

SUMÁRIO E INFORMAÇÕES GERAIS

	Sumário e Informações Gerais	1
1.	Apresentação	2
2.	Cronograma de laboratório	4
3.	Horários e docentes (teoria e laboratório)	5
4.	Normas gerais para as aulas de laboratório	6
5.	Princípios elementares de segurança	8
6.	Gráficos	10
7.	Exp. 1 – Viscosidade de Óleos Lubrificantes	13
8.	Exp. 2 – Pilhas e Acumuladores	19
9.	Exp. 3 – Tensoativos	31

CRITÉRIO DE APROVAÇÃO NA DISCIPLINA

frequência (teoria + laboratório) $\geq 70\%$

$$\text{média final} = 0,8 \frac{P1 + P2}{2} + 0,2 M_L \geq 5,0$$

P1 e P2 = provas de teoria (com substitutiva fechada)

M_L = média das três notas de laboratório

**LABORATÓRIO HOJE? LEMBRE-SE: AVENTAL
DE ALGODÃO, ÓCULOS DE SEGURANÇA, CALÇA
COMPRIDA, CALÇADO FECHADO...**

Material didático disponibilizado no STOA (Moodle)

Coordenação:

Hercílio Gomes de Melo (hgdemelo@usp.br, tel 3091-5154)

Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais
Laboratório de Processos Eletroquímicos - LPE

1. APRESENTAÇÃO

A equipe de professores, técnicos e monitores de **PMT-3131** dá as boas vindas aos alunos e solicita a todos que leiam com atenção as seções deste caderno.

A disciplina aborda três assuntos de interesse tecnológico (Eletroquímica, Combustíveis e Combustão e Tensoativos) sob o enfoque conceitual de Ligações Químicas, através de aulas de teoria e de laboratório. A sequência das aulas de laboratório é diferente para cada turma, e não está vinculada à sequência das aulas de teoria. Por este motivo, os roteiros das três experiências — apresentados neste caderno — são precedidos por uma abordagem conceitual que introduz adequadamente o aluno ao assunto mesmo que ele não tenha desenvolvido ainda o tema nas aulas teóricas. Os alunos deverão estudar estes roteiros antes das respectivas aulas de laboratório, que se iniciarão com um pequeno questionário sobre a experiência a ser realizada. Apresentamos abaixo a programação das aulas de teoria, e mais adiante o cronograma com a sequência das experiências de laboratório para as diferentes turmas.

A disciplina é composta de seis aulas de teoria (**duração de 2h/aula (1h 40min) cada aula**) e de três aulas práticas de laboratório (**com duração de 4h/aula (3h 20 min) cada aula**). As **aulas teóricas** são ministradas no **biênio** da POLI enquanto os **laboratórios** para a realização das aulas práticas estão situados **no bloco 21, andar superior, no Departamento de Engenharia Química**.

CRONOGRAMA DE AULAS TEÓRICAS E PROVAS - 2017

Assunto		T1/T2 Segunda 9:20 às 11:00	T3 Quarta 9:20 às 11:00	T5/50 Sexta 9:20 às 11:00
		T4/40 13:10 às 14:50		
P1	1 Ligações Químicas	13/mar	15/mar	17/mar
	2 Ligações Químicas	20/mar	22/mar	24/mar
	3 Ligações Químicas	27/mar	29/mar	31/mar
P2	4 Eletroquímica	15/mai	10/mai	12/mai
	5 Eletroquímica	22/mai	17/mai	19/mai
	6 Eletroquímica	05/jun	31/mai	02/jun

Provas (QUINTA-FEIRA): P1 – 25/MAIO P2 – 06/JULHO Sub – 13/JULHO REC – 27/JULHO
HORÁRIO DAS PROVAS – 7:30 ÀS 9:30 (BIÊNIO)

MATERIAL BIBLIOGRÁFICO PARA AS AULAS TEÓRICAS

Este curso não segue o roteiro usual dos livros de Química, pois tem um caráter tecnológico e foi moldado para atender às necessidades de formação básica em um curso de Engenharia. Por este motivo são adotadas apostilas elaboradas por professores da disciplina. **Elas serão disponibilizadas na plataforma moodle/STOA, à qual todos os alunos regularmente matriculados na disciplina têm acesso. Também na plataforma moodle/STOA serão disponibilizados os materiais das aulas (transparências utilizadas pelos professores e apostilas).**

	Assunto	prova
1ª apostila	Ligações Químicas	P1
2ª apostila	Eletroquímica	P2

A consulta a outras bibliografias — alternativas ou complementares — será sempre valiosa para o aluno. Consulte seu professor sobre isso.

ATENDIMENTO AOS ALUNOS

O atendimento aos alunos para dúvidas deverá ser realizado por alunos monitores, assim como pelos professores responsáveis por cada uma das turmas. Cada professor poderá definir na primeira aula o horário e o local de atendimento aos alunos, bem como telefone ou e-mail de contato. A disciplina contará com alunos monitores. **Esta e outras informações poderão ser encontradas nos murais da disciplina (no Biênio e no Laboratório) ou então através da plataforma MOODLE/STOA.**

TÉCNICOS DE LABORATÓRIO

O laboratório conta com uma equipe de técnicos e auxiliares. Eles têm um papel importantíssimo na preparação das experiências e manutenção dos laboratórios, que atendem **a todas as turmas** desta disciplina e também a algumas outras disciplinas. Durante as aulas, eles estão encarregados de apoiar os professores e garantir o funcionamento da infraestrutura na condução da parte experimental de cada experiência.

O diálogo entre técnicos, professores e alunos é incentivado pela disciplina. Entretanto, por questões trabalhistas e de formação, os técnicos não devem ser levados a assumir funções didáticas. Por este motivo, todas as questões acadêmicas e conceituais que surjam durante as aulas devem ser tratadas exclusivamente com os docentes presentes no laboratório.

2. CRONOGRAMA DE LABORATÓRIO EM 2017

O cronograma de laboratório para todas as turmas está apresentado a seguir. Para saber datas e sequência de seus experimentos:

- Procure dia e período de sua aula prática;
- Localize sua turma de laboratório e equipe (para saber a equipe consulte a lista disponibilizada no Moodle);

Sua sequência de experimento bem como os dias que deve comparecer ao laboratório correspondem às datas desta linha.

Datas das 3 experiências (1 a 3) para cada equipe (A, B ou C) das 09 turmas

Manhã E			13/3	20/3	27/3	03/4	10/4	17/4	24/4	01/5	08/5	15/5	22/5	29/5	05/6	12/6	19/6	26/6	03/7	
SEGUNDA-FEIRA	T11	A	TEORIA			1	SEMANA SANTA	SEM. DE PROVAS	X	FERIADO	2	TEORIA			SEM. DE PROVAS	TEORIA	X	3	X	SEM. DE PROVAS
		B				2			X		3									
	T21 (1)					C			3		X						1	X		
	T12	A				X			1		X									
		B				X			2		X									
	T21 (2)					C			X		3						X			
Manhã E			15/3	22/3	29/3	05/4	12/4	19/4	26/4	03/5	10/5	17/5	24/5	31/5	07/6	14/6	21/6	28/6	05/7	
QUARTA-FEIRA	T31 - 05	A	TEORIA			1	SEMANA SANTA	SEM. DE PROVAS	X	2	TEORIA			SEM. DE PROVAS	TEORIA	RECESSO	X	3	X	SEM. DE PROVAS
		B				2			X	3										
		C				3			X	1										
	T32	A				X			1	X										
		B				X			2	X										
		C				X			3	X										
Tarde E			15/3	22/3	29/3	05/4	12/4	19/4	26/4	03/5	10/5	17/5	24/5	31/5	07/6	14/6	21/6	28/6	05/7	
QUARTA-FEIRA	T41	A	TEORIA			1	SEMANA SANTA	SEM. DE PROVAS	X	2	TEORIA			SEM. DE PROVAS	TEORIA	RECESSO	X	3	X	SEM. DE PROVAS
		B				2			X	3										
		C				3			X	1										
	T42	A				X			1	X										
		B				X			2	X										
		C				X			3	X										
Manhã E			17/3	24/3	31/3	07/4	14/4	21/4	28/4	05/5	12/5	19/5	26/5	02/6	09/6	16/6	23/6	30/6	07/7	
SEXTA-FEIRA	T51	A	TEORIA			1	SEMANA SANTA	FERIADO	X	2	TEORIA			SEM. DE PROVAS	TEORIA	FERIADO	X	3	X	SEM. DE PROVAS
		B				2			X	3										
		C				3			X	1										
	T52	A				X			1	X										
		B				X			2	X										
		C				X			3	X										

3. DIAS DAS PROVAS TEÓRICAS EM 2017

DISPONIBILIZADO NA TABELA DA PÁGINA 2.
PROVAS ÀS QUINTA-FEIRAS DE 7:30 ÀS 9:30
P1 SERÁ REALIZADA NA SEGUNDA SEMANA DE PROVAS
P2 SERÁ REALIZADA NA TERCEIRA SEMANA DE PROVAS

4. HORÁRIOS E DOCENTES

HORÁRIO E DOCENTES PARA AS TURMAS DE LABORATÓRIO – 2017
BLOCO 21, PISO SUPERIOR (Dep. de Engenharia Química, Conjunto das Químicas)

horário	quinzena	SEGUNDA		TERÇA	QUARTA		QUINTA	SEXTA	
		turma	docente		turma	docente		turma	docente
7:30 às 11:00	I	11	HERCÍLIO		31 05	AUGUSTO NEIVA		51	HERCÍLIO
		21(1)	HERCÍLIO						
	II	12	HERCÍLIO		32	AUGUSTO NEIVA		52	HERCÍLIO
		21(2)	HERCÍLIO						
13:10 às 16:40	I				41	ELIZABETH GRILLO			
	II				42	FRANCISCO DIAZ			

HORÁRIO E PROFESSORES DAS AULAS DE TEORIA - 2017

horário	SEGUNDA Turma docente	TERÇA	QUARTA turma docente	QUINTA	SEXTA turma docente
9:20-11:00	1 2 HERCÍLIO		3 / 05 AUGUSTO NEIVA		50 HERCÍLIO
13:10-14:50			4/40 HERCÍLIO		

VÍNCULOS ENTRE AS TURMAS DE TEORIA E DE LABORATÓRIO

Teoria	Lab.	Teoria	Lab.	Teoria	Lab
1	11	3	31	50	51
	12		32		52
2	21	04/40	41		
			42		

5. NORMAS GERAIS PARA AS AULAS DE LABORATÓRIO

As aulas de laboratório são desenvolvidas nas dependências do Departamento de Engenharia Química, no bloco 21 superior, e são compostas por aulas práticas, que serão oferecidas conforme um cronograma. Ao longo do semestre serão realizadas três experiências: **1 -Viscosidade de óleos lubrificantes ; 2 - Pilhas e acumuladores; 3 - Tensoativos.**

A nota de cada experimento é composta por dois valores: um **questionário** contendo algumas questões teóricas sobre o experimento a ser realizado, valendo até 4,0 pontos, e um **relatório** do experimento realizado, valendo até 6,0 pontos. Os **questionários são individuais e sem consulta** e deverão ser feitos nas salas de aula em frente aos laboratórios, nos primeiros vinte minutos de aula, antes da realização de cada experimento. Os **relatórios são feitos em grupo e com consulta livre**, inclusive ao professor de laboratório, devendo serem redigidos logo após o término da parte experimental, e entregues, no mesmo dia, ao professor. É recomendada a leitura prévia do guia de laboratório, pois este é a base do questionário aplicado na sala antes da realização da parte experimental.

Para o bom andamento das aulas de laboratório é necessário que sejam seguidas as seguintes **RECOMENDAÇÕES**:

- ao chegar para a aula de laboratório o aluno deverá dirigir-se para a sala de aula (Bloco 21, piso superior, em frente aos laboratórios) para responder ao questionário;
- a tolerância de **ATRASO** para entrada na sala para responder ao questionário e participar da aula de laboratório é de, **NO MÁXIMO, CINCO MINUTOS**. A chegada do aluno após cinco minutos do início do questionário impedirá que este faça também a parte prática do experimento programado para aquele dia;
- por motivos de segurança, **NÃO SERÁ PERMITIDA, EM HIPÓTESE ALGUMA**, a entrada no laboratório de alunos trajando bermudas, camisetas-regata, sandálias e chinelos. Também não será permitida a entrada de alunos e alunas com cabelos longos soltos;
- o aluno deverá portar, **OBRIGATORIAMENTE**, a vestimenta de laboratório exigida pela disciplina: **AVENTAL DE ALGODÃO DE MANGAS LONGAS E NA ALTURA DO JOELHO E ÓCULOS DE SEGURANÇA**. Caso o aluno não esteja adequadamente vestido será excluído da aula de laboratório em questão, passando a ser considerado que o aluno faltou ao laboratório;
- **EM HIPÓTESE ALGUMA** será permitido que o aluno faça o questionário da experiência sem que, após o término deste, o aluno se dirija ao laboratório para realizar a parte experimental.

Para efeito de **CÁLCULO DA MÉDIA DE LABORATÓRIO DA DISCIPLINA**, serão consideradas as **TODAS AS NOTAS** obtidas durante o semestre nas aulas de laboratório (média global da disciplina: vide página 1).

Reposição de experimentos

Só será permitida uma reposição por aluno. Mais de uma reposição só com justificativa documental (atestado médico, convocação do exército, etc.). Não será permitida, sob hipótese alguma, reposição durante o período normal de aulas. **A reposição de APENAS UMA EXPERIÊNCIA deverá ser realizada após o término das aulas em data a ser afixada no mural da disciplina.**

Andamento das turmas de laboratório

Cada turma de laboratório será dividida em três equipes (A, B e C), as quais deverão realizar os experimentos de acordo com a sequência especificada no Cronograma (**página 4**).

Correção dos questionários e relatórios

De forma a uniformizar o critério de pontuação, a correção dos questionários é realizada de acordo com gabarito disponibilizado para os professores. A correção dos relatórios fica a critério do professor, e deverá levar em conta: organização, apresentação de memorial de cálculo, gráficos com escalas e eixos adequados, etc. Caso, ao receber a nota, o aluno fique insatisfeito, aconselha-se que, inicialmente, seja procurado o professor de laboratório para a solução do problema, e somente em seguida, caso o problema persista, deverá ser procurada a coordenação da disciplina. **O aluno tem direito de verificar o seu relatório.**

Divulgação das notas dos relatórios

De acordo com determinação da diretoria da Escola Politécnica, é obrigatória a divulgação das notas de uma determinada atividade em um prazo máximo de três semanas após a realização da mesma. Assim, dentro deste prazo os alunos têm o direito de saber as notas de seus relatórios. **Fica a critério de cada professor a divulgação das notas de sua turma de laboratório no mural disponível no corredor do laboratório e/ou no STOA, independentemente da divulgação para a sua turma durante a aula.**

Canal para sugestões, reclamações e dúvidas sobre a disciplina

Sugestões, reclamações e dúvidas a respeito do andamento da disciplina, tanto no que diz respeito às aulas teóricas como de laboratório, poderão ser encaminhadas, **por escrito ou e-mail**, à coordenação geral da disciplina. Para evitar problemas maiores, e facilitar a comunicação entre os coordenadores e os docentes é **obrigatória a identificação** do(s) aluno(s). No entanto, fica **garantido sigilo absoluto quanto à identidade dos envolvidos**.

6. PRINCÍPIOS ELEMENTARES DE SEGURANÇA EM LABORATÓRIOS

Prof. Pedro Alcântara Pessoa Filho

Há uma série de princípios elementares de segurança (alguns deles aparentemente óbvios) cuja observância deve fazer parte do cotidiano em um laboratório. Algumas dessas regras são apresentadas a seguir: leia-as com atenção. Além de sua própria segurança, que por si só constitui motivo suficiente, lembre-se de que o cumprimento dos princípios aplicáveis ao laboratório de **PMT-3131** é **obrigatório**, e que penalidades severas podem resultar, em caso contrário. Caso haja qualquer dúvida, consulte os técnicos do laboratório ou o professor responsável por sua turma.

O que fazer

1. Trabalhe sempre com atenção. Pense antes nas consequências de qualquer atitude e procure prever o que eventualmente possa dar errado.
2. Use sempre uma vestimenta adequada e os equipamentos de segurança necessários.
3. Antes de iniciar um procedimento experimental, verifique se todos os materiais a serem utilizados estão disponíveis. Não improvise soluções para suprir eventuais carências.
4. Localize os extintores de incêndio, chuveiro e lava-olhos assim que entrar em um laboratório. Saiba como usá-los em caso de emergência.
5. Use a capela sempre que for necessário trabalhar com compostos voláteis.
6. Ao misturar ou aquecer substâncias ou soluções, mantenha o rosto distante delas.
7. Use luvas apropriadas ao manipular quaisquer materiais quentes, corrosivos, ou que ofereçam outro risco potencial.
8. Conserve seu rosto a uma distância conveniente ao acender o bico de Bunsen. Apague-o quando cessar sua utilização.
9. Mantenha distância razoável de outras pessoas que estejam executando experimentos no mesmo laboratório.
10. Caso aconteça qualquer acidente, por menor e aparentemente insignificante que seja, relate-o aos técnicos e professores responsáveis pelo laboratório.

O que não fazer

1. Em **nenhuma** circunstância brinque no laboratório. Não se pode prever a reação de todas as pessoas, e mesmo brincadeiras aparentemente inofensivas podem resultar em acidentes.
2. Nunca fume em laboratórios.
3. Não coma ou beba nada em laboratórios.
4. Nunca cheire ou prove produtos químicos.
5. Nunca use a boca para pipetar.
6. Não descuide de procedimentos que envolvam aquecimento, especialmente aqueles em que o aquecimento é feito por meio de chama (bico de Bunsen).
7. Não retorne reagentes para os frascos originais, mesmo que não tenham sido usados. Procure os frascos próprios para isso e siga procedimentos indicados, caso haja.
8. Nunca infira estados ou propriedades simplesmente pela aparência; por exemplo, vidro e ferro quentes têm a mesma aparência de vidro e ferro frios, e inúmeras soluções têm a mesma aparência que água.
9. Não mexa em válvulas cuja função você não conheça ou cuja utilização não seja absolutamente necessária à condução do experimento.
10. Não faça mau uso dos equipamentos de segurança; por exemplo, não utilize o extintor de incêndio para brincadeiras. A reposição desses equipamentos pode não ser imediata, e eles podem ser necessários nesse ínterim.

Vestimentas e equipamentos de proteção

No laboratório de **PMT 3131**, como em qualquer laboratório, deve-se usar sempre uma vestimenta adequada – o que inclui **calças compridas, camisas e calçados fechados**. Preferencialmente, devem ser evitadas roupas feitas de tecidos completamente sintéticos, como a poliamida (nylon) e o poliéster,

devendo-se preferir roupas de algodão ou, quando muito, mistas. É expressamente proibido o uso de bermudas, chinelos, sandálias e camisetas cavadas no laboratório.

Dois itens de segurança são obrigatórios no laboratório de **PMT 3131: o avental de algodão** de mangas compridas e os óculos de segurança. Sem eles, você **não** poderá executar os experimentos.

O avental deve ser fabricado de algodão, e deve ter comprimento suficiente para cobrir o joelho. Ele deve ter espessura suficiente para constituir-se realmente em uma primeira barreira a qualquer líquido que seja derramado. Mesmo em dias quentes, o avental deve permanecer fechado durante todo o tempo em que durar a experiência.

Os óculos de segurança devem ser fechados na lateral, de maneira a evitar que eventuais respingos atinjam os olhos. Deve-se atentar para o fato de que **óculos de grau não substituem os óculos de segurança**.

Condução de experimentos

Os experimentos da disciplina de **PMT 3131** são conduzidos com o auxílio de técnicos de laboratório. Entre outras coisas, isso significa que o material necessário para a execução do experimento estará à sua disposição sobre as bancadas – não será necessário que você prepare soluções, por exemplo.

Entretanto, mesmo assim alguns cuidados são necessários. Ao iniciar o experimento, identifique todo o material que você utilizará, e certifique-se de que tudo o que for necessário esteja disponível. Em alguns experimentos, altas temperaturas são atingidas, o que exigirá precauções adicionais.

Caso haja qualquer dúvida a respeito da condução do experimento, procure saná-la com os técnicos e professores responsáveis antes de seguir adiante.

Mas, e se algo sair errado?

Mesmo que todos os cuidados sejam tomados, acidentes podem acontecer. O que fazer nesse caso?

Em primeiro lugar, **mantenha a calma**, quer seja você o acidentado, quer seja você testemunha de um acidente. Nesse último caso, mantenha o acidentado calmo e ajude a manter a ordem, caso haja mais pessoas próximas – evite que haja aglomerações, por exemplo.

Não tome atitude alguma a cujo respeito você não tenha certeza absoluta. Sempre haverá no laboratório de **PMT 3131** técnicos treinados para prestar os primeiros socorros: não hesite em solicitar ajuda para o que for preciso.

7. GRÁFICOS

A.C.Neiva

Gráficos permitem a visualização de um conjunto de dados. Eles devem, por um lado, ser rigorosos e honestos. Por outro, devem ser comunicativos, destacando os pontos mais importantes do que pretendemos mostrar.

Devemos utilizar o gráfico como uma fonte de acréscimo de conhecimento, para nós mesmos e, depois, para os outros. Ou seja, não devemos construí-los mecanicamente, burocraticamente. E, para sabermos se estamos sendo claros, devemos nos distanciar um pouco do papel do autor imerso no assunto e nos imaginarmos como um leitor que pretendemos orientar ou convencer.

Não há regras fixas sobre como fazer um bom gráfico. Mas de algumas coisas não devemos esquecer:

- Indicar **grandezas** e **unidades** dos eixos.
- Colocar um **nome** ou uma **legenda**.
- Se houver mais de uma curva, identificar todas.
- A causa (ou a variável controlada) deve estar no eixo x, horizontal, e o efeito (ou variável observada) no eixo y, vertical.

Devemos escolher bem as escalas. Algumas sugestões:

- Aproveitem bem o espaço. Se seus dados vão, por exemplo, de 728 dias a 960 dias, não há sentido em começar a escala em zero (Figura 1). Façam, por exemplo, uma escala de 700 a 1000 dias (Figura 2).
- Unidades pouco conhecidas devem ser explicadas. O que será a unidade “uqij” das Figuras 1 e 2?
- Utilizem valores redondos. Por exemplo, no caso acima, 700, 800, 900 e 1000 dias.
- Utilizem marcas de escala principais e secundárias. Não é necessário rotular as secundárias. No caso acima, vocês podem fazer marcas a cada 10 dias, e só rotulá-los a cada 100 dias — ou a cada 50 dias, se preferirem. Não poluam o gráfico com excesso de informação, mas também não obriguem o leitor a contar um monte de marcas para achar um valor.

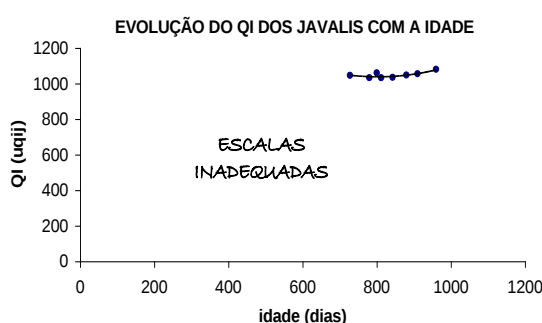


Figura 1 – Exemplo de gráfico com escalas pouco adequadas

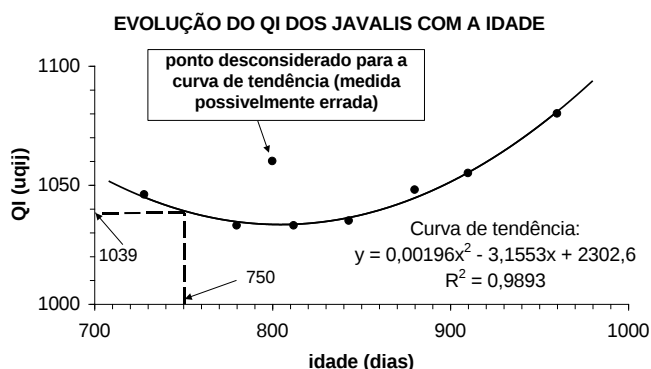


Figura 2 – Exemplo de gráfico com escalas mais apropriadas (mesmos dados da Figura 1)

- Se o intervalo entre seus dados crescer continuamente, usem escala logarítmica (Figura 3). Caso contrário, os pontos iniciais ficarão aglomerados à esquerda, e apenas um ou dois pontos finais aparecerão claramente (Figura 4).

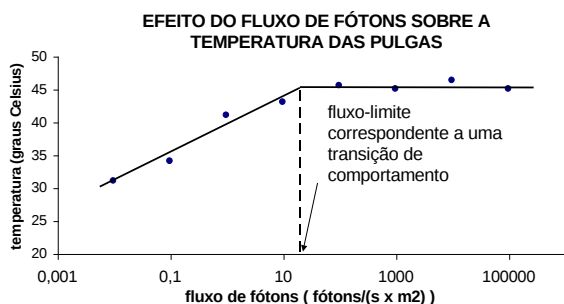


Figura 3 – Exemplo de uso de escala logarítmica (no eixo x)

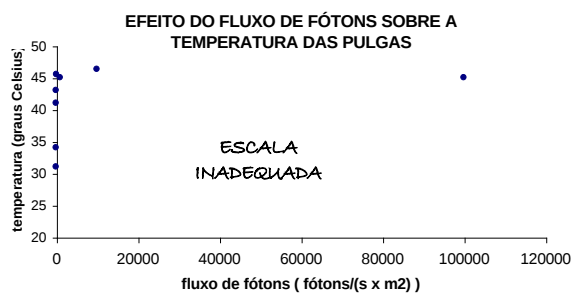


Figura 4 – Mesmos dados da Figura 3, sem escala logarítmica

Como indicar os pontos experimentais?

Às vezes, as pessoas levam muito a sério a palavra “ponto” e os desenham quase sem dimensão, em um verdadeiro desafio a quem deseja encontrá-los... É melhor fazer, por exemplo, pequenos círculos, ou cruzeiros, etc.

Outros querem deixar claro que sabem localizar um ponto com duas ordenadas, e desenham as duas retas que usaram para isso, em todos os pontos experimentais. Para deixar ainda mais claro, escrevem os valores nos eixos. Isto não é necessário (as escalas já estão ali para isso) e polui visualmente o gráfico.

Como unir os pontos experimentais?

Usualmente os gráficos sugerem uma tendência de comportamento, que podemos ou não associar a uma lei matemática. Na maioria dos casos, é interessante traçar uma curva que procure representar esta tendência, em lugar de deixar os pontos soltos ou simplesmente unir pontos consecutivos com pequenas retas.

Como os pontos experimentais estão sempre afetados por erros experimentais, as curvas de tendência não precisam passar exatamente por cima de todos eles. A melhor curva de tendência, para um dado conjunto de dados, é a que consegue passar a menores distâncias dos pontos experimentais. Alguns estarão acima dela, outros estarão abaixo, como mostrado nas Figuras 2 e 3.

Às vezes, distorcemos uma curva para que ela se aproxime de um dado experimental muito “fora do lugar”. Isto é honesto, mas pode não ser razoável. Devemos desconfiar de um ponto único que foge do esperado: algum acidente pode ter acontecido na medida (por exemplo, uma gota caiu fora do béquer a ser pesado, ou alguém leu o valor errado no termômetro, ou alguém se esqueceu de fazer uma conversão, etc). O melhor é repetir a medida.¹ Se não der para repetir e você tiver muita convicção de que o valor está errado, mantenha-o no gráfico (não apague, não é crime ter um ponto estranho) mas ignore-o ao traçar a curva. Assinale o fato — como fizemos na Figura 2 — e discuta as possíveis fontes de erro.

¹ Se o valor se repetir, aí sim vamos distorcer convictamente a curva e quem sabe ganhar um prêmio Nobel pela descoberta de algum fenômeno inusitado...

Devemos indicar como obtivemos um valor de y em função de um dado x?

Sim, é útil. Se, por exemplo, for necessário calcular o QI esperado para uma dada idade de um javali (digamos, 750 dias), a partir da curva de tendência obtida, você pode indicar os valores nos eixos e mostrar as retas de correlação, como mostrado na Figura 2.

Como usar o excel

Nos relatórios de laboratório desta disciplina, vocês podem fazer gráficos à mão ou no excel, a critério de cada professor. Para traçar um gráfico *x versus y* no excel, um dos caminhos é o seguinte:

- Digitem os dados em duas colunas (x à esquerda, y à direita)
- Marquem os dados (percorram-nos com o mouse, com o botão esquerdo apertado)
- Cliquem “Inserir”, “Gráfico...”, “Dispersão (XY)”
- Escolham o modelo só com pontos (a curva será traçada posteriormente)
- Avancem até serem pedidos os títulos do gráfico e dos eixos. Preencham.
- Se quiserem, apaguem linhas de grade e legendas.
- Avancem. Concluam.

Para adicionar linha de tendência:

- Cliquem em “Gráfico” e “Adicionar linha de tendência...”
- Optem entre “linear”, “polinomial”, “logarítmico”, “potência”, “exponencial” ou “média móvel”.
- No caso de “polinomial”, escolham a ordem. No caso de “média móvel”, escolham o período. Nos casos de “linear”, “polinomial” e “exponencial”, se quiserem fixar o valor da intersecção, entrem em “opções”, marquem o quadro adequado e escolham o valor.
- Entrem em “Opções” e marquem “Exibir equação no gráfico” e “Exibir valor de R-quadrado no gráfico”.
- Façam tentativas, mas pensem se não estão adotando alguma lei fisicamente absurda. Comparem os valores de R^2 . Quanto mais próximo de 1, melhor o ajuste obtido. Mesmo com valores muito próximos de 1, sejam críticos.

Quando há uma mudança repentina de tipo de comportamento (por exemplo, após uma saturação), dificilmente uma única equação matemática simples irá descrever bem os dois comportamentos. Na Figura 3, mostramos um exemplo com duas curvas de tendência diferentes, uma para um trecho linear inclinado (na verdade, $y = a + b \log x$), outra para um patamar horizontal ($y = d$).

EXPERIÊNCIA 1

VISCOSIDADE DE ÓLEOS LUBRIFICANTES

Prof. J. L. P. Camacho

CONCEITOS TEÓRICOS ABORDADOS

A viscosidade pode ser vista como a dificuldade de uma substância escoar. Essa dificuldade está diretamente associada com o tipo de interação que ocorre no nível molecular das substâncias. Os óleos lubrificantes são compostos, predominantemente, por hidrocarbonetos podendo variar o comprimento da cadeia de tais substâncias. A interação possível entre as cadeias carbônicas deste tipo de substâncias se dá por meio das forças de van der Waals. Neste caso, predominam as chamadas forças de dispersão de London, caracterizadas por uma interação do tipo dipolo instantâneo-dipolo induzido. Quanto maior uma cadeia carbônica, maior será o número de pontos possíveis de interação entre duas cadeias e, desta forma, maior será a interação entre as duas cadeias. Assim, o aumento das cadeias carbônicas favorece a dificuldade de escoamento de uma substância, aumentando a sua viscosidade. Como as forças de van der Waals diminuem, à medida que se aumenta a temperatura, menor será a viscosidade apresentada por uma substância. Neste experimento, serão observadas as influências tanto do tamanho da cadeia carbônica quanto da temperatura neste tipo de interação.

1. INTRODUÇÃO

A viscosidade é uma propriedade muito importante para óleos lubrificantes e combustíveis, que são classificados e utilizados segundo a sua viscosidade. Através dela determina-se, por exemplo, o tipo de lubrificação em um mancal ou a potência de bombas que levam óleos combustíveis para depósitos ou maçaricos. Seu conhecimento é indispensável para a utilização ou projetos de dispositivos nas quais os óleos intervenham.

Pode-se definir viscosidade como sendo a resistência ao escoamento que os fluidos apresentam, devido ao atrito entre suas moléculas. É a medida da resistência oferecida por qualquer fluido (líquido ou gás) ao movimento ou ao escoamento.

Sabe-se que a força necessária para deslocar uma placa de área S paralelamente a outra placa, ambas imersas em um fluido, é dada em módulo pela expressão:

$$f = \mu S \left(\frac{du}{dx} \right) \quad (\text{eq. 1})$$

onde:

x é a distância ao longo de uma direção perpendicular às placas

du/dx é o módulo do gradiente de velocidade entre as placas

μ é o coeficiente de viscosidade ou viscosidade dinâmica

S é a área da placa

A unidade, em CGS, da **viscosidade** é dada em **Poise** ($1P = 1\text{g/cm.s}$). Entretanto, o Poise é muito grande para os líquidos e normalmente se adota o centi-Poise (cP).

A viscosidade de um líquido varia muito com a temperatura e muito pouco com a pressão. A viscosidade de um gás varia com ambos. Conforme aumenta a temperatura, a viscosidade decresce para líquidos e cresce para gases.

A **viscosidade cinemática**, normalmente expressa em **centi-Stoke** ($1\text{cS} = 10^{-2} \text{ cm}^2/\text{s}$), é a relação entre o coeficiente de viscosidade (μ) de um fluido e sua massa específica (ρ):

$$\nu = \frac{\mu}{\rho} \quad (\text{eq. 2})$$

A viscosidade cinemática de óleos é medida diretamente por vários aparelhos de tipo capilar por onde o óleo escoar. A resistência ao fluxo do óleo é o que permite medir essa viscosidade. Como exemplo desses viscosímetros tem-se os de Ostwald, de Couette (tubo em U) ou de escoamento por orifícios padronizados como os viscosímetros de Saybolt, Redwood e Engler.

As viscosidades dos óleos lubrificantes são normalmente expressas em uma escala estabelecida pela Society of Automotive Engineers (S.A.E.), apresentada na Tabela 1 em função da viscosidade Saybolt Universal SSU (Saybot Seconds Universal) em duas diferentes temperaturas.

Tabela 1 – Sistema de Classificação SAE de Óleos para Motor

Número de Graus SAE	Viscosidade Saybolt Universal (SSU)			
	a 0°F (-17,7°C)		a 210°F (98,8°C)	
	Mínimo	Máximo	Mínimo	Máximo
5 W	---	4000	39	---
10 W	6000	12000	---	---
18 W	---	12000	40	---
20 W	12000	48000	45	---
20	---	---	45	58
30	---	---	58	70
40	---	---	70	85
50	---	---	85	110

Obs. : O sufixo “W” corresponde a “winter” e se aplica a óleos destinados a uso no inverno. Observe-se que, nestes óleos, sempre está definida uma viscosidade *máxima* a uma temperatura baixa, e, quase sempre, uma viscosidade *mínima* a uma temperatura elevada.

Os óleos lubrificantes são compostos principalmente por óleos básicos (por exemplo: misturas de frações obtidas do refino de petróleo tais como neutro médio, *spindle*, *bright stock*) e aditivos. A função dos óleos lubrificantes minerais ou sintéticos nos motores é a de lubrificar, refrigerar e evitar o contato entre superfícies metálicas. Os óleos minerais são obtidos a partir da separação de frações do petróleo, sendo uma mistura de vários compostos. Os óleos sintéticos são produzidos através de reações químicas sendo, portanto, mais puros e de composição mais conhecida do que os óleos minerais, onde estão presentes vários tipos de moléculas.

2. VISCOSIDADE SAYBOLT

2.1 Definições

Viscosidade Saybolt Universal (SSU): tempo, em segundos, para escoamento de 60mL de amostra através de um orifício Universal calibrado, sob condições padrão de ensaio.

Viscosidade Saybolt Furol : tempo, em segundos, para escoamento de 60mL de amostra através de um orifício Furol calibrado, sob condições padrão de ensaio.

A viscosidade Furol é utilizada para os derivados de petróleo, como óleos combustíveis e produtos residuais, que exigiriam tempos maiores que 1000 segundos no Saybolt Universal. A palavra Furol deriva da expressão “Fuel and Road Oils”. Para óleos lubrificantes utiliza-se apenas o viscosímetro Saybolt Universal.

2.2 Índice de Viscosidade

Índice de Viscosidade (IV) de um óleo é um número empírico que indica o efeito da variação de temperatura sobre sua viscosidade. Quando o valor do IV é alto, significa que a viscosidade se altera pouco com a variação da temperatura e vice-versa.

O conhecimento do IV é de grande importância para os óleos lubrificantes, pois, quanto maior, melhor se comporta o óleo em vários casos importantes. Assim:

- ⇒ no início do funcionamento de um motor, o óleo está frio e vai se aquecendo aos poucos; quanto menos variar a viscosidade do lubrificante (maior IV), tanto mais uniforme será a lubrificação.
- ⇒ se numa máquina ocorre um aquecimento accidental e o IV do lubrificante é baixo, a viscosidade pode cair tanto que chega a haver contato direto entre as superfícies metálicas, com consequente desgaste e mesmo engripamento.

O cálculo é feito segundo a norma MB-147 da ABNT. O IV de um óleo é obtido por comparação com dois óleos padrões, um de IV=100 e outro de IV=0, que tenham, a 98,8°C (219°F), a mesma viscosidade cinemática que o óleo ensaiado (Figura 1).

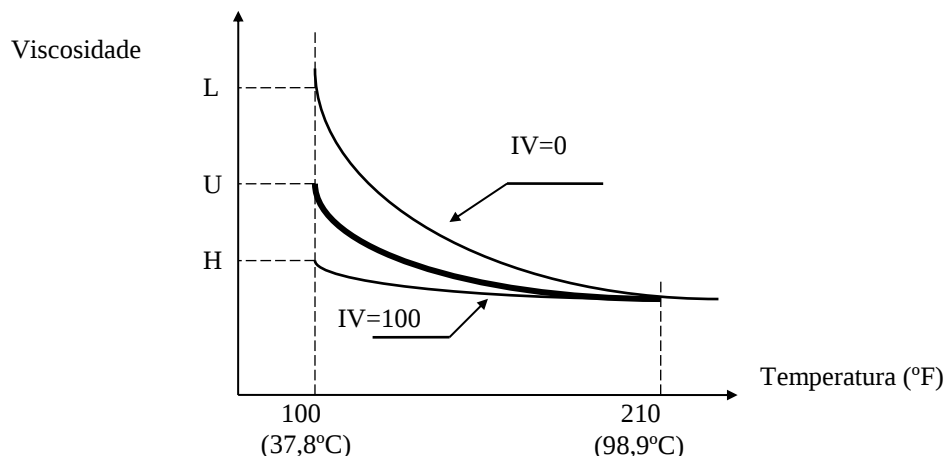


Figura 1 – Variação da viscosidade de um óleo com a temperatura (linha grossa), em comparação com a de dois óleos-padrão (linhas finas).

Seja:

U = viscosidade cinemática do óleo em estudo a 37,8°C (100°F)

L = idem do óleo padrão de IV = 0 a 37,8°C

H = idem do óleo padrão de IV = 100 a 37,8°C

D = L - H

O IV do óleo em estudo é dado por:

$$IV = \frac{L-U}{L-H} \times 100 = \frac{L-U}{D} \times 100 \quad (\text{eq. 3})$$

3. DESCRIÇÃO DA EXPERIÊNCIA

Serão realizadas medidas de viscosidades Saybolt a diferentes temperaturas. Cada viscosidade é obtida medindo-se cuidadosamente o tempo de escoamento de 60mL da amostra através de um orifício calibrado, sob condições controladas. Esse tempo constitui a unidade de viscosidade Saybolt Universal expressa em SSU (Saybolt Seconds Universal), norma P-MB-326 da ABNT.

3.1 Aparelhagem

a) Viscosímetro Saybolt

A parte mais importante do viscosímetro é o **tubo** (Figura 2), que deve ser constituído de metal resistente à corrosão e de dimensões padronizadas. O **orifício** (Universal ou Furol) deverá constituir peça removível. O tubo é montado verticalmente e o nível verificado com um instrumento apropriado, considerando o plano da borda da galeria. O aparelho deve dispor de uma **rolha de cortiça** para evitar que a amostra escorra através do orifício antes do início real do escoamento. Deve-se prender uma **corrente** à rolha para sua rápida remoção.

b) Banho de óleo ou fluído térmico

O banho de fluído térmico deve ser equipado com isolamento térmico e com sistema adequado de agitação. Deve ter serpentinas de resfriamento e resistências de aquecimento.

c) Frasco receptor de 60mL

- d) Termômetros: um para o banho de fluido térmico e outro para o tubo contendo o óleo lubrificante.
- e) Cronômetro
- f) Pipeta
- g) Malha para filtração do óleo lubrificante.

3.2 Modo Operatório

- a) Ligar o aquecimento elétrico.
- b) Regular o termostato na temperatura do ensaio.
- c) Ligar o agitador.
- d) Colocar de 80 a 100mL de óleo num béquer.
- e) Aquecer até 2 ou 3°C acima da temperatura de ensaio.
- f) Fechar com uma rolha a saída inferior do tubo do viscosímetro Saybolt, de modo a introduzi-la de 3 a 6mm.
- g) Verificar se o banho está à temperatura de ensaio e mantê-la constante durante o escoamento do óleo.
- h) Despejar, através do filtro, uma parte do óleo do béquer no tubo de Saybolt até atingir um nível acima do aro de transbordamento (Fig.2).
- i) Homogeneizar a temperatura do óleo no tubo utilizando, cuidadosamente, o termômetro como agitador.
- j) Retirar o termômetro do tubo quando a temperatura do óleo cair até a temperatura de ensaio.
- k) Retirar com a pipeta o excesso de óleo no tubo, apoiando-a no aro de transbordamento lateral e sem tocar no óleo do tubo central para não alterar a altura do óleo no início.
- l) Colocar o frasco receptor sob o tubo do viscosímetro de modo que o filete de óleo que correr do tubo toque o frasco e escorra pelo gargalo.
- m) Tampar metade da extremidade superior do tubo, deixando o escoamento à pressão atmosférica.
- n) Dar a partida no cronômetro e tirar a rolha do tubo simultaneamente.
- o) Travar o cronômetro no instante em que o nível do óleo passar pelo traço do frasco.
- p) Anotar o tempo de escoamento e a temperatura real.
- q) Fazer as determinações às temperaturas de 30, 35, 40, 50, 70, 80, 90 e 100°C.

Observações:

- ⇒ Não limpar o orifício calibrado com instrumentos duros ou fios metálicos
- ⇒ O viscosímetro está provido apenas do orifício Universal.
- ⇒ Manter o tubo do viscosímetro coberto quando não em uso.

4. RESULTADOS

A viscosidade em segundos Saybolt (Universal ou Furol) é dada pelo tempo de escoamento à temperatura do ensaio. Os valores abaixo de 200 segundos devem ser apresentados com aproximação de 0,1 segundos e os valores acima com aproximação de 1 segundo.

4.1 Construir o gráfico de viscosidade Saybolt (SSU) em função da temperatura (°C)

Usar a melhor escala para a ordenada (viscosidade SSU), pois você terá que fazer leituras de viscosidade em diferentes temperaturas.

4.2 Verificação da posição na Classificação SAE

Da curva média do gráfico, obter a viscosidade do óleo, em SSU, a 98,8°C. Verificar onde se situa este valor na Tabela 2 (Sistemas de Classificação SAE).

4.3 Cálculo do índice de viscosidade

- Determinar através do gráfico (viscosidade SSU x temperatura), a viscosidade do óleo a 37,8°C e a 98,9°C.
- Entrar na Tabela I (afixada no laboratório) com a viscosidade a 98,9°C e obter os valores de L e D a serem aplicados na equação 3. É permitida a interpolação linear.

Obs.: A Tabela I contém os valores de L e D quando as viscosidades cinemáticas são conhecidas em SSU. Esta tabela está baseada em padrões arbitrários fixados em 1929, quando foi estabelecido o conceito de índice de viscosidade. Esta tabela não foi atualizada, sendo comum terem-se óleos com IV maior do que 100.

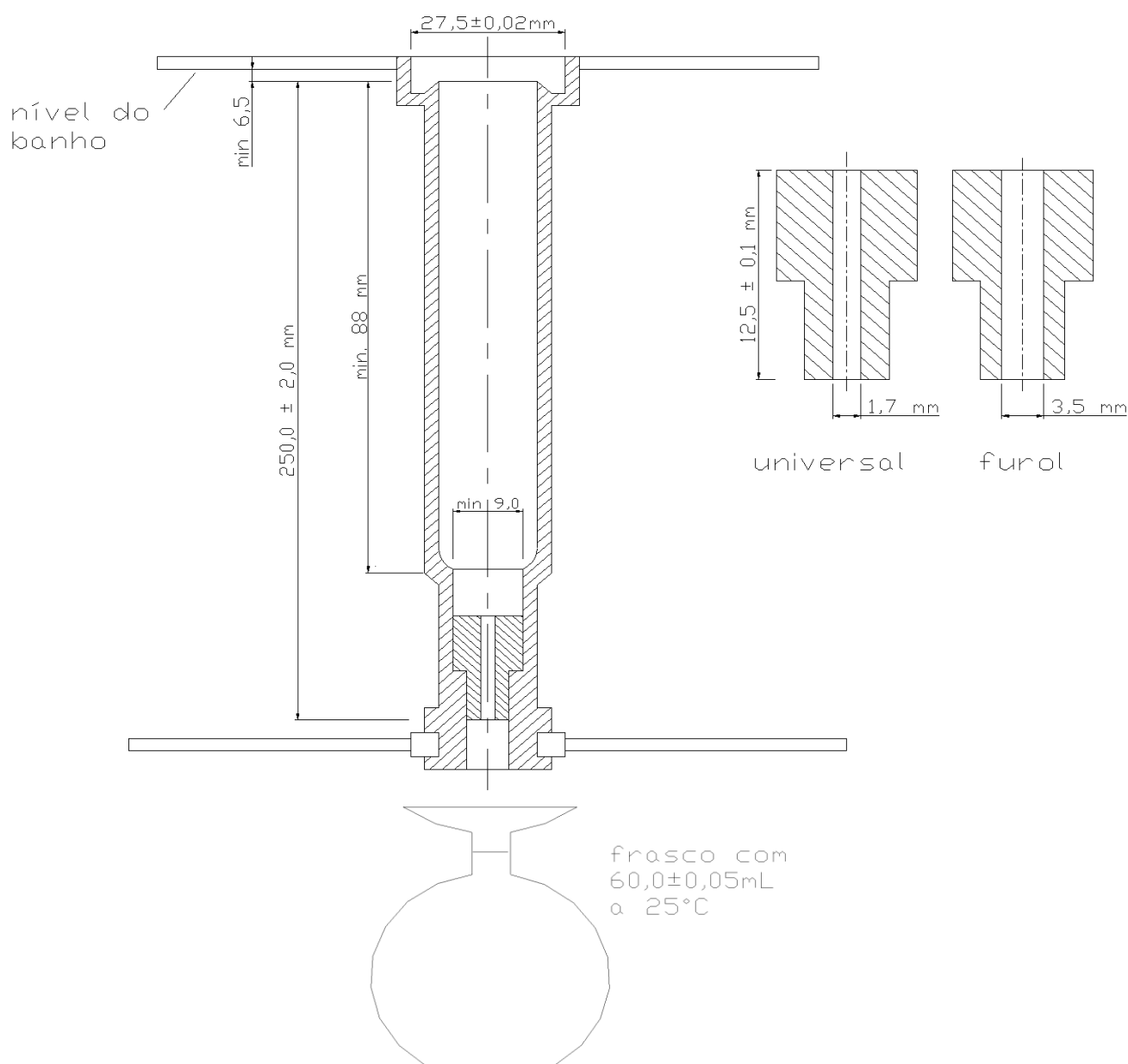


Figura 2. Viscosímetro Saybolt

LEITURA COMPLEMENTAR: Aditivos comumente utilizados em óleos lubrificantes

- Detergentes/Dispersantes (D)

Para lubrificantes de motores nos quais o combustível pode deixar resíduo de carbono durante a combustão. O aditivo se mantém em suspensão e finamente disperso na massa de óleo, o carbono formado é eliminado quando do esvaziamento do carter.

- Anti-oxidantes (O)

Existem as reações de oxidação que podem gerar produtos indesejáveis à lubrificação tais como produtos ácidos, gomas e vernizes.

- Anticorrosivos (R)

Para proteção das partes metálicas, neutralizando os ácidos orgânicos e inorgânicos formados na combustão.

- Antiferrugem (R)

Semelhantes aos anticorrosivos, têm por finalidade evitar a corrosão dos metais ferrosos pela ação da água ou umidade.

- Anti-espumante (F)

A formação de espumas é devido à agitação do óleo. Quando a bomba de óleo alimenta as partes a lubrificar com a mistura óleo-ar, dá-se o rompimento da película de óleo, o contato metal com metal e o consequente desgaste. O anti-espumante agrupa as pequenas bolhas de ar, formando bolhas maiores que conseguem subir à superfície e se desfazem.

- Extrema pressão (EP)

Quando a pressão exercida sobre a película de óleo excede certos limites e quando esta pressão elevada é agravada por uma ação de deslizamento excessiva, a película de óleo se rompe, havendo um contato metal/metal. Se o lubrificante possui este aditivo, o mesmo reage com a superfície metálica, formando uma película lubrificante que reduzirá o desgaste.

- Antidesgaste (W) Semelhantes aos de extrema pressão, porém com ação mais branda.

- Aumentadores de índice de viscosidade (VI)

Têm como função a redução da variação da viscosidade dos óleos com o aumento da temperatura. Em temperaturas baixas, as moléculas do aditivo estão contraídas. Em temperaturas elevadas, as moléculas distendem-se, aumentando de volume. O escoamento do óleo é dificultado, apresentando um aumento de viscosidade.

- Abaixadores de ponto de fluidez (P)

Estes aditivos têm a função de envolver os cristais de parafina que se formam a baixas temperaturas, evitando que eles aumentem e se agrupem, o que impediria a circulação do óleo. Ponto de fluidez é a menor temperatura, expressa em múltiplos de 3°C, no qual a amostra ainda flui, quando resfriada e observada nas condições determinadas

Tabela: Aditivos e usos conforme classificação SAE

Grau SAE	Viscosidade (cSt)		Índice de Viscosidade	Aditivos Comuns	Usos
	40°C	100°C			
10 W	28	4,9	106	R,O,D,VI,P,W,F	automóveis caminhões motores barcos
20 W	48	7,0	103	R,O,D,VI,P,W,F	
30	93	10,8	100	R,O,D,VI,P,W,F	
40	134	13,7	97	R,O,D,VI,P,W,F	
50	204	17,8	94	R,O,D,VI,P,W,F	
10W-30	62	10,3	155	R,O,D,VI,P,W,F	
20W-40	138	15,3	114	R,O,D,VI,P,W,F	trens movidos a diesel
15W-40	108	15,0	145	R,O,D,VI,P,W,F	máquinas diesel
80W-90	144	14,0	93	EP,O,R,P,F	geradores industriais
85W-140	416	27,5	91	EP,O,R,P,F	geradores automotivos

EXPERIÊNCIA 2**PILHAS E ACUMULADORES**

Profa. Idalina V. Aoki e Prof. Hercílio G. de Melo

CONCEITOS TEÓRICOS ABORDADOS

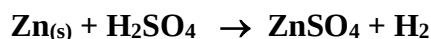
Ligações metálicas, eletroquímica (conceito de eletrodos, potencial de equilíbrio, fem, ddp, polarização, eletrodos de referência, pilhas, acumuladores)

1. INTRODUÇÃO

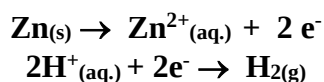
Construção de uma pilha e de um acumulador, e utilização destes artefatos como fonte de tensão para experimentos de eletrólise. Desta forma, duas grandes áreas de aplicação da eletroquímica estão contempladas: obtenção e acumulação de energia (pilhas e acumuladores), e obtenção de substâncias (eletrólise).

2. CÉLULAS GALVÂNICAS OU PILHAS

Tomemos como exemplo uma lâmina de zinco imersa em uma solução de ácido sulfúrico (H_2SO_4). Imediatamente após a imersão temos o ataque na superfície da lâmina de Zn pelos íons H^+ através da seguinte reação espontânea:



O ataque ocorre porque os íons H^+ presentes na solução têm mais afinidade por elétrons que os átomos de Zn presentes na lâmina, desta maneira o H^+ “rouba” os elétrons do Zn. A reação apresentada acima pode ser escrita sob a forma de duas meia-reações, sendo uma a oxidação do Zn e a outra a redução do H^+ com a produção do H_2 :



Nos processos descritos pelas reações acima ocorre liberação de energia, pois a reação é espontânea. Da maneira como descrito acima, com ambas as reações ocorrendo sobre a chapa de Zn, toda a energia química liberada pela reação espontânea de dissolução do Zn em solução ácida estará sendo transformada em energia térmica, ou seja, a energia estará sendo liberada sob a forma de calor, e estaremos desperdiçando o potencial energético do sistema. Isto ocorre porque não temos onde colocar um dispositivo que possa gerar energia entre os locais onde ocorrem a reação de oxidação do Zn e os locais onde ocorrem as reações de redução dos íons H^+ , ou seja, estes dois locais estão curto-circuitados.

Se quisermos aproveitar a energia liberada pelas reações eletroquímicas espontâneas sob a forma de energia elétrica, basta conectar com um fio o eletrodo de Zn a um eletrodo de Pt (ou de um outro metal mais nobre que o Zn), e imergir os dois eletrodos na solução de H_2SO_4 . Devido à diferença de potencial entre os dois eletrodos, o Zn é “obrigado” a enviar elétrons para a Pt através do fio metálico, e o H_2 , que anteriormente se formava sobre a superfície do Zn, passará a se desprender sobre o eletrodo de Pt, recebendo os elétrons a partir do circuito externo (Figura 1). Este fluxo de elétrons poderá ser utilizado para produzir trabalho, por exemplo, eletricidade, se colocarmos uma lâmpada no caminho dos elétrons. Ou seja, para aproveitarmos a energia gerada temos que separar macroscopicamente os locais das reações de redução (catódica) e de oxidação (anódica).

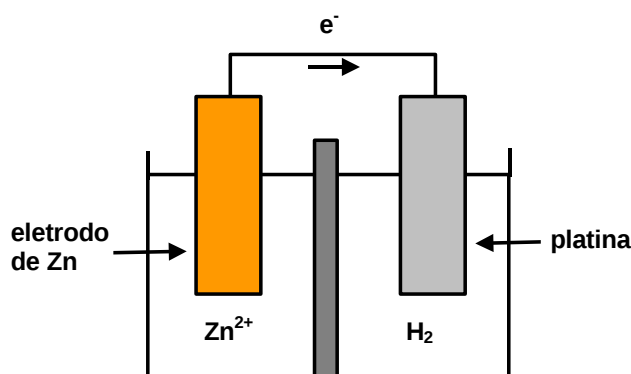


Figura 1 - Esquema de uma pilha galvânica

O conjunto descrito no parágrafo anterior constitui uma pilha, e para que a mesma possa ter uma vida útil estimada, e continue funcionando por um determinado intervalo de tempo, é necessário colocar uma parede porosa (permite a passagem de íons mas não permite a mistura das soluções) separando as regiões da solução contendo cada um dos eletrodos. Ocorreria mistura das soluções e a pilha perderia sua eficiência.

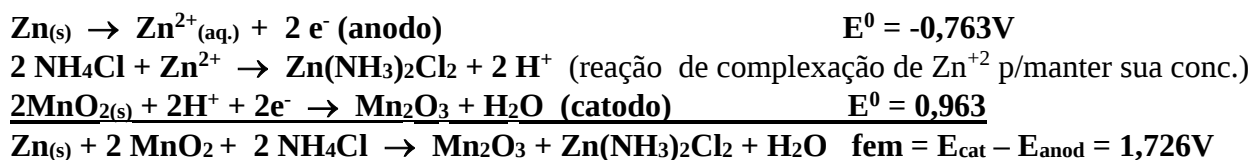
Pilha seca ou de Leclanché

A primeira pilha seca foi descrita por Georges Leclanché, em 1868, a partir da sua descoberta de que o dióxido de manganês possui uma ligeira condutibilidade e que também é um bom agente despolarizante (um despolarizante tem a capacidade de acelerar algumas etapas das reações eletroquímicas). Atualmente esta pilha é muito utilizada em rádios, pequenas lanternas e aparelhos eletrônicos em geral.

Um esquema simplificado de uma pilha de Leclanché está apresentado na Figura 2, e a mesma é constituída das seguintes partes:

- Uma barra de grafite (eletrodo quimicamente inerte) que atua como pólo positivo da pilha (catodo), a qual é recoberta com uma camada de MnO_2 misturado com carbono, melhorando a condutibilidade deste pólo;
- Um recipiente de Zn bastante puro funcionando como anodo (polo negativo da pilha);
- Uma solução composta por cloreto de amônio, cloreto de zinco, amido e farinha, que fica entre o catodo e o anodo, e que envolve o primeiro;
- Uma barreira de papel reforçando o catodo, previamente umedecida com solução de cloreto de zinco e cloreto de amônio, a qual tem a finalidade de evitar a desintegração mecânica do catodo.

O papelão serve também como isolante, evitando o contato direto entre o catodo e o anodo, o que provocaria um curto-circuito. As reações que ocorrem na pilha são:



O MnO_2 é chamado de despolarizante, pois impede a formação de H_2 . Caso isto ocorresse, a película gasosa que se formaria isolaria o pólo positivo, impedindo o funcionamento da pilha.

A força eletromotriz (fem) de uma pilha como a descrita acima é de 1,73V. Durante a aula de laboratório será construída uma pilha deste tipo.

A fem de uma pilha é calculada a partir de dados termodinâmicos, considerando que não há passagem de corrente (eletrodos em equilíbrio), e ignorando qualquer aspecto da cinética (velocidade) das reações eletroquímicas. Na prática verifica-se que a fem é maior que a diferença de potencial

(ddp) que a pilha fornece quando em funcionamento. Este comportamento pode ser explicado devido à polarização sofrida pelos eletrodos.

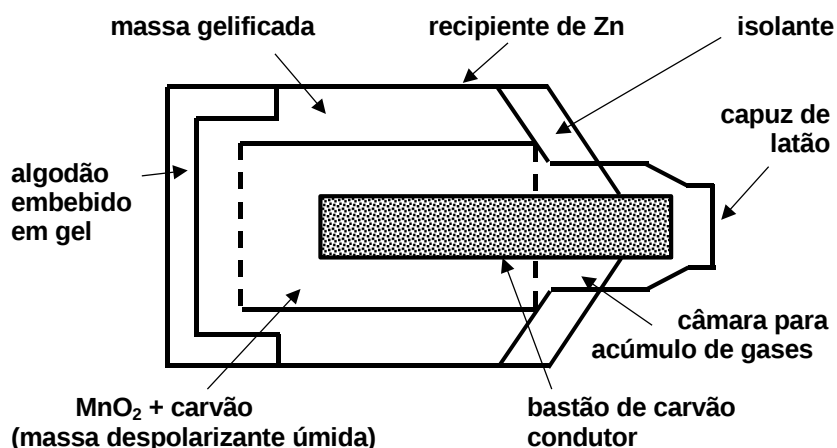


Figura 2 - Esquema da pilha seca ou de Leclanché

O fenômeno de polarização pode ser definido como a mudança do potencial de um eletrodo em relação ao seu potencial de equilíbrio (calculado a partir de dados termodinâmicos) devido à passagem de corrente elétrica. A polarização ocorre devido à lentidão com que acontecem as reações na interface, como por exemplo: transferência de cargas, transporte de massa (íons) no interior da solução, quando comparadas à velocidade de condução dos elétrons através do condutor metálico. A velocidade dos processos interfaciais é muito menor.

Quando dois eletrodos com potenciais diferentes são conectados por um fio metálico, em virtude da diferença de potencial, um fluxo de elétrons se estabelece partindo do anodo (eletrodo de menor potencial de redução) em direção ao catodo (eletrodo de maior potencial de redução). Os elétrons que deixam o anodo deverão ser repostos através da reação de oxidação, por exemplo a dissolução do eletrodo metálico:



Por outro lado, no catodo, estes elétrons deverão ser consumidos por meio de uma reação de redução, geralmente de alguma espécie iônica presente na solução:



Devido à lentidão na cinética das reações eletroquímicas, a velocidade de reposição dos elétrons que saem do anodo em direção ao catodo por meio das reações de oxidação, é menor do que a velocidade de saída de elétrons em direção ao circuito externo, este último processo sendo ativado pela diferença de potencial. Fazendo um balanço de cargas neste eletrodo, é fácil verificar que **saem mais elétrons do anodo do que são repostos, tornando-o mais positivo**. Ou seja, na situação polarizada o potencial do anodo torna-se maior que na situação não polarizada.

Por outro lado, **no catodo**, a quantidade de elétrons que é consumida pelas reações de redução é menor do que a quantidade de elétrons que chega através do circuito externo. Raciocinando de modo análogo ao anodo, existirá um acúmulo de cargas negativas neste eletrodo, **tornando seu potencial menos positivo** se comparado à situação na qual não há passagem de corrente (equilíbrio).

Logo, com a passagem de corrente, o potencial do anodo (eletrodo de menor potencial) aumenta, enquanto o potencial do catodo (maior potencial) diminui, provocando uma queda no valor da diferença de potencial da pilha (Figura 3). Este fenômeno denomina-se polarização, sendo comum a todos os sistemas eletroquímicos.

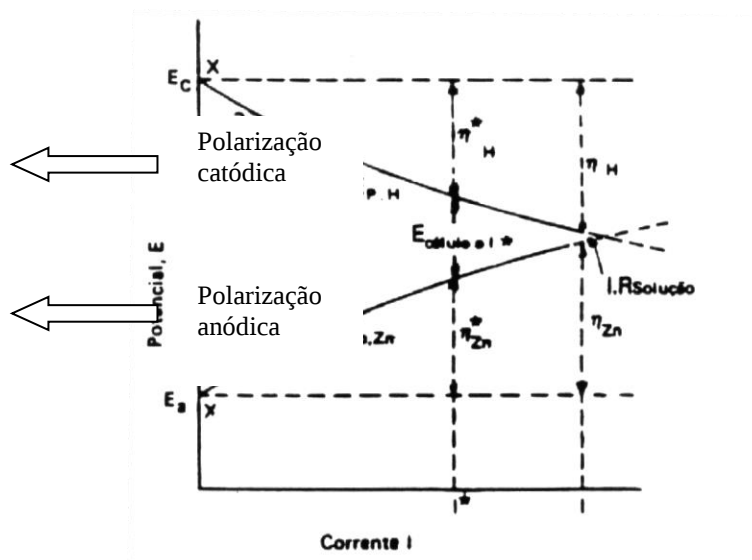


Figura 3 – Polarização em uma pilha

Deve-se frisar que a queda na ddp da pilha, em virtude da polarização, provoca a diminuição da quantidade de elétrons que circula no circuito externo (movimento causado pela diferença de potencial entre os eletrodos), ou seja, provoca uma diminuição da corrente circulante. Em um determinado valor de ddp, a velocidade de consumo/produção de elétrons via reações de interface torna-se igual à velocidade de circulação dos mesmos através do circuito externo. Nesta condição, o sistema como um todo entra em estado estacionário, e o potencial dos eletrodos não mais sofrerá variações.

Como na pilha estamos querendo gerar trabalho a partir da diferença de potencial, podemos concluir que a **polarização não é um fenômeno desejado neste tipo de dispositivo**.

3. ACUMULADORES

Até 1860 todas as células galvânicas construídas eram do tipo primário, ou seja, uma vez descarregadas não podiam mais ser recarregadas com auxílio de uma fonte de tensão externa. Foi então que Gantón Planté construiu a primeira célula secundária verdadeira, isto é, que pode ser recarregada.

Acumuladores são conjuntos de pilhas secundárias, ou seja, que podem ser recarregadas. Nestes sistemas eletroquímicos as reações que ocorrem são reversíveis, e uma vez esgotados os reagentes ativos pela reação espontânea de descarga, os mesmos podem ser regenerados pela reação inversa de "recarga", utilizando-se uma fonte de tensão externa.

O descrito acima só é possível porque, além das reações serem reversíveis, os produtos de oxidação permanecem próximo ao anodo e os produtos de redução próximos ao catodo. No caso das pilhas primárias, os produtos oxidados no anodo e reduzido no catodo se misturam, impedindo a recarga.

Por diversos motivos práticos, poucos são os sistemas eletroquímicos que podem ser usados como acumuladores. Os principais são:

- ✓ Chumbo-ácido: consiste em um eletrodo positivo de dióxido de chumbo e um eletrodo negativo de chumbo poroso imersos em uma solução aquosa de ácido sulfúrico;
- ✓ Níquel-ferro: o material ativo do eletrodo consiste em um depósito de hidróxido de níquel II sobre o eletrodo de óxido de níquel. No eletrodo negativo é preparado o ferro puro - produz-se um material que possui um óxido estável na superfície e boa condutividade. O eletrólito usado é o KOH;

- ✓ Níquel-cádmio: mais conhecido como NICAD, possui longa vida útil com voltagem constante e possibilidade de operação em baixas temperaturas. No entanto, seu custo é elevado e, por isto, seu emprego restrito a pequenos instrumentos.
- ✓ Baterias de lítio: O lítio é o anodo. Elas têm baixo custo e fornecem tensão estável por longos períodos.

Os acumuladores de chumbo-ácido são os mais tradicionais, podendo ser de três tipos:

- ✓ Acumuladores de placas tipo Planté: são acumuladores de grande capacidade que, em virtude de sua grande massa, são usados para serviços fixos. Em geral, permitem mais de 2000 ciclos de carga e descarga;
- ✓ Acumuladores de placas tipo Fauré: são acumuladores de menor capacidade e de massa muito menor, permitindo seu transporte. São usados em automóveis. Suportam no máximo 400 ciclos completos de carga e descarga;
- ✓ Acumuladores blindados Exide: combinam as vantagens dos dois anteriores. Resistem a cerca de 1200 ciclos completos de carga e descarga. No entanto, são mais caros que os do tipo Fauré.

Acumuladores de placas de chumbo tipo Fauré

São constituídos por dois conjuntos interligados de placas de chumbo endurecido com antimônio (placas alveolares). Cada conjunto constitui um eletrodo, sendo que um deles possui uma placa a mais. Um esquema representativo das placas está apresentado na Figura 4.

Para construir o acumulador, sobre as placas de chumbo passa-se uma pasta constituída por óxido de chumbo (PbO), de modo a preencher os alvéolos. Os dois conjuntos de placas são então encaixados um no outro, de modo a se ter, alternadamente, uma placa de um eletrodo e outra placa de outro. Entre cada par de placas, coloca-se uma placa isolante, que pode ser de materiais como o plástico, a madeira, o ebonite (borracha dura), etc. As placas isolantes, em geral, são onduladas e com pequenos furos, de maneira a permitir a circulação do eletrólito. A finalidade das mesmas é impedir que ocorra curto-circuito entre as placas de chumbo devido ao entortamento ou crescimento excessivo dos depósitos sobre estas últimas.

O conjunto assim obtido, geralmente, é colocado em uma caixa de plástico contendo solução aquosa de ácido sulfúrico de massa específica da ordem de $1,3 \text{ g.cm}^{-3}$ (39% de ácido).

Para carregamento do acumulador, impõe-se aos pólos do conjunto, por meio de uma fonte de tensão ou de um retificador, uma diferença de potencial da ordem de 2,5 V. O pólo positivo do gerador é ligado ao conjunto de placas que possui uma placa a menos. Sobre este conjunto de placas, por eletrólise, o PbO irá se transformar em PbO₂, de cor marrom. Por outro lado, sobre o conjunto de placas ligado ao pólo negativo da fonte de tensão, o PbO se transformará em chumbo esponjoso (Pb), de cor cinzenta.

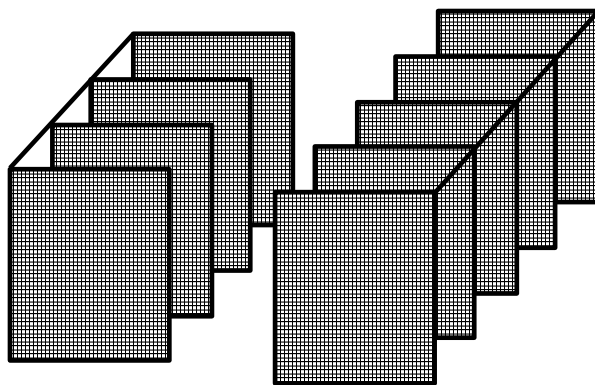


Figura 4 - Esquema representativo de um acumulador de placas de chumbo

Depois de carregado, o acumulador funcionará como uma pilha, ocorrendo reações espontâneas sobre seus eletrodos. Durante a descarga, o pólo que esteve ligado ao pólo negativo do

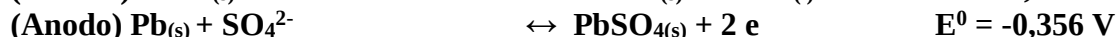
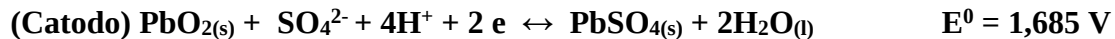
gerador será o pólo negativo do sistema, ou seja, dele sairá o fluxo de elétrons quando o acumulador estiver sendo usado, e ocorrerão reações de oxidação.

A equação global de descarga deste acumulador é a seguinte:



A Figura 5 apresenta resumidamente o esquema de funcionamento do acumulador de chumbo-ácido.

Na reação de descarga, o PbO_2 das placas positivas se transforma em PbSO_4 (redução), e o chumbo esponjoso das placas negativas também se transforma em PbSO_4 (oxidação). Neste processo, parte do ácido sulfúrico é consumido.



Quando carregado, o acumulador tem uma **fem de 2,04V** ($\text{fem} = E_{\text{cat}} - E_{\text{an}}$). Durante a descarga, isto é, quando o acumulador está sendo usado, a voltagem cai muito lentamente até 1,75V, e, em seguida, cai rapidamente. Esta última situação deve ser evitada, pois, neste caso, a recarga do acumulador deixaria de ser completa.

Quando a tensão entre os pólos é de 1,75 V, diz-se que o acumulador está descarregado. Nesta situação a densidade do eletrólito é da ordem de $1,15 \text{ g.cm}^{-3}$ (21% de ácido). **O fato de a densidade do eletrólito diminuir durante a descarga, e aumentar na carga, faz com que esta propriedade seja usada para o controle da carga.**

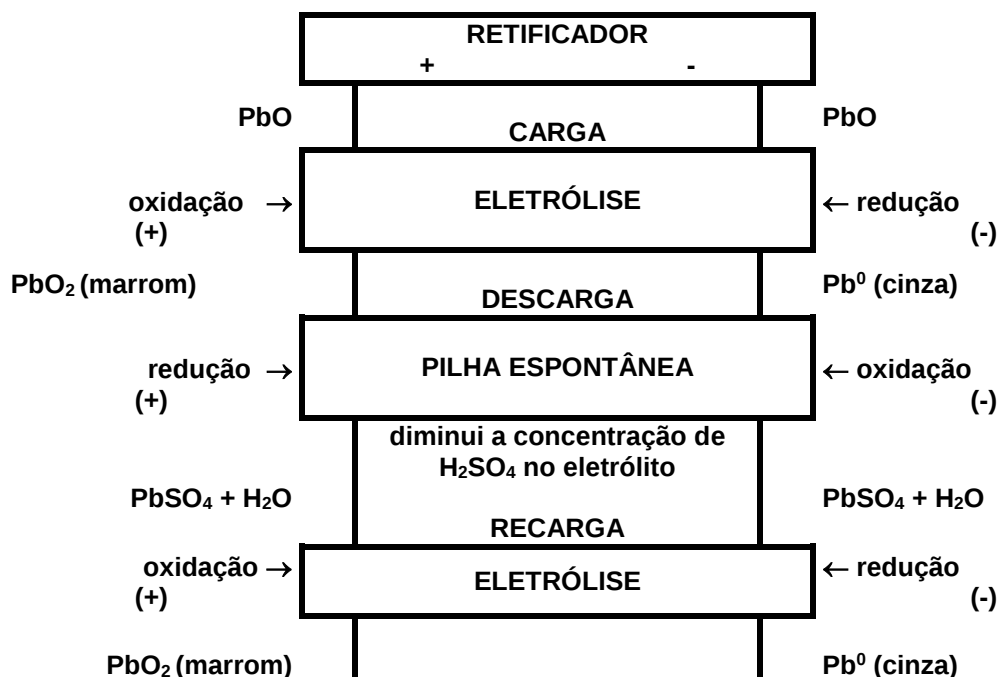


Figura 5 – Esquema de funcionamento de um acumulador de chumbo-ácido

Quando o acumulador atinge o limite inferior de ddp recomendável (1,75 V), este deve ser novamente ligado ao gerador, sempre respeitando o fato de que os pólos positivos e negativos de ambos os dispositivos devem ser conectados entre si. A diferença de potencial a ser aplicada durante a recarga deve ser de, no mínimo, 2,5 V. A diferença em relação ao valor de 2,04 V, que corresponde à fem do acumulador, deve-se ao fato de que, na carga, deve-se vencer a polarização dos eletrodos e a resistência interna do sistema. A reação de carga é a mesma descrita anteriormente, porém as reações ocorrem no sentido contrário.

Os acumuladores de chumbo ácido suportam entre 300 e 400 ciclos completos de carga e descarga, após o que sua capacidade cai a 80% da inicial. Aos poucos o PbO_2 se desprende das placas positivas, acumulando-se no fundo do recipiente.

Há sempre uma placa negativa a mais, a fim de permitir que o PbO_2 se forme sobre os dois lados de todas as placas positivas, evitando assim que, durante a carga, o PbO_2 seja formado apenas de um lado de uma das placas, entortando-a.

É comum construir baterias com 3 ou 6 acumuladores, o que permite a obtenção de uma ddp de cerca de 6 ou 12 V, respectivamente.

A **sulfatação das placas** é um fenômeno frequente em acumuladores não usados convenientemente. O sulfato de chumbo que se forma na descarga normal é microcristalino, com aspecto amorfo, sendo facilmente atravessado pelo eletrólito. Nestas condições, ele se dissolve muito facilmente durante a carga. Entretanto, se o acumulador sofrer grandes variações de temperatura, ou for carregado rapidamente, ou ainda, se for descarregado até sua tensão cair abaixo de 1,75 V, formam-se cristais relativamente grandes e compactos de sulfato, tornando impossível a sua transformação completa durante a carga.

4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

4.1 Pilha, acumulador e eletrólise

A primeira parte do experimento consiste em construir uma **pilha primária** (Figura 6), ou de Leclanché, e **outra secundária**, ou acumulador, para posterior utilização como fonte de energia provocando reações em soluções com composições conhecidas. Ambos serão utilizados como fontes de energia para experimentos de eletrólise, de acordo com esquema representado na Figura 7 para o caso da pilha.

A energia fornecida pelos dispositivos construídos provocará a ocorrência de reações de oxidação e de redução, não espontâneas, sobre os eletrodos imersos nas soluções. A natureza destas reações deverá ser determinada após as observações experimentais.

4.2.1 Construção da pilha seca

O objetivo desta etapa é montar uma pilha seca, segundo o esquema da Figura 6, com o seguinte material: carvão de retorta, zinco, MnO_2 , solução de NH_4Cl e algodão.

Procedimento:

- Inicialmente lixe a placa de Zn e os fios metálicos disponíveis na bancada (estes últimos servirão de eletrodos para a observação das reações na solução);
- Num vidro de relógio, e com uma espátula, **juntar ao MnO_2 algumas gotas de solução de NH_4Cl** (a quantidade de NH_4Cl a ser adicionada deve permitir formar uma pasta úmida, porém consistente, de MnO_2 ; para isto é suficiente a adição de apenas algumas gotas da solução);
- Cobrir uma das faces do carvão com uma camada uniforme, de aproximadamente 2 mm de espessura, da pasta obtida;
- Cobrir a pasta com um retângulo de algodão, umedecendo-o levemente com a solução de NH_4Cl (**são necessárias apenas algumas gotas**);
- Colocar a placa de Zn, devidamente lixada, sobre o algodão;
- Juntar levemente, com o indicador e o polegar, os dois fios metálicos de cobre disponíveis, um contra o carvão e o outro contra o zinco, amarrando-os com um elástico.

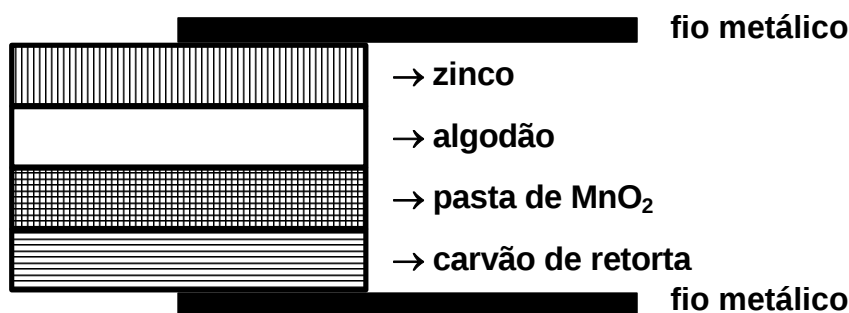


Figura 6 – Esquema de montagem da pilha seca

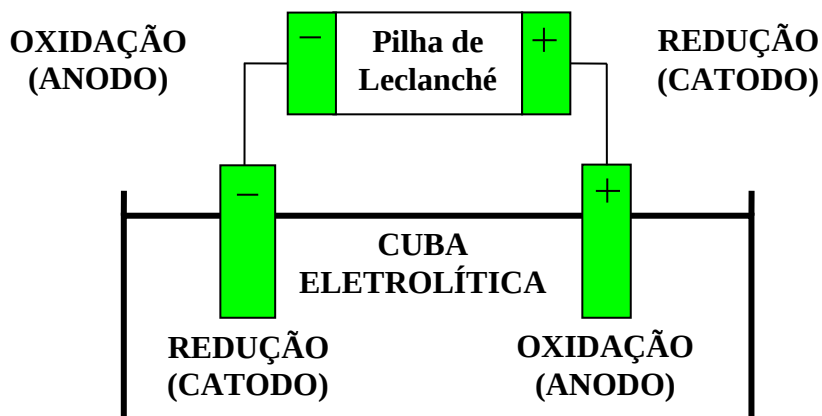


Figura 7 – Eletrólise utilizando uma pilha como fonte

4.2.2 Experiências com a pilha construída

I. Verificação das características da pilha

- Medir a voltagem da pilha construída utilizando um voltímetro, o qual possui uma resistência interna muito elevada, fato que impede a passagem de corrente através do circuito externo, o que traz duas consequências para o funcionamento da pilha:
 - Impede a polarização excessiva dos eletrodos, logo o valor de ddp lido não deve estar muito longe da fem teórica da pilha (1,73 V);
 - Como o sistema atinge rapidamente um estado estacionário (pela pouca passagem de corrente), a leitura no voltímetro é estável (o sistema está descarregando muito lentamente).
- Verificar se a pilha acende uma lâmpada de 2V disponível na bancada (verificar a intensidade da luz);
- Medir a corrente de curto-circuitamento da pilha utilizando um amperímetro, o qual possui resistência interna nula. A corrente **anotada deverá ser a corrente de pico**. O fato do amperímetro possuir resistência nula permite uma rápida passagem de elétrons através do circuito externo, trazendo duas consequências para a pilha: i) Rápida polarização dos eletrodos, o que leva a ddp entre os eletrodos para um valor próximo a zero, e também ocasiona a rápida diminuição no valor da corrente verificada no leitor; ii) Rápido descarregamento da pilha.

II. Verificação dos pólos da pilha – experiências de eletrólise

Será descrito detalhadamente apenas o procedimento para a investigação a ser realizada na solução de NaCl. Para as outras soluções serão frisadas apenas as etapas diferentes.

Após a realização de cada um dos testes, lavar os dois eletrodos metálicos com água destilada (disponível sobre a bancada) a fim de evitar contaminação da solução a ser utilizada no procedimento posterior.

a. Eletrólise do NaCl

- i. Em um bquer de pequena capacidade, contendo solução de NaCl, colocar, aproximadamente, 3 gotas de fenolftaleína (indicador ácido-base);
- ii. Mergulhar os dois fios de cobre conectados aos pólos da pilha, levemente afastados um do outro, na solução eletrolítica;
- iii. Devido à energia fornecida pela pilha, haverá eletrólise da solução;
- iv. No catodo, haverá desprendimento do gás hidrogênio (após a redução de todo o oxigênio dissolvido na solução e presente nas proximidades do eletrodo nos primeiros segundos). Este processo causa um aumento da alcalinidade nas proximidades do eletrodo (falta H^+ e sobra OH^-), provocando a mudança de cor do indicador de incolor para rosa, acima de pH 8,3;
- **IMPORTANTE:** como as reações que ocorrem na solução eletrolítica não são espontâneas, o que verificamos é o funcionamento de uma célula eletrolítica. Em tais dispositivos **o catodo será o pólo negativo do sistema**.
- Identificar as meia-reações que ocorrem em cada um dos pólos (utilize a tabela disponível na apostila).

b. Eletrólise da água acidulada (contendo HCl)

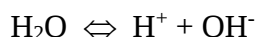
- i. Mergulhar os dois eletrodos de Cu na solução de HCl durante alguns minutos;
- ii. Verificar os fenômenos que acontecem;
- iii. Identificar as meia-reações que ocorrem em cada um dos pólos.

c. Eletrodeposição do cobre

- i. Trocar o eletrodo de cobre ligado ao zinco por um de níquel-cromo lixado (fio prateado disponível na bancada);
- ii. Mergulhar os dois eletrodos em uma solução de $CuSO_4$ durante alguns minutos;
- iii. Retirar os eletrodos e verificar sobre qual deles ocorre deposição de cobre;
- iv. Identificar as meia-reações que ocorrem em cada um dos pólos.

Roteiro para chegar às reações de eletrólise

Para se chegar às reações que irão ocorrer durante a eletrólise, deve-se, inicialmente, verificar quais são as espécies presentes na solução e que podem participar das reações eletroquímicas, ou seja, que podem ganhar ou perder elétrons, reduzindo-se ou oxidando-se, respectivamente. Deve-se considerar apenas as espécies presentes inicialmente na solução, não devendo ser consideradas espécies formadas em virtude das reações eletroquímicas que ocorrem nos eletrodos. Como todas as soluções utilizadas são aquosas, deve-se sempre considerar o equilíbrio de dissociação da água, e a presença dos íons H^+ e OH^- :



Para descobrir a **reação de oxidação** devem ser consideradas todas as **espécies que, potencialmente, podem ceder elétrons, ou serem oxidadas, incluindo o próprio metal do qual é constituído o eletrodo**. Será oxidada a espécie que tiver o menor potencial de redução, pois isto significa que a mesma pode ser oxidada mais facilmente (tem menor afinidade por elétrons). **O metal constituinte do anodo deve ser sempre considerado como um potencial doador de elétrons, com os íons metálicos indo para a solução.**

Para identificar a **reação de redução**, devem ser consideradas todas as espécies que podem ganhar elétrons, sendo que a reação que ocorre é a da **espécie que possuir maior potencial de redução**, pois isto significa que esta tem maior tendência a ganhar elétrons. No caso do **metal que constitui o catodo, não deve ser considerada a hipótese deste participar das reações eletroquímicas de redução, pois o metal já está na forma reduzida**, e funcionará apenas como um condutor eletrônico sobre o qual ocorrem as reações de redução, devendo ser considerado inerte.

A seguir está apresentada uma tabela de potenciais padrão de redução (E°) para diversas espécies. Para uma avaliação rigorosa, os potenciais de equilíbrio deveriam ser calculados, para cada situação, pela equação de Nernst. Quando os valores são muito distantes entre si, contudo, o cálculo pode ser desnecessário:

Reação	E° red. (V)
$\text{Na}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{Na}$	-2,71
$\text{Ni}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Ni}$	-0,25
$2\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{H}_{2(g)}$	zero
$\text{Cu}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Cu}$	+0,347
$\text{O}_2 + 2\text{H}_2\text{O} + 4e^- \rightleftharpoons 4\text{OH}^-$	+ 0,401 (solução neutra)
$\text{O}_2 + 4\text{H}^+ + 4e^- \rightleftharpoons 2\text{H}_2\text{O}$	+ 0,815 (solução ácida)
$\text{Cl}_2 + 2e^- \rightleftharpoons 2\text{Cl}^-$	+1,36
$\text{S}_2\text{O}_8^{2-} + 2e^- \rightleftharpoons 2 \text{SO}_4^{2-}$	+ 1,96
$2 \text{SO}_4^{2-} + \text{H}_2\text{O} + 2e^- \rightleftharpoons \text{SO}_3^{2-} + 2\text{OH}^-$	-0,940

III. Desprendimento do gás cloro

Este procedimento será realizado de maneira demonstrativa pelo professor. A solução utilizada para a realização do experimento será a de HCl. Para a realização deste experimento será utilizada uma fonte de tensão disponível no laboratório. **Antes de usar a fonte de tensão, tente trocar o eletrodo de cobre por um de titânio (ligado no anodo da pilha) e veja o que ocorre usando a pilha construída como fonte de tensão..** Depois, siga as instruções abaixo;

- Colocar a fonte no modo de funcionamento de tensão;
- Tome um fio de Pt ou de titânio (o importante é que o material seja inerte);
- Conecte este fio ao pólo positivo da fonte de tensão;
- Ao pólo negativo da fonte conecte um dos eletrodos de Cu;
- Imergir os dois eletrodos, levemente separados, na solução eletrolítica;
- Girar, lentamente, o botão de regulagem da voltagem aplicada;
- Verificar o que ocorre na superfície de cada um dos eletrodos;
- Identificar as meia-reações que ocorrem em cada um dos pólos e tensão mínima para que ocorram.

Fundamentação teórica para esta etapa do procedimento experimental

O objetivo desta etapa é a produção de gás cloro a partir de uma solução de HCl.

Se você observar a tabela de potenciais disponível nesta apostila, verá que o par Cl_2/Cl^- possui o maior valor de potencial de redução. Ao forçarmos reações de oxidação, ocorrerá primeira a reação que apresentar o menor potencial de redução.

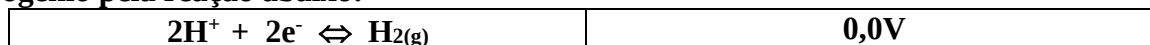
Entre todas as espécies presentes no béquer, há duas que podem sofrer oxidação: o ânion cloreto, Cl^- e o ânion hidroxila, OH^- . Observando a tabela de potenciais padrão de redução para essas espécies, verifica-se que a hidroxila tem maior tendência a sofrer oxidação (menor potencial de redução) e formar o gás oxigênio.

$\text{O}_2 + 4\text{H}^+ + 4e^- \rightleftharpoons 2\text{H}_2\text{O}$	+ 0,815 (solução ácida)
$\text{Cl}_2 + 2e^- \rightleftharpoons 2\text{Cl}^-$	+1,36

A pergunta que fica é porquê ao aplicarmos potenciais anódicos mais elevados só verificamos a produção do gás cloro (cheiro) e não o de oxigênio? Isso ocorre devido a uma maior polarização na reação de produção de oxigênio sobre titânio em comparação com a produção de cloro. A cinética fez inverter o que se esperaria do ponto de vista apenas termodinâmico.

Afinal, a indústria de soda cloro não conseguiria produzir o gás cloro, e sim, apenas oxigênio, se isso não ocorresse.

No cátodo também ocorre a evolução de um gás, mas esse você já sabe: é o hidrogênio. Afinal estamos num meio ácido e polarizando catodicamente, só podemos ter a formação do gás hidrogênio pela reação abaixo:



4.2.3 Construção de um acumulador de placas de chumbo

IMPORTANTE: Durante todo o procedimento experimental com o acumulador, tomar o máximo cuidado ao manipular o H_2SO_4 , evitar contato com as mãos, respingos nos olhos ou nas roupas.

I - Procedimento para preparação do acumulador:

- Num vidro de relógio, e com o auxílio de uma espátula de madeira, misturar PbO e solução 6N de H_2SO_4 até formar uma pasta úmida e consistente. (esmague as pelotas de PbO com a espátula de modo que a pasta fique o mais homogênea possível);
- Preparada a pasta, encher os alvéolos das duas placas de chumbo disponíveis sobre a bancada (as placas já estarão devidamente lixadas);
- Limpar a pasta excedente;
- Envolver as duas chapas de chumbo, separadamente, com folhas de material isolante perfuradas;
- Prender as duas placas com o auxílio de um elástico;
- Mergulhar o conjunto preparado no recipiente plástico contendo o H_2SO_4 . Um esquema representativo está apresentado na Figura 8.

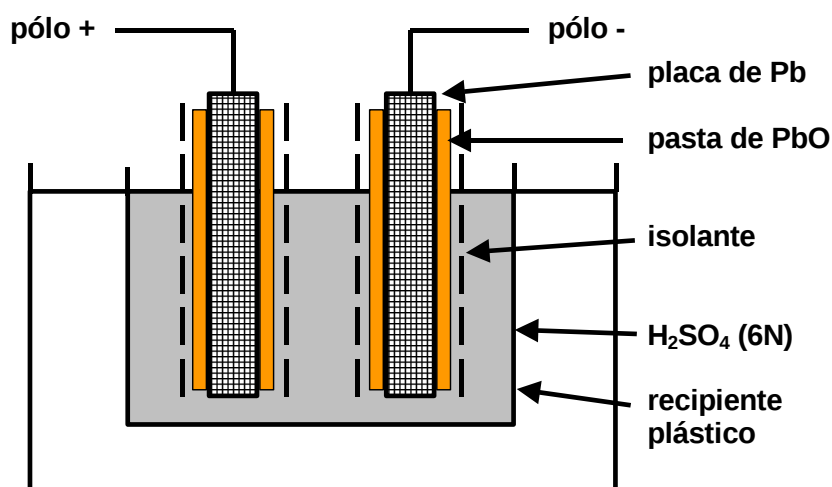


Figura 8 – Esquema de montagem do acumulador de chumbo ácido

II - Procedimento para a carga do acumulador

- Ligar cada placa de chumbo do acumulador, identificadas por um fio vermelho e um preto, a cada um dos pólos da fonte de tensão;
- Ligar a placa identificada com o fio preto ao pólo negativo da fonte de tensão (tensão de mais ou menos 6V), e a placa identificada com o fio vermelho ao pólo positivo;
- Ligar a fonte de tensão e deixar o acumulador **carregar durante aproximadamente dois minutos**.

A finalidade desta carga inicial é transformar o PbO do pólo negativo em chumbo esponjoso e o PbO do pólo positivo em PbO_2 , assim, após o acumulador carregado teremos:

✓ Pólo positivo: $\text{PbO} \rightarrow \text{PbO}_2$ (marrom)

✓ Pólo negativo: $\text{PbO} \rightarrow \text{Pb}^0$ (cinzento)

Importante: Deve-se destacar que, após a primeira carga, o **PbO deixará de existir**, pois **durante a descarga**, tanto no pólo positivo como no pólo negativo, ocorre a **formação de Pb^{2+}** , que irá se combinar com os íons SO_4^{2-} da solução.

III - Experiência com o acumulador

A **experiência com o acumulador** consistirá, essencialmente, dos mesmos procedimentos experimentais utilizados para testar a pilha construída, por isto, **as etapas serão descritas sucintamente**:

- Verificar se o acumulador acende a lâmpada de dois volts;
- Verificar a ddp do acumulador com um voltímetro;
- Verificar a corrente (de pico) do acumulador com o amperímetro;
- Identificar as pólos do acumulador (utilizando a solução de NaCl); repetir experimentos de eletrólise;
- Recarregar o acumulador;
- Desmontar o acumulador, desembrulhar cuidadosamente as chapas de Pb, e verificar a coloração dos pólos;
- Dispor os resíduos sólidos conforme orientação do professor.

EXPERIÊNCIA 3

TENSOATIVOS

Medida da tensão superficial e determinação da concentração micelar crítica (CMC) de tensoativos industriais

Profa. Patricia H.L. S. Matai

Propriedades e mudanças de propriedades provocados pelos tensoativos são vistas nessa experiência através do levantamento da curva da tensão superficial em função da concentração de tensoativo, e da determinação da concentração micelar crítica. Os testes práticos realizados em laboratório ilustram: as propriedades dos tensoativos decorrentes das características de suas moléculas e de ligações químicas, principalmente pontes de hidrogênio e forças de van der Waals. Alguns aspectos da termodinâmica são abordados.

1. OBJETIVOS

Os objetivos desta experiência são ilustrar a medição da tensão superficial de soluções de agentes tensoativos aniônicos, não iônicos e catiônicos, bem como determinar, através dos dados obtidos, as respectivas concentrações micelares críticas (CMC) visando estabelecer as concentrações de auto-desempenho para os tensoativos em aplicações tais como umectação de tecidos e preparo de emulsões dos tipos água/óleo e óleo/água.

2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

Os agentes tensoativos, também denominados surfactantes ou agentes ativos de superfície, têm largo emprego na indústria química como matéria prima para a produção de detergentes para uso doméstico e institucional, emulsionantes, produtos para tratamento de couros, preparados cosméticos, tintas, inseticidas, pigmentos, resinas, inibidores de corrosão, amaciantes de roupa, clarificação de açúcar, indústria farmacêutica, etc.

2.1 Tensão superficial (γ)

A principal propriedade dos agentes tensoativos é a redução da tensão superficial que é a propriedade de um líquido que faz com que se comporte como se a sua superfície estivesse encerrada em uma película elástica. Cada uma das moléculas no interior de um líquido interage com as moléculas que as cercam, e como consequência, a energia potencial de interação de todas estas sobre a central tem uma resultante nula, o que equivale a dizer que a energia de atração é a mesma em todas as direções. Uma molécula situada na superfície de um líquido que se encontra em equilíbrio com o seu vapor, é atraída de um lado pelas moléculas da fase gasosa, e de outro pelas moléculas da fase líquida. A atração para o interior do líquido é maior do que para a fase gasosa, pois o número de moléculas é maior. Para aumentar a superfície deste líquido é necessário fornecer energia que é denominada “energia livre de superfície”. A tensão superficial é definida como a força exercida pelas moléculas na superfície de um líquido, de modo a se ter a menor energia livre de superfície. Pode também ser definida como sendo a energia requerida para aumentar a área superficial (isotermicamente) por m^2 . A tensão superficial é medida em mN/m (mili Newton por metro) ou J/m^2 (Joule por metro quadrado). É responsável pela formação de: gotas de líquidos, bolhas de sabão, meniscos, capilaridade, adsorção de líquidos por substâncias porosas e pela habilidade de líquidos de molhar superfícies.

Uma região que separa duas fases, por exemplo, a e b , pode ser considerada como sendo uma região com espessura finita na qual existe uma variação das propriedades de a para b . Young demonstrou que, no que se refere às propriedades mecânicas, a região interfacial pode ser substituída por um modelo de uma membrana (com espessura infinitesimal) esticada e denominou superfície de tensão, o plano divisor entre as duas referidas regiões. Segundo Moore (1976), através das propriedades da camada superficial, é possível estabelecer a posição da superfície de tensão, bem como, o valor da tensão superficial que nela atua.

As interfaces existem entre todas as fases imiscíveis. O termo **interface** se refere à região de contato entre duas fases condensadas, enquanto que o termo **superfície** corresponde à região de fronteira entre uma fase condensada e um gás. Na prática, mede-se a **tensão superficial de líquidos** e a **tensão interfacial entre duas fases líquidas**.

O valor da tensão interfacial pode ser obtido através da medida da força necessária para aumentar a superfície ou a interface entre dois líquidos em relação a uma área específica.

No estado de equilíbrio, as interações entre as moléculas localizadas na superfície com as moléculas da fase gasosa são muito pequenas. Assim, a tensão superficial pode ser atribuída apenas às interações entre as moléculas localizadas na superfície e a fase condensada. Entretanto, na interface entre duas fases condensadas, as interações entre as moléculas das duas fases ocorrem através da interface, resultando em uma redução da tensão interfacial.

Considerando-se as interações entre as moléculas de fases condensadas, é necessário que se faça uma diferenciação entre as forças de dispersão de London e as forças polares. A tensão superficial inclui componentes que podem ser atribuídos a forças de dispersão (γ_d) e interação polar (γ_p). Assim,

$$\gamma = \gamma_d + \gamma_p \quad (\text{Equação 1})$$

A tensão superficial da água a 25° C é 72,8 mN. m⁻¹ sendo este valor composto por 21,8 mN. m⁻¹ para γ_d e 51,0 mN. m⁻¹ para γ_p .

Os alcanos e o polietileno não apresentam tensão superficial atribuída às forças polares. Nestes casos, $\gamma = \gamma_d$.

2.2 Tensão superficial das soluções

Considerando-se uma substância cuja molécula seja composta por uma fração apolar (lipofílica ou hidrofóbica) e uma fração polar (hidrofílica) em solução aquosa, os grupamentos apolares encontram-se em um estado de elevada energia livre. Neste caso, o trabalho requerido para trazê-los do interior da solução para a superfície é pequeno. Sempre que um soluto causa o abaixamento da tensão superficial de um líquido, as camadas superficiais da solução ficam enriquecidas deste soluto, ou seja, o soluto é adsorvido positivamente na superfície. Alguns solutos tais como, sais iônicos, de um modo geral aumentam a tensão superficial de soluções aquosas acima do valor da tensão superficial da água. Entretanto, estes aumentos são menores do que as diminuições provocadas pela presença de certas substâncias (os tensoativos, por exemplo) nas soluções aquosas. Os aumentos são causados pelo fato de que os íons dissolvidos, devido às interações íon-dipolo, tendem a puxar as moléculas da água para o interior da solução. Para que uma nova superfície seja criada, é necessário realizar um trabalho adicional sobre as forças eletrostáticas, ficando as camadas superficiais menos concentradas (mais pobres) em soluto. Neste caso, o soluto é adsorvido negativamente na interface. Este é o caso, por exemplo, da sacarose e dos sais inorgânicos.

2.3 Definição, características, propriedades e classificação dos tensoativos

Tensoativos são substâncias (como, por exemplo, um detergente) adicionadas aos líquidos para aumentar a sua capacidade de espalhamento ou de umectação através da redução da tensão superficial.

As moléculas dos tensoativos são constituídas por uma parte polar solúvel em água (hidrofílica) e uma porção apolar solúvel em óleo (hidrofóbica ou lipofílica), conforme esquematizado a seguir:

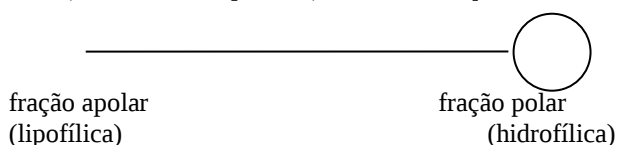


Figura 1. Representação esquemática da molécula de tensoativo

Devido às características da sua molécula, os tensoativos tendem a se posicionar e orientar na superfície limite entre duas fases, conforme apresentado na Figura 2:

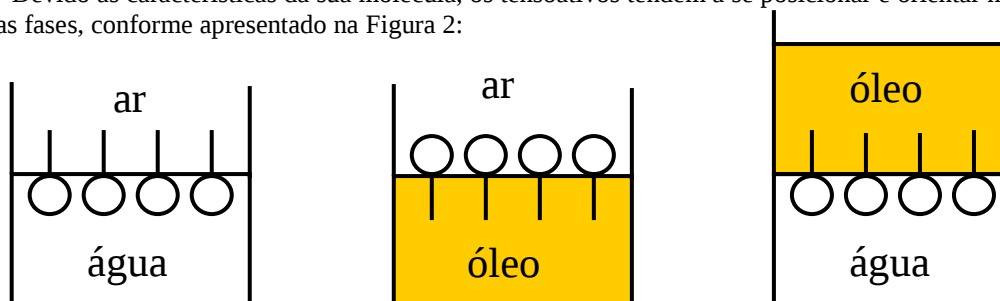


Figura 2. Orientação das moléculas de tensoativo na superfície limite.

Assim, os tensoativos tornam miscíveis duas fases imiscíveis, como, por exemplo, água e óleo.

As duas propriedades básicas mais importantes dos tensoativos podem ser expressas em termos de medidas físicas. O primeiro efeito é o da diminuição da tensão superficial e interfacial entre duas fases. O segundo efeito é o da solubilização e o fato de levar substâncias normalmente insolúveis para soluções termodinamicamente estáveis, depende da presença de micelas coloidais no interior da solução. Devido à natureza de suas moléculas, os tensoativos se concentram na interface que pode ser entre um sólido e um líquido (agentes de dispersão), entre dois líquidos imiscíveis (emulsificantes ou emulsionantes) ou entre um líquido e um gás (agentes desespumantes). O fato dos tensoativos se concentrarem na interface faz com que as propriedades físicas e químicas do sistema sejam diferentes na superfície comparativamente aquelas do interior da solução. Do ponto de vista prático, os tensoativos são reconhecidos por possuírem um grupo de propriedades físicas e químicas típicas que não podem ser somente expressas em termos de medidas físicas. São efeitos outros tais como umectação, incluindo penetração e espalhamento, espumação e desespumação, dispersão, desfloculação, emulsificação e detergência.

Muitas das propriedades físicas (tais como tensão superficial, tensão interfacial, potencial de superfície e viscosidade superficial), exibidas quando soluções de tensoativos são utilizadas, dependem não só da sua composição como da estrutura da sua molécula.

Ao se aplicar um tensoativo à uma substância sólida ou líquida, a tensão superficial pode tanto aumentar quanto diminuir. No caso dos líquidos, de um modo geral, os tensoativos provocam uma diminuição e são adsorvidos positivamente (significando que a interface fica rica em soluto) na interface líquido-ar ou líquido-líquido, sendo esta última, denominada tensão interfacial.

O caráter dual das suas moléculas faz com que os tensoativos sejam adsorvidos nas interfaces água-óleo ou água-ar porque a atração dipolar entre as moléculas da água é muito maior do que a soma das atrações água-lipofílico ou água-hidrofílico.

Os tensoativos são comumente classificados em quatro grupos, de acordo com o diferente comportamento da dissociação iônica e com a maneira como ocorre a migração da parte representativa do tensoativo durante uma eletrólise.

Assim, temos:

a) Aniônicos: dissociam-se, e a carga que tem a característica tensoativa é negativa. A migração é para o ânodo. São usados como matéria-prima detergente para a indústria química e cosmética e como emulsionantes. Como exemplos desta classe de produtos, pode-se citar os alquil sulfatos e alquil sulfonatos de sódio, e os ésteres do ácido fosfórico.

b) Não-iônicos: não se dissociam, e não migram nem para o ânodo, nem para o cátodo. São independentes da dureza da água e do pH. São usados como emulsionantes na indústria têxtil, cosmética, metalúrgica e de detergentes, e como dispersantes de pigmentos. Como exemplo desta classe de produtos, pode-se citar os compostos etoxilados.

c) Catiônicos: dissociam-se, e a carga que tem a característica tensoativa é positiva. A migração é para o cátodo. São usados como antiestáticos, amaciantes, auxiliares na indústria têxtil, bactericidas, umectantes, dispersantes e inibidores de corrosão. Os sais quaternários de amônio são tensoativos classificados neste grupo.

d) Anfóteros: reúnem características aniônicas e catiônicas na mesma molécula e migram para o ânodo se o pH for maior que 7 e para o cátodo em pH inferior a 7. São usados como agentes de hidrofobação, detergentes e espessantes. Exemplo: ésteres que contém o grupo amino ($-NH_2$).

2.4 Concentração micelar crítica

Devido à característica fundamental dos agentes tensoativos, é de se esperar uma diminuição da tensão superficial com o aumento de sua concentração. Em geral, a curva tensão superficial em função do logaritmo da concentração para um dado tensoativo tem o aspecto apresentado na Figura 3.

A concentração micelar crítica (CMC) é a concentração para a qual a tensão superficial é mínima; em concentrações mais altas, as moléculas de tensoativo passam a se agregar, formando estruturas chamadas micelas. Nessa condição, a quantidade de moléculas livres de tensoativo em solução não mais se altera (pois qualquer aumento da quantidade de tensoativo resulta na formação de mais micelas), o que faz com que a tensão superficial deixe de decrescer.

Micelas são aglomerados compostos por moléculas nos quais os grupamentos apolares da molécula do tensoativo estão voltados para o centro e as porções polares ficam voltadas para fora (Figura 4). A explicação para o que foi apresentado de forma bastante simplificada é: como as moléculas dos tensoativos possuem uma fração polar e uma fração apolar, a parte polar fica “confortável” no interior da solução. Já a porção apolar tem que quebrar muitas pontes de hidrogênio para permanecer no interior da solução ficando desta forma, bastante “desconfortável”. À medida que a concentração do tensoativo cresce no interior da solução, o número de pontes de hidrogênio que têm de ser quebradas cresce diretamente. A partir de determinado ponto, passa a ser energeticamente favorável agregar as partes apolares e “escondê-las” das moléculas de água, deixando expostas as partes polares da molécula de tensoativo.

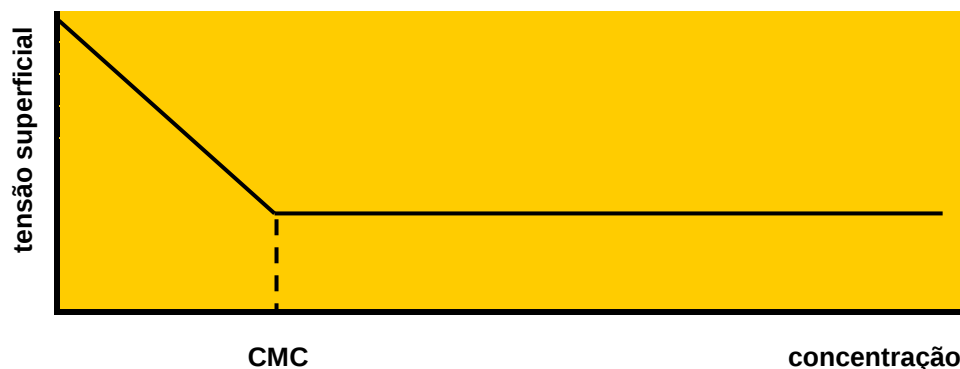


Figura 3. Curva da tensão superficial x logaritmo da concentração de tensoativo

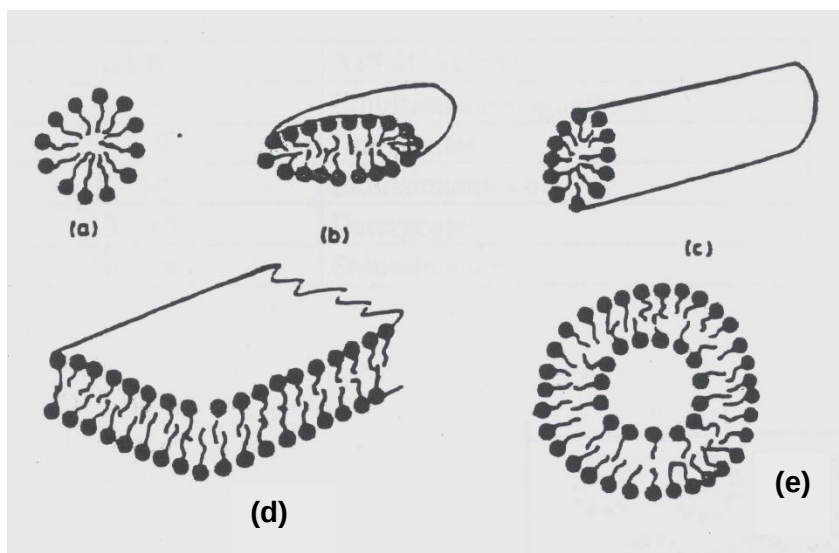


Figura 4. Representação de alguns tipos de estruturas micelares: (a) esférica; (b) disco; (c) cilíndrica; (d) lamelar; (e) vesícula esférica. (Fonte: Everett, 1988)

2.5 Emulsões

A capacidade que os agentes tensoativos possuem de formar emulsões é uma das suas características mais importantes. Uma emulsão pode ser definida como uma suspensão de partículas líquidas imersas numa segunda fase líquida imiscível. A fase suspensa ou dispersa está na forma de partículas cujas dimensões variam em uma larga faixa. Em algumas emulsões, as partículas são visíveis a olho nu, enquanto que em outras, o diâmetro é menor que $0,5\mu\text{m}$.

Para que um sistema líquido/líquido disperso seja considerado como uma emulsão, deve apresentar uma boa estabilidade. Se uma mistura de água e óleo for agitada vigorosamente formar-se-á um sistema disperso, mas os dois líquidos rapidamente se separarão em duas fases. Se uma pequena quantidade de tensoativo for adicionada antes da agitação, o sistema disperso será uma emulsão verdadeira e a separação das fases, se ocorrer, será muito lenta.

Na prática, geralmente uma das fases líquidas é aquosa e a outra necessariamente apresenta uma solubilidade limitada na água e é referida como a fase “oleosa”.

Dependendo de qual é a fase dispersa, as emulsões são classificadas em dois tipos: óleo em água (O/A) e água em óleo (A/O) (Figura 5). O tipo de emulsão depende da natureza dos componentes do sistema, da maneira como a emulsão é formada e da quantidade relativa de cada componente presente.

Valor do HLB: Por HLB entende-se BALANÇO HIDROFÍLICO-LIPOFÍLICO do tensoativo, ou seja, a relação grupo polar/grupo apolar. No sistema HLB, cada tensoativo possui um número distinto: o número HLB, que varia numa escala de 0 a 20. Os tensoativos lipofílicos possuem HLB inferior a 10, e tendem a formar emulsões A/O. Os hidrofílicos possuem HLB superior a 10 e tendem a formar emulsões O/A.

Os tensoativos hidrofílicos, com HLB alto, são solúveis em água e podem, portanto, ser utilizados para detergência. Já os lipofílicos, com HLB baixo, são utilizados no preparo de emulsões. Em muitos casos, é necessário utilizar-se a associação de mais um tipo de tensoativo para se obter o resultado final desejado. Através dos valores HLB é possível prever o desempenho do tensoativo. Para fins práticos, a relação usual HLB/aplicação é:

HLB	APLICAÇÃO
4 - 6	Emulsionantes água/óleo
7 - 9	Umectantes
8 - 18	Emulsionantes óleo/água
13 - 15	Detergentes
16 - 18	Solubilizantes

2.6. Tratamento têxtil

No tratamento têxtil, os tecidos crus são submetidos a tratamentos de desengomagem, alvejamento e acabamento. Em todas estas etapas, são empregados tensoativos, em geral de caráter não-iônico ou aniônico, com a finalidade de remover impurezas, graxas e aumentar a umectação (capacidade de absorção de líquidos e a hidrofiliidade). A umectação é um fator importante, não só durante o tratamento têxtil, como também para proporcionar conforto ao usuário do tecido. Na etapa de acabamento, tensoativos catiônicos são empregados para promover maciez das fibras têxteis.

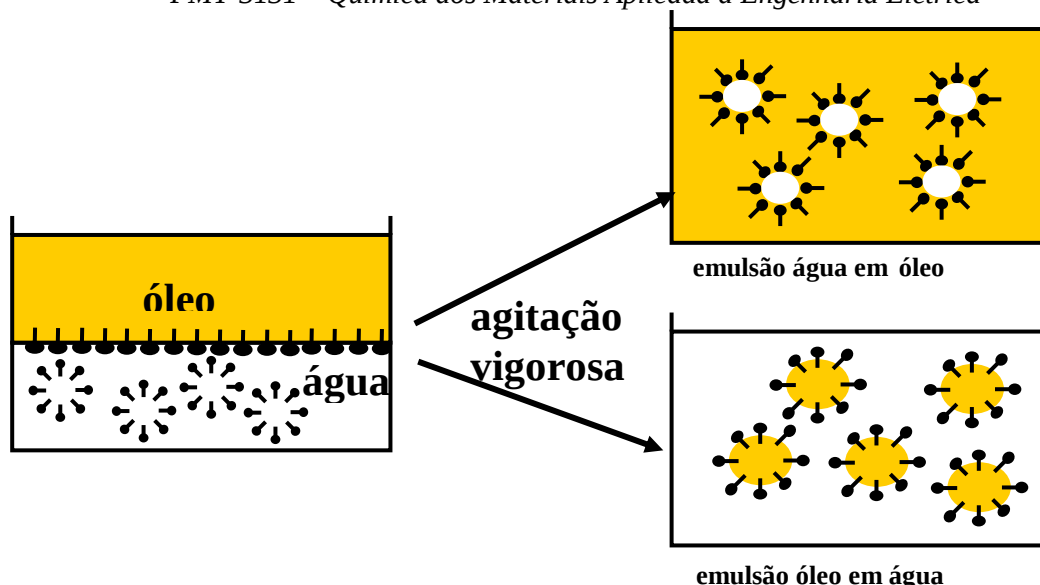


Figura 5. Formação de emulsões. (Adaptado de Wittcoff; Reuben, 1980)

2.7 Mecanismo de detergência

A molécula da água é altamente polar e forma pontes de hidrogênio. Para a água no estado líquido, as pontes de hidrogênio se quebram e se refazem continuamente. Quando um sal é dissolvido na água, algumas pontes de hidrogênio são quebradas porque os íons se colocam entre as moléculas da água. As moléculas altamente polares da água comportam-se com se fossem pequenos ímãs e se aglomeram em torno do íon como celas de solvatação formando interações do tipo íon-dipolo. Num sentido figurado, as pontes de hidrogênio “não gostam” de ser quebradas e “preferem” que não ocorra a dissolução do sal. As forças de solvatação por outro lado, “querem” a dissolução, forçando o sal para a solução. A Figura 6 traz uma representação de uma molécula de tensoativo em solução mostrando a solvatação de íons positivos e negativos pela água e a quebra das pontes de hidrogênio da água pela fração apolar (fração lipofílica) da molécula do tensoativo. A reestruturação das moléculas em torno das frações lipofílicas é muito maior do que pode ser representado na figura. O íon é acompanhado por uma grande cela de solvatação.

No balanço global, o ganho de energia na solvatação é maior do que a perda para separar as moléculas do sólido e para quebrar as pontes de hidrogênio da água. Assim, a substância se dissolverá. Tomando como exemplo o acetato de sódio e o estearato de sódio (16 carbonos na cadeia) em meio aquoso. No caso do acetato de sódio, poucas pontes de hidrogênio serão quebradas na dissolução e o composto será totalmente solúvel. Já na dissolução do estearato de sódio, um grande número de pontes de hidrogênio terá que ser quebrado; o composto será pouco solúvel ou mesmo, insolúvel em água.

No caso dos íons dos tensoativos existe a possibilidade de que permaneçam em solução sem que muitas pontes de hidrogênio tenham que ser quebradas. Ao invés de se distribuírem uniformemente por toda a solução, orientam-se na superfície. Os grupamentos hidrofílicos estão devidamente solvatados enquanto que os grupos lipofílicos voltam-se para o ar e raramente quebram as pontes de hidrogênio. Esta situação é muito mais favorável energeticamente do que uma distribuição uniforme dos íons na água. Os tensoativos têm tal tendência de posicionamento na superfície, que as forças intermoleculares que dão à água uma tensão superficial tão alta são vencidas. A queda na tensão superficial faz com que se formem espumas e bolhas.

Uma solução aquosa típica possui somente uma quantidade limitada de superfície, sendo necessária uma pequena quantidade de tensoativo para saturá-la. O excedente de tensoativo vai para o interior da solução formando micelas. Se a solução do tensoativo encontra uma partícula de óleo, os grupos lipofílicos se alinham pelo lado de fora transformando-a em uma estrutura semelhante a de uma micela e levando-a para o interior da solução. As gotículas da fase descontínua são bastante maiores do que as micelas. Este efeito solubilizante dos tensoativos é a base da sua atividade. O fato dos tensoativos não “gostarem” de estar em solução aquosa e estarem “mais confortáveis” na interface óleo-água torna-os capazes de “solubilizar” sujidades oleosas por exemplo, da pele, dos tecidos, vidros, e metais. O mesmo fenômeno é responsável pela estabilização de emulsões de água em óleo e óleo em água. A Figura 7 mostra o efeito solubilizante dos tensoativos.

O que se observa da Figura 7 são os seguintes fenômenos:

- A sujidade oleosa entra em contato com a solução do tensoativo;
- Os grupamentos lipofílicos dos tensoativos se posicionam na parte oleosa;
- O tensoativo modifica o ângulo de contato θ entre a sujidade e o substrato. Se $\theta < 90^\circ$, fica impossível a remoção total da sujidade;
- Uma agitação posterior desloca as partículas oleosas na forma de partículas macroscópicas. Se a agitação for eficiente, forma-se uma emulsão. As partículas formam o centro de estruturas semelhantes a micelas. A remoção da oleosidade frequentemente se dá de forma completa ($\theta > 90^\circ$) conforme mostrado nos

diagramas à esquerda da Figura 7. A agitação tem que ser parte integrante do processo de remoção de sujidades.

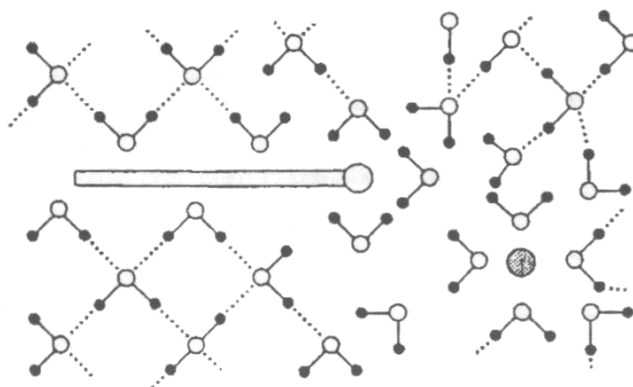


Figura 6 - Representação de uma molécula de tensoativo em solução mostrando a solvatação de íons positivos e negativos pela água e a quebra das pontes de hidrogênio da água pela fração apolar (fração lipofílica) da molécula do tensoativo (Wittcoff; Reuben, 1980).

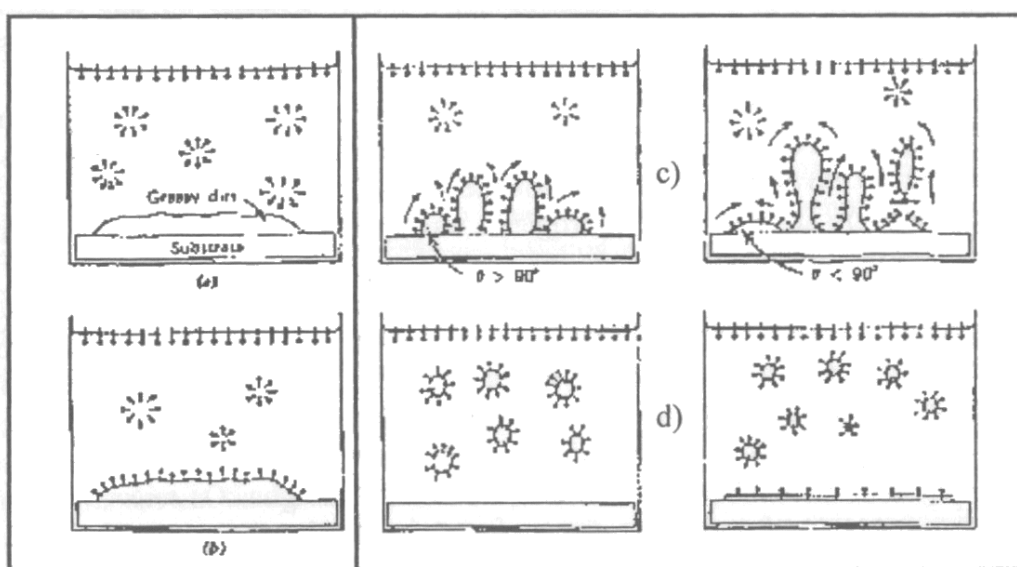


Figura 7 - O efeito solubilizante dos tensoativos. (Wittcoff; Reuben, 1980).

3. PROCEDIMENTO PARA A MEDIDA DA TENSÃO SUPERFICIAL E DETERMINAÇÃO DA CMC

3.1 Medidas da tensão superficial utilizando tensiômetro de anel de Du Noüy- marca KRÜSS - modelo K6

O tensiômetro de anel de Du Noüy marca KRÜSS - modelo K6 consiste de um disco graduado ligado a uma haste delgada que por sua vez é ligada a um anel que entra em contato com a superfície do líquido cuja tensão superficial se deseja medir. O líquido é colocado em uma cubeta (previamente lavada com água deionizada, para minimizar interferências na leitura), sobre uma mesa móvel.

Para se determinar a tensão superficial, aproxima-se a cubeta do anel (a mesa é erguida por meio de um parafuso, de modo semelhante ao dos microscópios óticos) até que este toque levemente a superfície do líquido. Após o ponteiro do disco ser posicionado no valor zero da escala, gira-se o disco lentamente e em ritmo constante. À medida que o disco é girado, a haste delgada que o une ao mecanismo que provoca o empuxo do anel vai sendo solicitada com uma tensão (daí o nome tensiômetro). O anel é mantido preso à superfície do líquido graças às forças de coesão entre as suas moléculas. O valor da tensão superficial (não corrigido) é aquele lido na escala do disco no instante em que o anel se desprender da superfície do líquido. Como a tensão superficial é função da temperatura, deve-se fazer uma correção em função da medida da tensão superficial da água destilada. Os valores da tensão superficial da água destilada para as várias temperaturas encontram-se tabelados no laboratório.

O valor real da tensão superficial é obtido multiplicando-se o valor lido no disco por um fator de correção K, dado por:

$$K = \gamma_{\text{tabelado}} / \gamma_{\text{lido}} ,$$

onde γ_{tabelado} é o valor tabelado da tensão superficial para a água destilada à temperatura da experiência e γ_{lido} é o valor lido para a água destilada no aparelho à temperatura da experiência.

3.2 Medida da tensão superficial utilizando tensiômetro de anel de Du Noüy - Marca LAUDA - Modelo TD1

Este tensiômetro é composto por uma unidade eletrônica na qual são feitas as calibrações e leitura da tensão superficial e de uma unidade mecânica onde são colocados a cubeta com a amostra e o anel.

(a) Calibração do aparelho

1. Ligar a unidade eletrônica (E).
2. Posicionar o botão seletor na posição “anel”.
3. Abaixar a mesa da unidade mecânica através do parafuso lateral (à direita) e retirar o tubo de vidro que protege o gancho no qual será pendurado o anel.
4. Colocar o anel no gancho utilizando uma pinça.
5. Na unidade eletrônica, ajustar a leitura no display para “00.0” (tara do potenciômetro).
6. Com auxílio de uma pinça, colocar o peso padrão de 500 mg suspenso no gancho juntamente com o anel. O valor lido no display deverá ser 40,8 - 40,9. Caso isto não ocorra, utilizar o botão de calibração (botão “F”).
7. Retirar o peso padrão e verificar se o valor lido no display voltou a ser “00.0”. Caso isto não ocorra, repetir do item 5 ao 7.

(b) Medida da tensão superficial

1. Colocar a solução na cubeta e esta sobre a mesa móvel.
2. Erguer a mesa vagarosamente com auxílio do parafuso de ajuste (lateral direita) até que a superfície do líquido toque o anel. Continuar erguendo a mesa até que o anel mergulhe de 2 a 3 mm abaixo da superfície do líquido. (acompanhar pela escala lateral da unidade mecânica).
3. Abaixar a mesa lentamente, observando o display da unidade eletrônica. Observar que, a medida que a mesa vai sendo abaixada, o valor da tensão superficial aumenta, atinge um valor máximo e, na sequência, começa a diminuir. O valor lido (não corrigido) da tensão superficial será o maior valor lido no display. Em seguida, o anel se desprende da superfície do líquido.
4. O valor da tensão superficial é o valor lido no display digital do aparelho.

3.3 Procedimento experimental

-Para o tensiômetro mecânico Krüss: medir a tensão superficial da água destilada. Anotar os valores lidos. Anotar a temperatura da água utilizada bem como das soluções empregadas. O fator de calibração será o apresentado no item 3.1. Medir a tensão superficial das soluções contendo tensoativos. Efetuar pelo menos três medidas para cada solução e tirar a média dos valores lidos. O valor real da tensão superficial será obtido multiplicando-se a média pelo fator de calibração.

-Para o tensiômetro digital Lauda: medir somente a tensão superficial das soluções contendo tensoativo. Efetuar pelo menos três medidas para cada solução e tirar a média dos valores lidos. A média será o valor da tensão superficial para cada uma das soluções ensaiadas.

Observação: em ambos os equipamentos, o anel deve ser flambado a cada determinação.

Construir a curva tensão superficial real (mN/m) em função do logaritmo da concentração (gramas/litro). Determinar a concentração micelar crítica para o tensoativo utilizado através de leitura no gráfico. Para a construção da curva, utilizar todos os dados para a tensão superficial obtidos nos dois tensiômetros.

4. TESTES DE UMECTAÇÃO DE TECIDOS

4.1 Tecido cru na presença e na ausência de tensoativo não-iônico

Materiais: tecido (de malha) cru, água, soluções aquosas de tensoativo não-iônico (nonil fenol etoxilado com 9 moles de óxido de etileno) a 2, 4, 6 e 10g/L

Procedimento:

Utilizar 5 pedaços de tecido medindo 2x2 cm .

Com o auxílio de uma pinça, derrubar um dos pedaços de tecido em uma proveta graduada contendo solução de tensoativo a 2g/L. Acionar o cronômetro e medir o tempo necessário para o tecido atingir o fundo da proveta.

Repetir com os outros pedaços de tecido para água e para as demais concentrações (4, 6 e 10g/L) de tensoativo. Comparar o efeito da concentração de tensoativo sobre a umectação do tecido ensaiado.

4.2 Teste de corrida de corante em tecido cru e tecido tratado com tensoativos

parte superior



Materiais:

- tecidos cru
- tecido submetido previamente a tratamento têxtil com tensoativos.
- solução aquosa de corante têxtil a 1%

Procedimento:

Carimbar e recortar os tecidos segundo o contorno do carimbo.

Colocar um clipe na parte inferior. Dobrar e grampear a parte superior. Inserir uma bagueta na parte superior e prendê-la em uma garra presa a um suporte de tal forma que o tecido fique na posição vertical.

Mergulhar a parte inferior do tecido na solução de corante (contida em uma placa de Petri). Aguardar a subida do corante pelo tecido e acionar o cronômetro quando a frente de corante atingir o 1º traço. Acompanhar a subida após 30, 60, 90 e 120 segundos, fazendo uma estimativa das distâncias percorridas pela frente de corante. Decorridos 300 segundos, retirar o tecido, secar com papel toalha e marcar a altura final da frente de corante.

Comparar as distâncias percorridas pela frente de corante para os dois tipos de tecido utilizados.

4.3 Teste de espalhamento de gota de corante sobre tecido cru e tecido tratado com tensoativos

Materiais: tecidos (de malha) cru e tratado com tensoativos; solução aquosa de corante têxtil a 1%.

Procedimento:

Utilizar pedaços de 20x20 cm dos tecidos cru e tratado. Seguir as etapas seguintes para cada um dos tecidos:

-Prendê-lo entre as argolas e colocar sobre a bancada.

-Adaptar o conta-gotas contendo o corante sobre o funil e este sobre o tecido.

-Pingar uma gota do corante sobre o tecido e aguardar até que seja totalmente absorvida. Medir a área da mancha com auxílio de um gabarito.

Comparar as áreas e os aspectos dos contornos das manchas para o tecido cru e para o tecido tratado.

5. PREPARO DE EMULSÕES DOS TIPOS ÁGUA/ÓLEO E ÓLEO/ÁGUA

5.1. Materiais e formulação

Óleo de soja (ou milho) refinado, água destilada e tensoativos não-iônicos com valores de HLB diversos. Escolha os tensoativos que você julgar mais adequados para o preparo das emulsões A/O e O/A.

Componentes	Emulsão água/óleo	Emulsão óleo/água
Água	25 mL	40 mL
Óleo	25 mL	10 mL
Tensoativo	Aproximadamente 2 gramas	Aproximadamente 2 gramas

5.2. Procedimento

a) Emulsão água/óleo

Com auxílio de uma proveta graduada, medir 25 mL de óleo. Colocar em um béquer de 150 mL. Adicionar 25 mL de água deionizada medidos com proveta graduada. Utilizando agitador magnético, agitar durante 2 minutos. Desligar o agitador e observar o aspecto. Em seguida, adicionar o tensoativo e agitar por 3 minutos. Desligar o agitador e observar o aspecto da emulsão formada.

b) Emulsão óleo/água

Com auxílio de uma proveta graduada, medir 10 mL de óleo. Colocar em um béquer de 150 mL. Adicionar 40 mL de água deionizada medidos com proveta graduada. Utilizando agitador magnético, agitar durante 2 minutos. Desligar o agitador e observar o aspecto. Em seguida, com auxílio de uma pipeta graduada, adicionar o tensoativo e agitar por 3 minutos. Desligar e observar o aspecto da emulsão formada.

6. BIBLIOGRAFIA

EVERETT, D. H. *Basic principles of colloid science*. Royal Society of Chemistry, London, 1988, p.155.
 KOSSWIG, K. Surfactants. In: Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 5.ed., v. 25, p. 784-5, 1994.
 MOORE, W. Físico Química. v. 2 trad. 4ª ed. São Paulo. Editora Edgard Blucher, 1976.
 SCHWARTZ, A. M.; PERRY, J. W. *Surface active agents*. Vol I. Interscience Publishers, New York, 1966, pp. 338-45.
 WITTCOFF, H. A.; REUBEN, B.G. *Industrial organic chemicals in perspective. Part II, technology, formulation and use*. John Wiley and Sons, New York, 1980, p. 187.