

EXPERIÊNCIA 1: TÉCNICAS DE LABORATÓRIO.

Objetivos

Tomar conhecimento das técnicas básicas utilizadas em laboratório. Desenvolver o senso crítico, o raciocínio e a prática de observação para a investigação de propriedades físicas e químicas de algumas substâncias de uso cotidiano. Utilizar as informações obtidas para identificar substâncias em misturas.

1. TÉCNICAS ELEMENTARES

A) PESAGEM

Uma das mais comuns e importantes operações de laboratório é a determinação de massas, ou pesagem. Vários tipos de balanças são encontrados em laboratório, desde as utilizadas em pesagem mais grosseiras até as de grande sensibilidade.

i) **Balanças semi-analíticas** – são balanças de prato simples e manejo simplificado, nas quais a leitura da massa é feita através de uma escala digital. Existem modelos com precisão de 0,01 e 0,001g.



ii) **Balanças analíticas** – são balanças de prato simples e manejo simplificado, nas quais a leitura da massa é feita através de uma escala digital. Existem modelos com precisão de 0,0001 e 0,00001g.



Esses dois tipos são hoje de grande uso, tendo praticamente substituído os modelos mais antigos.

O manejo de qualquer dessas balanças requer cuidados especiais, pois são instrumentos precisos e de grande sensibilidade. Assim, nunca use uma balança antes de saber como manejá-la. Procure o manual que a acompanha para se familiarizar com seu uso, ou consulte o técnico do laboratório.

Como regras gerais, observe os seguintes cuidados:

- Não remova os pratos, nem os troque com os de outra balança.
- Mantenha a balança no seu lugar. Geralmente, as balanças ficam apoiadas sobre superfícies bem estáveis, e devem ser mantidas niveladas. Vibrações, mudanças bruscas de temperatura ou de umidade e movimentos de ar devem ser evitados.
- Nunca coloque qualquer reagente diretamente sobre os pratos da balança. Líquidos e sólidos, em pó ou granulados, devem ser pesados em algum recipiente seco apropriado (pesa-filtro, béquer, vidro de relógio, etc.), previamente tarado (aperte a tecla TARA) e à temperatura ambiente.

- d) Não coloque na balança nenhum material que não esteja na temperatura ambiente.
- e) Conserve a balança limpa, retirando quaisquer respingos, partículas ou poeira de seus pratos com uma escova especial.
- f) Execute todas as operações com movimentos suaves e cuidadosos.
- g) O operador ou outra pessoa não deve se apoiar no balcão da balança durante a pesagem.
- h) Toda transferência de substâncias e/ou pesos, deve ser feita somente quando os pratos estiverem travados.
- i) Use pinças e espátulas, e nunca os dedos, para manusear os objetos e substâncias que estão sendo pesados.
- j) Ao terminar seu trabalho, remova todos os pesos e objetos da balança. Mantenha-a coberta ou fechada. Nos casos de balanças eletrônicas, tenha a certeza de que ela está desligada.

As etapas envolvidas na utilização de uma balança são, em resumo:

- Acerto do nível;
- Acerto do zero (TARA);
- Pesagem propriamente dita;
- Leitura da massa do objeto no painel da balança.

Os dispositivos de trava e outros detalhes de operação variam de uma balança para outra, por isso se recomenda consultar o manual da balança para obter instruções específicas sobre o seu uso.

Procedimento 1: Pesagem

Com uma caneta apropriada marque suas iniciais em um béquer de 25 ou 50 mL.

Coloque um tubo de ensaio limpo e seco dentro do béquer e pese o conjunto béquer-tubo de ensaio em uma balança semi-analítica seguindo as recomendações explicitadas nas etapas de utilização das balanças indicadas acima.

Anote o valor da massa obtida e mantenha o conjunto béquer-tubo de ensaio em sua bancada de trabalho para posterior utilização nesta aula.

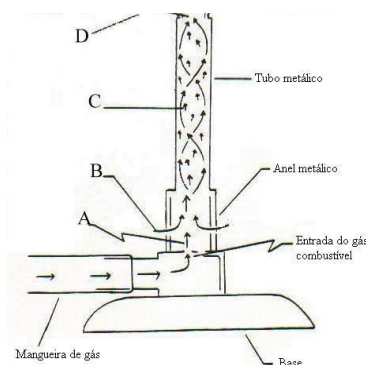
B) AQUECIMENTO

Antes de aquecer qualquer substância, é necessário conhecer a sua natureza. Água e éter, por exemplo, são líquidos com propriedades totalmente diferentes e, por isso mesmo, devem ser aquecidos de modo diferente.

i- Aquecimento com bico de gás (Bico de Bunsen)

O uso da chama direta em laboratório restringe-se ao aquecimento de sólidos e líquidos não inflamáveis, a não ser que condições extremas de segurança sejam tomadas.

O bico de Bunsen é um queimador de gás, constituído por um tubo metálico com aberturas na parte inferior (chamadas de “janelas”), recobertas por um anel do mesmo material e também com aberturas, cujo movimento giratório ao redor do tubo, quando as aberturas coincidem, faz com que as “janelas” se abram. O sistema é montado sobre uma base por onde penetra gás combustível. Quando as “janelas” se encontram fechadas, o ar disponível para a combustão do gás é apenas aquele situado na extremidade superior do tubo. Quando, porém, as “janelas” estão abertas, o ar penetra através delas, misturando-se ao gás combustível no interior do tubo metálico e formando assim a chamada *mistura carburada*. Por esse motivo, as “janelas” são chamadas de “entradas de ar primário” – que é o ar que primeiro se mistura ao combustível (em relação ao ar situado na parte externa superior do tubo chamado, portanto de “ar secundário”).



- A = gás combustível
- B = ar primário
- C = mistura carburada (gás combustível + ar primário)
- D = ar secundário

Princípio de funcionamento de um Bico de Bunsen: o gás combustível é introduzido em um tubo metálico vertical, em cuja parte inferior existe uma entrada de ar (entrada de ar primário, ou “janelas”), sendo queimado na parte superior. A vazão do gás pode ser controlada por meio da válvula correspondente, e a entrada de ar primário pode ser controlada girando-se o anel existente sobre os orifícios (ou seja, abrindo-se ou fechando-se as “janelas”).

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

- a) Feche completamente a entrada de ar primário (“janelas”) do bico.
- b) Acenda o fósforo. Abra lentamente a válvula do gás e aproxime a chama do fósforo lateralmente, obtendo uma chama grande e luminosa, de cor amarelada.
- c) Abra vagarosamente a entrada de ar primário de modo que a chama fique completamente azul. Não permita a abertura excessiva das “janelas” ou da válvula de gás – pois nesse caso a chama pode se destacar do bico, ficando separada dele e apagando-se a qualquer momento.

- d) Caso a chama se apague ou haja combustão no interior do tubo, feche a entrada de gás e reinicie as operações anteriores.

Para apagar o bico, simplesmente feche a válvula de gás.

Um bico corretamente regulado permite a distinção de três zonas de combustão: um cone interno, pálido, que é a chamada zona de gás não queimado (região mais fria da chama); um cone intermediário, azul claro, de temperatura mais elevada, que é a chamada zona redutora; um cone externo de cor violeta, que é a chamada zona oxidante (região mais quente).

Alguns **cuidados** devem ser observados nos aquecimentos:

- a) Não aquecer substâncias em frascos volumétricos, nem em recipientes totalmente fechados.
- b) Terminado o uso do gás, fechar todas as torneiras para evitar o escape do gás inflamável.
- c) Nos aquecimentos em tubo de ensaio, manter o tubo sempre inclinado e em movimento, procurando distribuir o calor da chama. Segurar com pinça de madeira o mais próximo possível da extremidade aberta do tubo de ensaio. Dirigir a boca do tubo para longe de qualquer pessoa. (vide demonstração da técnica de aquecimento em tubo de ensaio que será realizada pelo professor/monitor).

ii- Banho Maria.

Usado para aquecimento de substâncias inflamáveis ou de baixo ponto de fusão. Indicado sempre que não se necessita de temperatura superior a 100 °C.

iii- Banho de Areia.

Permite o aquecimento a temperaturas elevadas.

iv- Banho de Ar Quente.

Aquecimento de substâncias de alto ponto de ebulição e fusão.

v- Banhos Líquidos de Altas Temperaturas

Semelhantes ao Banho Maria. Utilizados quando se necessita de temperaturas superiores a 100 °C. Os líquidos mais usados são: glicerina (ponto de ebulição = 220 °C) e óleos minerais (ponto de ebulição ~ 250 – 300 °C).

Procedimento 2: Manuseio do bico de Bunsen e aquecimento de sólidos

Neste experimento, você irá aprender a utilizar o bico de Bunsen e a observar algumas características de sua chama. Procure ficar atento para diferenciar suas observações de suas interpretações a respeito dos fenômenos observados.

a) Antes de acender o bico de Bunsen, verifique se o registro de gás de sua bancada está aberto. Verifique também se inicialmente a torneira de gás está bem fechada e se não há vazamentos de gás.

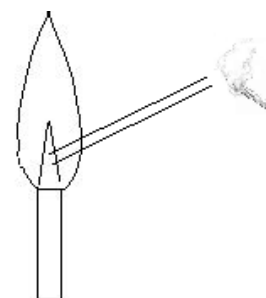
b) Para acender o bico de Bunsen, feche as entradas de ar primário (“janelas”) situadas em sua parte inferior, girando convenientemente o anel metálico. Acenda então o fósforo ou isqueiro e aproxime-o da extremidade do bico de Bunsen. Abra a torneira de gás. Observe se a chama se estabelece adequadamente na extremidade do tubo. Caso você observe que a chama se recolhe para dentro do tubo, feche a torneira de gás e reinicie a operação. Gire o anel metálico, de modo a abrir as “janelas”. Observe a mudança no aspecto da chama. Caso a chama se torne ruidosa e instável, feche ligeiramente as “janelas”, apenas o suficiente para que o ruído desapareça e a chama se estabilize.

c) Observe atentamente a chama produzida pelo bico de Bunsen quando as “janelas” estão fechadas. Anote em seu caderno suas observações. Abra então as “janelas”, e observe o aspecto da chama. Anote suas observações. Liste pelo menos três diferenças entre os dois tipos de chama, que possam ser observadas a olho nu.

d) Aproxime o fundo de uma cápsula de porcelana da chama produzida pelo bico de Bunsen com as “janelas” fechadas. Aguarde algum tempo e observe o aspecto visual do fundo da cápsula. Descreva sua observação. Proponha uma explicação para essa observação. Faça a cápsula retornar à condição do início do experimento. Repita este procedimento, usando desta vez a chama produzida com as “janelas” abertas. Descreva sua observação.

e) Segure um fio de níquel-cromo com uma pinça de madeira. Coloque o fio na parte superior da chama produzida pelo bico de Bunsen com as “janelas” abertas. Mantenha o fio em posição horizontal. Observe as mudanças de cor experimentadas pelo fio, até que ele se torna rubro. Faça então o fio descer lentamente através da chama, sempre na posição horizontal. Anote o que você puder observar a respeito do aspecto visual do fio. Proponha uma explicação para suas observações. (Deixe o fio resfriar sobre uma tela de amianto.)

f) Com o auxílio de uma pinça de madeira, introduza um tubo de vidro na chama, situando uma extremidade na parte inferior da chama produzida pelo bico de Bunsen com as “janelas” abertas, e aproxime da extremidade oposta do tubo de vidro um palito de fósforo aceso, conforme mostra a figura. Observe. Eleve lentamente a extremidade do tubo no interior da chama e observe com atenção o que ocorre. Anote suas observações. (Atenção: não mantenha o tubo de vidro por muito tempo no interior da chama, para evitar que ele derreta. Ao final das suas observações, deixe o tubo de vidro esfriar sobre uma tela de amianto.)



g) Coloque no tubo de ensaio que foi previamente pesado com o béquer, sal grosso ou sulfato de cobre hidratado de forma que o sólido ocupe aproximadamente 1/3 da capacidade do tubo. Coloque o tubo de ensaio contendo o sólido no béquer que foi utilizado na pesagem inicial e determine a nova massa do conjunto pela pesagem em balança semi-analítica. Anote o resultado.

Aqueça do tubo de ensaio contendo o sólido lembrando-se de observar a técnica correta de aquecimento. Aqueça o sistema até que não ocorra mais crepitação no caso do sal grosso ou desaparecimento da cor azul do sulfato de cobre hidratado. Coloque o tubo de ensaio com cuidado no béquer, e leve o conjunto para um dessecador que será mantido fechado até o resfriamento do sistema (cerca de 15 minutos). Após o resfriamento, pese novamente o conjunto e anote o novo valor da massa. Tome o cuidado de pesar o sistema o mais rápido possível após a retirada do dessecador.

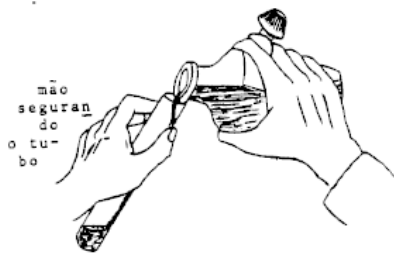
C) MANUSEIO DE LÍQUIDOS E MEDIDAS DE VOLUME

Ao retirar um líquido de um frasco alguns cuidados devem ser tomados:

- a)** Leia duas vezes o rótulo do frasco para se assegurar de que você tem em mãos o reagente desejado.
- b)** Se você está manuseando líquidos corrosivos, verifique se o frasco não está “molhado” externamente, antes de tocá-lo. Se estiver, limpe-o com um pano úmido e depois seque-o com uma toalha de papel.
- c)** Para verter um líquido de um frasco, faça-o sempre pelo lado oposto ao do rótulo, para evitar que o líquido escorra externamente e danifique a etiqueta de identificação, impedindo posteriormente a leitura do nome da substância.
- d)** Verta o líquido no frasco desejado, empregando um bastão de vidro ou, se necessário, um funil. Terminada a operação, feche imediatamente o frasco de reagente e reponha-o em seu devido lugar. Limpe qualquer líquido que escorra pelas paredes do frasco.



- e)** Para verter um líquido de um frasco depósito ou béquer para um tubo de ensaio leve os recipientes à altura dos olhos, com os braços dobrados. Terminada a operação, feche imediatamente o frasco de reagente e reponha-o em seu devido lugar. Limpe qualquer líquido que escorra pelas paredes do frasco.



f) Não deixe bastões, pipetas ou tubos de vidro no interior do frasco de reagente. Não retorne o líquido não utilizado ao frasco, para evitar contaminações. Assim, procure sempre retirar do frasco apenas o volume necessário.

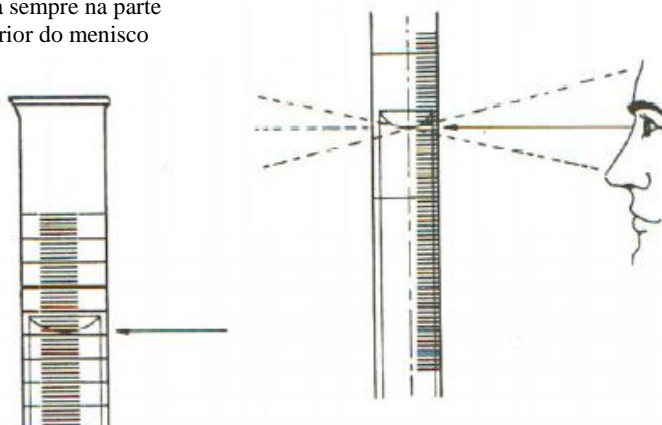
g) Para diluir ácidos concentrados, derrame lentamente o ácido em água, agitando continuamente com um bastão de vidro.

h) Jamais verta água sobre ácidos concentrados. O calor de dissolução liberado pode provocar a ebulição e projeção do ácido, ou a quebra do frasco de vidro que o contém.

Para medidas aproximadas de volumes de líquidos, usam-se cilindros graduados ou provetas, enquanto que para medidas precisas, usam-se pipetas, buretas e balões volumétricos, que constituem o chamado material volumétrico. Aparelhos volumétricos são calibrados pelo fabricante e a temperatura padrão de calibração é, geralmente, 20 °C.

Devido à tensão superficial e à capilaridade, os líquidos em contato com as paredes dos diferentes equipamentos volumétricos não apresentam uma superfície perfeitamente plana. A superfície curva dos líquidos é chamada *menisco*. Para efetuar a leitura de uma determinada medida, mantenha seus olhos no nível da superfície líquida – evitando erros de paralaxe – e leia a medida correspondente à superfície inferior do menisco.

Leia sempre na parte inferior do menisco



Para líquidos opacos, é recomendável a leitura da medida indicada pela parte superior do menisco.

Não coloque líquidos acima da temperatura ambiente nos instrumentos volumétricos, pois eles são calibrados em uma certa temperatura que, geralmente, encontra-se gravada no próprio instrumento.

Particularidades na utilização de equipamentos volumétricos

Proveta: é um dos mais simples, mais utilizados e menos precisos instrumentos para medida de volume. Como regra geral, para realizar a medida de um dado volume com a proveta, não utilize uma cujo volume total seja superior a dez vezes o volume a ser tomado.

Pipetas: as graduadas permitem a leitura de diferentes volumes com pequena precisão, e as volumétricas só podem ser utilizadas para transferência de volumes fixos. As últimas apresentam grande precisão. As pipetas são carregadas por sucção na sua parte superior, por meio de uma pera de sucção. Antes de transferir o líquido, seque a pipeta externamente com papel absorvente limpo ou papel de filtro. A seguir, mantendo a pipeta na posição vertical, escoe o líquido excedente no frasco estoque, até a marca de aferição. Não deixe nenhuma gota excedente aderente à ponta do instrumento; remova essa gota tocando a pipeta na parede do frasco.

Realizadas essas operações, tome o frasco para onde o líquido deve ser transferido, incline-o ligeiramente e coloque a pipeta sobre ele, verticalmente, de tal forma que sua extremidade inferior toque a parede interna do frasco. Deixe que o líquido escoe naturalmente, sem forçar sua saída.

Não retire o líquido que permanece internamente na ponta da pipeta, pois ela foi calibrada considerando essa quantidade remanescente. Entretanto, mantenha a pipeta em contato com a parede do frasco, cerca de 10 a 20 segundos depois de completamente escoado o líquido.

Bureta: é um instrumento que também fornece medidas precisas de volume, tendo a vantagem de ser graduada de tal forma a permitir a medição de volumes variáveis de líquido. Ao se utilizar uma bureta, deve-se inicialmente verificar se ela está limpa, seca e com a torneira funcionando adequadamente. A seguir, prende-se verticalmente a bureta em um suporte e adiciona-se o líquido até acima do zero da escala. Abre-se a torneira e deixa-se escoar líquido suficiente para encher a ponta da bureta, abaixo da torneira. Acerta-se o zero. Coloca-se o frasco que vai receber o líquido sob a bureta e deixa-se o líquido escoar, gota a gota, geralmente a uma velocidade não superior a 10 mL por minuto. Controla-se a torneira da bureta com a mão esquerda (para os destros; com a mão direita para os canhotos). Após o escoamento da quantidade necessária de líquido, espera-se 10 a 20 segundos e lê-se o volume retirado.

Balão volumétrico: usado para preparar soluções e diluições. Transfere-se ao balão volumétrico o soluto ou a solução a ser diluída. Adiciona-se a seguir solvente até cerca de $\frac{3}{4}$ da capacidade total do balão. Misturam-se os componentes e deixa-se em repouso até atingir a temperatura ambiente, tendo o cuidado de não segurar mais o balão pelo bulbo. Adiciona-se o solvente até *acertar o menisco*, isto é, até o nível do líquido coincidir com a marca no gargalo. As últimas porções de solvente devem ser adicionadas com um conta-gotas, lentamente, e não devem ficar gotas presas no gargalo. Fecha-se bem o balão e vira-se o mesmo de cabeça para baixo, várias vezes, agitando-o, para homogeneizar o conteúdo.

Antes de realizar o procedimento experimental abaixo, veja atentamente as instruções de utilização de pipetas na página 21 da ref. 1, e a demonstração da utilização de pipetas com pró-pipetas que será realizada pelo professor/monitor.

Procedimento 3: Precisão dos instrumentos de medida de volume.

Neste experimento, você irá comparar a precisão de diferentes instrumentos de medida de volume. Para isso, medirá um mesmo volume de água com cada um deles, e irá comparar as massas de água pesadas em cada caso.

- a) Determine a massa de um béquer pequeno, bem limpo e seco.
- b) Usando a própria graduação do béquer, meça 10 mL de água.
- c) Determine, por diferença, a massa da água contida no béquer.
- d) Descarte a água e seque bem o béquer com papel.
- e) Meça 10 mL de água, desta vez usando uma proveta. Transfira a água para o béquer. Determine novamente, por diferença, a massa de água.
- f) Repita esse procedimento, medindo sempre 10 mL com diferentes instrumentos de medidas de volume: bureta, pipeta volumétrica e pipeta graduada.
- g) Anote seus resultados na tabela abaixo (ou copie a tabela em seu caderno).
- h) Meça a temperatura da água com um termômetro.
- i) Procure, na tabela que você copiou do manual de constantes físicas (“handbook”), o valor da densidade da água na temperatura do laboratório.
- j) Com o valor da densidade, calcule o volume de água correspondente a cada uma das massas determinadas. (Lembre-se que: densidade = massa/volume). Preencha a tabela abaixo com os valores calculados.

Instrumento de medida →	Béquer	Proveta	Bureta	Pipeta graduada	Pipeta volumétrica
Massa de água correspondente a 10 mL (g)					
Volume de água calculado a partir da massa medida (mL)					

D) FILTRAÇÃO E DECANTAÇÃO

A **filtração** consiste na separação de sólidos de um líquido e é efetuada passando-se a mistura através de um material poroso que retém as partículas sólidas.

Como materiais porosos filtrantes usam-se: tecido, papel, vidro sinterizado, porcelana, fibra de vidro, amianto, etc. A escolha depende do material a ser filtrado (tamanho e natureza das partículas do sólido). O material poroso mais empregado em laboratório é o papel de filtro. Existem papéis de filtro de várias porosidades.

A passagem do líquido através do material poroso pode ser efetuada pela ação da gravidade (filtração simples) ou por redução da pressão (filtração por sucção).

A **decantação** é outro método de separação sólido-líquido, mais simples, que consiste meramente na sedimentação do sólido, por ação da gravidade, retirando-se o líquido de forma adequada.

i- Filtração simples

Utiliza-se um funil simples em que foi adaptado um cone de papel de filtro. Para adaptar o papel de filtro ao funil, dobre-o na sequência indicada na figura abaixo.



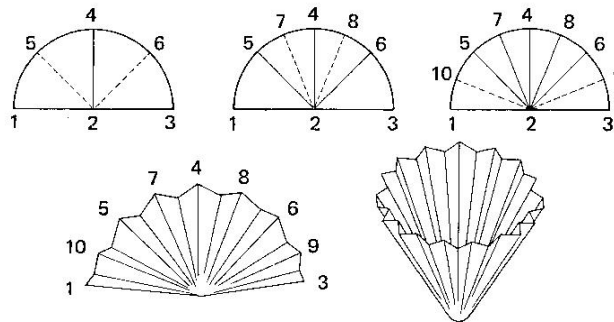
Abra o papel em forma de cone e coloque-o no funil. Umedeça-o com uma pequena quantidade do solvente com que se está trabalhando e pressione sua borda superior de modo a fixá-lo no funil, sem bolhas de ar. Quando for colocar o líquido no filtro, mantenha seu nível $1/3$ abaixo da sua borda superior. Coloque a ponta do funil de forma a tocar a parede lateral do béquer, para evitar perdas de líquido. Se houver uma grande quantidade de sólido sedimentado, verta o líquido com cuidado, agitando o menos possível a solução – para impedir que os sólidos obstruam os poros do filtro e dificultem a passagem do líquido. **Nunca** pressione o papel filtro com qualquer objeto, pois poderá perfurar o elemento filtrante.



Se o interesse estiver em recolher o sólido, os últimos traços de sólido são transferidos para o papel de filtro com o auxílio de jatos de solvente, utilizando uma pisseta. Lava-se o sólido com pequenas porções do solvente.

Quando se deseja efetuar uma filtração mais rápida, e o interesse está no filtrado, utiliza-se **papel pregueado**, que apresenta maior área filtrante.

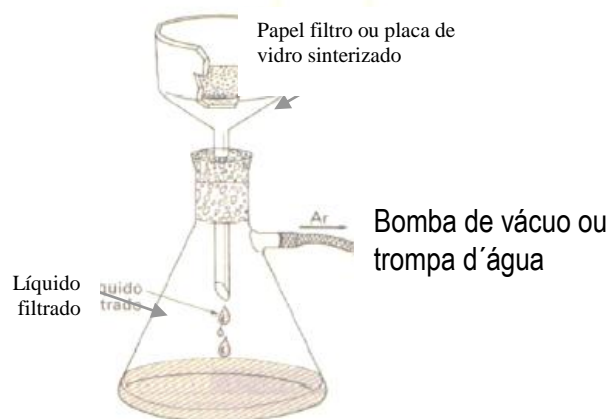
Abaixo é representada esquematicamente a seqüência de passos para a obtenção de cone pregueado de papel de filtro.



ii- Filtração por sucção

Para processos de filtração excessivamente lentos, emprega-se a filtração sob pressão reduzida. Esta filtração também é indicada quando o interesse é recuperar o sólido.

Coloque um papel de filtro de tamanho adequado (1 a 2 mm menor do que o diâmetro interno do funil de Büchner) sobre o funil de Büchner, de modo a cobrir todos os orifícios do funil. Encaixe o funil em um kitassato e conecte o mesmo a uma trompa de água ou bomba de vácuo. É recomendado o uso de um frasco de segurança entre o kitassato e a trompa ou bomba de vácuo. Inicie a sucção no kitassato e molhe o papel de filtro com uma pequena porção da própria solução a filtrar. Observe se o papel de filtro encontra-se perfeitamente fixado ao funil e só então inicie a filtração. Terminada a filtração, abra a entrada de ar do kitassato ou do frasco de segurança, *antes* de fechar a torneira da trompa de água ou desligar a bomba de vácuo.



Procedimento 4: Observação das diferentes características dos sistemas de filtração

a) Adicione 25 mL de água a um funil contendo papel de filtro dobrado em cone simples e anote o tempo necessário para que todo o líquido escoe. Repita o mesmo procedimento utilizando papel de filtro pregueado, ao invés do cone simples.

b) Aqueça 20 mL de água em um béquer sobre uma placa de amianto suportada em um tripé utilizando um bico de Bunsen (vide técnica na demonstração do professor/monitor) até 60 °C. Realize uma filtração simples transferindo a água aquecida utilizando uma pinça adequada para emborcar o béquer. Recolha o líquido em um béquer de 50 ou 100 mL. Após todo o líquido ter sido filtrado meça a temperatura da água contida no béquer de recolhimento. Repita o procedimento acima só que utilizando papel de filtro pregueado. Lembre-se de recolher a água em béquer de mesma capacidade que no caso anterior. Compare as temperaturas dos filtrados nos dois casos.

c) Meça em um béquer 10 a 20 mL de areia utilizando a própria marcação do béquer. Adicione 20 mL de água medidos em proveta ao béquer. Agite com auxílio de um bastão de vidro e filtre em um sistema de filtração com papel em cone simples. Transfira para o filtro a areia que continua no béquer como auxílio de jatos de água obtidos de uma pisseta. Repita este procedimento só que agora utilizando sistema de filtração à pressão reduzida. Após toda a areia ter sido transferida mantenha o sistema de vácuo em funcionamento. Ocasionalmente, com auxílio de uma espátula, mexa na areia contida nos dois filtros e verifique qual se apresenta mais seca em função do tempo após ter sido realizada a filtragem.

Referências Bibliográficas

- [1] E. Giesbrecht et alii., PEQ, "Experiências em Química - Técnicas e Conceitos Básicos". Ed. Moderna e EDUSP, 1979.
- [2] A.I. Vogel, "Química Analítica Qualitativa". Ed. Mestre Jou, São Paulo, 1981.
- [3] *Lange's Handbook of Chemistry*, J.A. Dean, McGraw Hill, 4^a Ed. 1992.
- [4] Textos sobre o método científico. Por exemplo, acesse o seguinte endereço eletrônico: http://biology.clc.uc.edu/courses/bio104/sci_meth.htm

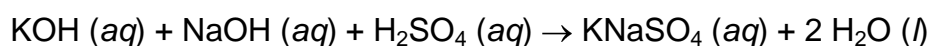
EXPERIÊNCIA 2 : TRANSFORMAÇÃO DE ALUMÍNIO EM ALÚMEN.

I. OBJETIVOS.

Aprender algumas técnicas básicas de laboratório (aquecimento, filtração à pressão reduzida). Treinar cálculos estequiométricos. Aprender a técnica utilizada para o crescimento de cristais.

II. INTRODUÇÃO.

Os sais são compostos cristalinos que podem ser obtidos através de três tipos de reações: reação de metais com ácidos, reações de neutralização e reações de óxidos com ácidos. Os sais duplos, por sua vez, também são compostos cristalinos, mas só podem ser obtidos através de certas reações de neutralização específicas e também pela cristalização conjunta de dois sais em solução aquosa. Assim, quando um ácido poliprótico neutraliza duas bases diferentes, produz-se um sal duplo. Como exemplo, tem-se a reação do ácido sulfúrico com os hidróxidos de sódio e de potássio, produzindo o sulfato de potássio e sódio; esta reação é representada através da seguinte equação química:



Da mesma forma, quando uma base polihidroxílica reage com ácidos diferentes, também produz um sal duplo.

A obtenção de um sal duplo pela cristalização conjunta de dois sais em solução aquosa pode ser feita misturando-se soluções de dois sais diferentes, por exemplo, KCl e MgCl₂ (note-se que o ânion é comum) e, em seguida, concentrando-se a solução resultante através da evaporação da água. À medida que a solução perde água, em vez de precipitar inicialmente o sal menos solúvel em água (KCl) e depois o mais solúvel (MgCl₂), formam-se cristais de uma substância diferente (KMgCl₃.6H₂O), chamada sal duplo, onde o estado de oxidação dos íons presentes é conservado. É importante destacar que essas substâncias apresentam composição estequiométrica constante e bem definida, isto é, para certa quantidade de um dos íons, existe sempre uma mesma quantidade dos demais íons que compõem o sal duplo. Além disto, quando os cristais dessas substâncias são dissolvidos em água, a solução resultante apresenta todas as características dos três íons que constituem o sal duplo, da mesma forma que para os correspondentes sais simples.

Existe um grande número de sais duplos que são denominados alúmens. Estes são sais hidratados, contendo um cátion trivalente e o íon sulfato como ânion. Os compostos em que o cátion trivalente é o alumínio são típicos, daí a razão do nome alúmen para essas substâncias. A fórmula geral dos alúmens é M⁺M⁺³(SO₄)₂.12H₂O, onde M⁺ pode ser praticamente qualquer cátion monovalente, com exceção do Li⁺ (geralmente Na⁺, K⁺ ou NH₄⁺) e M⁺³ principalmente os seguintes cátions trivalentes: Al⁺³, Cr⁺³, Fe⁺³, Ti⁺³ ou Co⁺³. Com relação às doze moléculas de água de hidratação ou cristalização, seis estão associadas ao cátion monovalente e as demais ao cátion trivalente.

O sulfato de alumínio e potássio, $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$, também conhecido como alúmen de potássio é muito utilizado na tintura de tecidos, purificação de águas, clarificação de açúcar etc. Como os cristais deste sal perdem moléculas de água a 60-65°C e fundem a 92,5 °C, os mesmos não devem ser secos em estufa e sim ao ar.

III. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.

A. Preparação do Alúmen de Potássio.

Corte o material a ser utilizado em pedaços bem pequenos (aproximadamente 0,5 cm de lado). Pese, em uma balança de plataforma, aproximadamente, 1 g destes pedaços. Coloque estes pedaços em um béquer de 400 mL e adicione 50 mL de KOH 1,4 M. Marque no béquer, com pincél atômico, o volume do líquido. Agite com um bastão de vidro e observe. Anote suas observações.

Utilizando uma chapa elétrica ou banho-maria, aqueça suavemente a mistura até que todo o metal se dissolva e cesse a evolução de gás. Observe o volume final do líquido. Adicione água destilada de modo que o volume final fique em torno de 60 % do volume inicial. Filtre esta solução, ainda quente à pressão reduzida, utilizando kitassato e funil de Büchner.

Transfira o filtrado para um béquer de 250 mL limpo e seco. Lave o kitassato com cerca de 10 mL de água destilada, transferindo também esta água de lavagem para o béquer. Resfrie a solução colocando o béquer em banho de água fria.

Adicione, cuidadosamente, sob agitação 20 mL de H_2SO_4 9 M. Observe e anote suas observações. (Se permanecer algum resíduo, após adição de todo o ácido, filtre sob pressão reduzida novamente)

Resfrie a solução, colocando o béquer numa mistura de gelo e água, e deixando a mesma no banho durante 15 minutos. Utilizando o sistema de filtração sob pressão reduzida, filtre os cristais obtidos, tomando o cuidado de transferir, o máximo possível do produto obtido. Lave os cristais com 10 mL de uma solução de etanol-água (proporção 1:1) previamente resfriada em gelo e água, secando-os a seguir.

Numa balança analítica ou (semi-analítica) pese os cristais obtidos. Escreva as reações químicas envolvidas nas diversas etapas do procedimento e calcule o rendimento do processo.

IV. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.

1. T. Moeller, Química Inorgânica, Trad. de José Beltrán, 3ª Ed., Barcelona, 1979.
2. J.L.Lee, Química Inorgânica, Trad. de Je\uergen Heinrich Maar, São Paulo, Edgard Blücher, 1980.

EXPERIÊNCIA 3: TRANSFORMAÇÕES QUÍMICAS

OBJETIVOS

Observar as evidências experimentais que permitem verificar a ocorrência de uma transformação química. Verificar diferentes tipos de reações químicas. Equacionar corretamente as reações químicas envolvidas.

PROCEDIMENTO

É muito importante que você anote cuidadosamente suas observações experimentais. Segure sempre os tubos em ensaio com uma pinça de madeira, ao aquecê-los.

1) Com o auxílio de uma pinça, pegue um pedaço de uma fita de magnésio, coloque-a para aquecer, cuidadosamente, na chama de um bico de Bunsen e observe.

2) Coloque em um tubo de ensaio, limpo e seco, alguns cristais de dicromato de amônio. Aqueça, lenta e cuidadosamente na chama do bico de Bunsen e observe.

3) Repita o procedimento descrito no item **2)**, usando carbonato de amônio no lugar de dicromato de amônio.

4) Repita o procedimento descrito no item **2)**, usando sulfato de cobre penta-hidratado no lugar de dicromato de amônio. Após resfriar, adicione algumas gotas de água destilada e observe.

5) Em um tubo de ensaio coloque um pedacinho de calcário (carbonato de cálcio) e adicione, gota a gota, ácido clorídrico (6,0 mol/L), agitando com cuidado. Observe.

6) Em um tubo de ensaio coloque cerca de 2mL de solução 0,50mol/L de hidrogenocarbonato de sódio e adicione algumas gotas de solução 6,0M de ácido clorídrico, agite e observe.

7a) Coloque em um tubo de ensaio 10 gotas de solução 0,10mol/L de cromato de potássio (tubo n°.1) e em um outro tubo de ensaio 10 gotas de solução 0,20mol/L de dicromato de potássio (tubo n°.2) . Compare os tubos.

Adicione ao tubo n°.1 , algumas gotas de solução 6,0mol/L de ácido clorídrico. Agite e observe.

Ao tubo n°.2 , adicione algumas gotas de solução 4,0mol/L de hidróxido de sódio. Agite e observe.

7b) Coloque em 2 tubos de ensaio, 1 mL de água destilada e 2 gotas de solução 0,10mol/L de cromato de potássio. Num dos tubos adicione algumas gotas de solução 6,0mol/L de ácido clorídrico. Agite e compare os tubos.

Adicione a seguir, a cada um dos tubos, 2 gotas de solução 0,10mol/L de nitrato ou cloreto de bário. Agite e compare.

Adicione ao tubo onde se formou um precipitado, 2 gotas de solução 6,0mol/L de ácido clorídrico, agite e observe.

8) Em um tubo de ensaio coloque cerca de 2ml de solução 0,10mol/L de um sal de ferro(III) e 1 gota de solução de tiocianato de potássio (0,10mol/L), agite e observe.

9) Coloque em um tubo de ensaio cerca de 2mL de solução de cobalto(II), adicione cloreto de sódio sólido em excesso e observe. Aqueça o sistema, com o auxílio de um bico de Bunsen e torne a observar. A seguir, adicione água destilada e observe.

10) Em um tubo de ensaio coloque cerca de 2mL de solução de níquel(II) e adicione, lentamente e com agitação, solução de hidróxido de amônio e observe. Adicione ligeiro excesso de solução de hidróxido de amônio e torne a observar. A seguir, adicione, lentamente e com agitação, alguns mL de solução de dimetilglioxima e observe.

11a) Coloque em um tubo de ensaio cerca de 2mL de solução de alumínio(III) e adicione, lentamente e com agitação, solução 4,0mol/L de hidróxido de sódio e observe. Adicione ligeiro excesso e torne a observar. A seguir, adicione alguns mL de solução de ácido clorídrico (6,0mol/L), agite e observe.

12) Em um tubo de ensaio, coloque 1 mL de solução de brometo de sódio (ou potássio) e adicione 2 gotas de ácido clorídrico (1mol/L), juntando então, gota a gota, água de cloro. Junte 1 mL de clorofórmio ou tetracloreto de carbono e agite. Observe e interprete.

Bibliografia

1. E. Giesbrecht et alii., PEQ - "Experiências de Química - Técnicas e Conceitos Básicos", Ed. Moderna e EDUSP, cap. 5 e 26, 1979.
2. M.D. Joesten et alii., "World of Chemistry", Saunders College Publ., cap. 6, 1991.
3. A.I. Vogel, "Química Analítica Qualitativa", Ed. Mestre Jou, São Paulo, 1981.

EXPERIÊNCIA 4: DETERMINAÇÃO DO TEOR DE CARBONATO DE CÁLCIO EM UM MATERIAL

OBJETIVOS

O problema a ser resolvido nesta experiência é o da determinação do teor de carbonato de cálcio (CaCO_3) em uma amostra de mármore. Para isto, será medido o volume de gás carbônico gerado pela reação do carbonato presente na amostra, com uma solução de ácido forte. A partir deste dado experimental, utilizando-se a lei de Dalton para as pressões parciais de gases em uma mistura, a equação de estado dos gases ideais e a equação química balanceada que descreve o processo envolvido determina-se a porcentagem de carbonato de cálcio presente no material analisado.

CONCEITOS ENVOLVIDOS

Os conceitos relacionados a seguir devem ser compreendidos **antes** da execução do experimento: **a.** reação de carbonatos com ácidos; **b.** concentração molar (molaridade) de uma solução; **c.** cálculos estequiométricos, a partir de uma equação química balanceada; **d.** lei de Dalton das pressões parciais; **e.** leis dos gases ideais; **f.** equação de estado de um gás ideal; **g.** pressão de vapor de líquidos.

INTRODUÇÃO

Na natureza, o carbonato de cálcio (CaCO_3) ocorre na forma de vastos depósitos sedimentares resultantes da fossilização dos restos de vida marinha pré-histórica. Nestes depósitos, o carbonato de cálcio ocorre principalmente como **calcita**, a forma mais comum, e como **aragonita**, mais frequente em mares temperados. Estas duas formas de carbonato de cálcio diferem entre si quanto aos seus arranjos cristalinos.

Vastos leitos de aragonita formam as Bahamas e o leito do Mar Vermelho. A calcita ocorre, mais freqüentemente, como calcário, dolomita (um carbonato misto de cálcio e magnésio [$\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$]) e mármore. Toda rocha constituída de carbonato de cálcio e suscetível de ser polida é denominada de mármore; diferentes impurezas conferem ao mármore diferentes colorações, tornando-o mais, ou menos, valioso. Tanto o mármore, como o calcário, caracterizam-se por apresentar baixa dureza e por reagirem, efervescendo, com ácidos. Por exemplo, fragmentos de calcita em contato com ácido clorídrico diluído (HCl), a frio, reagem causando efervescência; isto se deve ao desprendimento de gás carbônico (CO_2). O carbonato de cálcio ocorre, ainda, como depósitos em cavernas: são as estalactites, estalagmites, electites e incrustações. É o caso das grutas da Lapinha, Rei do Mato e de Maquiné, em Minas Gerais. O carbonato de cálcio é uma importante matéria prima na produção de cimento. A partir dele são, também, feitas a cal virgem e a cal hidratada. A fabricação de papel de alta qualidade envolve uso extensivo desta matéria-prima de granulação especial: o papel opaco usado para livros-texto contém carbonato de cálcio. O giz contém carbonato de cálcio pulverulento, de granulação fina.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

- 1) Pese a porção da amostra de mármore a ser analisada em uma balança analítica, anotando a sua massa exata. Esta porção deve ter uma massa ao redor de 190 mg. Transfira a amostra para um kitassato de 250 mL. Escolha uma rolha de borracha que se adapte perfeitamente ao kitassato e verifique, **com atenção**, se a rolha veda totalmente a boca do kitassato: é muito importante que não ocorra vazamento do gás carbônico a ser coletado.
- 2) Encha um béquer de 600 mL com água destilada até aproximadamente $\frac{2}{3}$ de seu volume. Pegue uma proveta de 100 mL e encha-a completamente com a mesma água. Coloque um pedaço de papel tapando a boca da proveta, inverta-a e mergulhe-a na água do béquer. Retire o papel e verifique se não restaram bolhas de ar no fundo da proveta. Caso haja bolhas, repita esse procedimento até que não sobre qualquer bolha. A seguir, fixe a proveta a um suporte universal com uma garra e uma mufa.
- 3) Introduza um tubo de vidro, previamente entortado (ou uma mangueira de borracha), no interior da proveta invertida. A outra extremidade do tubo (ou mangueira) deve ser conectada à saída lateral do kitassato. Finalmente, o sistema está montado para que se possa coletar o gás liberado pela reação.
- 4) Adicione 20 mL de uma solução aquosa de $\text{HCl } 6 \text{ mol.L}^{-1}$ ao kitassato, tapando-o com a rolha de borracha o mais rapidamente possível, para minimizar as possíveis perdas de gás carbônico. Agite o kitassato, **cuidadosamente**, de vez em quando, para facilitar a expulsão do gás.
- 5) Após o final da reação (a amostra deverá ser totalmente consumida pelo ácido), aguarde algum tempo (pelo menos 5 minutos) para que o gás recolhido entre em equilíbrio térmico com o ambiente.
- 6) Colete os dados experimentais, que são requisitados na tabela do relatório (ver próxima página), com as respectivas unidades, incertezas e número de algarismos significativos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS:

1. R.R. da Silva, N. Bocchi & R.C. Rocha Filho, "Introdução à Química Experimental", McGraw Hill, 1990.
2. J.B. Russel, "Química Geral", Trad. Geraldo Vicentini *et alii*, São Paulo, McGraw Hill, 1982.
3. N.N. Greenwood & A. Earhshaw, "A Chemistry of the Elements", Oxford, Pergamon Press, 1984.
4. V. Semishin, "Laboratory Exercises in General Chemistry", Peace Publishers, Moscow, p.26 a 29.