostra é colocada, no outro contrapesos de massas definidas equilibram o braço da balança. Se as duas partes do braço da balança tiverem comprimentos iguais, a massa dos contrapesos será igual à massa da amostra.

Balanças Elétricas/Eletrônicas: São balanças de um único prato assentado sobre um cristal piezoelétrico (cristais que apresentam uma diferença de potencial elétrico entre faces perpendiculares à direção de uma força aplicada). O peso se lê diretamente numa escala digital. Essas balanças podem ser chamadas de semi-analíticas (precisão de cerca de 0,1g) ou analíticas com maior precisão.

Cuidados Gerais com Balanças de Laboratórios

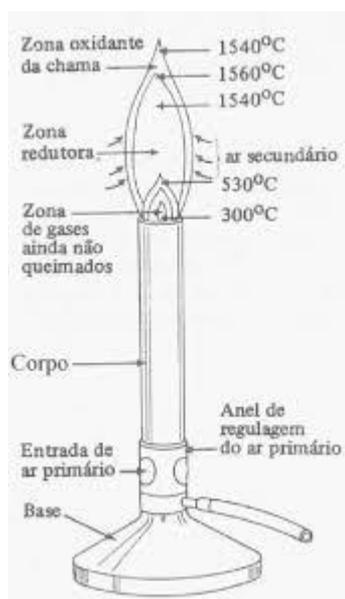
O manejo de qualquer balança requer cuidados especiais por ser um instrumento de grande sensibilidade e alto custo. A confiabilidade de um instrumento de medida depende sempre do seu uso e trato corretos. Cuidados particulares devem ser tomados ao lidar com balanças de laboratórios particularmente com as balanças analíticas.

- 1) A balança deve ser colocada em lugar apropriado onde não há correntes de ar, incidência de luz solar, vibrações ou intenso movimento de pessoas.
- 2) A balança deve ser equilibrada. Muitas balanças possuem um nível de água para facilitar essa operação.
- 3) Nunca coloque a mão numa balança analítica (o fluxo de ar e a temperatura da mão, diferente da temperatura do interior da balança interferem na precisão da medida): usar sempre pinças para introduzir a amostra nessas balanças.
- 4) A amostra deve ser sempre colocada sobre um vidro de relógio, um béquer, papel manteiga ou em um pesa-filtro.
- 5) Não pegar o suporte da amostra com as mãos, principalmente quando pesagens comparativas são realizadas (impressões digitais ou impureza pesam...).
- 6) Nunca fazer transferências de substâncias dentro de uma balança analítica ou com o suporte da amostra sobre o prato da balança: alguma coisa pode cair fora do suporte sujando ou danificando o equipamento.
- 7) Não colocar na balança nenhuma substância que não esteja à temperatura ambiente.
- 8) Conservar a balança sempre limpa, retirando qualquer respingo, partículas ou poeira de seus pratos com a escova que se encontra na balança ou do lado dela.
- 9) Líquidos e sólidos, em pó ou granulados, devem ser mantidos em algum recipiente seco, previamente pesado e à temperatura ambiente.
- 10) Se, durante a pesagem, o material for passível de interagir com a atmosfera (evaporação, oxidação, absorção de umidade), o frasco deve ser fechado.
- 11) Toda transferência de amostra deve ser feita somente quando os pratos estiverem travados.

- 12) Usar pinças e espátulas, nunca usar os dedos para manusear objetos e substâncias que estão sendo pesadas;
- 13) Ao terminar seu trabalho, remover todos os pesos e objetos da balança, verificar a sua limpeza, mantendo-a coberta ou fechada. Zerar a balança, se for o caso. Desligar as balanças elétricas.

1.4 Bico de Bunsen

Grande parte dos aquecimentos realizados em laboratórios são feitos por meio de queimadores de gases combustíveis, sendo mais comumente usado o bico de Bunsen. O gás combustível queimado no bico de Bunsen geralmente é o gás de rua ou o G.L.P. (gás liquefeito de petróleo) e o comburente é o ar atmosférico.



Existem bicos de Bunsen com ou sem regulagem de gás, mas todos possuem basicamente três partes:

a) Cilindro metálico: tubo de metal, rosqueado no centro da base, por onde passa o gás combustível que é queimado no topo. Possui alguns orifícios na parte inferior por onde entra o ar (comburente).

b) Anel de regulagem (de ar): o anel é uma pinça metálica que envolve a parte inferior do cilindro. Possui orifícios (janelas) correspondentes aos do cilindro, de modo que, girando o anel, pode-se abrir ou fechar as janelas, controlando assim a entrada de ar.

c) Base metálica: possui uma entrada lateral de gás e um pequeno orifício no centro, por onde sai o gás que será queimado no topo do cilindro.

Como se vê na Figura ao lado, com o regulador de ar primário parcialmente fechado, distinguimos três regiões na chama:

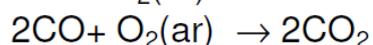
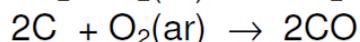
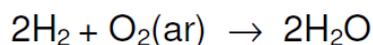
a) Zona externa: Violeta pálida, quase invisível, onde os gases fracamente expostos ao ar sofrem combustão completa, resultando em CO_2 e H_2O . Esta zona é chamada de zona oxidante (Temperaturas de 1560-1540°C).

b) Zona intermediária: Luminosa, caracterizada por combustão incompleta, por deficiência do suprimento de O_2 . O carbono forma CO , o qual se decompõe pelo calor, resultando em diminutas partículas de C (carbono) que, incandescentes, dão luminosidade à chama. Esta zona é chamada de zona redutora (Temperaturas abaixo de 1540°C).

c) Zona interna: Limitada por uma “casca” azulada contendo os gases que ainda não sofreram combustão – mistura carburante (Temperaturas em torno de 300°C).

Abrindo-se o registro de ar, dá-se entrada de suficiente quantidade de O_2 (do ar), dando-se na região intermediária combustão mais acentuada dos gases, formando, além do CO , uma maior quantidade de CO_2 e H_2O , tornando assim a chama quase invisível.

As reações químicas básicas da combustão são:



O bico de Bunsen é usado para a quase totalidade de aquecimentos efetuados em laboratório, desde os de misturas ou soluções de alguns graus acima da temperatura ambiente, até calcinações, feitas em cadinhos, que exigem temperaturas de cerca de 600°C. Procedimentos mais avançados de

laboratório podem requerer mantas com aquecimento elétrico, chapas elétricas, banhos aquecidos eletricamente, maçaricos oxiacetilênicos, fornos elétricos e outros.

Para acender o bico do gás, proceda da seguinte maneira:

- Feche completamente a entrada de ar no bico;
- Abra lentamente a válvula do gás e aproxime a chama de um fósforo lateralmente, obtendo uma chama grande e luminosa, de cor amarela.
- Abra vagarosamente a entrada de ar de modo que a chama fique completamente azul;
- Caso a chama se apague ou haja combustão no interior do tubo, feche a entrada do gás e reinicie as operações anteriores. O gás combustível é geralmente o gás de rua ou o GLP. O comburente, via de regra, é o ar atmosférico.

Os tubos de ensaio com líquidos podem ser aquecidos diretamente na chama do bico de Bunsen. A chama deve ser média e o tubo deve estar seco por fora, para evitar que se quebre ao ser aquecido. O tubo deve ficar virado para a parede ou numa direção em que não se encontre ninguém, pois é comum, aos operadores sem prática, deixar que repentinamente o líquido quente salte fora do tubo, o que pode ocasionar queimaduras.



O tubo é seguro próximo de sua boca, pela pinça de madeira e agita-se brandamente, para evitar superaquecimento do líquido. Assim, tubos de ensaio, ao serem aquecidos, devem ser ligeiramente inclinados e seguros através de uma pinça, conforme mostrado na figura, aquecendo-o na superfície do líquido (e não no fundo) e agitando-o, vez por outra, fora da chama. Mantenha a boca do tubo em direção oposta do seu rosto e certifique-se de que nenhum colega será atingido caso seja expelido algum líquido.

Para se aquecer béqueres, erlenmeyeres, balões etc., não se deve usar diretamente o bico de Bunsen; estes aquecimentos são feitos utilizando-se um tripé com uma placa de vidro, cuja função é deixar passar o calor uniformemente.

2. Pré-exercícios de laboratório (PEL)

- Por qual motivo existem dois tipos de pipetas? Como elas se diferenciam?
- Para preparar uma solução estoque a partir de um padrão, é mais aconselhável usar uma pipeta volumétrica ou graduada?
- Para preparar uma solução que posteriormente terá sua concentração determinada por titulação, qual pipeta é a mais adequada?
- O que pesa mais: 1 kg de chumbo ou 1 kg de algodão? E se colocarmos estas amostras dentro de um balde com água, elas ocuparão o mesmo volume? Por quê?

Faça, em seu caderno, um fluxograma com todo o procedimento experimental que será realizado no laboratório. Elabore também um fluxograma dos dados que serão coletados, deixando prontas em seu caderno de laboratório as tabelas que serão usadas.

As respostas das questões e os fluxogramas deverão ser apresentados no dia do experimento. Além disso, prepare-se para ser arguido sobre o experimento no dia da aula.

3. Objetivos

Possibilitar que os alunos conheçam técnicas básicas de laboratório como o manuseio de balança, balões volumétricos e pipetas, além de introduzir os fundamentos sobre propagação de erros e escolha de materiais no laboratório químico.

4. Parte experimental

4.1 Materiais e reagentes

Cloreto de sódio (NaCl)	Balanças Analítica e semi-analítica
Espátula	Vidro de relógio
Tubos de ensaio	Pinça de madeira
Béqueres de 25, 50mL e 250mL	Provetas de 25 e 50 mL
Erlenmeyer de 125 mL	Pipetas volumétricas de 1, 5, 10 e 20 mL
Pipeta graduada de 5 mL	Bureta de 25 mL
Termômetro	Balão volumétrico de 100 mL
Bico de Bunsen	Tripé
Placa de vidro	

4.2 Procedimentos

4.2.1 Uso de balanças

Efetue as operações de pesagem descritas a seguir:

a) Pesagem de um composto sólido.

- a1. Pese, numa balança analítica, 1 béquer de 50 mL. Anote o resultado com todas as casas decimais significativas. Repita esse procedimento 5 vezes com o mesmo béquer. Calcule a média e o desvio.
- a2. Anote o resultado (tara do béquer).
- a3. Pese cerca de 2,0 g de NaCl usando um vidro de relógio (balança semi-analítica). Transfira esse NaCl para o béquer 'tarado'.
- a4. Pese o béquer contendo o NaCl. Anote o resultado com todas as casas decimais significativas. Repita esse procedimento 5 vezes com a mesma amostra de NaCl. Calcule a média e o desvio.

4.2.2 Medidas de volume

a) Comparação entre pipeta volumétrica e béquer

Pipete 10 mL de água com uma pipeta volumétrica e transfira para um béquer (efetue a leitura do volume nesse recipiente). Repita o procedimento mais duas vezes e anote os volumes medidos na tabela dada a seguir. Faça a média dos valores obtidos e calcule o Desvio Padrão (σ).

Vidraria	1ª Leitura (mL)	2ª Leitura (mL)	3ª Leitura (mL)	(Valor médio $\pm \sigma$) mL
Béquer				

Determinação do erro de cada aparelho: Observe o erro de cada vidraria e coloque-as em ordem crescente de precisão, após completar os seguintes dados:

Pipeta Volumétrica (\pm) mL e Béquer (\pm) mL

b) Comparação entre pipeta volumétrica e proveta

Pipete 10 mL de água com uma pipeta volumétrica e transfira para a proveta (efetue a leitura do volume nesse recipiente). Repita o procedimento mais duas vezes e anote os volumes medidos na tabela dada a seguir. Faça a média dos valores obtidos e calcule o Desvio Padrão (σ).

Vidraria	1ª Leitura (mL)	2ª Leitura (mL)	3ª Leitura (mL)	(Valor médio $\pm \sigma$) mL
Proveta				

Determinação do erro de cada aparelho: Observe o erro de cada vidraria e coloque-as em ordem crescente de precisão, após completar os seguintes dados:

Pipeta Volumétrica (\pm) mL e Proveta (\pm) mL

c) Comparação entre bureta e proveta

Encha uma bureta com 25 mL de água, acerte o menisco e transfira o volume para uma proveta de 50mL. Repita o procedimento mais duas vezes e anote os volumes medidos na proveta, na tabela dada a seguir. Faça a média dos valores obtidos e calcule o Desvio Padrão.

Vidraria	1ª Leitura (mL)	2ª Leitura (mL)	3ª Leitura (mL)	(Valor médio $\pm \sigma$) mL
Proveta				

Determinação do erro de cada vidraria: Observe o erro de cada vidraria e coloque os 2 aparelhos em ordem crescente de precisão, após completar os seguintes dados:

Pipeta Volumétrica (\pm) mL e Proveta (\pm) mL

d) Comparação entre pipeta graduada e volumétrica

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

e) Técnica de pipetagem

Pipete, com pipeta graduada, e transfira para os tubos de ensaio, os seguintes volumes:

Tubo de ensaio	1	2	3	4	5
Volume de água (mL)	1,0	5,0	2,7	3,8	4,5

Pipete, com pipeta volumétrica, e transfira para um béquer, os seguintes volumes:

Béquer	1	2	3	4
Volume de água (mL)	1,0	5,0	10	20

4.2.3 Manuseio de um bico de Bunsen**a) Luminosidade e regiões da chama**

1. Note o que acontece com a chama do bico de Bunsen quando cada uma das partes ajustáveis do bico é movimentada, particularmente quando a válvula de ar é aberta e fechada; qual ajuste das partes reguláveis do bico produz uma chama não luminosa e qual produz chama luminosa?

2. Ajuste o bico e a velocidade de fluxo de gás de forma que a chama seja não luminosa. Note que ela forma um cone bem definido e faça um esquema da chama indicando as 3 regiões bem definidas.

b) Aquecimento de líquidos em tubo de ensaio

Coloque cerca de 4ml de água em um tubo de ensaio.

Com a pinça de madeira, segure o tubo, próximo à boca do mesmo.

Aqueça a água, na chama média do bico de bunsen (torneira de gás aberta pela metade e janelas abertas pela metade), com o tubo voltado para a parede, com inclinação de cerca de 45° e com pequena agitação, até a ebulição da água.

Retire o tubo do fogo e deixe-o esfriar na estante para tubos de ensaio.

c) Aquecimento de líquidos em béquer

- Coloque cerca de 100 mL de água em um béquer de 250mL.
- Acrescente à água, algumas pérolas de ebulição (ou cacos de porcelana).
- Coloque o béquer sobre a placa de vidro, suportada pelo tripé de ferro.
- Aqueça o béquer com a chama forte do bico de Bunsen (janelas abertas e torneira de gás totalmente aberta).
- Observe a ebulição da água e anote sua temperatura de ebulição. T = -----°C.
- Apague o bico de Bunsen e deixe o béquer esfriando no mesmo local.

5. Referências Bibliográficas

GIESBRECHT, E. Et al. **Experiências em Química: Técnicas e Conceitos Básicos**. São Paulo: Editora Moderna, 1979.

SILVA, R. R.; BOCCHI, N.; ROCHA FILHO, R. C. **Introdução à Química experimental**. São Paulo: McGraw-Hill, 1990.

CONSTANTINO, M. G.; SILVA, G. V. J.; DONATE, P. M. **Fundamentos de Química Experimental**. São Paulo: EDUSP, 2004.

Experimento 3 – Densidade

1. Introdução

As substâncias químicas possuem propriedades cuja determinação minuciosa pode levar à sua identificação, entre outras informações. Na análise de uma amostra de uma substância desconhecida, a comparação das informações obtidas com os dados da literatura pode conduzir à sua identificação.

As propriedades da maioria das substâncias são encontradas em Handbooks e em páginas da Internet como no Livro de Química do National Institute of Standards and Technology (NIST) na Web (<http://webbook.nist.gov/chemistry/index.html.pt>). Quando um novo composto é isolado ou sintetizado, suas propriedades, quase sempre, acompanham o registro na literatura.

Os Handbooks são compilações que congregam uma infinidade de informações. Por exemplo o CRC Handbook of Chemistry and Physics reúne dados sobre várias áreas da ciência tais como: Matemática, Física, Química e Astronomia, dentre outras. Ele é dividido por seções, sendo que no início de cada seção há explicações de como se utilizar o seu conteúdo.

CRC Handbook
OF
Chemistry and Physics

A Ready Reference Book of Chemical and Physical Data

Section 1: Basic Constants, Units, and Conversion Factors

Fundamental Physical Constants
Standard Atomic Weights (2001)
Atomic Masses and Abundances
Electron Configuration of Neutral Atoms in the Ground State
International Temperature Scale of 1990 (ITS-90)
Conversion of Temperatures from the 1948 and 1968 Scales to ITS-90
International System of Units (SI)
Units for Magnetic Properties
Conversion Factors
Conversion of Temperatures
Conversion Factors for Energy Units
Conversion Factors for Pressure Units
Conversion Factors for Thermal Conductivity Units
Conversion Factors for Electrical Resistivity Units
Conversion Factors for Chemical Kinetics
Conversion Factors for Ionizing Radiation
Values of the Gas Constant in Different Unit Systems
Periodic Table of the Elements

Section 2: Symbols, Terminology, and Nomenclature

Symbols and Terminology for Physical and Chemical Quantities
Nomenclature of Chemical Compounds
Nomenclature for Inorganic Ions and Ligands
Organic Substituent Groups and Ring Systems
Scientific Abbreviations and Symbols
Greek, Russian, and Hebrew Alphabets
Definitions of Scientific Terms
Thermodynamic Functions and Relations

Section 3: Physical Constants of Organic Compounds
Physical Constants of Organic Compounds
Diamagnetic Susceptibility of Selected Organic Compounds

No.	Name	Synonym	Mol. Form.	CAS RN	Mol. Wt.	Physical Form	mp/°C	bp/°C	den/g cm ⁻³	n _D	Solubility
1	Abate	Temeproz	C ₁₁ H ₁₂ N ₂ F ₃ S	3383-96-3	496.490	so	30		1.32		
2	Abietic acid		C ₁₉ H ₃₀ O ₂	514-70-3	302.451	sol p (sl-w)	173.5	250 ^a			vs acet. bz. eth. EtOH
3	Abietic acid		C ₁₉ H ₃₀ O ₂	21293-29-9	304.318	cryst (ch-pact)	160	sub 120			vs acet. eth. chl
4	Acaceln	5,7-Dihydroxy-2-(4-methoxyphenyl)-4H-1-benzopyran-4-one	C ₁₇ H ₁₄ O ₄	480.44.4	294.293	ye nd (25% sl)	263				vs EtOH
5	Acabulo (a)		C ₁₇ H ₁₆ N ₂ O ₂	37517-30-4	336.426	cryst	121				
6	Acetapone		C ₁₁ H ₁₄ N ₂ O ₂ S	77-46-3	332.374	po ye nd (eth) (l (sl al))	200				sl H ₂ O
7	Acenaphthene	1,2-Dihydroacenaphthylene	C ₁₂ H ₁₀	85-32-0	154.207		95.4	210	1.202 ^a	1.6048 ^a	H ₂ O; sl EtOH, chl; vs bz; s HOAc
8	Acenaphthylene	Acenaphthylene	C ₁₂ H ₈	208-35-9	152.102		97.8	280	0.8087 ^a		H ₂ O; vs EtOH, eth. bz; sl chl
9	1,2-Acenaphthylene-dione		C ₁₂ H ₆ O ₂	82-86-0	182.175	ye nd (HOAc)	261			1.4803 ^a	H ₂ O; sl EtOH, bz; HOAc; s lig
10	Acenacoumarol	Nicotinamide	C ₁₀ H ₁₀ N ₂ O	152-72-7	353.325	cryst (acet sol)	158				H ₂ O
11	Acephate	Phosphoramidic acid, acetyl-, O,S-dimethyl ester	C ₇ H ₁₂ N ₂ O ₅ P ₂ S	30680-10-1	185.135		88			1.35 ^a	
12	Acetprazine		C ₁₇ H ₁₈ N ₂ O ₂	61-00-7	326.455	cryst oil		230 ^a			
13	Acetulfame		C ₁₂ H ₁₄ N ₂ O ₂ S	33666-90-6	165.153	nd (bz)	129.2				s bz, chl
14	Acetolactide	Ethanol	C ₄ H ₆ O ₂	75-07-0	44.052	vol liq or gas	-125.37	20.1	0.7934 ^a	1.3316 ^a	misc H ₂ O, EtOH, eth. bz; sl chl
15	Acetolactide p-benylhydrazine		C ₁₂ H ₁₄ N ₂	105-07-4	194.178		80.5			1.50 ^a , 1.35 ^a	vs EtOH
16	Acetolactone	Acetaldehyde oxime	C ₄ H ₆ N ₂ O	107-23-9	59.097	nd	45	115	0.8656 ^a	1.4264 ^a	s H ₂ O, chl; misc EtOH, eth
17	Acetamide	Ethanamide	C ₂ H ₅ NO	60-35-5	59.097	tryp mol (sl-eth)	80.16	222.0	0.9896 ^a	1.4278	vs H ₂ O, EtOH
18	Acetaminide	N-Phenylacetamide	C ₉ H ₉ NO	103-84-4	135.153		114.3	304	1.2193 ^a		sl H ₂ O; vs EtOH, acet; s eth, s bz, sol
19	Acetazolamide	N-[5-(Amino-1,3,4-thiazol-2-yl)acetamide]	C ₇ H ₁₀ N ₄ O ₂ S	50-66-5	222.246		260.5				sl H ₂ O
20	Acetfion		C ₁₁ H ₁₂ O ₂ PS ₂	916-54-0	272.322	liq		137 ^a	1.18 ^a		
21	Acetic acid	Ethanoic acid	C ₂ H ₄ O ₂	64-19-7	60.052		16.64	117.6	1.0493 ^a	1.3720 ^a	misc H ₂ O, EtOH, eth. acet; bz; s chl, O ₂
22	Acetic acid, 2-phenylhydrazide		C ₁₂ H ₁₂ N ₂ O	114-89-0	190.177	had pr (WH)	133.0				vs H ₂ O, EtOH; sl eth, chl, bz; s bz
23	Acetic anhydride		C ₄ H ₆ O ₃	106-24-7	102.090	liq	-74.1	139.5	1.082 ^a	1.3907 ^a	vs H ₂ O; s EtOH, bz; misc eth; sl ete
24	Acetocatalinide		C ₁₁ H ₁₄ N ₂ O	102-01-2	177.200	pr or nd (bz or liq)	86				sl H ₂ O; s EtOH, eth, bz, chl, acid, liq
25	Acetoacetic acid		C ₄ H ₆ O ₃	541-50-4	102.090	cryst (wh)	36.5	dec 100			vs H ₂ O, eth, EtOH
26	2-Acetoacetoethyl malacrylate	2-(Malacryloyloxyethyl) acetoacrylate	C ₁₄ H ₁₈ O ₄	27282-97-3	274.275	liq		100 ^a	1.122		1.4860 ^a
27	Acetobenzil		C ₁₄ H ₁₂ O ₂	34256-82-1	260.758	ye liq		134 ^a			1.5272 ^a

PHYSICAL CONSTANTS OF ORGANIC COMPOUNDS (G

Como todos os dados são colocados na forma de tabelas e as informações são muitas, houve a necessidade de se criar códigos e símbolos para compactar um máximo de informações num espaço mínimo. Dessa forma, todas as tabelas são precedidas de textos explicativos e de tabelas dos símbolos e das abreviações organizadas em ordem alfabética. A procura de informações no *Handbook* também pode ser realizada usando o índice que se encontra no final do livro que remete às seções e páginas.

A densidade

Materiais homogêneos em geral, nas quantidades que habitualmente manipulamos, apresentam uma razão constante entre sua massa e seu volume; a essa razão, que pode ser definida como “massa por unidade de volume”, chamamos de *densidade absoluta* ou de *massa específica* do material. Representamos a densidade por ρ :

$$\rho = m/V \text{ ou } m = \rho \cdot V$$

Evidentemente, dá no mesmo dizer que a massa de um material homogêneo é proporcional a seu volume, sendo a constante de proporcionalidade chamada de *densidade absoluta*.

A massa e o volume dependem da quantidade da substância, porém a densidade é constante em uma temperatura e uma pressão definidas. As propriedades que não dependem da extensão dos sistemas são chamadas **propriedades intensivas** e são sempre expressas pela razão de propriedades que dependem da extensão dos sistemas como é aqui o caso da massa e do volume. As densidades de uma gota de água, da água num balde ou numa piscina olímpica são exatamente as mesmas, isto é 996,512 g/L a 27°C sob pressão de uma atmosfera. Alguns exemplos de propriedades intensivas são: massa por mol, km/hora, preço por quilo.

São usadas muitas unidades diferentes para a densidade, mas a mais comum é g/mL (o mesmo que g/cm³). Por exemplo, a massa de 1,00 L de água é 1,00 × 10³ g; sua densidade então é

1,00 kg/L = 1,00 g/mL. Outras unidades de densidade são: kg/L, kg/m³, etc. A temperatura, a pressão e a composição devem ser mencionadas uma vez que a densidade varia com a temperatura, com a pressão e com a composição.

Densidade relativa de um material é a relação entre sua massa específica e a massa específica de outro material tomada como padrão para comparação (a água é a substância mais usada para essa finalidade; como sua densidade é 1,00 g/mL, a *densidade relativa* de um material em relação à água é numericamente igual à sua densidade absoluta, pelo menos com os 3-4 algarismos significativos que normalmente utilizamos).

A determinação da densidade de *líquidos* é muito simples, pois podemos medir com relativa facilidade tanto a sua massa como seu volume. Já não se pode dizer o mesmo de sólidos e gases, pois precisamos usar técnicas mais elaboradas para medir o volume de sólidos ou para medir a massa dos gases. Em geral, para sólidos ou gases, é mais simples medir a densidade relativa. Como exercício, você pode imaginar métodos para medir volumes de sólidos, massas de gases, e densidades relativas.

Além da facilidade mencionada, a densidade de líquidos pode ser medida ainda mais facilmente com a utilização de *densímetros*, que são aparelhos de vidro que flutuam nos líquidos e propiciam uma leitura direta da sua densidade em uma escala. Não usaremos densímetros neste experimento, porque nossa finalidade é aprender a fazer as medidas mais fundamentais.

O que estivemos dizendo até aqui sobre densidade presume que a *temperatura* seja definida e constante. Sabemos que, ao variar a temperatura, o *volume* dos corpos varia também, mas sua *massa* permanece constante, o que resulta obrigatoriamente em variação de densidade. Por isso, quando se medem ou se fornecem valores de densidade, deve-se informar a que *temperatura* os valores foram determinados. A tabela 3.1 a seguir mostra a densidade da água a várias temperaturas (o valor máximo é de 0,999 973 g/cm³, a 3,98 °C), o que lhe dará uma idéia de *quanto* é essa variação; isso o ajudará a decidir a relevância de considerar a temperatura nos casos específicos que tiver que resolver.

Tabela 3.1 – Densidade da água a várias temperaturas.

t (°C)	ρ (g/cm ³)	t (°C)	ρ (g/cm ³)
0	0,999 84	24	0,997 30
2	0,999 94	26	0,996 78
4	0,999 97	28	0,996 23
6	0,999 94	30	0,995 65
8	0,999 85	32	0,995 03
10	0,999 70	34	0,994 37
12	0,999 50	36	0,993 69
14	0,999 24	38	0,992 97
16	0,998 94	40	0,992 22
18	0,998 60	42	0,991 44
20	0,998 20	44	0,990 63
22	0,997 77	46	0,989 79

2. Pré-Exercícios de laboratório (PEL)

- Explique porque, em dias muito frios, é possível encontrar uma camada de gelo na superfície dos lagos.
- Procure as densidades do alumínio e do cobre na literatura especializada, compare-as e tente explicar a que se deve a diferença de densidade entre estes dois metais.

c) Com qual finalidade um *Handbook* pode ser usado em disciplinas experimentais de Química?

Antes de iniciar o seu experimento, prepare, em seu caderno, um fluxograma com todos os procedimentos experimentais que serão realizados com o objetivo de racionalizar as atividades identificando a sequência lógica dos trabalhos. Elabore também um fluxograma da interconexão dos dados que serão coletados. Deixe espaço em seu caderno para as tabelas onde anotar os resultados das medidas. As respostas às questões e os fluxogramas deverão ser apresentados no dia do experimento.

3. Objetivos do experimento

Determinar a densidade de sólidos e líquidos.

4. Parte Experimental

4.1 Materiais e reagentes

Balança analítica	1 proveta de 20 mL
Balança semi-analítica	1 pipeta volumétrica de 20mL
1 béquer de 250 mL	1 pisseta
1 béquer de 50 mL	1 picnômetro
1 termômetro	Cloreto de sódio
1 vidro de relógio	Álcool comercial
2 erlenmeyers de 125 mL	Leite
Amostras sólidas	Balões volumétricos de 25 mL, 50 mL e 100 mL

4.2 Procedimentos

4.2.1 Determinação da densidade de um sólido utilizando uma proveta

Cada grupo vai receber uma amostra sólida que deverá ser pesada conforme os procedimentos do item **a1**. Anote sua massa e desvio.

Com o auxílio de uma pisseta, coloque 10 ml de água deionizada na proveta de 20mL. Ajuste o menisco e anote o volume.

Pese a amostra segundo **a1**.

Transfira a amostra para a proveta, inclindo-a em aproximadamente 30° para evitar respingos. Se houver bolhas nas paredes da proveta ou na superfície da amostra, bata levemente na base da proveta para desprender essas bolhas. Anote o novo volume.

Determine o volume da amostra que é a diferença entre o volume final e o volume inicial.

Com os resultados obtidos acima, calcule a densidade da amostra. Compare a densidade calculada com os valores da literatura, sabendo qual é a natureza da amostra.

Repita a operação para as demais amostras, anotando os valores encontrados para cada uma delas na tabela em seu caderno (você pode usar como modelo a tabela a seguir).

Amostra	Massa/g	Volume inicial/mL	Volume final/mL	Volume amostra/mL	Densidade/ g.mL ⁻¹

4.2.2 Determinação da densidade de um líquido utilizando balão volumétrico

Tomar um balão volumétrico de 25 mL, cuidadosamente limpo e seco.

Pesá-lo. Retirá-lo da balança, encher (com o líquido cuja densidade se quer determinar) até próximo da marca e, com o auxílio de uma pipeta de Pasteur, completar o volume até a marca. Cuidado para não ultrapassar a marca e também para não deixar ficarem gotículas no gargalo do frasco. Pesá-lo novamente (com o líquido).

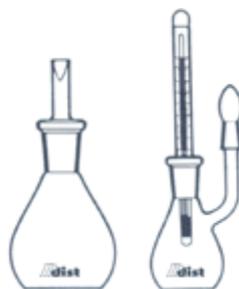
Determinar a massa do líquido.

Medir a temperatura do líquido com um termômetro. Comparar com a leitura da temperatura ambiente (neste momento) no termômetro em que você está fazendo as leituras a cada 15 minutos.

Repetir o procedimento acima para cada balão volumétrico (de diferentes volumes) que esteja à sua disposição.

4.2.3 Determinação da densidade de um líquido utilizando picnômetro

O picnômetro é um "Frasco aferido destinado à medição de massa específica de sólidos ou líquidos" (dicionário Aurélio):



Fonte: <http://www.dist.com.br/show_produtos.php?code=264&cat_num=51>

4.2.3.1 Calibração do picnômetro

O picnômetro deve ser previamente calibrado, conforme as instruções a seguir:

- 1) Em um béquer de 250 mL limpo, coloque aproximadamente 150 mL de água desionizada. Aguarde algum tempo até atingir o equilíbrio térmico à temperatura ambiente e, com o auxílio de um termômetro, meça a temperatura da água.
 - 2) Pese cuidadosamente o picnômetro (vazio e seco) **com a sua tampa**. Anote sua massa. Lembre-se de utilizar uma folha de papel ou uma pinça para manusear o picnômetro.
 - 3) Encha o picnômetro com parte da água desionizada do béquer. Tampe-o de maneira que o excesso de água escorra pelo capilar. Verifique se bolhas de ar não ficaram aprisionadas no seu interior. Se isso ocorreu, remova-as e encha o picnômetro novamente. Coloque o picnômetro dentro do béquer contendo o restante da água destilada, evitando que o nível de água do béquer atinja a sua tampa. Aguarde algum tempo até atingir o equilíbrio térmico com o ambiente e meça e anote a temperatura da água.
 - 4) Use uma folha de papel para segurar o picnômetro e, com um papel poroso, enxugue cuidadosamente o líquido da parte externa do picnômetro. Pese o picnômetro contendo a água. Anote a massa.
 - 5) Repita as operações 1 até 4 duas vezes retirando o picnômetro da balança a cada pesagem.
- Atenção! Procure realizar estas operações da forma mais delicada e rápida possível, para não sujar ou engordurar as paredes externas do picnômetro e para evitar que o líquido mude de temperatura ou evapore.

A diferença entre a massa do picnômetro cheio e a massa do picnômetro vazio é a massa da água. Utilize os dados obtidos e a tabela 3.1 para determinar o volume do picnômetro. Interpole para frações de grau Celsius, se necessário.

4.2.3.2 Determinação da densidade do álcool comercial

- 1) Lave três vezes o picnômetro com um pequeno volume do líquido cuja densidade será determinada (álcool comercial) para remover os resíduos de água do seu interior. Descarte estas alíquotas num local apropriado.
- 2) Adicione o álcool (sugestão: ao encher o frasco com álcool, tome cuidado para não ocorrer a formação de bolhas, pois isto acarretaria erros nos resultados) e coloque a tampa de maneira que o excesso de líquido escorra pelo capilar. Com um papel poroso, enxugue o líquido presente na parte externa do picnômetro.
- 3) Pese o picnômetro (contendo o líquido) e anote sua massa. Repita a pesagem mais duas vezes, retirando o picnômetro da balança a cada pesagem. Utilize um pedaço de papel para manusear o picnômetro. Meça a temperatura do líquido.
- 4) Anote os dados, utilizando o modelo de tabela a seguir. A massa do álcool é a diferença entre as massas do picnômetro cheio e vazio. A densidade do álcool é a razão da massa do álcool dividida pelo volume do picnômetro previamente determinado.

	Medida 1	Medida 2	Medida 3
Massa do picnômetro vazio			
Massa do picnômetro + álcool			
Massa do álcool			
Volume de álcool			
Densidade do álcool			
	Densidade média = +/- g/mL		

Observação: Segure sempre o picnômetro com uma folha de papel!

4.2.3.3 Determinação da densidade do leite

Segure sempre o picnômetro com uma folha de papel!

- 1) Lave três vezes o picnômetro com um pequeno volume do líquido cuja densidade será determinada (álcool comercial) para remover os resíduos de leite do seu interior. Descarte estas alíquotas num local apropriado.
- 2) Adicione o leite (sugestão: ao encher o frasco com leite, tome cuidado para não ocorrer a formação de bolhas, pois isto acarretaria erros nos resultados) e coloque a tampa de maneira que o excesso de líquido escorra pelo capilar. Com um papel poroso, enxugue o líquido presente na parte externa do picnômetro.
- 3) Pese o picnômetro (contendo o líquido) e anote sua massa. Repita a pesagem mais duas vezes, retirando o picnômetro da balança a cada pesagem. Utilize um pedaço de papel para manusear o picnômetro. Meça a temperatura do líquido.

4) Anote os dados, utilizando o modelo de tabela a seguir. A massa do leite é a diferença entre as massas do picnômetro cheio e vazio. A densidade do leite é a razão da massa do leite dividida pelo volume do picnômetro previamente determinada.

	Medida 1	Medida 2	Medida 3
Massa do picnômetro vazio			
Massa do picnômetro + leite			
Massa do leite			
Volume de leite			
Densidade do leite			
	Densidade média = +/- g/mL		

5. Sugestões para elaboração do relatório

- Discuta as possíveis fontes de erro neste experimento e dê uma interpretação para os desvios calculados. Não se esqueça: toda medição envolve uma larga série de erros experimentais, sistemáticos e não- sistemáticos.
- Compare as densidades obtidas com os valores encontrados no *Handbook* na literatura especializada e avalie a qualidade do seu trabalho, a pureza das substâncias, as condições ambientes (NaCl é higroscópico, por exemplo), a qualidade dos equipamentos. Sugira outras fontes de erros.
- Descreva outros métodos que poderiam ser utilizados para se determinar a densidade de sólidos e de líquidos.
- Como você poderia determinar a densidade de uma rolha de cortiça?
- Compare e discuta os dados da tabela 1 com os dados do *CRC Handbook of Chemistry and Physics*.

6. Referências bibliográficas

BACCAN, N.; ANDRADE, J.C.; GODINHO, O.E.S.; BARONE, J.S. *Química Analítica Quantitativa Elementar*. 3ª ed. São Paulo: Editora Edgard Blücher, 2007. p.292.

Experimento 4 – Cromatografia

1. Introdução

1.1 Cromatografia

A cromatografia, em todas as suas formas e variações, constitui hoje um dos mais importantes métodos de separação de misturas, se não o mais importante. Este método faz uso das diferenças no *grau de adsorção* e das diferenças de *solubilidade* das várias substâncias.

Na técnica cromatográfica a mistura é depositada sobre alguma fase *estacionária*, que pode ser uma tira de papel de filtro, uma camada delgada de sílica gel sobre uma placa de vidro, algum outro adsorvente finamente dividido *empacotado* em um tubo de vidro, etc. Os componentes de uma mistura são adsorvidos na superfície da fase estacionária em graus variados dependendo da natureza do componente, da natureza do adsorvente e da temperatura. Um solvente é então passado através da fase estacionária, movimentando-se por gravidade, por efeito capilar ou por pressão aplicada. Quando o solvente passa sobre a amostra depositada, os vários componentes tendem, em graus variados, a serem dissolvidos e arrastados juntamente com o solvente. A velocidade com a qual um componente irá mover-se depende de sua tendência relativa de ser dissolvido no solvente e de ser adsorvido na fase estacionária. O efeito resultante é que quando o solvente passa lentamente através da fase estacionária, os componentes da mistura movem-se como zonas a velocidades diferentes uns dos outros, ocorrendo assim a separação. Com a escolha apropriada do solvente e do adsorvente, é possível separar os componentes de muitas misturas complexas por esta técnica.

O nome dado a um tipo particular de cromatografia depende da maneira como o experimento é conduzido. Assim nós temos os tipos de cromatografia: em coluna, em camada delgada, em papel e em fase gasosa. Neste experimento veremos a técnica de cromatografia em coluna, camada delgada e papel para separar diferentes tipos de misturas.

Na cromatografia em coluna, o solvente (fase móvel) flui por ação de seu próprio peso, descendo através de um sólido adsorvente (fase estacionária), um pó finamente dividido que é *empacotado* na coluna. Na cromatografia em camada delgada e em papel, o solvente sobe através do adsorvente por ação capilar.

Na cromatografia em camada delgada e na cromatografia em papel, quando o solvente percorreu uma distância L cm, o soluto, agora espalhado como uma banda ou zona difusa, percorreu uma distância menor, que chamaremos D cm. D/L é, para uma dada substância sob condições específicas, uma constante, independente da quantidade relativa da substância ou de outras substâncias presentes. D/L é chamado valor de R_f para aquela substância sob aquelas condições experimentais:

$$R_f = \frac{D}{L} = \frac{\text{distância percorrida pelo soluto}}{\text{distância percorrida pelo solvente}}$$

O valor de R_f pode ser usado na identificação dos componentes de uma mistura em condições determinadas.

1.2 Polaridade

Já vimos acima que as substâncias movem-se a velocidades diferentes, na cromatografia, como consequência da combinação de dois fatores: o grau de adsorção na superfície do adsorvente e o grau de solubilidade no solvente. Quanto mais fortemente adsorvida for uma substância, mais lentamente ela se moverá; e quanto mais solúvel for uma substância, mais rapidamente ela se moverá.

Pode-se conseguir uma visualização mais clara do fenômeno encarando-o como uma disputa, entre a fase estacionária e a fase móvel, pela posse da substância; quanto mais a fase estacionária vencer a disputa, mais retida ficará a substância (movendo-se assim com menor velocidade). Obviamente, quanto mais a fase móvel vencer a disputa, mais rapidamente se moverá a substância.

Há muitos fatores governando o grau de adsorção e a solubilidade, mas o mais importante é a *polaridade*. Para compreender como usar o conceito de polaridade aqui, é muito importante lembrar que as fases estacionárias, em geral, têm forte afinidade por substâncias polares; substâncias polares são fortemente retidas, enquanto as pouco polares são facilmente carregadas pelo solvente. Por outro lado, na cromatografia usa-se, geralmente, um solvente *que dissolve todos os componentes* da mistura, de forma que não é relevante fazer aqui considerações sobre a influência da polaridade na solubilidade, pois há outros fatores (determinando a solubilidade) que são igualmente (ou até mais) importantes.

Em outras palavras, a polaridade é mais importante para a adsorção do que para a dissolução, resultando que *em geral* as substâncias mais polares movem-se mais lentamente, independentemente da polaridade do solvente (sempre considerando apenas solventes que dissolvem *todas* as substâncias!).

No entanto, se todos os componentes de uma mistura estão se movendo muito pouco, podemos utilizar um *solvente mais polar* para que todas se movam mais rapidamente; se, ao contrário, todas se movem muito rápido, podemos usar um *solvente menos polar* para que todas se movam em velocidade apropriada. Isso mostra que a polaridade do solvente tem a sua importância em cromatografia.

Resumindo: como os solventes geralmente utilizados em cromatografia são capazes de dissolver todas as substâncias presentes, as diferenças de polaridade entre os componentes da mistura têm efeito muito maior no grau de adsorção do que na solubilidade desses componentes. O resultado é que substâncias mais polares são geralmente mais retidas nas cromatografias.

1.3 Considerações sobre as técnicas

Neste experimento as técnicas apropriadas para cada tipo de cromatografia serão explicadas na própria parte experimental. Abordaremos aqui apenas um aspecto que frequentemente confunde o estudante: a cromatografia de materiais não coloridos.

O próprio termo *cromatografia* sugere que este seria um processo a ser utilizado apenas com materiais coloridos. Não é verdade, o termo foi criado porque os primeiros experimentos foram, de fato, feitos com os pigmentos vegetais (clorofila, xantofila, etc.), mas o processo em si não depende de nenhuma cor dos substratos, e funciona igualmente bem com substâncias incolores.

Ocorre que, com substâncias incolores, não podemos *ver* a separação ocorrendo; por esta razão, em experimentos com finalidades didáticas como este, sempre se faz cromatografia com compostos coloridos, para que o estudante possa observar a separação enquanto ela ocorre. Apesar da grande vantagem didática assim conseguida, ocorre também a desvantagem de reforçar na mente do estudante a idéia **errada** de que a cromatografia é apenas para compostos coloridos.

Como proceder quando os compostos não são coloridos? Na cromatografia em papel ou em camada delgada, mesmo não vendo as manchas dos componentes, podemos ver a frente do solvente subindo. Paramos quando o solvente atinge uma altura conveniente, deixamos o solvente do papel ou da placa evaporar, e procedemos então a uma *revelação*, que consiste em tratar a placa ou o papel com alguma substância que reaja com os componentes da mistura formando compostos

coloridos. Podemos assim ver as manchas depois de terminado o processo de separação cromatográfica.

Em seu experimento você vai fazer esse tipo de revelação com a placa do óleo essencial (tratamento com vapor de iodo) e com o papel da cromatografia de sais inorgânicos (tratamento com amônia). Existem muitos outros reagentes que podem ser utilizados para esse propósito, tanto na forma de vapor como usando pulverização (spray) seguida ou não de aquecimento. Com compostos que absorvem luz ultra-violeta podemos usar também sílica gel contendo fluoresceína ou outro material fluorescente; após evaporar o solvente, iluminamos a placa com luz ultra-violeta: a placa aparece uniformemente luminosa, e as manchas dos compostos que absorvem luz ultra-violeta ficam escuras.

Cromatografia em coluna com compostos não coloridos. No caso da cromatografia em coluna a situação é mais complexa. O modo mais prático consiste em coletar o solvente (eluente) que sai da coluna em pequenas frações: usamos uma bateria com algumas dezenas de tubos de ensaio, e começamos a coletar no tubo numerado n° 1; após coletar um volume determinado (por exemplo, 2 mL), passamos a coletar no tubo n° 2, e assim por diante. O conteúdo de cada tubo pode depois ser analisado por cromatografia em camada delgada, revelando com iodo, e assim saberemos qual tubo contém as substâncias correspondendo a cada mancha da placa.

Existe uma relação aproximada entre o valor de R_f^* e o volume de solvente necessário para retirar uma substância da coluna, *se o adsorvente e o solvente forem os mesmos* na placa e na coluna (sílica gel como adsorvente, por exemplo):

$$\frac{\text{volume do solvente}}{\text{volume da coluna}} = \frac{1 - R_f}{R_f}$$

Essa relação pode ajudá-lo, no futuro, a localizar aproximadamente em qual fração pode estar o composto de seu interesse, e pode ser usada também para determinar o volume ideal de cada fração a ser coletada. “Volume da coluna”, na fórmula, é o volume ocupado pela fase estacionária (o adsorvente).

2. Pré-Exercícios de laboratório (PEL)

- Qual a origem e significado da palavra cromatografia?
- Como podemos proceder se quisermos avaliar a pureza de frações obtidas numa cromatografia em coluna?
- Discuta a seguinte afirmação: *Apenas substâncias coloridas podem ser separadas por cromatografia.*
- Discuta qual é o fator mais importante na separação dos componentes de uma mistura.

3. Procedimento experimental

Observações: a cromatografia em coluna e a cromatografia em papel sulfite (tinta de canetas) são muito demoradas, e devem ser iniciadas logo no começo da aula para que terminem a tempo. A cromatografia dos sais inorgânicos é razoavelmente rápida, mas a revelação requer cerca de 1 hora, não podendo também ser deixada muito para o final.

3.1. Cromatografia em coluna

Usaremos esta técnica para separar os componentes de uma mistura de corantes orgânicos: alaranjado de metila e azul de metileno.

* Obtido, naturalmente, em uma cromatografia em camada delgada.

Preparação da coluna: usaremos uma bureta de 25 mL para fazer a coluna cromatográfica. Feche a torneira da bureta e coloque uns 5 mL de etanol em seu interior. Pegue um pequeno chumaço de algodão e molhe-o com etanol, colocando-o no interior da bureta e empurrando com uma vareta de vidro até que ele encoste no ponto onde o tubo se torna mais estreito (perto da torneira). **Não aperte com força** o algodão, apenas encoste-o no estrangulamento; se você apertar demais restringirá o fluxo do solvente e sua cromatografia levará muito mais tempo para terminar. Coloque 10 g de sílica em um erlenmeyer e adicione (aos poucos) etanol suficiente para formar uma **suspensão** fluida. Adicione parte dessa suspensão à coluna, abra a torneira (coloque um recipiente qualquer embaixo!!) e dê pequenas pancadinhas na coluna (use o “martelo” feito com bastão de vidro e rolha de borracha) para facilitar o assentamento da sílica. Vá adicionando mais da suspensão de sílica à coluna, continuando o processo até adicionar tudo. Cuide para que o topo da coluna não seque.

Preparação da solução: Você já encontrará pronta uma solução que foi preparada dissolvendo 23 mg de azul de metileno e 23 mg de alaranjado de metila em 50 mL de álcool etílico. Retire apenas o volume que você necessita (0,5 mL) para colocar em sua coluna para fazer a cromatografia.

Separação dos corantes: Deixe escoar o solvente da coluna até que fique apenas 1 mm acima do nível do sólido; feche a torneira e coloque, com uma pipeta de pasteur, a solução dos corantes na coluna. Abra a torneira deixando escoar o solvente; quando a superfície da solução estiver aproximadamente 1 mm acima do nível do sólido, inicie a adição de 20 mL de álcool etílico com o auxílio de uma pipeta de pasteur limpa. Cuide para que o álcool seja adicionado escorrendo pelas paredes da coluna para evitar que a mistura de corantes se desprenda da sílica.

Adicione em seguida, sucessivamente, porções de álcool etílico até observar a total eluição do alaranjado de metila (banda inferior). Depois adicione sucessivamente porções de água alcalinizada com hidróxido de sódio ($\approx 1\%$) para eluir o azul de metileno.

Qual dos dois corantes é mais polar?

3.2. Cromatografia em camada delgada

Usaremos esta técnica para analisar a solução de alaranjado de metila e azul de metileno, e para analisar os óleos essenciais extraídos em aula anterior (por arraste a vapor).

Preparação das placas cromatográficas. As placas são preparadas mergulhando placas de vidro (segurando com uma pinça) em uma suspensão de sílica gel em diclorometano, retirando e colocando sobre um papel para secar. O diclorometano é bem volátil, e as placas secam muito rapidamente. Você provavelmente encontrará algumas placas de vidro já com uma camada de sílica gel preparadas pelos técnicos (cuidado, não ponha os dedos sobre a camada de sílica, pois ela se desprende facilmente). Com um lápis preto, faça marcações nas camadas de sílica segundo o esquema a seguir.

Aplique na placa 1, com o auxílio de capilares, solução de alaranjado de metila no ponto à esquerda, solução de azul de metileno no ponto à direita, e a solução mistura (a mesma do item 4.1) no ponto central.

Prepare o recipiente para realização da cromatografia colocando um pedaço retangular de papel de filtro que cubra $\frac{1}{4}$ a $\frac{1}{2}$ da superfície lateral (a parede vertical) do vidro no sentido da circunferência, cobrindo quase toda a altura da parede, veja esquema na figura 2. Adicione álcool etílico em quantidade suficiente para fazer uma camada de 3-5 mm no fundo. Tombe o frasco para molhar o papel com o solvente e tampe, esperando uns poucos minutos para que a atmosfera interna seja saturada com vapor do solvente.

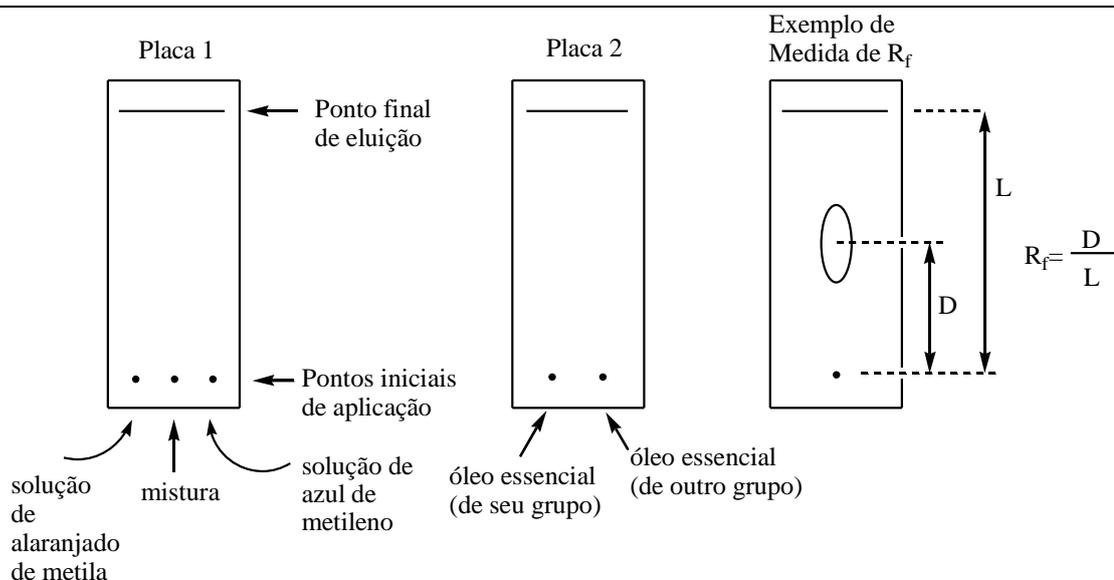


Figura 1. Preparação das placas cromatográficas.

Coloque então a placa 1 na câmara de modo a permitir que o álcool contido na câmara suba pela camada delgada por capilaridade, eluindo os corantes. Cuide para que os pontos iniciais de aplicação fiquem acima da superfície do álcool.

Aguarde até que a frente do solvente atinja a linha assinalada na placa, retire a placa da câmara e deixe secar ao ar. Determine os valores de R_f para os corantes. Repita o procedimento utilizando um outro eluente indicado pelas professoras.

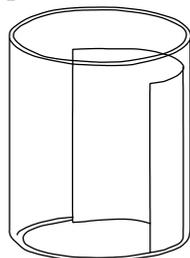


Figura 2. Montagem do papel para saturar a atmosfera no recipiente para fazer cromatografia em camada delgada ou em papel.

A seguir, prepare a placa 2 aplicando os óleos essenciais previamente dissolvidos em hexano. Seque o recipiente de cromatografia e prepare-o novamente como antes, mas usando hexano como solvente.

Após cromatografar, revele a placa numa câmara de iodo (um béquer de 500 mL contendo uns poucos cristais de iodo no fundo, e fechado com um vidro de relógio; também serve um vidro de maionese com tampa).

3.3. Cromatografia em papel

Usaremos esta técnica para separar os componentes de:

- Tintas de canetas hidrográficas ou de ponta porosa
- Mistura de alaranjado de metila e azul de metileno
- Misturas de sais inorgânicos.

Para simplificar usaremos, em todos os casos de cromatografia em papel, pedaços retangulares de papel medindo 15 cm × 9 cm e marcados (com lápis preto, de grafite!) conforme o desenho da figura 3.

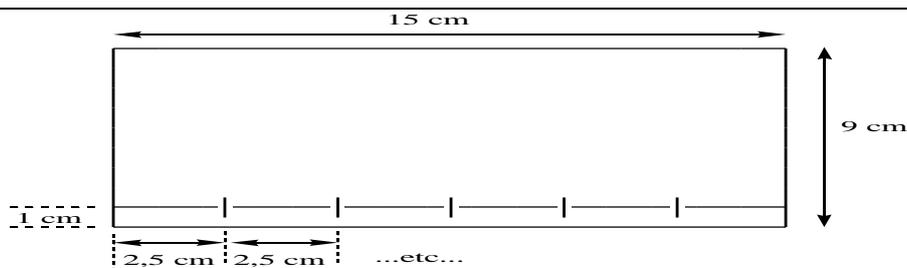


Figura 3. Marcações no papel para cromatografia.

Depois de aplicadas as substâncias ou misturas nos pontos assinalados, o papel deve ser enrolado em forma de tubo (com 9 cm de altura) e grampeado (sem superpor as duas partes); veja a figura.4. O tubo assim formado é colocado em pé na câmara cromatográfica (béquer de 500 mL).

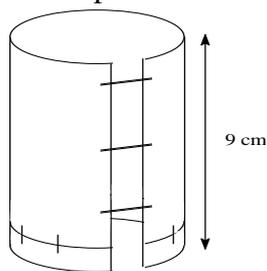


Figura 4. Como enrolar e grampear o papel

a) Separação de tintas de canetas hidrográficas ou de ponta porosa

Essa cromatografia leva cerca de 2 horas; inicie-a no começo da aula!

Podem ser usadas canetas de qualquer cor, mas em geral as canetas pretas dão o resultado mais interessante. Utilize **papel sulfite** para uma separação mais eficiente.

Faça, nos três primeiros pontos, círculos de tamanho crescente (1 mm, 3 mm, 5 mm) com uma caneta preta de ponta porosa, para comparar os efeitos da quantidade na eficiência da separação e na visibilidade das manchas. (Observação: para fazer o círculo pequeno, de 1 mm, é preciso dar apenas um ligeiro toque da caneta no papel). Deixe os outros dois pontos sem nada ou faça manchas de canetas da cor que quiser. Pode usar também canetas esferográficas, mas a separação dos corantes não é tão eficiente com o solvente usado aqui.

O solvente é preparado misturando 3,0 mL de água com 7,0 mL de álcool a 96%.

Faça um tubo com o papel como mencionado anteriormente, coloque o tubo na câmara cromatográfica e deixe correr até que o solvente chegue a uns 5 mm do topo do papel. Retire da cuba, faça uma marca com lápis na frente do solvente e deixe secar. Retire os grampos e faça um desenho do resultado obtido, indicando as cores.

b) Mistura de alaranjado de metila e azul de metileno

Utilize agora **papel de filtro**. Nos três pontos centrais deposite, com auxílio de capilares, amostras de soluções de:

- 1) alaranjado de metila puro
- 2) mistura de alaranjado de metila e azul de metileno
- 3) azul de metileno puro

Como solvente, use uma mistura 1:1 de etanol (95 %) e água. Faça uma marca com lápis na frente do solvente logo que retirar da cuba cromatográfica. Deixe secar, retire os grampos e meça os R_f de todas as manchas.

c) Mistura de sais inorgânicos

Novamente use **papel de filtro**. Aplique, em quatro dos pontos assinalados, soluções dos sais puros FeCl_3 , CoCl_2 , MnCl_2 e CuCl_2 . Escreva as fórmulas dos sais sob os pontos de aplicação

correspondentes (com lápis preto!) para não se confundir. No quinto ponto aplique a amostra desconhecida de seu grupo, que é uma mistura de alguns dos sais puros já aplicados.

Observação: essas soluções contêm água, que demora para secar e dificulta a formação de manchas pequenas (máximo 5 mm de diâmetro), como é necessário para uma boa separação. Se for preciso, use um secador de cabelos para facilitar a operação.

Prepare o solvente misturando 7,0 mL de acetona com 1,0 mL de água e 1,0 mL de ácido clorídrico concentrado. Observe e **anote** as cores que aparecem durante o desenvolvimento da cromatografia. Ao terminar, retire da cuba fazendo imediatamente uma marca com lápis na frente do solvente. *Não retire os grampos!* Observe e explique o que acontece conforme o papel seca.

Coloque o tubo de papel na câmara reveladora (béquer de 1000 mL coberto com vidro de relógio, com um pequeno chumaço de algodão embebido em amônia colocado em um lado no fundo do béquer) sem encostar o papel no algodão, tampe e espere cerca de 1 hora.

Observe e anote as cores que se desenvolveram, comparando com as cores obtidas durante a cromatografia. Explique.

Ao retirar o tubo da câmara reveladora, lembre-se que as manchas desaparecerão em pouco tempo. Portanto seja rápido para retirar os grampos (pode rasgar o papel no sentido do ponto de inserção do grampo para a borda), abrir o papel e marcar com um lápis os contornos das manchas, fazendo um ponto no centro da região que lhe parecer de maior densidade.

Determine os valores de R_f para todas as manchas.

Faça um desenho do resultado como se apresentou logo ao retirar da câmara reveladora, indicando as cores.

Conclua qual a composição de sua amostra desconhecida.

4. Sugestões para elaboração do relatório

- Faça um breve histórico e discuta para que serve e onde se aplica a técnica de cromatografia.
- Discuta a eluição dos indicadores utilizados em função de sua polaridade e o que aconteceria se usássemos um eluente mais apolar logo no início.
- Desenhe ou coloque a foto obtida após a cromatografia do alaranjado de metila, azul de metileno, e mistura desses dois indicadores, em placa de sílica e em papel de filtro. Calcule e mostre o R_f dos dois corantes. Compare os resultados obtidos e explique eventuais diferenças.
- Desenhe ou coloque a foto da placa cromatográfica obtida após a separação das tintas de canetas. Calcule os valores de R_f dos componentes.

5. Referências Bibliográficas

CONSTANTINO, M. G.; SILVA, G. V. J.; DONATE, P. M. **Fundamentos de Química Experimental**. São Paulo: EDUSP, 2004.

GIESBRECHT, E. et al. **Experiências em Química: Técnicas e Conceitos Básicos**. São Paulo: Editora Moderna, 1979.

SILVA, R. R.; BOCCHI, N.; ROCHA FILHO, R. C. **Introdução à Química experimental**. São Paulo: McGraw-Hill, 1990.

Para esta aula, prepare-se assistindo ao vídeo disponível em:

http://www.youtube.com/watch?v=rbp_Qc4jMAc.

Experimento 5 – Cristalização e Recristalização

1. Introdução

Como você certamente está lembrado, soluções são misturas homogêneas que podem ser de líquido + líquido, líquido + sólido, líquido + gás, etc.

Neste experimento lidaremos apenas com soluções de *sólidos* em *líquidos*. Neste caso o líquido é sempre chamado de *solvente*, enquanto os sólidos são os *solutos*. Em geral é relativamente fácil separar os componentes de uma solução binária deste tipo (separar o *líquido* do *sólido*), pois o líquido é geralmente *volátil* (pode ser transformado em vapor com facilidade) enquanto o sólido não é. Destilação simples (para recuperar o líquido) ou simplesmente evaporação (para recuperar apenas o sólido), à temperatura e pressão ambientes, ou forçando por redução da pressão e/ou elevação da temperatura, usualmente resultam em separações bem eficientes (de alto rendimento).

1.1 Solubilidade

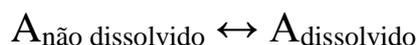
Quando se adiciona certa quantidade de sólido A ou de líquido B a um líquido C e se agita a mistura heterogênea por algum tempo, a mistura transforma-se em homogênea. Diz-se que o sólido A, ou o líquido B, se *dissolveu* no líquido C produzindo uma *solução*. Adicionando novas quantidades de A ou B, o processo de dissolução pode ser repetido algumas vezes, produzindo soluções de concentração cada vez maior. Este processo não pode ser repetido indefinidamente. Chega-se sempre a um ponto em que a adição de novas quantidades não produz uma solução de maior concentração, por mais que se agite; ao invés disso, o sólido A ou o líquido B adicionado permanece não dissolvido, formando uma mistura heterogênea, isto é A ou B não dissolvidos formarão uma segunda fase na superfície ou no abaixo da solução saturada. A essa solução, que é incapaz de dissolver quantidades adicionais de sólido, damos o nome de *solução saturada*.

Solubilidade de A em C ou de B em C é o nome que se dá à *concentração da solução saturada* em A ou em B. A temperatura tem influência pronunciada sobre a solubilidade e a pressão pode ter importância. No laboratório, a influência da pressão é porque geralmente trabalha-se na pressão de aproximadamente 1 atmosfera sendo que pequenas variações da pressão ambiente não alteram substancialmente a solubilidade.

A noção de solução, da qual decorre a noção de solubilidade, é mais geral que a apresentada até agora: gases também podem se dissolver em líquidos (ferva água para verificar o escape do ar dissolvido) ou em sólidos, e líquidos se dissolvem também em sólidos.

A solubilidade, que é uma quantidade intensiva, se expressa pela quantidade de material dissolvido (massa ou quantidade de matéria) pela quantidade de solvente (volume ou massa).

A dissolução de uma substância A em um solvente é descrita por:



Isto é, as reações de dissolução e separação ocorrem simultaneamente. O equilíbrio é atingido quando a quantidade de A que se dissolve é exatamente a mesma que a quantidade de A que se separa da solução no mesmo intervalo de tempo. O equilíbrio é conseqüentemente resultante de dois processos dinâmicos: é o **equilíbrio dinâmico**. Nos equilíbrios dinâmicos tem-se a impressão de que nada está acontecendo, mas na realidade há duas transformações, opostas uma à outra, ocorrendo simultaneamente e com a mesma velocidade, de forma que a aparência externa é de um estado estático. Os equilíbrios dinâmicos ocorrem sempre nos processos químicos (equilíbrio químico) e frequentemente em física, nas transformações de fase, por exemplo.

Quando você adiciona sólido a uma solução saturada, a aparência é de que o sólido não se dissolve. Na realidade, porém, *ocorre* a dissolução do sólido, mas ela é acompanhada de cristalização do material dissolvido, na mesma proporção e na mesma velocidade. Temos uma evidência disso ao deixar um sólido em contato com sua solução saturada: os cristais *mudam de forma e/ou de tamanho*, evidenciando a ocorrência do equilíbrio dinâmico.

O equilíbrio dinâmico pode ser alcançado rapidamente ou não e a dissolução pode ser rápida. Exemplo: Solubilização da pentoxifilina.

O processo de dissolução pode ser muito *lento*, o que resulta em demanda de muito tempo para que um estado de equilíbrio possa ser atingido; além disso, a *agitação* desempenha um papel de extrema importância no processo de dissolução. Você pode fazer em casa um experimento simples que lhe dará uma ideia melhor sobre isso: derrame, em meio copo de água, uma colher de sopa de açúcar e *não mexa*. Deixe o copo quieto em um local onde ele não seja agitado e verifique quanto tempo leva o açúcar para se dissolver.

Tendo feito o experimento, você terá percebido como esses processos podem ser lentos na ausência de agitação. No caso do açúcar na água, uma agitação de poucos segundos geralmente é suficiente para dissolver tudo. Em outros casos, podem ser necessárias horas de agitação para que ocorra o processo.

Quando, então, dizemos que a solução saturada está em equilíbrio com o excesso de soluto, estamos presumindo que foi o tempo foi suficiente para que se estabelecesse o equilíbrio. O processo pode ser acelerado elevando-se a temperatura e retornando à temperatura original após a completude da dissolução.

1.2 Curvas de solubilidade

Como já mencionado, a solubilidade de uma substância em determinado solvente sofre usualmente pronunciada variação com a temperatura. Muitos dados sobre solubilidade de composto em função da temperatura estão disponíveis na literatura. Na tabela 1 são mostrados alguns exemplos.

Tabela 1. Solubilidade (g/100g de H₂O) de sais a várias temperaturas

Temperatura (°C)	NaCl	NaNO ₃	KCl	KNO ₃	K ₂ Cr ₂ O ₇
0	35,7	73,0	28,5	19,0	4,6
20	36,0	88,0	34,2	31,8	12,5
40	36,6	105	40,2	64,2	25,9
60	37,3	125	45,6	111	45,3
80	38,4	148	51,0	169	69,8
100	39,8	174	56,2	246	102

Com esses dados você pode fazer gráficos, mostrando as curvas de solubilidade, usualmente colocando concentração no eixo y e temperatura no eixo x.

Observe a tabela 1 e verifique que todas solubilidades *aumentam* com o aumento da temperatura. Este é o caso mais comum, *mas existe também o contrário* (veja a tabela 2, onde foram coletados alguns desses casos). O princípio de Le Chatelier, conhecido também como princípio de moderação, preceitua que todo sistema sofrendo uma perturbação externa, responderá de modo a minorar essa perturbação. De acordo com esse princípio de Le Chatelier, se a solubilidade aumenta com o aumento da temperatura, o processo de dissolução é *endotérmico* (absorve calor. Exemplo: dissolução do sal de cozinha, NaCl, em água). Imagine uma solução saturada em equilíbrio com o

sólido. Agora vamos fornecer calor a esse sistema; como o sistema deverá reagir? Segundo o princípio de Le Chatelier, ele deverá reagir no sentido de abrandar o aumento da temperatura desenvolvendo algum processo endotérmico. Se a dissolução for endotérmica, mais sólido deve se dissolver: a solubilidade *aumenta* com o aumento da temperatura); se a dissolução for exotérmica, algum sólido deve se separar da solução: neste caso a solubilidade *diminui* com o aumento de temperatura.

Outros fatores podem complicar as análises. Observe na tabela 2 e na figura 1 a solubilidade do sulfato de sódio. A curva é inicialmente ascendente e depois torna-se descendente, fugindo ao padrão que se observa nas curvas dos outros compostos. Isto ocorre porque o sulfato de sódio pode cristalizar-se numa forma *anidro* (sem moléculas de água) ou pode cristalizar-se numa forma *hidratado* ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$); a curva de solubilidade que se observa, então, é a superposição de duas curvas de solubilidade, para dois compostos diferentes um que existe até 32°C , e outro que passa a existir acima dessa temperatura. Existe também um sulfato de sódio hepta-hidratado, que dá origem a outra curva, não representada na figura 1.

Tabela 2. Solubilidade (g/100gH₂O) de alguns sulfatos e hidróxidos a várias temperaturas

	0°	10°	20°	30°	40°	60°	80°	90°	100°
Na ₂ SO ₄	4,9	9,1	19,5	40,8	48,8	45,3	43,7	42,7	42,5
Na ₂ SO ₄ •7H ₂ O	19,5	30,0	44,1						
K ₂ SO ₄	7,4	9,3	11,1	13,0	14,8	18,2	21,4	22,9	24,1
Li ₂ SO ₄	36,1	35,5	34,8	34,2	33,7	32,6	31,4	30,9	
Cs ₂ SO ₄	167	173	179	184	190	200	210	215	220
Ce ₂ (SO ₄) ₃ •9H ₂ O	21,4		9,84	7,24	5,63	3,87			
Ce ₂ (SO ₄) ₃ •8H ₂ O			9,43	7,10	5,70	4,04			
Rb ₂ SO ₄	37,5	42,6	48,1	53,6	58,5	67,5	75,1	78,6	81,8
NaOH		98	109	119	129	174			
KOH	95,7	103	112	126	134	154			178

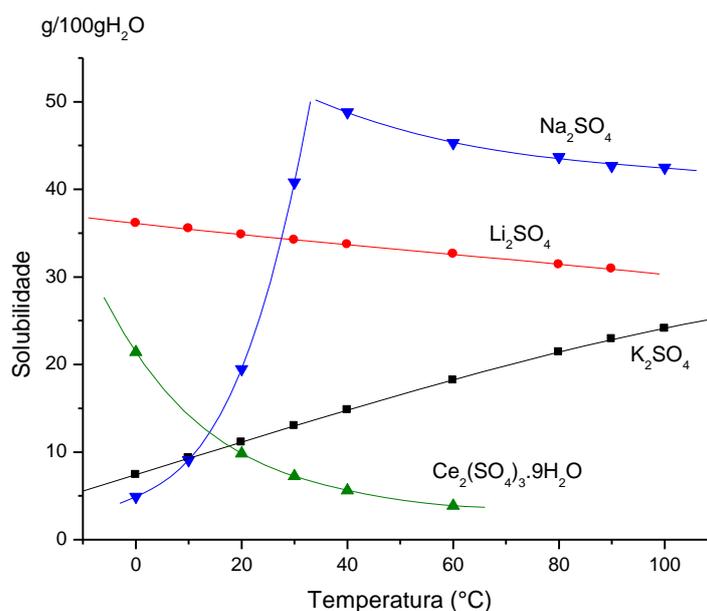
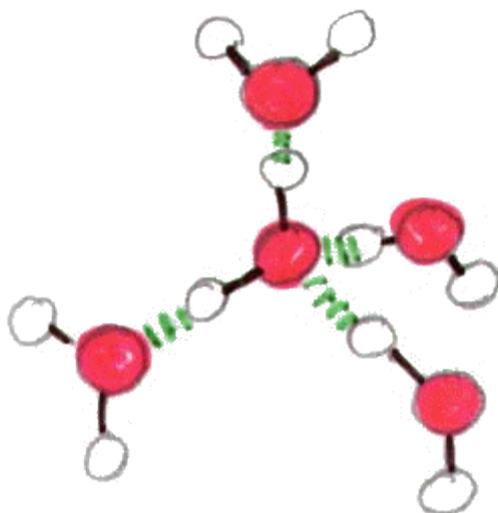


Figura 1. Curvas de solubilidade

1.3 Alguns apontamentos sobre forças intermoleculares

Você certamente já ouviu alguém usar a regra simplificada que diz que “solventes polares dissolvem substâncias polares e solventes apolares dissolvem solventes apolares”. Essa regra tem algum fundamento?

As forças intermoleculares, que mantêm as moléculas unidas umas às outras, são muito mais fortes entre moléculas polares (moléculas onde há partes eletricamente mais negativas e partes mais positivas) do que em substâncias apolares. O que torna uma molécula polar ou apolar é existência, ou não, de átomos com alto poder para atrair elétrons (alta eletronegatividade) próximos de átomos de baixa eletronegatividade. Os átomos de oxigênio, de halógenos, entre outros, são muito eletronegativos. Os átomos de hidrogênio e dos metais alcalinos são exemplos de átomos de baixa eletronegatividade. Por exemplo, a ligação OH é sempre fortemente polarizada com uma pequena carga negativa centrada sobre o oxigênio, e uma pequena carga positiva sobre o hidrogênio. No caso das moléculas polares, o dipolo de uma molécula e o dipolo de outra, resultando na necessidade de fornecer grande quantidade de energia para separar essas moléculas. A figura seguinte esquematiza o caso da água.



Fonte: <http://www.bordier.ch/uni/bioch1/H2O.htm>

A interação entre moléculas apolares deve-se a um conjunto de forças, a maioria de origem quântica, reunidas sob o nome de forças de van der Waals. Essas forças são devidas à assimetria momentânea da distribuição das cargas positivas e negativas nas moléculas (há movimentação das cargas em função, por exemplo, das vibrações moleculares) dando origem a dipolos instantâneos que induzem a formação de um dipolo nas moléculas vizinhas que se atraem. A interação entre dipolos induzidos é de baixa energia: são as forças de London. Outros componentes das forças de van der Waals são de origem puramente quântica. Pouca energia é necessária para separar as moléculas, nesse caso. Exemplo: as moléculas de oxigênio e de nitrogênio são apolares e os seus líquidos entram em ebulição (quando ocorre a separação das moléculas) em cerca -180°C enquanto que a água, que é um líquido polar, entra em ebulição a 100°C.

Para se dissolver um sólido em um líquido, é necessário que ocorram as seguintes transformações:

(1) Separação das moléculas do sólido umas das outras; essa transformação requer energia para vencer as energias atrativas do sólido (sem essas energias, o sólido se vaporizaria).

(2) Separação das moléculas do solvente umas das outras para que as moléculas do soluto entrem no espaço assim aberto; essa transformação também requer energia.

(3) Atração das moléculas do soluto com as moléculas do solvente; essa transformação libera energia. Sem essa atração as moléculas do sólido e do líquido se repeliriam e não haveria mistura no caso extremo.

- Solute polar e solvente polar: as transformações (1) e (2) requerem muita energia, mas a transformação (3) também libera muita energia. A dissolução é freqüentemente favorecida.

- Solute apolar e solvente apolar: as transformações (1) e (2) requerem pouca energia e a transformação (3) também libera pouca energia. A dissolução pode ser favorecida.

- Solute polar e solvente apolar: a transformação (1) requer muita energia; como a energia liberada pela transformação (3) não é grande (não há ligação forte entre moléculas polares e moléculas apolares), não há compensação para a energia requerida pela transformação (1); mesmo com ajuda da entropia, a dissolução geralmente não é favorecida.

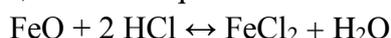
- Solute apolar e solvente polar: neste caso é a transformação (2) que requer muita energia, para a qual não há suficiente compensação na transformação (3). A dissolução é geralmente desfavorecida.

Tendo compreendido tudo isso muito bem, você está agora preparado para considerar a seguinte questão: por qual razão não podemos dizer que esses conceitos são super-simplificados?

É que não é possível dividir as moléculas em duas categorias, polares e apolares, como fizemos acima. *Polaridade* é uma grandeza de variação contínua: temos moléculas com momentos dipolares (distância entre os centros de gravidade das cargas positivas e negativas, q e $-q$, multiplicada pelo carga q) diferentes. As energias envolvidas nas transformações (1), (2) ou (3) assumem também valores intermediários.

Além disso, há outros fatores que influem na solubilidade, além da polaridade. As energias de Van der Waals, a formação de pontes de hidrogênio (ver figura acima), e outros fatores podem afetar as energias envolvidas nas transformações (1), (2) e (3).

Finalmente temos que considerar a possibilidade de ocorrência de uma reação química entre o soluto e o solvente (ou uma outra espécie dissolvida), formando novas espécies químicas, que são as que vão se dissolver (ou não). Ao colocar óxido de ferro (os óxidos de ferro são insolúveis em água) em uma solução aquosa de HCl, você observa a ocorrência de uma transformação praticamente idêntica à dissolução: o sólido “desaparece” e forma-se uma mistura homogênea. Mas não foi exatamente uma dissolução que ocorreu, porque o óxido foi transformado, pelo HCl, no sal (cloreto) e em água, e foi o sal que se dissolveu:



Observação: Nessa discussão foram propositadamente ignorados os casos de substâncias iônicas para não complicar a argumentação. O estudante pode facilmente estender suas conclusões para esses casos, simplesmente considerando as substâncias iônicas como o extremo de máxima polaridade (a “molécula” é tão polar que sua parte negativa fica separada de sua parte positiva).

1.4 Separação de misturas e purificação

No texto que se segue essas expressões serão utilizadas com significado estrito e bem definido. Para que você possa compreender melhor o texto, vamos explicar aqui esses significados.

Muitos estudantes, professores ou mesmo alguns textos tratam essas expressões quase como sinônimas. Isto decorre principalmente do fato de que os *métodos gerais* usados para separar os componentes de misturas são basicamente os mesmos, ou quase os mesmos, métodos usados para purificar substâncias.

Se tivermos uma mistura contendo duas substâncias, e ambas as substâncias estiverem presentes em quantidades *apreciáveis* a operação de separar uma substância da outra chama-se *separação de misturas* (mais exatamente seria *separação dos componentes da mistura*, mas vamos usar a forma reduzida para abreviar).

Se, por outro lado, tivermos uma substância já em forma quase pura, mas contendo *pequenas* quantidades de impurezas, o processo de remover as impurezas para obter a substância pura chama-se *purificação*.

É claro que se pode argumentar que os dois processos são essencialmente a mesma coisa. A quantidade de impureza ser ou não pequena não modifica o fato de que tínhamos inicialmente uma mistura, e depois acabamos com substâncias “puras”, ou pelo menos *mais puras* do que estavam antes.

Ocorre que, como você vai ver adiante, alguns processos de separação podem ser executados com muito maior simplicidade para *purificar* uma substância (quando a quantidade de impureza é pequena) do que para *separar* um componente de uma mistura que tem quantidades consideráveis de outra(s) substância(s).

A distinção feita acima é plenamente justificável em vista da diversidade de procedimentos de trabalho experimental para executar uma ou outra operação.

1.5 A teoria da cristalização seletiva

Neste texto pressupõe-se que a presença de uma substância em solução *não altera* a solubilidade de outra. Isto *não é* rigorosamente verdadeiro, mas produz grande simplificação e leva a resultados aceitavelmente próximos da realidade nos casos em que as substâncias não reagem entre si.

Quando, numa solução, estão presentes duas (ou mais) substâncias sólidas dissolvidas, *ambas em quantidades apreciáveis*, é muitas vezes possível forçar a cristalização de uma delas, deixando a outra em solução. Este processo é chamado de *cristalização seletiva* e, evidentemente, constitui-se em um método de *separação de misturas*. Há duas variáveis que podemos manipular para “forçar” a cristalização: a *temperatura* e a *quantidade de solvente*.

Temperatura: como a solubilidade da maioria das substâncias diminui com a diminuição da temperatura, se resfriarmos uma solução concentrada qualquer obteremos, em geral, algum material cristalizado. Se isto for feito com uma mistura como a mencionada acima, freqüentemente obteremos cristais apenas do material menos solúvel.

Quantidade de solvente: é possível também aumentar a concentração da solução por *evaporação* do solvente. Essa evaporação pode ser feita à temperatura ambiente (um processo lento mas eficaz) ou pode ser acelerada por aquecimento. E, naturalmente, este processo pode ser combinado com o posterior abaixamento de temperatura.*

É possível separar ambos os sólidos em estado puro? Na grande maioria dos casos, não: apenas um (ou até nem um) pode ser obtido em estado puro por este processo. No entanto, o que ocorre num processo de cristalização seletiva é função das curvas de solubilidade das substâncias e de suas

* É ainda possível forçar a evaporação do solvente por redução da pressão, mas não realizaremos esse tipo de operação neste experimento.

quantidades relativas. Supondo quantidades comparáveis das duas, suas curvas de solubilidade podem levar a dois casos distintos:

- 1. Curvas que não se cruzam:** uma das substâncias é mais solúvel do que a outra em qualquer temperatura; neste caso somente se podem obter cristais puros da substância menos solúvel.
- 2. Curvas que se cruzam:** quando isto ocorre (lembrar que não é muito comum), dependendo da composição da mistura pode ser possível obter cristais “puros” tanto de uma como de outra substância, realizando operações cuidadosas. Vamos examinar com detalhes um desses casos como exemplo.

A figura 2 ilustra as curvas de solubilidade de duas substâncias: clorato e sulfato de potássio.

Note as diferentes regiões do gráfico. Na área 1, abaixo de ambas as curvas, a solução é não-saturada com respeito a ambas as substâncias. Na área 2 ela é não-saturada com respeito ao clorato de potássio e saturada com respeito ao sulfato de potássio.

Qual é a situação na área 3 e na área 4?

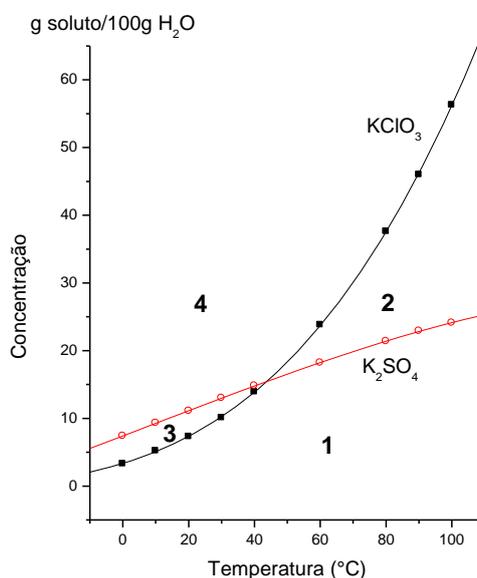


Figura 2. Curvas de solubilidade de clorato de potássio e sulfato de potássio.

Observe agora a figura 3. Suponha que partimos de um ponto **m**, no qual a solução conterá aproximadamente 6 g de cada uma das substâncias (clorato e sulfato de potássio) em 100 g de água, a cerca de 73 °C (ou, o que seria o mesmo, poderíamos dizer que essa solução contém 27 g de cada uma das substâncias em 450 g de água).^{*} Se resfriarmos essa solução estaremos nos deslocando, no gráfico, ao longo da reta **mn**, para a esquerda. No ponto **n** (cerca de 18 °C), o ponto de saturação do clorato de potássio é atingido e, se continuarmos a resfriar, o sólido KClO₄ começará a se separar.

^{*} O estudante precisa compreender claramente que *concentrações* (e, portanto, *solubilidades*, que são concentrações de soluções saturadas) são medidas de quantidades *relativas* entre solutos e solventes. O mesmo ponto **m** pode representar uma infinidade de soluções em quantidades muito diferentes (10 g de solução, 17 kg de solução ou 133 toneladas de solução), desde que a proporção entre solutos e solventes seja aquela que corresponde ao ponto **m**. Assim deverá ficar claro que quando argumentamos que “o ponto **m** se move para cima”, não estaremos criando matéria porque os números em gramas da concentração estão aumentando: trata-se simplesmente de um aumento da *proporção* entre solutos e solventes, sendo que a quantidade absoluta de solutos continua evidentemente a ser a mesma.

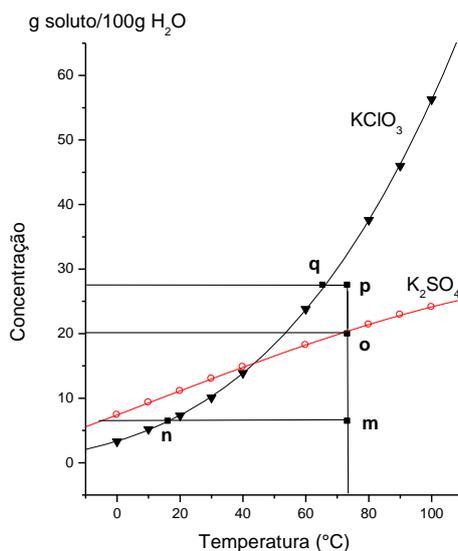


Figura 3. Cristalização seletiva por abaixamento da temperatura e por evaporação do solvente.

Ainda novamente partindo do ponto **m** mas, ao invés de esfriar a solução, evapora-se o solvente mantendo a temperatura constante.

Agora o ponto **m** move-se diretamente para cima, ao longo da reta **mp**. No ponto **o** o sólido K_2SO_4 começa a separar-se, e verifica-se o aparecimento de sólido no fundo do recipiente. No ponto **p** a concentração de $KClO_4$ aumentou para 27 g $KClO_4/100$ g de H_2O , enquanto que a concentração de K_2SO_4 permanece no ponto de saturação de 20 g $K_2SO_4/100$ g H_2O (não pode ser maior!), de forma que terá cristalizado cerca de 7 g $K_2SO_4/100$ g H_2O (7 g do sólido K_2SO_4 para cada 100 g de água da solução que houver neste ponto).

Como você pode ver, realizando as operações adequadas foi possível obter tanto $KClO_4$ como K_2SO_4 em estado “puro”. Cabe aqui salientar que esses sólidos não estarão realmente puros, pois sempre estarão molhados com a solução que contém o outro. Para obter sólidos bem puros é necessário recrystalizá-los depois (2-3 vezes para melhores resultados).

Para melhor compreender esse assunto, faça um gráfico de curvas de solubilidade com os dados da Tabela 1. Procure entender o que pode acontecer com várias misturas binárias: por exemplo, seria possível obter cristais de $NaNO_3$ de uma mistura em partes iguais de $NaNO_3$ e $NaCl$? Ao considerar esses casos, lembre-se que quando não há íon comum, as misturas serão de 4 substâncias (por exemplo, ao misturar KCl com $NaNO_3$, depois será possível cristalizar também KNO_3 e $NaCl$!).

O seu experimento de cristalização seletiva será feito com uma mistura de KCl e $K_2Cr_2O_7$, mas eles **não estarão em quantidades iguais**, o que torna muito complicada uma análise do que ocorre através do gráfico. Procure estudar o assunto em casa antes do experimento, usando os dados *numéricos* da Tabela 1.

Exemplo: você dissolveu 40,0 g de $K_2Cr_2O_7$ e 10,0 g de KCl em 65 g de água ($\rho = 1,00$ g/mL) a $100^\circ C$:

- concentração do KCl : 15,4 g $KCl / 100$ g H_2O
- concentração do $K_2Cr_2O_7$: 61,5 g $K_2Cr_2O_7 / 100$ g H_2O

É fácil ver na tabela que ambos estarão dissolvidos a $100^\circ C$; ao resfriar para $0^\circ C$, o que deverá ocorrer?

- solubilidade do KCl a 0 °C: 28,5 g KCl / 100 g H₂O; como a concentração do KCl é menor que essa, deve ficar todo dissolvido.

- solubilidade do K₂Cr₂O₇ a 0 °C: 4,6 g K₂Cr₂O₇ / 100 g H₂O; a concentração existente é maior que essa, então devem cristalizar-se 61,5 – 4,6 = 56,9 g K₂Cr₂O₇ para cada 100 g H₂O que há na solução:

56,9 g K₂Cr₂O₇ ----- 100 g H₂O

x ----- 65,0 g H₂O

x = 37,0 g K₂Cr₂O₇ devem cristalizar-se, deixando 3,0 g K₂Cr₂O₇ dissolvidos.

Prossiga da mesma forma para ver o que acontece quando você reduz o volume da solução e baixa a temperatura para 20 °C.

Observação: nesses cálculos que você vai fazer, você realmente não sabe qual a concentração da substância, pois você vai reduzir o volume da solução para ≈25 mL, e não sabe qual a massa de água que há nessa solução. Apenas para fazer cálculos aproximados, suponha que a massa de água é 25,0 g.

Lembre-se novamente que esses cálculos são todos aproximados, pois a presença de uma substância tem influência na solubilidade da outra! Lembre-se também que o KCl que cristaliza no fim não deverá estar puro, pois pequenas quantidades de K₂Cr₂O₇ (por exemplo, da solução que ficou molhando o sólido) darão ao sólido uma cor amarela.

1.6 A teoria da recristalização

A recristalização é um método de *purificação*; é muito mais simples do que a cristalização seletiva, pois aplica-se apenas quando uma das substâncias está presente em quantidade muito maior do que as outras. Num caso assim geralmente ocorre que, ao abaixar a temperatura de uma solução saturada, cristaliza-se apenas a substância que está presente em maior quantidade (a outra substância, presente em quantidade muito pequena, não saturará a solução, mesmo que ela seja consideravelmente menos solúvel do que a principal). Nesses casos não há necessidade de fazer considerações sobre curvas de solubilidade, simplificando bastante o processo.

Vamos examinar um exemplo numérico aproximado (por qual razão é aproximado?) imaginando duas substâncias que tenham as seguintes solubilidades em água (g/100 g H₂O):

	A	B
0 °C	70	5
100 °C	120	25

A substância B é claramente menos solúvel que A.

Imaginemos agora uma mistura contendo 120 g de A e 3 g de B: juntando 100 g de água e aquecendo a 100°C, tudo vai se dissolver. Ao abaixar a temperatura para 0°C, apenas 70 g de A podem permanecer dissolvidos, então devem cristalizar-se 120-70 = 50 g de A; a substância B, porém, presente em quantidade muito pequena (3 g) não produzirá solução saturada e não cristalizará, apesar de ser bem menos solúvel que A.

Se a mistura contivesse 120 g de A e 20 g de B, seria obtido o composto A puro por esse processo?

2. As técnicas experimentais

2.1 Filtração

A operação para separar um sólido (geralmente fragmentado, ou “em pó”) de um líquido é chamada de filtração; consiste em fazer a mistura atravessar um elemento filtrante, ou seja, um meio que contém orifícios ou canais muito pequenos: o líquido passa pelos orifícios, enquanto o

sólido, constituído por grãos maiores do que os orifícios, não consegue atravessá-los e fica retido. O meio filtrante mais comumente usado é uma folha de papel poroso, denominado *papel de filtro*, normalmente fabricado em forma circular ou retangular. Outros meios ocasionalmente utilizados são: algodão, lã de vidro, pasta de papel, pano, placa porosa de vidro, areia, cerâmica porosa, kieselguhr,* etc. A escolha do meio filtrante é feita considerando muitos aspectos do caso em questão; os principais são *resistência química* (não se pode filtrar em papel uma solução contendo alta concentração de ácido sulfúrico, pois o papel seria destruído pelo ácido; temos que usar lã de vidro ou uma placa porosa de vidro) e *tamanho dos orifícios*, que deve ser escolhido de acordo com o tamanho dos grãos do sólido que se quer filtrar (para filtrar uma mistura de água e grãos inteiros de arroz, por exemplo, basta uma peneira fina, mas pó de café não é retido por nenhuma peneira, e exige um pano ou papel de filtro). Para a grande maioria das filtrações usualmente feitas em laboratório, o papel de filtro comum é eficaz. Ocasionalmente ocorre de termos um pó muito fino, que passa pelo papel comum e exige papéis especiais, de furos menores.**

Para forçar o líquido a passar pelo meio filtrante, fazemos uso geralmente da força da gravidade ou da pressão atmosférica.

Realiza-se a filtração **por gravidade** formando um recipiente cônico com o papel de filtro, adaptando-se esse recipiente a um funil comum (que serve a dois propósitos: como suporte, pois o papel é frágil e rasga-se facilmente, principalmente quando molhado; e como condutor para o líquido que passa pelo papel) e derramando-se a mistura no interior desse recipiente. O próprio peso do líquido faz com que ele atravesse o papel e saia pela haste do funil.

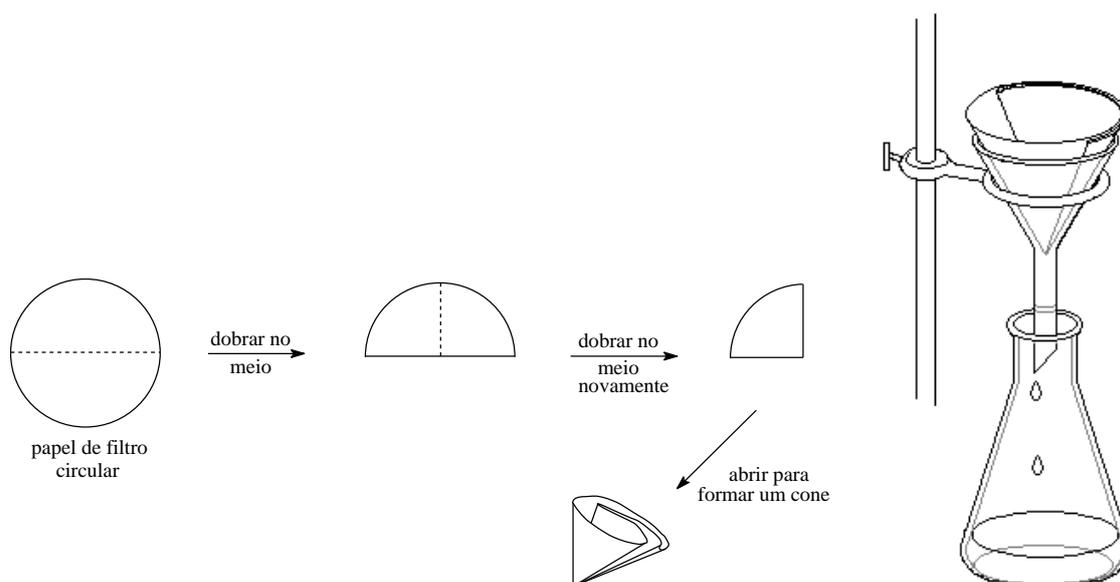


Figura 4. Filtração

* *kieselguhr*, ou *terra de diatomáceas*, é um pó friável (*friável* significa “que pode ser reduzido a pó”; neste caso específico o termo é usado para significar que o pó em questão pode ser facilmente transformado em pó ainda mais fino), semelhante à argila, mas constituído essencialmente de sílica (SiO_2) proveniente de conchas de diatomáceas mortas. Diatomáceas são algas unicelulares que flutuam em todas as águas da Terra; as paredes da célula dessas algas são espécies de conchas com alto conteúdo de sílica. Entre nós, é comum que os químicos conheçam *kieselguhr* apenas por uma das marcas de fabricantes, “*Celite*”®.

** Pós muito finos freqüentemente criam situações muito problemáticas, pois eles tendem a assentar formando uma camada muito compacta sobre o papel de filtro, não deixando nem o líquido atravessar, tornando a filtração impraticavelmente demorada. Muitas vezes é preciso utilizar pasta de papel (que dificulta a formação de camadas compactas) ou alternativas como centrifugação e decantação.

É possível fazer também dobras mais elaboradas com o papel de filtro, que resultam em filtrações um pouco mais rápidas. As vantagens que advêm dessas dobras, no entanto, raramente compensam o acréscimo de trabalho necessário para fazê-las. Se quiser experimentar, após dobrar o papel no meio obtendo o formato semicircular, faça as dobras mostradas pelas linhas pontilhadas da figura 5, sempre fazendo cada dobra no sentido contrário das adjacentes (é mais fácil fazer primeiro as dobras 1,2 e 3 todas no mesmo sentido, e depois fazer as dobras 4,5,6 e 7 no sentido oposto).

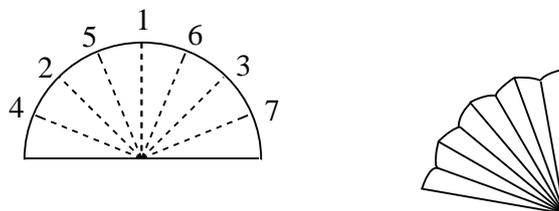


Figura 5. Papel pregueado

A filtração por gravidade não faz uma separação muito eficiente, deixando quantidade muito grande de líquido “molhando” o sólido separado pela filtração. Quando você fizer uma filtração assim, espere que o líquido tenha parado de escorrer; observe o sólido retido no papel e veja como ele parece relativamente “seco”. Bata, então, com os dedos na parede lateral do funil algumas vezes e observe a grande quantidade de líquido que parece “minar” do sólido, e recomeça a atravessar o papel e pingar. Com essa operação você provocou uma sedimentação mais eficiente do sólido, e conseguiu que um pouco mais de líquido fosse separado.

A filtração que utiliza a **pressão atmosférica** para forçar a passagem do líquido pelo meio filtrante é conhecida por vários nomes diferentes: filtração a vácuo, filtração por pressão reduzida, filtração por sucção, etc. Alguns dos nomes não parecem muito apropriados, mas todos são usados.

A grande vantagem dessa filtração é que produz uma separação muito mais eficiente, deixando o sólido bem mais seco.

Para que a pressão atmosférica possa ser utilizada para empurrar o líquido através do meio filtrante, precisamos usar um tipo especial de funil, chamado *funil de büchner*, que pode ser acoplado à boca de um *frasco de kitazato* com uma peça de borracha que tem a forma de um cone truncado, isolando o ambiente externo do ambiente interno (do frasco de kitazato); reduzindo a pressão no interior do kitazato, a diferença de pressão força o líquido através do papel (Figura 6).

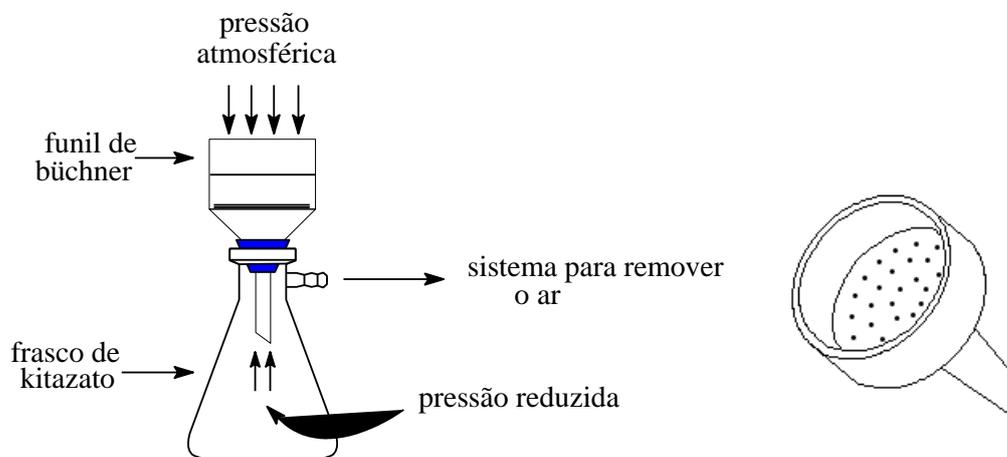


Figura 6. Filtração “a vácuo”

Os funis de büchner são geralmente feitos de porcelana. A placa do fundo é plana e tem vários furos pequenos. Os frascos de kitazato parecem-se com erlenmeyeres contendo uma saída lateral, mas na verdade são feitos de vidro bem espesso para resistirem à diferença de pressão (interna e externa).

Para fazer uma filtração a vácuo, começa-se por recortar um papel de filtro em forma circular, de tamanho tal que cubra *todos* os furos da placa do fundo do funil de büchner, mas que não encoste nas paredes do funil (se o papel encostar na parede, não assentará bem na placa do fundo, deixando um vão por onde podem passar líquido e sólido, inutilizando toda a operação).

Depois deposita-se o papel no fundo do funil de büchner e monta-se o sistema como na figura 7. Molha-se o papel de filtro com um pouco do líquido que se vai filtrar e liga-se imediatamente o sistema de vácuo (veja adiante) para provocar a aderência do papel à placa do funil. Em seguida derrama-se a mistura a ser filtrada.

Quando parar de pingar líquido, deve-se pressionar o sólido que foi recolhido no funil com algum objeto mais ou menos plano (por exemplo, com o fundo *limpo* de um erlenmeyer pequeno, ou com uma espátula em forma de colher) para remover mais líquido ainda. Deixa-se depois passando ar por mais algum tempo.

Lavar o sólido. Para lavar o sólido que foi separado, com a finalidade de remover tanto quanto possível a solução original que está molhando o sólido, a primeira providência que você deve tomar é **desligar o sistema de vácuo** (leia instruções adiante). Molha-se então o sólido com o líquido apropriado (água, água gelada, outro solvente, etc) e mexe-se o sólido empapado de líquido com um bastão de vidro ou espátula, *tomando o máximo cuidado para não rasgar ou deslocar o papel de filtro*. Volta-se então a ligar o sistema de vácuo para remover o líquido de lavagem.

Vácuo. Para remover o ar, ou reduzir a pressão nas operações de filtração utilizamos geralmente uma trompa de água, também chamada de trompa de vácuo.*

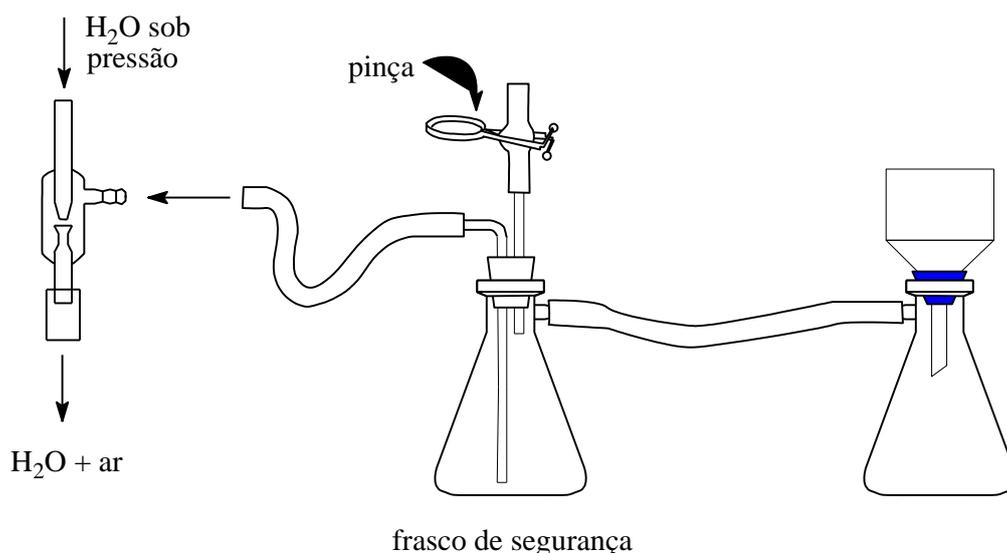


Figura 7. Trompa de água e frasco de segurança

* Existem também bombas eletro-mecânicas, mas não são muito apropriadas para essa finalidade.

Na figura 7 você pode ver um esquema simplificado de uma trompa de água, que é normalmente conectada diretamente a uma torneira de um encanamento de água que tenha uma pressão boa (como a que se obtém quando a caixa d'água está a uns 10 ou 20 metros acima do nível da torneira). Ao abrir a torneira, a água é injetada em grande velocidade pelo tubo, e sua velocidade torna-se ainda maior ao atravessar o estrangulamento. Quando a água passa pelo vão, arrasta com ela um pouco do ar que está no interior da trompa, reduzindo a pressão.

Com uma trompa bem eficiente é possível remover grandes quantidades de ar em pouco tempo, fazendo um bom vácuo no interior de sistemas pequenos (como os que vamos usar) em poucos segundos. A pressão mínima que se pode obter, porém, é a pressão de vapor da água na temperatura de trabalho. Para as temperaturas ambientes normais em nossos laboratórios essa pressão é entre 15 e 35 mmHg, geralmente.

O *frasco de segurança* que você vê representado na figura 7 é essencial para trabalhar com trompas de água. Ocorre que, depois de fazer vácuo em um sistema, a água que passa pela trompa segue seu trajeto normal devido à inércia de seu movimento; se a torneira da trompa for acidentalmente fechada, ou se algum cisco entupir o estrangulamento da trompa, o fluxo de água pára e a água que estiver na parte inferior da trompa é forçada, pela pressão atmosférica, para dentro de seu sistema. Sem o frasco de segurança ela cairia diretamente em sua solução no kitassato, podendo assim arruinar seu trabalho.

Estude bem o desenho do frasco de segurança e procure compreender como ele funciona. Observe que se você abrir a pinça que aperta o tubo de borracha, você deixará entrar ar no sistema, “desligando” assim o vácuo mesmo com a trompa funcionando.

Desligar o sistema de vácuo. Quando usamos, nas instruções para “lavar”, a expressão *desligar o sistema de vácuo* (operação que você também tem que fazer quando termina a filtração e vai desmontar o sistema), queremos dizer que você deve *abrir a pinça* ou então soltar o tubo de borracha do frasco de kitazato.

Jamais feche a torneira da trompa para desligar o vácuo, pois isso provoca o retorno da água como explicado acima. A torneira da trompa só pode ser fechada *depois* que você abriu o sistema.

Filtração a quente. Às vezes é necessário filtrar uma solução enquanto ela ainda está quente; não podemos deixá-la esfriar, nem durante a filtração, porque se ela esfriar, o composto que estamos querendo obter (em uma solução *filtrada*) cristalizará e ficará retido no papel ou no funil. Podemos usar tanto a filtração comum, por gravidade, como a filtração a vácuo; em qualquer caso, a principal providência que devemos tomar é *aquecer o funil em uma estufa*, e fazer a filtração com o funil ainda quente.

Naturalmente, a filtração comum pode não dar resultado por ser mais demorada; durante o tempo necessário para filtrar, tanto o funil como a solução podem esfriar e o material dissolvido cristaliza e uma parte dele fica no papel. A filtração a vácuo, bem mais rápida, em geral funciona muito bem. Se a solução filtrada que está dentro do kitassato esfriar e ocorrer a cristalização, não tem importância; ela já foi filtrada, e basta reaquecê-la para dissolver novamente o sólido, e então a solução quente poderá ser transferida para onde se desejar.

Para despejar uma solução quente num funil é preciso tomar cuidado para não se queimar. Se a solução estiver em um béquer, é possível que você possa pegar o béquer diretamente com as mãos, segurando bem na borda superior, e derramar o líquido sem se queimar; não é aconselhável

fazer isso, no entanto; é mais seguro pegar o béquer com uma luva de amianto, com um pano* ou com uma pinça apropriada. Um erlenmeyer pequeno é quase impossível de manejar com os dedos sem sofrer queimaduras, pois o gargalo é relativamente pequeno e quando o líquido quente passar por ele, tudo será aquecido, não sobrando um lugar mais frio para pôr os dedos. Use sempre uma pinça ou uma garra.

A operação de filtração a quente é comumente utilizada como parte da recristalização, para separar impurezas insolúveis (como areia, ou poeira comum) antes que o material desejado cristalize. Por mais cuidado que você tome, a filtração acarretará, invariavelmente, alguma perda de material. Portanto, se ao fazer uma recristalização você obtiver uma solução quente bem límpida, e você não puder ver nenhum traço de impurezas insolúveis, é mais aconselhável *não* fazer a filtração a quente, para evitar perdas inúteis. *Neste experimento especificamente, porém, você deve fazer a filtração a quente independentemente de quaisquer considerações, pois nossa finalidade é aprender a fazer essas operações.*

Transferência eficiente do sólido. Ao fazer uma filtração, você pode estar interessado no sólido (que fica retido), no líquido que passa ou em ambos. Se o sólido é um dos produtos que você deseja, naturalmente é necessário empenhar-se, ao derramar a mistura no funil, para que a maior quantidade possível de sólido vá para o funil, sem deixar quase nada no recipiente onde estava a mistura. A seqüência exata de operações que você deve realizar varia com as quantidades de sólido, de solução, com o tamanho do funil, etc. Algumas recomendações gerais podem ser assim resumidas:

1. Sempre agite a mistura imediatamente antes de derramar no funil, fazendo com que o sólido seja suspenso na solução.
2. Ao terminar de despejar uma mistura no funil, use um bastão de vidro ou espátula para arrastar a maior parte do sólido que ficou para trás.
3. Se ainda restou uma quantidade de sólido no recipiente original que seja *maior* do que a quantidade que você esteja disposto a perder, jogue no recipiente original um pouco da solução já *filtrada* (a chamada “água-mãe” dos cristais) para suspender os cristais e ajudar a transferí-los para o funil.

Secagem do sólido. Após filtrar e lavar os cristais, é necessário promover a evaporação do solvente que ainda está molhando o sólido. Essa operação é chamada de secagem, e pode ser feita *a quente* (em uma estufa), *ao ar* (na temperatura ambiente) ou *em um dessecador* (sob pressão normal ou a vácuo). A escolha do método a ser usado é feita em função da disponibilidade de tempo (secar ao ar demora bastante, às vezes 1 dia ou mais), da estabilidade do produto (alguns produtos decompõem-se por aquecimento), etc.

Em qualquer caso é importante que o sólido esteja espalhado em uma superfície ampla, para facilitar a evaporação. Em geral usa-se para essa finalidade um *vidro de relógio*, que tem a forma de uma calota esférica.

* Se você vai retirar o béquer de perto do fogo com um pano, cuidado para não atear fogo no pano!

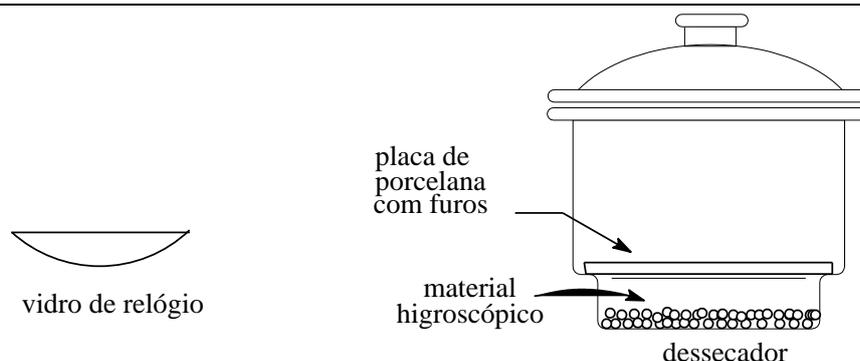


Figura 8. Vidro de relógio e dessecador

Recristalização. Toda a seqüência de operações que você terá que realizar na recristalização está descrita em detalhes na parte experimental. Aqui daremos apenas um resumo desprovido dos detalhes para que você possa ter uma visão global do processo.

Resumo das operações necessárias para fazer uma recristalização:

1. Dissolução do sólido num solvente quente.
2. Filtração da solução quente para reter as impurezas insolúveis.
3. Resfriamento da solução para que ocorra a cristalização da substância.
4. Filtração para separar o sólido cristalizado da água-mãe.
5. Lavagem do sólido
6. Secagem do sólido

3. Pré-Exercícios de Laboratório (PEL)

- a) Descreva as propriedades físico-químicas (polaridade, densidade, estado físico, solubilidade...) e escreva as fórmulas moleculares e estruturais de cada substância utilizada neste experimento.
- b) Discuta se uma determinada substância pode ser solúvel em solventes com polaridades diferentes como água e hexano.
- c) Discuta a validade da seguinte afirmativa: *a solubilidade das substâncias aumenta com a temperatura.*
- d) Discuta a aplicabilidade da cristalização seletiva e em que situações é recomendada.
- e) Faça, em seu caderno, um fluxograma com todo o procedimento experimental que será realizado no laboratório. Elabore também um fluxograma dos dados que serão coletados, deixando prontas em seu caderno de laboratório as tabelas que serão usadas.
- f) Pesquise a **FISPO** para cada uma das substâncias que serão utilizadas, destacando os principais riscos que ela pode oferecer, os principais cuidados que se deve tomar no seu manuseio e formas de descarte.

4. Procedimento experimental

4.1 Testes de Solubilidade

Parte A

1. Coloque em um tubo de ensaio aproximadamente 5 mL de água (solvente). Adicione no tubo uma ponta de espátula de açúcar (soluto). Observe as características do sistema. Agite e observe se a dissolução foi total. Caso afirmativo, adicione, gradativamente, açúcar ao tubo e agite até que a

erlenmeyer em um banho de gelo e água e mantenha-o nessa temperatura (0°C).^{*} Agite bem. Deve ocorrer cristalização de parte do sólido.

Pese um erlenmeyer de 50 mL limpo e seco na balança analítica. Com uma pipeta, retire 1mL da solução do erlenmeyer que está no banho de gelo, tomando cuidado para não retirar nenhum sólido cristalizado, e coloque no erlenmeyer seco e tarado. Pese novamente o erlenmeyer e calcule o peso da solução. Coloque agora esse erlenmeyer na estufa e deixe secar. Esfrie e pese novamente, determinando assim o peso do sólido que estava dissolvido.

Calcule a solubilidade do sólido em água a 0°C (em g de sólido/ g de água).

4.3 Cristalização seletiva

Meça, *com a proveta*, 25 mL de água (destilada!), coloque no erlenmeyer de 125 mL e faça uma marca no nível do líquido que lhe permita saber mais tarde se a solução no interior desse erlenmeyer tem ou não um volume de 25 mL.

Pese 40 g de dicromato de potássio em um béquer de 50 mL, e 10 g de cloreto de potássio em outro béquer (também de 50 mL); transfira os dois sólidos para o erlenmeyer de 125 mL (que já contém 25 mL de água) e adicione mais 40 mL de água (total 65 mL de H₂O). Agite bem e note se todo o sólido se dissolve à temperatura ambiente.

Aqueça a mistura, utilizando um bico de bunsen (**cuidado!**), agitando freqüentemente, até a ebulição; mantenha nessa temperatura, agitando, até o sólido se dissolver (a dissolução deve ser rápida e completa; não fique fervendo muito tempo ou você perderá muita água).

Retire do fogo e deixe esfriar até a temperatura ambiente; em seguida, coloque em um banho de gelo e água e agite de vez em quando para que a temperatura da mistura baixe para 0 °C. Esfrie, simultaneamente, o funil de büchner *de tamanho médio* no mesmo banho de gelo.

Filtre a vácuo para separar os cristais, usando parte do líquido filtrado para ajudar a transferir tanto quanto possível os cristais do erlenmeyer para o funil. Quando terminar a transferência, retorne o líquido filtrado (a *água mãe*) para o erlenmeyer e aqueça para ferver (**cuidado!**). Deixe fervendo e evaporando até que o volume se reduza a 25 mL (de acordo com a marca que você fez no começo do experimento).

Enquanto o líquido está sendo aquecido retire os cristais do funil, coloque em um vidro de relógio *de tamanho médio* previamente pesado e leve a uma estufa a 100 °C para secar. Pese o produto depois de seco. Qual a cor desses cristais?

Quando o volume do líquido se reduzir a 25 mL retire o erlenmeyer do fogo e deixe esfriar até a temperatura ambiente (mas **não** abaixo de 20°C) e depois, com um banho de água e um pouco de gelo, se necessário, resfrie o líquido a 20°C (essa temperatura é importante; meça com o termômetro colocado dentro do erlenmeyer).

Filtre a vácuo para separar os cristais, usando o funil de büchner *pequeno*, e lave com muito pouca água gelada (0°C). Qual a cor desses cristais? Transfira-os para um vidro de relógio *pequeno*, seque em estufa a 100°C por 1 hora e pese.

4.4 Recristalização do ácido benzóico

^{*}O líquido contido no Erlenmeyer pode trocar calor com o banho de gelo apenas através do vidro (que não é tão bom condutor de calor) do erlenmeyer, e pode trocar calor com o meio ambiente através do ar. Por isso, é muito difícil obter uma temperatura de exatamente 0°C para o líquido que está dentro do erlenmeyer, pois sua temperatura fica sempre 1-2°C acima. *Não se preocupe com isso.*

Pese 1 g de ácido benzóico impuro e transfira para um erlenmeyer de 50 mL limpo. Adicione 10 mL de água destilada. Em um béquer de 250 mL coloque apenas água destilada (~100 mL).

Aqueça lentamente até a ebulição, com um bico de bunsen ou chapa de aquecimento, o béquer com água e o erlenmeyer contendo água e ácido benzóico.

Observe o erlenmeyer: quando o líquido em seu interior começar a ferver, vá acrescentando água quente (retirada do béquer) em porções de 1 mL até que a solução esteja límpida ou que não pareça ocorrer mais dissolução do sólido.

Registre o volume total de água utilizada (não deve ser muito mais que 40 mL).

Filtre a solução a quente (utilize o funil de büchner *pequeno* aquecido na estufa por 15 minutos a 100°C) . Lave o frasco vazio (erlenmeyer) com 1 ou 2 mL de água quente e filtre esta solução de lavagem, junto com a principal.

Cubra o frasco contendo o filtrado com um béquer invertido deixe-o esfriar até a temperatura ambiente. Complete a cristalização colocando o frasco em um banho de gelo por 15 minutos. Recolha os cristais brancos por filtração por sucção (*funil pequeno*) e lave-os com duas pequenas porções de água gelada.

Com uma espátula ou bastão de vidro pressione os cristais sobre o papel de filtro e deixe-os secar ao ar. Transfira-os para um vidro de relógio *pequeno* previamente pesado e pese novamente. Calcule a porcentagem de recuperação.

Guarde o ácido benzóico recristalizado no vidrinho apropriado para determinar o ponto de fusão na próxima aula!

5. Sugestões para elaboração do relatório

Não se esqueça de:

- verificar o que é o Debye, unidade de momento dipolar. Analisar a polaridade das substâncias utilizadas e comparar a sua análise com o valor do momento dipolar que encontrará na literatura ou em *Handbooks*.
- discutir a dissolução de uma substância polar e de uma apolar em diferentes solventes polares e apolares. Compare as suas previsões com solubilidades experimentais
- discutir as observações que você fez ao longo do experimento

Responda às seguintes questões:

- Ao entrar no mar, basta um mergulho para perceber que a água é salgada. No entanto, em rios e lagos, a água não é salgada, sendo então chamada de água doce. Por quê?
- Em dias de calor, um refrigerante até que cai bem, principalmente aqueles com bastante gás (gás carbônico da água gaseificada, um dos ingredientes do refrigerante). No entanto, quando se bebe um refrigerante que não está gelado, costuma-se dizer que o refrigerante está sem gás. Por que o refrigerante “perde” o gás quando está quente?
- Você certamente já deve ter ouvido falar que as distribuidoras de combustíveis adicionam etanol anidro (isento de água) à gasolina. Segundo a legislação, qual a quantidade máxima de etanol anidro que pode ser adicionado à gasolina? Por que essa quantidade não pode ser superior a esse valor e por que o álcool adicionado deve ser anidro?

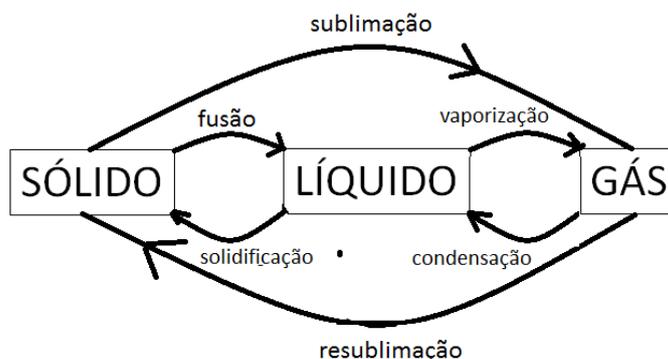
6. Referências Bibliográficas

CONSTANTINO, M. G.; SILVA, G. V. J.; DONATE, P. M. **Fundamentos de Química Experimental**. São Paulo: EDUSP, 2004.

Experimento 6 – Ponto de ebulição e destilação

1. Introdução

As substâncias puras se apresentam em três estados, de acordo com as condições externas (pressão e temperatura). Esses estados são os estados gasoso, líquido e sólido. Mudanças de pressão e/ou temperatura podem resultar em mudanças de estado. Essas mudanças são chamadas mudanças de fases:



O diagrama de fases é um diagrama p,T ou p,V ou V,T no qual as curvas de equilíbrio entre fases são indicadas. Por exemplo, um diagrama pressão-temperatura mostra as seguintes condições de equilíbrio: gas-líquido, gas-sólido e líquido-sólido.

A Figura 1 representa o diagrama de fases da água pura. Nesse diagrama, as linhas OA, AC e AD são as curvas de coexistência:

- 1) entre a fase sólida e a fase gasosa (OA).
- 2) entre a fase líquida e a fase gasosa (AC).
- 3) entre a fase líquida e a fase sólida (AD)

OA é chamada curva de sublimação/condensação, AC de ebulição/liquefação e AD de fusão/solidificação.

Se considerarmos as mudanças de fase da água, ebulição e fusão, podemos dizer que: Linha AC representa a curva da temperatura de ebulição da água em função da pressão e Linha AD corresponde à curva da temperatura de fusão do gelo em função da pressão.

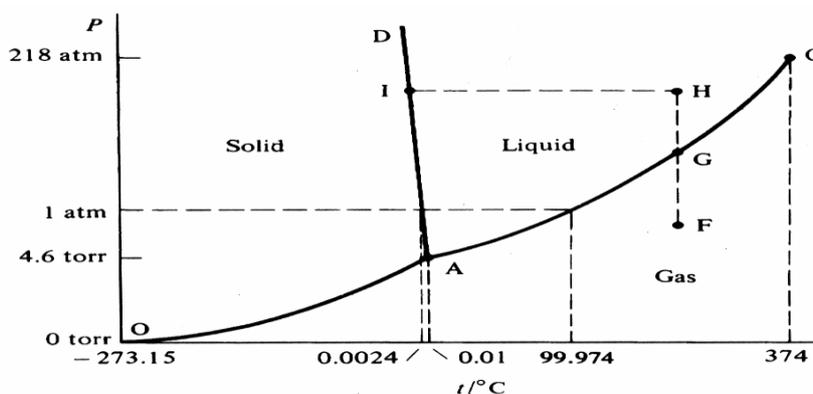


Figura 1. Diagrama de fases da água pura.

Define-se a temperatura de ebulição ou o ponto de ebulição (T_{eb}) de um líquido à pressão P , como sendo a temperatura na qual o líquido está em equilíbrio com seu vapor. Essa

mudança de fase ocorre quando a pressão de vapor do líquido se iguala à pressão atmosférica se o líquido não estiver confinado, isto é, se ele se encontrar em um recipiente aberto. Inversamente para o mesmo sistema, se a pressão de vapor do líquido for igual a 1 atm, o líquido estará em ebulição e essa temperatura será denominada *temperatura (ou ponto) normal de ebulição*. Lembre-se que a pressão de vapor de uma substância é a pressão exercida pelo seu vapor quando a fase condensada e o vapor estão em equilíbrio.

A temperatura (o ponto) de fusão de um sólido à pressão P é definido como a temperatura na qual a fase sólida e a fase líquida se encontram em equilíbrio. Quando a pressão P é igual a 1 atm, essa temperatura é denominada denominada *temperatura (ponto) normal de fusão*.

Um composto sólido de alto grau de pureza funde-se a uma temperatura bem definida, isto é, o intervalo da fusão não excede 1,0°C. O intervalo de fusão é a diferença entre a temperatura em que se observa o início da fusão e a temperatura do final da fusão.

A presença de impurezas produz um aumento do intervalo de fusão porque a fusão se inicia em temperaturas mais baixas que a observada para a substância pura mas a fusão sempre se completa na mesma temperatura do final da fusão da substância pura. O ponto de fusão é, portanto, um valioso critério de pureza.

A presença de pequenas quantidades de impurezas miscíveis ou parcialmente miscíveis produz um considerável aumento no intervalo de fusão, e provoca o início da fusão a uma temperatura inferior ao ponto de fusão da amostra pura. O ponto de fusão é, portanto, um valioso critério de pureza.

O método experimental de uso mais comum para se determinar o ponto de fusão consiste em colocar uma pequena quantidade (cerca de 1 mg) de substância em um tubo capilar que se prende a um termômetro; imerge-se o conjunto em um banho líquido e aquece-se, observando a temperatura em que a fusão ocorre.

A escolha do banho líquido depende, evidentemente, do ponto de fusão a ser determinado. Atualmente, os óleos de silicone são os líquidos mais empregados para esses banhos em virtude de sua estabilidade, resistência ao calor (podem ser aquecidos a temperaturas bem superiores a 200 °C, conforme o tipo de óleo), e por não serem inflamáveis nem corrosivos. São, porém, um pouco caros, de forma que, quando a temperatura de fusão a ser medida assim o permite, outros líquidos são ainda bastante usados, como por exemplo glicerina, parafina líquida, etc.

Acompanhe agora a Figura 2. Partindo-se, por exemplo, de uma amostra no estado sólido a uma determinada temperatura, pode-se submetê-la a um aquecimento constante (linha A). A amostra sólida começa a fundir, na região correspondente a um patamar de temperatura (linha B), que representa o Ponto de Fusão (PF) da amostra. Transformada em líquido, a amostra continua sendo aquecida (linha C) até entrar em ebulição, num segundo patamar de temperatura (linha D), que corresponde ao Ponto de Ebulição da amostra. Mesmo depois de transformada em gás, a amostra pode continuar sendo aquecida (linha E).

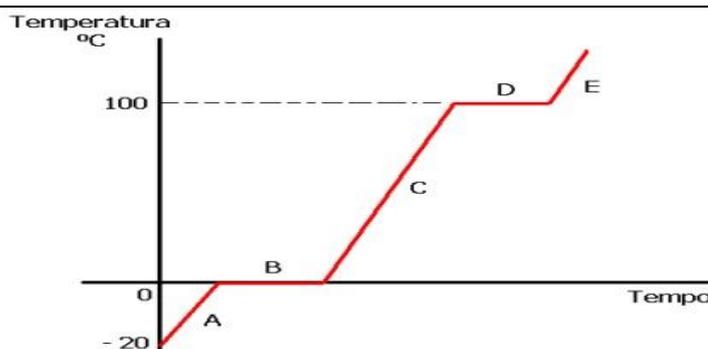


Figura 2. Curva de aquecimento de uma amostra em função do tempo.

1.1 Destilação

Destilação é o mais importante método para purificação de líquidos. Há dois tipos de purificação que se pode realizar por destilação:

- Separção de um líquido volátil de substâncias não voláteis (a purificação da água "de torneira" por destilação é um exemplo, pois a principal modificação que ocorre neste processo é a separação da água dos vários sais, óxidos, etc., que se encontravam dissolvidos ou suspensos).
- Separção de um líquido volátil de outros líquidos voláteis; para que essa separação seja possível é essencial que haja diferença entre os pontos de ebulição. Quando essa diferença é grande, ou quando não é necessária uma separação muito eficiente, pode-se empregar destilação simples (emprega-se, por exemplo, uma destilação simples para separar a aguardente* de cana da maior parte da mistura da fermentação, constituída principalmente por água). Já quando a diferença entre os pontos de ebulição for pequena, ou quando é necessária uma separação bem eficiente, é necessário recorrer a uma destilação fracionada (empregada, por exemplo, para separar o álcool [96 °GL] da água durante sua fabricação, ou para separar as várias frações do petróleo como pentano, hexano, gasolina, nafta, querosene, etc.).**

A técnica da destilação compreende duas operações: vaporização e condensação. No laboratório, a vaporização é feita num balão, aquecido geralmente com um banho de óleo ou com uma manta elétrica; a condensação é feita em um condensador. O ponto de ebulição pode ser observado com um termômetro colocado de forma a medir a temperatura do vapor em um ponto próximo da saída para o condensador.

Teoria relacionada à destilação

Pressão de vapor: se um líquido for introduzido num espaço fechado no qual havia sido feito vácuo, o líquido evaporará até que o vapor atinja uma pressão determinada que depende apenas da temperatura. Essa pressão é chamada *pressão de vapor* do líquido, e sempre aumenta com o aumento de temperatura. A variação da pressão de vapor com a temperatura é dada de forma aproximada pela seguinte expressão:

$$\log p = c - \frac{a}{T}$$

onde **a** e **c** são constantes para a substância. Essa expressão significa que o gráfico do logaritmo da pressão de vapor *versus* o inverso da temperatura *absoluta* é uma linha reta. Podemos assim determinar, de forma aproximada, a pressão de vapor de um líquido a qualquer temperatura conhecendo apenas a pressão de vapor em *duas* temperaturas diferentes (dois pontos no gráfico já determinam a linha reta).

Ponto de ebulição: quando aquecemos um líquido *em um sistema aberto* sua pressão de vapor vai aumentando gradualmente; no momento em que a pressão de vapor igualar a pressão externa exercida sobre o líquido (por exemplo, a pressão atmosférica), bolhas de vapor começam a se formar no interior do líquido. Dizemos que o líquido entra em *ebulição* e a temperatura na qual isso ocorre é chamada *ponto de ebulição* naquela pressão. Se o líquido for uma substância pura, a temperatura não se altera durante a ebulição; ao aumentarmos o fornecimento de calor provocamos uma ebulição mais forte, isto é, forma-se mais vapor por unidade de tempo, mas a temperatura permanece constante.

Um ponto importante a ser observado é o seguinte: para manter um líquido em ebulição aquecendo-o com um banho de óleo é necessário que a temperatura do banho de óleo esteja *acima* do ponto de ebulição do líquido (20 a 30 °C acima produz bons resultados práticos); isto ocorre porque o líquido, estando na temperatura de ebulição, precisa receber uma quantidade adicional de calor (chamado calor de vaporização) para transformar-se em vapor. Naturalmente, o banho de óleo só pode transferir calor para o líquido se estiver mais quente que ele.

Superaquecimento - ebulição tumultuosa: freqüentemente a ebulição de um líquido (principalmente quando o líquido for impuro) não se dá de forma regular: grandes bolhas de vapor são formadas subitamente, produzindo pequenos estouros, geralmente seguidos de intensa ebulição, e a seguir o líquido fica muito quieto por algum tempo para logo depois "estourar" novamente, etc. *É impossível fazer uma boa destilação nessas condições.* Para uma boa destilação é imprescindível uma ebulição *suave*. A principal causa de ebulição tumultuosa é um aquecimento irregular: partes do balão ficam muito mais quentes do que outras e ocorrem transferências súbitas de calor, provocando o tumulto. A melhor maneira de reduzir esse problema é utilizar uma *agitação eficiente*. Quando a agitação não é possível, pode-se também obter bons resultados juntando cacos de porcelana ao líquido: os cacos liberam pequenas bolhas de ar que, além de agitar, facilitam a formação de vapor e evitam o superaquecimento; os próprios cacos ajudam também a agitar. ***Nunca adicione cacos de porcelana a um líquido quente:*** isto poderia provocar uma forte ebulição com consequências desastrosas.

Destilação fracionada: o objetivo da destilação fracionada é de separar os componentes de uma mistura de líquidos voláteis. Como já salientado anteriormente, é necessário que haja diferença entre os pontos de ebulição dos líquidos. Vamos restringir nossa discussão a uma mistura *binária* (apenas dois líquidos), *homogênea* (os líquidos são miscíveis) e *ideal* (não há calor de dissolução, etc.); tal solução segue a **lei de Raoult:** *a pressão de vapor (p_A) de um componente (A) de uma solução a uma*

certa temperatura é igual à pressão de vapor da mesma substância pura (p_A^0) multiplicada pela fração molar dessa substância na solução (x_A^l) (a fração molar de A é igual ao número de moles de A dividido pelo número total de moles existente na solução), ou seja:

$$p_A = p_A^0 X_A^l$$

Em uma mistura de dois componentes, a pressão de vapor de cada líquido será:

$$p_A = p_A^0 X_A^l \quad p_B = p_B^0 X_B^l$$

E a pressão total será a soma das pressões parciais:

$$p = p_A + p_B = p_A^0 X_A^l + p_B^0 X_B^l$$

Esta equação fornece a pressão de vapor de uma *mistura ideal* de líquidos a uma certa temperatura, conhecendo-se a composição da mistura e a pressão de vapor de cada líquido na mesma temperatura. O ponto de ebulição dessa mistura será a temperatura na qual a pressão p acima for igual à pressão atmosférica. Com um computador esses cálculos podem ser realizados com grande facilidade, e dessa forma foi traçada a curva inferior (curva do ponto de ebulição) da figura 3.

É comum o estudante pensar que, ao aquecer uma mistura de líquidos de pontos de ebulição diferentes, apenas o líquido mais volátil se transformará em vapor inicialmente. É fácil ver que isso não é verdade pela equação acima, pois ambos os líquidos têm pressão de vapor acima de zero a qualquer temperatura, de forma que o vapor da mistura, *a qualquer temperatura*, contém vapores de **ambos** os componentes! De fato podemos mesmo *calcular a composição do vapor* a qualquer temperatura, considerando que as pressões de vapor são proporcionais às frações molares *na fase de vapor* (X_A^v e X_B^v), ou seja:

$$p_A = kX_A^v \quad p_B = kX_B^v$$

$$p_A + p_B = kX_A^v + kX_B^v = k(X_A^v + X_B^v) = k$$

(pois $X_A^v + X_B^v = 1$); substituindo k na equação inicial:

$$p_A = (p_A + p_B)X_A^v \quad \text{ou} \quad X_A^v = \frac{p_A}{p_A + p_B} = \frac{p_A^0 X_A^l}{p_A^0 X_A^l + p_B^0 X_B^l} = \frac{p_A^0 X_A^l}{p}$$

O gráfico de X_A^v versus a temperatura (lembrar que p_A e p_B são funções da temperatura) fornece a curva superior da figura 3, a curva da composição do vapor (lembrar que X_B^v está presente no mesmo gráfico, pois $X_B^v = 1 - X_A^v$).

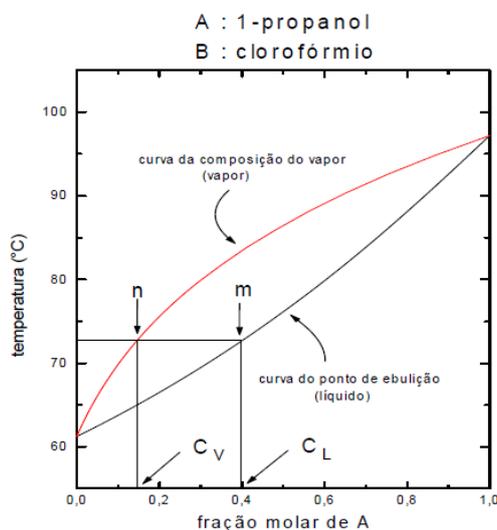


Figura 3 - Curvas de ponto de ebulição e de composição do vapor de misturas de 1-propanol e clorofórmio

Qual o significado do gráfico da figura 3?

Imagine que dispomos de uma mistura líquida contendo 0,4 mol de 1- propanol (A) e 0,6 mol de clorofórmio (B); esta composição corresponde à reta vertical que passa pelo ponto CL (e

pelo ponto **m**) no gráfico. Se imaginarmos essa mistura líquida sendo gradualmente aquecida, isso seria representado no gráfico por um ponto deslocando-se para cima nessa reta vertical até atingir o ponto **m**; aí terá sido atingido o ponto de ebulição e a temperatura do líquido não sobe mais. A temperatura de ebulição (72,5 °C) pode ser lida traçando-se uma reta horizontal pelo ponto **m**.

A composição do vapor que se desprende dessa mistura em ebulição pode ser encontrada com auxílio da curva da composição do vapor: no ponto **n** essa curva encontra a reta que corresponde à temperatura do vapor (que é a mesma que a temperatura do líquido em ebulição); tr

çando uma vertical pelo ponto **n**, encontramos CV, mostrando que o vapor é constituído de 0,15 mol de A para cada 0,85 mol de B. Assim o vapor é consideravelmente mais rico em clorofórmio (o componente mais volátil) do que o líquido, mas *o vapor não contém apenas o líquido mais volátil* como poderia pensar uma pessoa desavisada.

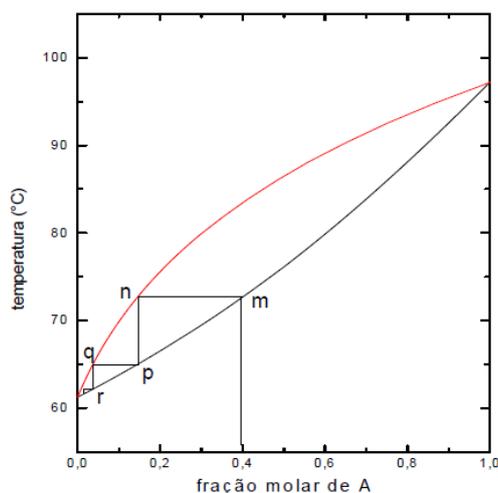


Figura 4 - Destilações sucessivas

Como seria possível obter uma separação eficiente dos dois líquidos?

Observe a figura 3: ao destilarmos a mistura líquida de composição CL obtemos o vapor de composição CV (na verdade isso só ocorre no início da destilação, pois a composição do líquido vai se alterando à medida que a mistura vai sendo destilada, mas vamos ignorar isso para simplificar); se condensarmos esse vapor vamos obter um líquido de composição CV (mais rico no componente mais volátil que a mistura líquida original); o que ocorre agora se destilarmos este líquido recém-obtido?

Observe a figura 4 e procure compreender que, se formos fazendo, sucessivamente, destilação, condensação do vapor e destilação do líquido obtido, estaremos percorrendo o caminho estabelecido pelos pontos **m, n, p, q, r**, etc., ao longo dos segmentos de reta que unem esses pontos. O líquido obtido após cada destilação fica cada vez mais pobre no componente menos volátil, e cada vez mais rico no mais volátil.

A *destilação fracionada* nada mais é que um método engenhoso de fazer sucessivas destilações dentro de um mesmo aparelho e numa única operação, sem necessidade de recolher líquidos para depois destilar novamente. Consiste em fazer o vapor atravessar uma longa coluna, de preferência de superfície acidentada, onde o vapor condensa-se parcialmente, escorrendo de volta ao balão; o vapor quente que vem subindo pela coluna troca calor com o líquido que está descendo, e provoca nova destilação deste, ao mesmo tempo que o vapor condensa, etc. Consegue-se assim um resultado equivalente a um grande número de destilações numa única operação.

Prato teórico é a unidade teórica (geralmente uma *altura*) de uma coluna de fracionamento que consegue o enriquecimento no composto mais volátil correspondente a 1 destilação do líquido, isto é, correspondente a 1 dos degraus da figura 4.

No caso representado na figura 4 vemos que 3 pratos teóricos são suficientes para produzir clorofórmio razoavelmente puro no *início* da destilação da mistura de composição CL. Não se esqueça, porém, que conforme você for destilando, a mistura do balão estará se alterando (movendo-se para a direita na figura 4), e precisando cada vez de mais pratos teóricos para fornecer clorofórmio puro.

Em uma coluna de Vigreux de ~25 mm de diâmetro como a que você vai usar, a altura que corresponde a 1 prato teórico é de aproximadamente 12 cm.

É conveniente observar que há um número muito reduzido de misturas que se comportam realmente como soluções ideais; no entanto as conclusões acima expostas aplicam-se (pelo menos de forma aproximada) a praticamente todos os casos, *exceto* para as *misturas azeotrópicas*.

Em seu experimento você vai fazer a destilação de uma mistura de acetona e água em dois aparelhos diferentes, um destilador simples e um destilador com coluna de Vigreux; o número de pratos teóricos de um aparelho é bem diferente do número de pratos teóricos do outro. Você deverá anotar a temperatura do vapor no decorrer da destilação, usando o volume de líquido destilado como variável

independente, e depois deverá construir gráficos com os valores anotados. É claro que se ocorresse uma separação perfeita, correspondendo a infinitos pratos teóricos, seu gráfico deveria apresentar-se como na figura 5.

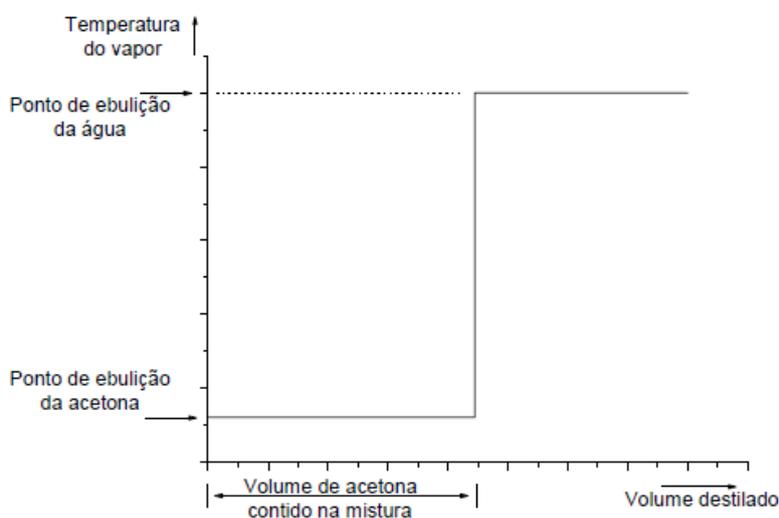


Figura 5 – Gráfico correspondente à uma separação perfeita da mistura acetona/água (infinitos pratos teóricos).

A separação, entretanto, não será perfeita, e os gráficos reais deverão apresentar mais linhas curvas do que retas. A figura 6 mostra várias curvas, cada uma correspondendo a um certo número de pratos teóricos, que foram calculadas através das fórmulas apresentadas neste texto.

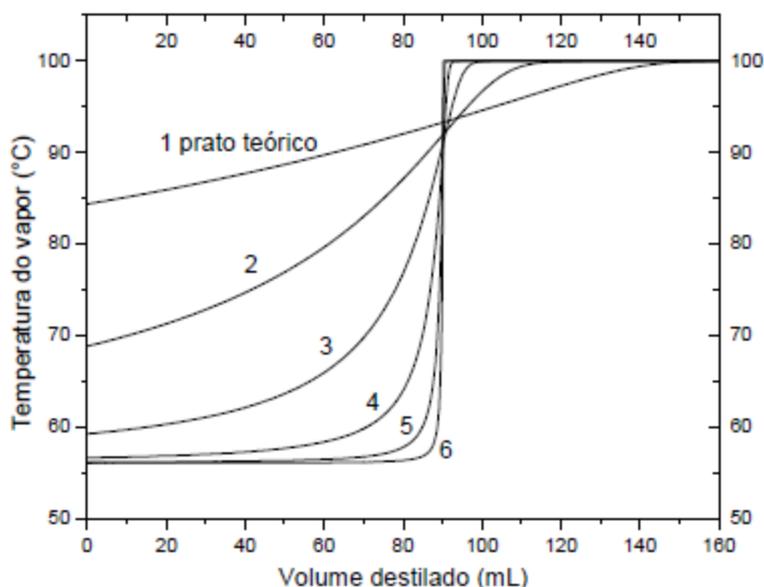


Figura 6 – Curvas calculadas (teóricas) para destilação da mistura acetona/água.

Examine esse gráfico cuidadosamente, procurando tirar o maior número de conclusões possível. Você percebe, por exemplo, que com 6 pratos teóricos já temos uma separação bem próxima da perfeita? Temos menos de 10 mL de destilado que devemos descartar por ser mistura; mais de 80 mL é acetona praticamente pura, e recuperamos também quase toda a água em forma pura. Já com menos de 5 pratos teóricos, não conseguimos praticamente nenhuma acetona pura; apenas a água é conseguida em forma pura nesses casos, e o volume de água pura obtida vai sempre diminuindo conforme se diminui o número de pratos teóricos.

Misturas azeotrópicas: um *azeótropo* é uma mistura de dois ou mais líquidos (de diferentes pontos de ebulição) que destila a temperatura constante e sem alterar sua composição (i.e., a composição do vapor é idêntica à do líquido). Apesar de ter *ponto de ebulição* e *composição definidos*, o azeótropo não pode ser considerado um composto químico porque sua composição muda quando se altera a pressão.

Entretanto, se a pressão é mantida constante, tudo se passa como se o azeótropo fosse realmente um composto durante uma destilação. Um azeótropo pode ter ponto de ebulição maior ou menor do que os líquidos que o constituem. Examine os exemplos na tabela 1 abaixo:

Tabela 1 – Dados sobre algumas misturas azeotrópicas.

Componente A	Componente B	pontos de ebulição (°C)			% A (m/m) no azeótropo
		A	B	azeótropo	
água	etanol	100,0	78,3	78,15	4,4
metanol	clorofórmio	64,7	61,2	53,5	12,5
água	ácido fórmico	100,0	100,8	107,1	22,5
acetona	clorofórmio	56,4	61,2	64,7	20
etanol	benzeno	78,3	80,1	67,9	31,7

Para uma mistura azeotrópica o gráfico correspondente ao das figuras 3 e 4 aparece como se fossem dois gráficos, colocados um ao lado do outro, cada um contendo uma figura similar à que aparece na figura 3, veja a figura 7 e a figura 8.

Conforme se pode ver pelas linhas traçadas no gráfico da figura 7, de qualquer dos lados que se começar uma destilação (fracionada e eficiente, bem entendido), em primeiro lugar sempre destilará o azeótropo; e *no fim da destilação, o que acontece?*

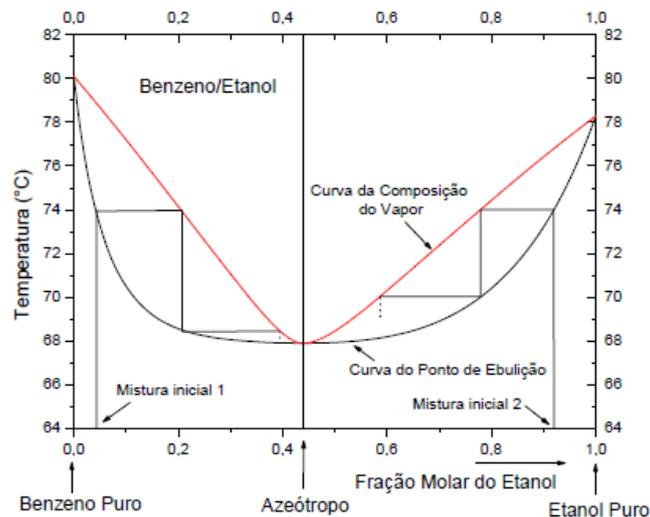


Figura 7 - Curvas para mistura azeotrópica com ponto de ebulição *menor* que os dos componentes.

Essas curvas para mistura azeotrópica foram calculadas através da Lei de Raoul Modificada (para casos não ideias): [a uma certa temperatura] $pX_i^v = \gamma_i p_i^0 X_i^l$, onde:

p_i^0 = pressão de vapor do componente i (puro)

X_i^l = fração molar do componente i na fase líquida

p = soma de todas as pressões parciais do sistema

X_i^v = fração molar do componente i na fase de vapor

γ_i = coeficiente de atividade (na fase líquida) do componente i

Os coeficientes de atividade foram calculados pelas equações do modelo de van Laar:

$$\ln \gamma_1 = \frac{\alpha}{\left(1 + \frac{\alpha X_1}{\beta X_2}\right)^2} \quad \ln \gamma_2 = \frac{\beta}{\left(1 + \frac{\beta X_2}{\alpha X_1}\right)^2}$$

As constantes de van Laar (α e β), por seu turno, foram calculadas a partir dos dados experimentais do azeótropo (ponto de ebulição da mistura azeotrópica e fração molar dos componentes dessa mistura).

Procure agora prever o que aconteceria durante uma destilação no caso da figura 8.

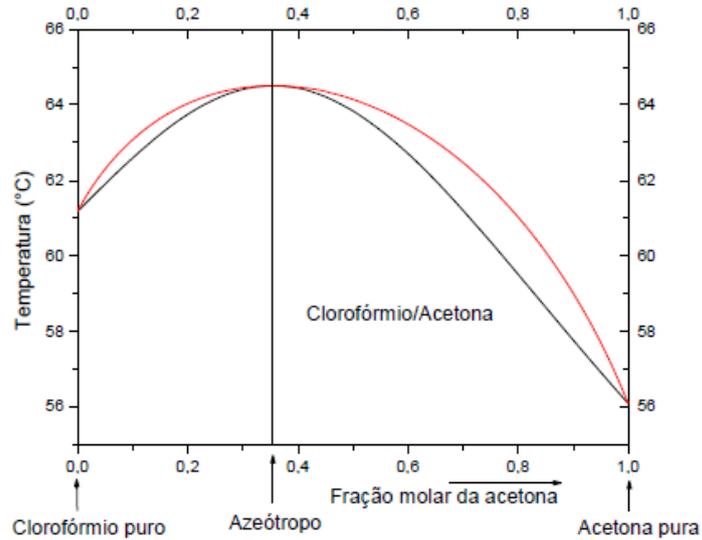


Figura 8 - Curvas para mistura azeotrópica com ponto de ebulição *maior* que os dos componentes.

As misturas azeotrópicas não são necessariamente *binárias*; existem muitas misturas azeotrópicas com mais de dois componentes. Uma mistura azeotrópica *ternária* de grande interesse é aquela constituída por água (7,4 % m/m), etanol (18,5 % m/m) e benzeno (74,1 % m/m); seu ponto de ebulição é 64,9 °C (*menor*, portanto, do que os pontos de ebulição de qualquer um dos componentes e *menor* também do que os pontos de ebulição das misturas azeotrópicas *binárias* água + etanol ou etanol + benzeno, verifique na tabela 1). Você consegue, com esses dados, imaginar como é possível produzir etanol anidro (absoluto, sem água) por destilação do álcool *hidratado** utilizando um pouco de benzeno? A importância do álcool anidro vem do fato de que o álcool hidratado é imiscível com os hidrocarbonetos que constituem a gasolina; para adicionar à gasolina, portanto, o etanol tem que ser, obrigatoriamente, anidro.

Destilação simples

A aparelhagem utilizada para fazer uma destilação simples está esquematizada de forma simplificada na figura abaixo.

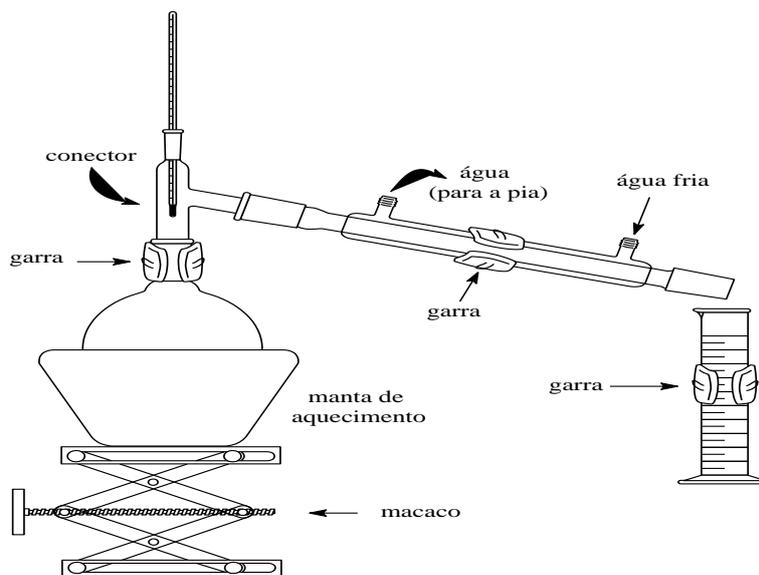


Figura 9. Aparelhagem para destilação simples.

Vamos destacar alguns pontos importantes sobre a montagem e a operação dessa aparelhagem:

- 1) É muito importante usar um macaco de laboratório (jack ou big-jack) sob a manta de aquecimento por questões de segurança. Se ocorrer acidentalmente um aquecimento muito forte da manta, pode haver ebulição muito violenta do líquido, e várias coisas podem acontecer resultando em princípio de incêndio. Se há um macaco sob a manta, você pode retirar o macaco e descer a manta com muita rapidez, evitando maiores perigos. Mas observe que isso só é possível se o balão estiver devidamente preso com uma garra!
- 2) Observe por onde deve entrar e sair a água no condensador. Você é capaz de imaginar o que vai acontecer se você inverter a entrada e a saída? Experimente e veja o que acontece.
- 3) Não se esqueça de juntar pedrinhas de ebulição no balão enquanto o líquido ainda está frio. Se esquecer, depois você vai ter que esperar até que ele esfrie para poder juntar as pedrinhas (Por quê? Você leu a teoria da destilação?).
- 4) Para montar o aparelho, coloque o líquido a ser destilado no balão (nunca encha um balão de destilação a mais de $\frac{3}{4}$ de seu volume; é preferível ficar na metade) e junte as pedrinhas. Prenda o balão com a garra e coloque a manta (fria! Verifique!) e o macaco no lugar; junte o conector com o termômetro. Prenda o condensador com a garra apropriada e aproxime-o do conector, ajustando a garra para que o condensador fique com o mesmo ângulo de inclinação que o braço lateral do conector. Afrouxe a garra do condensador, conecte-o ao conector e volte a fixar. Tome cuidado para não apertar a garra em posição errada; o vidro não aguenta muita força sem se quebrar.
- 5) Para usar, comece por fazer circular água no condensador. Em seguida ligue a manta no sistema elétrico apropriado (observe a voltagem, observe se a manta tem ou não regulador, etc.) e ponha o regulador de aquecimento mais ou menos a meio curso. Procure sentir com as mãos se o balão está mesmo sendo aquecido. Conforme for chegando próximo do ponto de ebulição, vá ajustando o regulador de aquecimento para obter uma ebulição suave. Se tudo correr bem você verá o vapor subir pelo tubo vertical (na verdade, você vê é o líquido que se forma pela condensação do vapor), condensando-se ao encontrar o tubo frio e retornando ao balão na forma de líquido; no ponto mais alto onde chega o vapor forma-se um nítido anel de líquido, que vai subindo aos poucos (se estiver subindo a mais de 1mm por segundo, o aquecimento está muito forte; diminua logo) (naturalmente, se o anel não estiver subindo, o aquecimento está fraco e deve ser aumentado). Quando o anel atinge o bulbo do termômetro, a temperatura marcada sobe rapidamente para o valor da temperatura do vapor. Logo depois o vapor atinge o braço lateral, alcança o condensador e a destilação começa. Ajuste agora o aquecimento para que destile 1 gota por segundo.
- 6) Se você estiver destilando uma mistura de líquidos, *lembre-se que a composição do líquido no balão está mudando continuamente*. O destilado tem uma quantidade *maior* do componente mais volátil do que a mistura original. Daí, a mistura do balão está sempre perdendo mais do componente mais volátil do que do componente menos volátil e, como consequência, seu ponto de ebulição está continuamente *aumentando*. **Para manter constante a velocidade de destilação, portanto, é necessário aumentar o aquecimento a intervalos apropriados.** (Se você estiver observando atentamente sua destilação, você saberá que o “intervalo apropriado” de tempo já passou porque a velocidade de destilação começa a diminuir.)

1.2 Destilação fracionada

A destilação fracionada é um pouco mais complicada. Aqui é muito importante que os líquidos sejam separados com a máxima eficiência possível. Para obter a máxima eficiência da

coluna de fracionamento, precisamos fazer uma destilação muito cuidadosa para que a “coluna” (a complexa mistura de vapores e líquidos que estão no interior da coluna) seja mantida o mais próxima possível do estado de equilíbrio. É por isso que o condensador agora utilizado é bem diferente, sendo como um condensador de “refluxo”, que pode fazer o líquido condensado voltar para dentro da coluna, assim permitindo o equilíbrio das trocas de calor que aí ocorrem, levando a coluna à máxima eficiência de separação. A aparelhagem a ser utilizada está esquematizada na Figura 10.

Observe a saída lateral existente no alto da cabeça de destilação (pode parecer “um mero detalhe” para uma pessoa negligente e distraída). É essa saída lateral que fornece a comunicação do interior do aparelho com a atmosfera, garantindo assim a segurança. Algumas cabeças de destilação têm desenho mais complicado, principalmente para poderem ser usadas sob vácuo ou em atmosfera inerte, mas em qualquer caso é necessário que haja comunicação do interior do aparelho com a atmosfera, ou com a linha de vácuo, ou com a linha de alimentação de gás inerte.

Agora observe o condensador existente na cabeça de destilação. É um condensador do tipo “dedo frio”, com uma saliência de vidro destinada a guiar o líquido que condensa no dedo frio, para que ele goteje no local desejado. Estude e tente compreender como funciona o fluxo de água refrigerante nesse condensador (você pode trocar a entrada pela saída de água? Se tiver dúvidas, experimente e veja o que acontece).

Na montagem do sistema, encha o balão com o líquido a ser destilado e junte pedrinhas de ebulição. Prenda o balão com uma garra. Coloque a manta (fria! Verifique!) no lugar, suportada pelo macaco. Ponha a coluna de vigreux no lugar e prenda também com uma garra em sua junta superior. Coloque a cabeça de destilação no lugar; não é imprescindível prender a cabeça com garra (ela é forte e suporta seu próprio peso pela junta), mas é aconselhável fazê-lo, para evitar que ela fique girando: coloque a garra na camisa que envolve o condensador de dedo frio. Ponha o termômetro com a rolha ou adaptador no lugar, ponha o condensador de dedo frio e faça as conexões com mangueiras para circular a água.

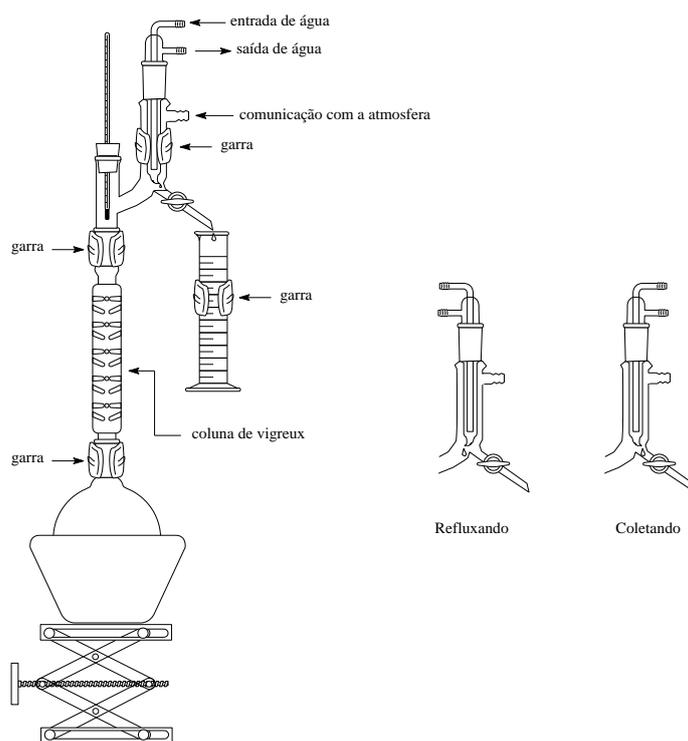


Figura 10. Aparelho para destilação fracionada.

Para usar, comece por fazer circular água no condensador. Gire o dedo frio para a posição de refluxo (líquido gotejando de volta para a coluna) e **feche** a torneira da cabeça de destilação. Princípe agora o aquecimento da manta. Observe o vapor subindo pela coluna de vigreux, atingindo o termômetro e, finalmente, chegando ao dedo frio e entrando em refluxo. Regule o aquecimento para que as gotas (que pingam da ponta do dedo frio) pinguem em uma velocidade de 30 a 60 gotas por minuto. Essa velocidade deve ser mantida durante toda a destilação; você acha que vai precisar mexer no aquecimento para manter essa velocidade de gotejamento constante?

Quando conseguir estabilizar a coluna com a velocidade desejada de gotejamento, vire o dedo frio para a posição de coletar. *Espere* até que o pequeno espaço entre a torneira e a saliência fique cheio de líquido, e o líquido volte a escorrer de volta para a coluna. *Só então* você deve começar a abrir a torneira, **bem devagar**, para ajustá-la no ponto em que, para cada 5 gotas que pinguem da ponta do dedo frio, 1 gota pingue da ponta da torneira para o recipiente coletor (portanto, 4 gotas de cada 5 voltam para a coluna). Note que o espaço entre a saliência e a torneira, deve ficar sempre cheio de líquido, pois esse líquido é que veda a saída para que o vapor não escape pela torneira para a atmosfera.

Destilação horizontal, ou **Destilação evaporativa**: quando se trabalha com quantidade muito pequena de substâncias líquidas (500 mg, 100 mg, 10 mg) fica difícil ou mesmo impossível fazer destilação do líquido das maneiras descritas até agora; com 10 mg, por exemplo, não há líquido suficiente nem para molhar o interior do destilador, por menor que o façamos (naturalmente, há um limite para a redução de tamanho dos destiladores, devido à interferência do efeito capilar, à dificuldade de produzir um termômetro, etc.). É comum, nesses casos, recorrermos à destilação horizontal, que funciona de forma um pouco diferente e por isso incluímos aqui uma breve descrição deste método, muito usado em laboratórios de pesquisa, apesar de que você não vai fazer destilação horizontal neste experimento.

Neste tipo de destilação utilizamos um balão conectado a um *coletor* que consiste de um tubo com uma bola (daí o nome em alemão, que é utilizado em vários países, *kugelrohr*), veja figura 11. O balão é colocado no interior de um forno cuja temperatura podemos regular à vontade e manter constante; a bola do coletor é resfriada com gelo seco, com gelo comum ou com algum solvente volátil. É comum a utilização de vácuo nesse tipo de operação, para facilitar a evaporação da substância a destilar.

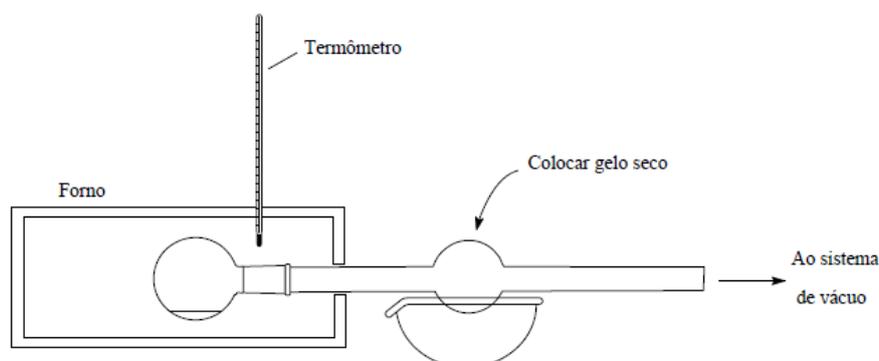


Figura 11. Destilação horizontal

Na destilação horizontal o líquido em geral não é aquecido até seu ponto de ebulição; antes de chegar ao ponto de ebulição, a evaporação já é bem pronunciada; o vapor que entra em contato

com a parte refrigerada pelo gelo seco condensa-se, e mais vapor vem repor o vapor condensado, e mais líquido se evapora.

Termina-se assim a destilação sem que o líquido tenha fervido. Você deve compreender que não há *proibição* de ferver o líquido; fazemos a destilação assim porque ela se processa em velocidade satisfatória dessa forma, não havendo necessidade de forçar o aquecimento para fazer o líquido ferver.

Essa destilação é ótima para separar substâncias relativamente voláteis de outras não voláteis (como polímeros que se formam como subprodutos de reações, compostos inorgânicos sólidos e estáveis como sulfato de sódio, sílica, ou mesmo poeira comum, etc.), mas de modo nenhum é possível separar duas substâncias de volatilidade comparável; não é possível fazer destilação *fracionada* desta maneira.

2. Pré-Exercícios de Laboratório (PEL)

- Elabore pelo menos duas questões que sejam pertinentes ao experimento em questão. (Obs: Evite elaborar questões do tipo “o que é” ou que possam ser respondidas apenas a partir da leitura do roteiro, ou seja, faça perguntas elaboradas de forma a fazer o respondente refletir.)
- Faça individualmente, no seu caderno, um fluxograma com todo o procedimento experimental que será realizado no laboratório que deve ser apresentado no dia do experimento, antes do início das atividades.
- Pesquise a FISPQ das substâncias envolvidas neste experimento.

4. Parte experimental

A. Destilação simples

Faça uma destilação simples de uma mistura de 70 g de água e 70 g (*quantos mL?*) de acetona, coletando o destilado em uma proveta. Anote a temperatura do vapor *logo após cair a primeira gota* (Observe bem este “detalhe”; só há interesse em anotar a temperatura **depois** que a destilação tiver começado, a primeira medida, portanto, deve ser feita **após** a primeira gota de líquido destilado ter sido coletada) e, depois, a cada 10 mL de destilado (isto é, leia e anote a temperatura do vapor nos momentos em que o destilado completa os volumes de 0, 10, 20, 30, 40, ... etc., mL). *Sempre deixe um pequeno resíduo* no balão de destilação (*jamaiz deixe secar* o balão - isso pode resultar em quebra).

B. Destilação fracionada

Prepare uma mistura de acetona e água idêntica à anterior e faça uma destilação fracionada com refluxo (usando cabeça de destilação); procure manter o refluxo em 30-60 gotas por minuto e colete uma gota para cada 5 que refluxam.

Determine a temperatura do vapor de acordo com o volume destilado, exatamente como foi feito no caso da destilação simples.

C. Destilação dos líquidos puros

Utilizando a aparelhagem de destilação simples, coloque no balão de destilação 120 mL de água e colete o destilado em uma proveta, sempre lendo e anotando a temperatura do vapor para cada 10 mL de destilado.

Repita esse procedimento usando, ao invés da água, 120 mL de acetona.

Observação: a destilação fracionada é muito demorada. Para que o experimento possa ser terminado durante o período de tempo disponível, **é necessário iniciar a destilação fracionada logo no começo da aula, e efetuar as destilações simples simultaneamente com a fracionada,** que durará quase todo o tempo da aula prática (4 horas).

5. Referências Bibliográficas

BUENO, W. A.; DEGRÈVE, L. **Manual de laboratório de Físico-Química.** São Paulo: McGraw-Hill, 1980.

GIESBRECHT, E. et al. **Experiências em Química: Técnicas e Conceitos Básicos.** São Paulo: Editora Moderna, 1979.

SILVA, R. R.; BOCCHI, N.; ROCHA FILHO, R. C. **Introdução à Química experimental.** São Paulo: McGraw-Hill, 1990.

CONSTANTINO, M. G.; SILVA, G. V. J.; DONATE, P. M. **Fundamentos de Química Experimental.** São Paulo: EDUSP, 2004.

Experimento 7 – Destilação e extração de óleos essenciais

1. Introdução

1.1 Técnicas experimentais

A destilação a vapor pode ser efetuada de várias maneiras diferentes. O vapor pode ser gerado em um frasco separado (contendo só água) e canalizado para outro frasco que contém o líquido que se quer destilar, ou o material vegetal cujo óleo essencial se pretende extrair; vamos chamar este de *método indireto*. Pode-se também misturar diretamente a água com o outro líquido (ou com o material vegetal) no mesmo balão e aquecer tudo junto para destilar (este seria o *método direto*).

Método indireto. O esquema simplificado da aparelhagem está esquematizado na Figura 1. Os princípios a serem observados são os mesmos das destilações descritas anteriormente, de forma que vamos falar apenas de alguns pontos particulares.

- O termômetro, por exemplo, é desnecessário, pois não há necessidade de controlar a temperatura do vapor.
- Como já mencionado, é comum que haja necessidade de destilar grande quantidade de água. Se este for o caso, é preciso fazer uma destilação muito rápida para terminar em tempo razoável, e isto requer uma manta de alta potência para gerar o vapor, e um condensador muito eficiente*. Novamente lembramos que este **não** é o caso neste seu experimento, suas destilações não serão demoradas.
- Às vezes ocorre que o vapor sofre muita condensação no balão que contém o material a ser destilado, requerendo então que este também seja aquecido.
- Observe o tubo de segurança no balão gerador de vapor. Se ocorrer entupimento do tubo de saída do vapor, o balão gerador poderia explodir, se não houvesse a saída proporcionada por este tubo. Ele deve ser longo (pois a água sobe por esse tubo até uma altura significativa quando a ebulição está forte) e no seu extremo deve ser ligada uma mangueira de borracha para canalizar a água quente para a pia, caso ocorra entupimento.

No mais, a semelhança com a destilação comum é grande. Você deve ter os mesmos cuidados de observar se o sistema não está fechado, colocar cacos de porcelana no balão gerador de vapor, sempre observar se a manta está fria na hora da montagem, passar água pelo condensador antes de iniciar o aquecimento, etc.

Vale a pena também salientar que os esquemas apresentados são apenas exemplos a serem interpretados, e não modelos fixos e inflexíveis. Não é obrigatório, por exemplo, usar balões de duas bocas com juntas esmerilhadas; pode-se usar balão de uma única boca e sem junta, desde que a rolha seja suficientemente grande para permitir a passagem de dois tubos. Os balões (tanto o gerador de vapor como o que contém o material a ser destilado) também podem ser dos antigos (mas ainda muito utilizados) balões de destilação, que têm um braço lateral saindo de seu pescoço. Utilize o esquema apenas como ponto de partida para planejar sua própria montagem, com o material de que dispuser agora ou no futuro.

* Condensador eficiente é aquele que pode resfriar grande quantidade de vapor em pouco tempo; para isso ele deve ser bem longo (80 cm ou mais) (não se iluda com as proporções do esquema da figura 9.1, elas não são reais) e permitir passagem rápida de água de refrigeração. Pode ser necessário conectar dois ou mais condensadores em série para obter alta eficiência.

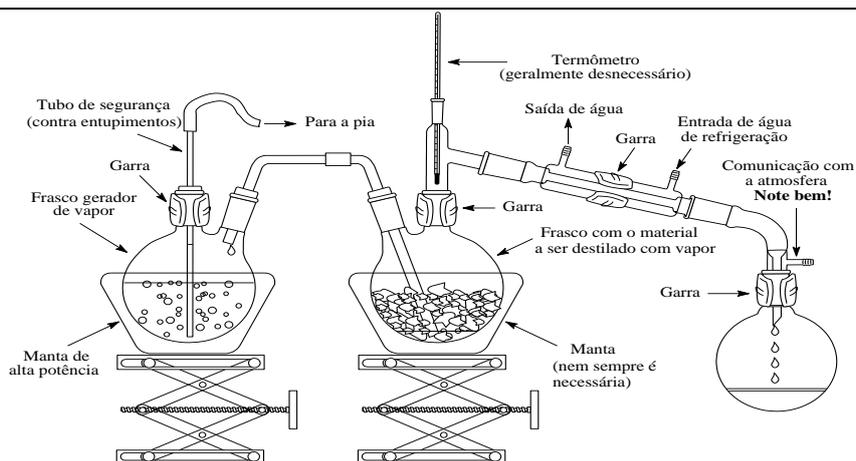


Figura 1. Aparelhagem para destilação a vapor pelo método indireto.

Método direto.

Veja na Figura 2 o esquema da aparelhagem a ser utilizada. Ela é bem mais simples do que a anterior, sendo essencialmente a mesma aparelhagem usada para uma destilação simples. Na verdade é até mais simples, porque agora nem precisamos realmente do termômetro.

Como você pode ver, este método é bem mais simples e, de um modo geral, não apresenta nenhuma desvantagem sobre o outro, sendo por isso praticamente sempre preferido.

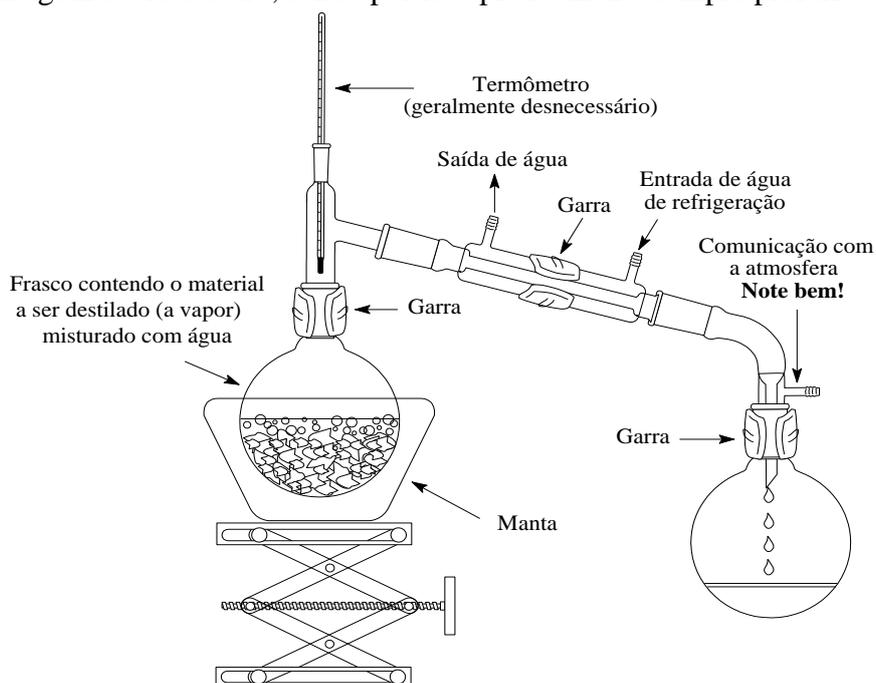


Figura 2. Aparelhagem para destilação a vapor pelo método direto.

Uso de separadores. Ao destilar com vapor um óleo essencial que se separa facilmente da água, seja ele *mais* ou *menos* denso que a água, podemos fazer a destilação de modo diferente, através do uso de separadores de água (veja figura 3).

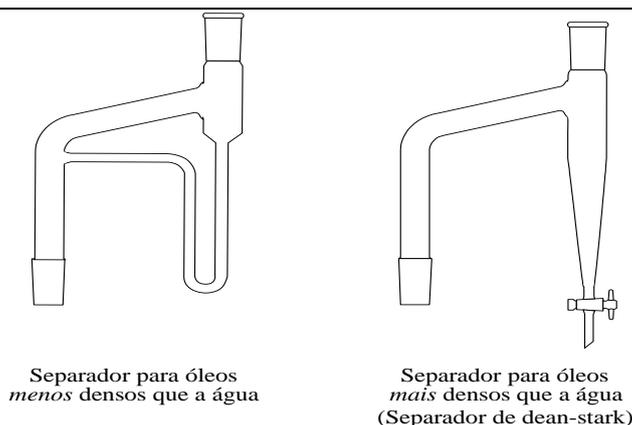


Figura 3. Separadores de óleos.

Esses separadores são colocados na boca do balão que contém água e o material a ser destilado (veja figura 4), e em seu topo colocamos um condensador de *refluxo*. O líquido que destila volta, assim, para o frasco original, mas passando através do separador. Este é construído de tal forma que apenas o líquido *mais denso* pode voltar ao balão, ficando o *menos denso* retido; ou, no caso do separador de dean-stark, essa situação se inverte (o *menos denso* é que volta ao balão, ficando o *mais denso* retido). Estude bem esses separadores e veja se você consegue compreender como funcionam.

O separador para líquidos menos densos que você vai usar é um modelo desenhado neste Departamento e construído especialmente para este curso. Há muitos modelos diferentes, mas todos são baseados nos mesmos princípios.

A destilação com separadores é bem mais simples de ser executada; o óleo concentra-se numa região pequena, facilitando sua coleta no final, e você pode ver com facilidade quando a destilação não mais traz óleo, porque a camada de óleo pára de aumentar. Infelizmente, porém, *só pode ser usada quando os óleos separam-se facilmente da água*. Se você quiser destilar óleo de canela ou de cravo, terá que usar o sistema da Figura 4. Esses óleos são ligeiramente mais densos que a água, mas não se separam bem: se você tenta usar o separador de dean-stark, eles podem formar grandes gotas que ficam flutuando e acabam retornando ao balão.

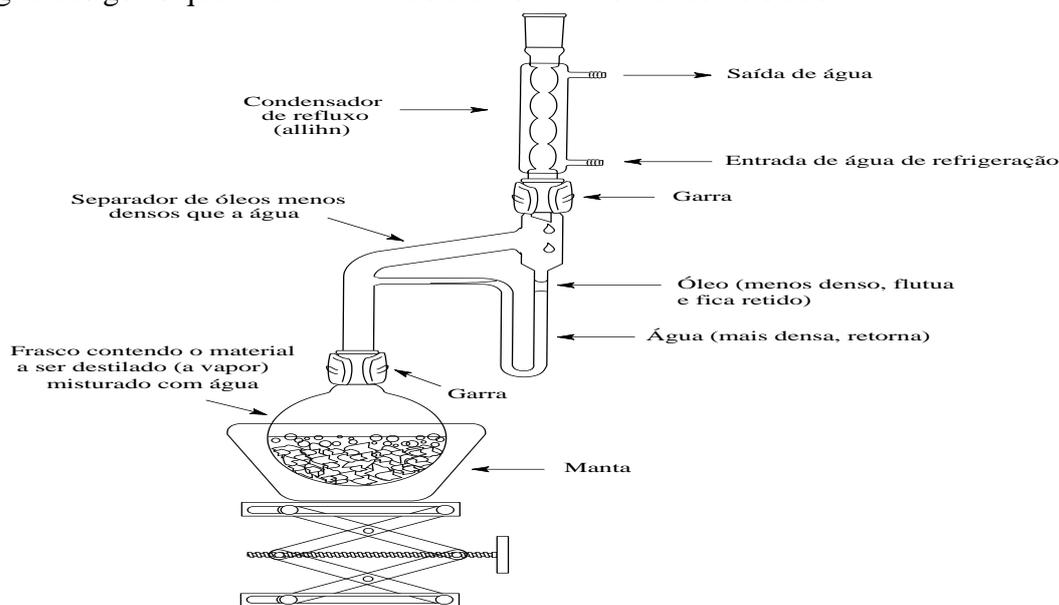


Figura 4. Destilação a vapor com separador para óleos menos densos que a água.

2. Pré-Exercícios de laboratório (PEL)

- a) Qual a finalidade das pedras de ebulição (cacos de porcelana)?
- b) Qual a função do condensador?
- c) Para destilar óleo de cravo, qual sistema de destilação é mais adequado? Justifique.
- d) Para obter limoneno, qual sistema de destilação é mais adequado?
- e) Qual a diferença entre um sistema de destilação simples e um por arraste a vapor?
- f) Se for extrair óleo de canela, é melhor usar canela em pó ou em pau?
- g) Quais critérios devemos levar em consideração no momento da escolha de um dos métodos de destilação?

3. Procedimento experimental

Pique, usando uma tesoura ou outra ferramenta apropriada, o material que for extrair (apenas para que passe facilmente pela boca do balão – não há necessidade de picar muito miudinho, nem há vantagem nisso). Evite fazer pressão sobre o material durante essa operação para evitar perda de óleo essencial.

Destilação a vapor. Monte a aparelhagem adequada para o seu caso (sempre com balão de 1000 mL). Pese o material vegetal antes de colocá-lo no balão. Faça a destilação normalmente, parando quando não estiver mais destilando óleo.

Se estiver usando o separador para óleos menos densos que a água, retire o óleo do coletor, no final, com uma pipeta de Pasteur. Coloque em um frasco com massa previamente determinada, pese para determinar o rendimento (em g de óleo por kg de material extraído) e guarde o óleo para utilizar em experimento futuro.

Se você não usou o separador, transfira a mistura de água e óleo para um funil de separação, lave o balão várias vezes com pequenas quantidades de éter etílico (total 50-100 mL), sempre juntando o éter à mistura que está no funil. Peça ajuda ao professor ou ao monitor para completar a extração, secagem do solvente e evaporação. Pese o óleo obtido, determine o rendimento e guarde para usar em experimento futuro.

4. Sugestões para elaboração do relatório

- a) Discuta os princípios envolvidos na extração do óleo essencial e alguns dos aspectos que você julgue mais importantes.
- b) Proponha um procedimento para separar o óleo essencial da água e explique como você faria para calcular a porcentagem de óleo extraído.
- c) Explique porque a extração de óleo essencial, seja de canela ou de casca de laranja, pode ser considerada um processo de separação de misturas.
- d) Faça um breve histórico e discuta para que serve e onde se aplica a técnica de destilação.
- e) Sugira uma saída para o seguinte problema: o líquido a ser destilado possui um ponto de ebulição muito próximo à temperatura ambiente e não está condensando no condensador.

5. Referências Bibliográficas

CONSTANTINO, M. G.; SILVA, G. V. J.; DONATE, P. M. **Fundamentos de Química Experimental**. Capítulos 8 e 9. São Paulo: EDUSP, 2004.