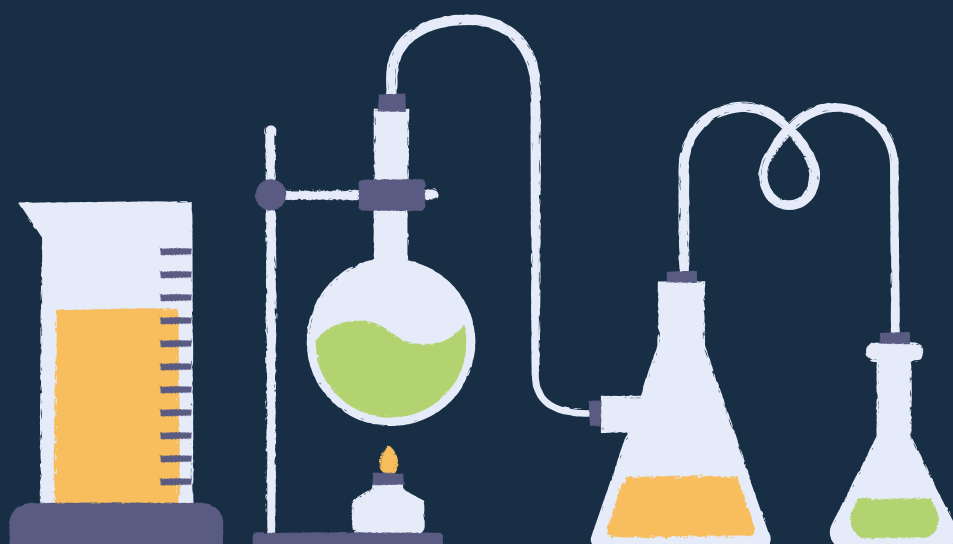


UFSC BLUMENAU

ROTEIROS DE
QUÍMICA GERAL
EXPERIMENTAL



PARTE I



Universidade Federal de Santa Catarina – Campus Blumenau
Centro Tecnológico, de Ciências Exatas e Educação
Departamento de Ciências Exatas e Educação

ROTEIROS DE

QUÍMICA GERAL EXPERIMENTAL

Parte I

Adaptado de

Experiências de Química Geral

Bruno Szpoganicz, Nito A. Debacher, Eduardo Stadler

Revisão técnica

Alfredo Muxel

César Agostinho Schaeffer

Ismael Casagrande Bellettini

Daniela Brondani

Eduardo Zapp

Lidiane Meier

Organização

Marília Tarnowski

SUMÁRIO

REGRAS BÁSICAS DE SEGURANÇA E CONDUTA	3
1. OBJETIVOS.....	3
2. INTRODUÇÃO.....	3
EXPERIMENTO 1: ALGARISMOS SIGNIFICATIVOS, MEDIDAS E TRATAMENTO DE DADOS.....	6
1. OBJETIVOS.....	6
2. QUESTÕES DE ESTUDO.....	6
3. INTRODUÇÃO.....	6
4. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	13
5. QUESTÕES DE PRÉ-LABORATÓRIO	17
ANEXO A	18
ANEXO B	19
EXPERIMENTO 2: CALIBRAÇÃO DE VIDRARIA	21
1. OBJETIVOS	21
2. INTRODUÇÃO	21
3. ANÁLISE DOS RESULTADOS	24
4. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	25
5. ANEXOS.....	30
EXPERIMENTO 3: SÍNTESE E APLICAÇÃO DO ALÚMEN	32
1. OBJETIVOS.....	32
2. QUESTÕES DE ESTUDO.....	32
3. INTRODUÇÃO.....	32
4. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	36
EXPERIMENTO 4: SOLUBILIDADE	39
1. OBJETIVOS.....	39
2. QUESTÕES DE ESTUDO.....	39
3. INTRODUÇÃO.....	39
4. PARTE EXPERIMENTAL.....	46
5. PRÉ-LABORATÓRIO	49
EXPERIMENTO 5: TEMPERATURA DE FUSÃO DE UMA SUBSTÂNCIA	52
1. OBJETIVOS.....	52
2. QUESTÕES DE ESTUDO.....	52
3. INTRODUÇÃO.....	52
4. PARTE EXPERIMENTAL.....	54
5. PRÉ-LABORATÓRIO	59
EXPERIMENTO 6: CROMATOGRAFIA EM PAPEL	60
1. OBJETIVOS.....	60
2. QUESTÕES DE ESTUDO.....	60
3. INTRODUÇÃO.....	60
4. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	64
5. PRÉ-LABORATÓRIO	66
APÊNDICE A: Separação dos componentes de canetas hidrocor.....	67
APÊNDICE B: Separação e identificação de íons metálicos.....	68

REGRAS BÁSICAS DE SEGURANÇA E CONDUTA PARA OS LABORATÓRIOS DE QUÍMICA

1. OBJETIVOS

Este material tem por objetivo orientar os estudantes quanto às boas práticas a serem exercidas em um laboratório de química, a fim de torná-lo um lugar seguro para o trabalho coletivo.

2. INTRODUÇÃO

Apesar dos riscos potenciais existentes nos laboratórios de química, estes, não são, necessariamente, ambientes perigosos de trabalho, desde que frequentados com consciência e responsabilidade.

Embora alguns acidentes ocorram de forma inevitável, a maior parte deles resulta de imprudências praticadas durante as práticas laboratoriais e, portanto, podem ser evitados adotando uma conduta adequada, como: ser responsável, e paciente, ter atenção e noção da prática/trabalho a ser realizada/o, conhecer os possíveis riscos na execução da atividade, respeitar os colegas e obedecer às regras de segurança para laboratórios de química.

Abaixo estão listadas algumas orientações que devem ser seguidas durante a permanência no laboratório:

- Otimize o trabalho no laboratório, dividindo as tarefas entre os componentes de sua equipe;
- Monte a aparelhagem, faça uma última revisão no sistema e só então comece o experimento;
- Antecipe cada ação no laboratório, prevendo possíveis riscos para você e seus colegas. Ao acender uma chama, certifique-se de que não existem solventes próximos e destampados, especialmente aqueles mais voláteis. Mesmo uma chapa ou manta de aquecimento quentes podem ocasionar incêndios quando em contato com solventes como éter, acetona ou dissulfeto de carbono;
- Leia com atenção os rótulos dos frascos de reagentes e solventes que utilizar.
- Seja cuidadoso (a) sempre que misturar dois ou mais compostos. Ao se misturar alguns compostos, pode haver liberação de calor (ex. H_2SO_4 conc. +




H₂O), gerarem produtos inflamáveis (ex. sódio metálico + H₂O), ou pode haver liberação de gases tóxicos. Sempre misturar os reagentes vagarosamente, com agitação e, se necessário, sob resfriamento e na capela com exaustor ligado;



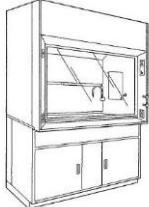
- Para procedimentos que requerem aquecimento sob refluxo (reações ou destilação) utilizar "pedras de porcelana" para evitar a ebulição turbulenta.
- Rotule adequadamente (com nome do produto, de sua equipe e data) qualquer material produzido e guardado no laboratório;
- Descarte adequadamente os resíduos. Utilize os recipientes próprios para cada tipo de resíduo - dispostos no laboratório ou de acordo com orientações do professor ou técnico. O descarte de resíduos líquidos na pia só pode ocorrer com total certeza de que não apresentam riscos de qualquer natureza. De qualquer modo, faça-o com abundância de água corrente. Na dúvida, sempre consulte o professor (a) ou técnico (a);
- Ao final de cada aula, cada equipe deverá limpar e organizar a bancada e lavar **adequadamente** as vidrarias e utensílios que utilizou.






2.1 Regras de Segurança

A partir do momento em que o estudante, servidor ou visitante estiver em um laboratório de química, algumas regras e posturas comportamentais são necessárias para a segurança coletiva, conforme apresentado no Quadro 1.

Quadro 1: Regras de Segurança para Laboratório de Química

O que fazer no laboratório	
	Ler e estudar o roteiro experimental antes de iniciar a prática.
	Prender o cabelo; Cuidado com o uso de anéis, piercings, lentes de contato, etc.
	Usar calça comprida (de preferência jeans), sapatos fechados e avental (preferencialmente de algodão)

	<p>Usar luvas nitrílicas ou de borracha para manipular compostos tóxicos ou irritantes a pele</p>
	<p>Usar óculos de proteção para manipular compostos tóxicos e voláteis</p>
	<p>Usar capela química para manipular compostos tóxicos ou irritantes, ou quando houver desprendimento de vapores ou gases.</p>

<p>O que NÃO fazer no laboratório</p>	
	<p>Utilizar celular, ou outros dispositivos, que desviem a atenção da prática laboratorial</p>
	<p>Comer ou beber; fumar</p>
	<p>Cheirar ou ingerir produtos químicos. Jamais pipetar solventes ou reagentes com a boca.</p>
	<p>Correr</p>
	<p>Empurrar os colegas</p>

EXPERIMENTO 1: ALGARISMOS SIGNIFICATIVOS, MEDIDAS E TRATAMENTO DE DADOS

1. OBJETIVOS

Efetuar medidas de temperatura, de massa e de volume e realizar o tratamento estatístico das medidas obtidas experimentalmente.

2. QUESTÕES DE ESTUDO

- Todos os equipamentos de medição de volume, de massa e de temperatura são iguais?
- Podemos confiar nos dados obtidos experimentalmente? Explique.

3. INTRODUÇÃO

É comum que os alunos ingressantes no Ensino Superior não terem tido a oportunidade de realizar atividades experimentais de Química durante o Ensino Médio. Sendo a Química uma ciência teórico-experimental, é importante que o aluno ingressante nos cursos de Engenharia de Materiais ou de Engenharia Têxtil e de Química, inicie a disciplina de Química Experimental realizando experimentos relacionado à medidas e tratamentos de dados. A validade dos dados obtidos experimentalmente dependerá do esforço da equipe para realizar medidas precisas e exatas, mediante a utilização de equipamentos previamente calibrados.

Para interpretar e analisar os resultados é imprescindível a realização correta do levantamento e do registro dos dados. Para isto, é preciso prestar atenção em alguns elementos, como: as unidades, os algarismos significativos, os erros e a notação científica.

Um resultado experimental deve ser expresso a partir de algarismos e unidades. Os **algarismos** indicam o erro ou a incerteza de um resultado, enquanto que as **unidades** especificam a medida que está sendo realizada. O sistema de unidades mais utilizado pelos cientistas é o Sistema Internacional de Unidades (SI).

A **notação científica** é utilizada, preferencialmente, quando as medidas são obtidas com números muito grandes ou demasiadamente pequenos para serem escritos na forma convencional, conforme apresentado na Tabela 1.

Tabela 1. Notação científica e algarismos significativos para algumas medidas de massa (em gramas, g).

Medida	Notação científica	Número de algarismos significativos
0,00235 g	2,35 x 10 ⁻³ g	3
0,25 g	2,5 x 10 ⁻¹ g	2
20,010 g	2,0010 x 10 ¹ g	5
20,01 g	2,001 x 10 ¹ g	4

É importante ressaltar que, para uma maior confiabilidade nas medidas realizadas, os instrumentos devem ser previamente calibrados e, algumas medidas realizadas em duplicata (ou mais vezes).

Algumas unidades de medida são expressas por múltiplos (Tabela 2). Por exemplo, a unidade de grandeza de massa no SI é o quilograma (kg), contudo utilizamos frequentemente em experimentos múltiplos menores, como por exemplo, grama (1 g = 0,001 kg = 10⁻³ kg), miligrama (1 mg = 0,001 g, 10⁻³ g), etc.

Tabela 2. Múltiplos de unidades de medida.

Nome	Símbolo	Unidade
mega	M	10 ⁶
quilo	k	10 ³
deci	d	10 ⁻¹
centi	c	10 ⁻²
mili	m	10 ⁻³
micro	μ	10 ⁻⁶
nano	n	10 ⁻⁹
angstron	Å	10 ⁻¹⁰
pico	p	10 ⁻¹²

Exercício 1. Complete as lacunas corretamente com que se pede:

- i) 4 cm corresponde a _____ m
- ii) 10 nm corresponde a _____ m
- iii) 2 mL corresponde a _____ L

E ainda, medidas de massa, de volume e de temperatura, por exemplo, são realizadas utilizando balanças, materiais volumétricos (bureta, proveta, pipeta, etc.) e termômetros, respectivamente, sendo que os equipamentos disponíveis no laboratório podem diferenciar entre si quanto ao grau de **precisão**, um fator que não poderá ser negligenciado.

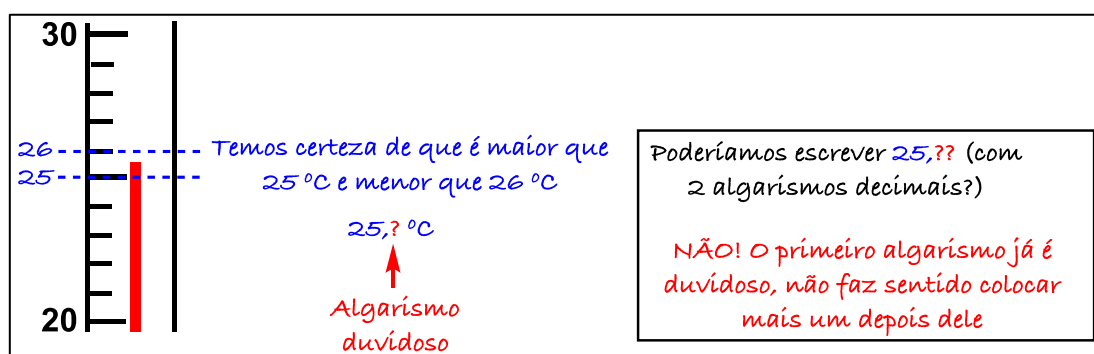
Para expressar a **precisão** das medidas obtidas experimentalmente são utilizados **algarismos significativos**.

3.1 Algarismos significativos

São os algarismos que têm importância na exatidão de um número. Por exemplo, quando especificamos vinte pessoas em uma sala de aula ou nos referimos a uma dúzia de ovos, temos a certeza de que são números **exatos**, ou seja, não existe dúvida com relação a estas grandezas. Entretanto, se tivermos diferentes medidas de uma mesma grandeza, os valores podem ser diferentes e devem ser representados por um valor médio. Vamos entender!

Para determinar a temperatura, lendo diretamente no termômetro ilustrado na Figura 1 poderíamos anotar 25,7 ou 25,8 °C.

Figura 1. Ilustração de temperatura em um termômetro analógico com escala de 10 °C.

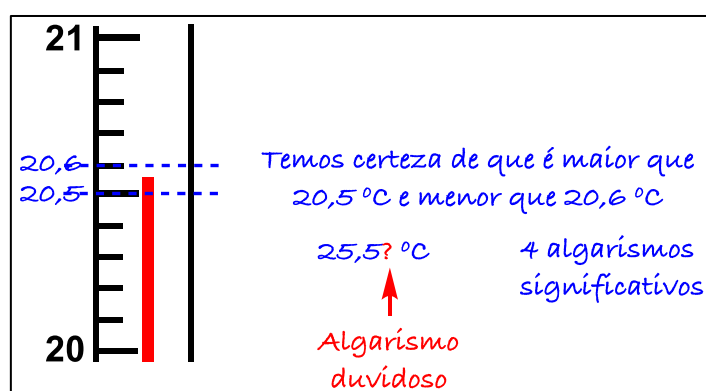


Na tentativa de medir a temperatura com precisão de até uma casa após a vírgula, é necessário realizar a estimativa do último algarismo. Tem-se a certeza de que a temperatura é maior do que 25 °C e menor que 26 °C, ou seja, o último algarismo da medida é duvidoso. O valor da temperatura medida com este termômetro possui três algarismos significativos, sendo o **último** considerado um algarismo **duvidoso**.

Quando se utiliza um termômetro com estas especificações não se deve acrescentar um quarto algarismo a $25,7\text{ }^{\circ}\text{C}$, como por exemplo, $25,73\text{ }^{\circ}\text{C}$. Se o algarismo 7 já é duvidoso não faz sentido incluir mais o algarismo depois dele.

Com um termômetro mais preciso podem ser obtidas medidas com um número maior de algarismos significativos. O termômetro apresentado na Figura 2 possui divisões de $0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$, podendo-se obter o valor da temperatura com quatro algarismos significativos.

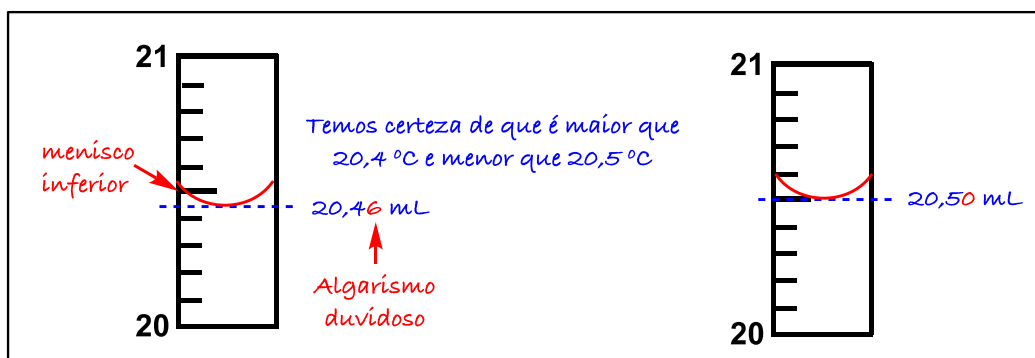
Figura 2. Ilustração de temperatura em um termômetro analógico com escala de $0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$.



A partir da temperatura apresentada na Figura 2, pode-se determinar a temperatura de $20,57\text{ }^{\circ}\text{C}$ ou $20,58\text{ }^{\circ}\text{C}$, sendo o último algarismo destas medidas o **algarismo duvidoso**.

Na leitura do volume de água em uma proveta ou em uma bureta, observa-se que a superfície da água não é plana e forma um *menisco*. Deve-se sempre ler o ponto mais baixo do menisco quando se tratar de água ou de solução aquosa.

Figura 3. Ilustração da leitura correta do volume através do menisco.



Os valores das medidas da Figura 3 são 20,46 mL e 20,50 mL, respectivamente. Observe que o algarismo zero da medida 20,50 deve ser escrito. Ao escrever somente 20,5 mL, indica-se que o valor da medida está entre 20,4 e 20,6 mL. Por outro lado, 20,50 significa um valor entre 20,49 e 20,51 ou entre 20,48 e 20,52, dependendo do **desvio médio** nas medidas realizadas. Note também que, escrever a unidade de medida é tão importante quanto anotar um número.

O melhor valor para representar uma medida é a média aritmética dos valores medidos, por exemplo:

O Desvio médio de cada medida será:	
20,46 mL	$ 20,46 - 20,46 = 0,00$
20,42 mL	$ 20,42 - 20,46 = 0,04$
20,45 mL	$ 20,45 - 20,46 = 0,01$
20,48 mL	$ 20,48 - 20,46 = 0,02$
<u>20,48 mL</u>	$ 20,48 - 20,46 = 0,02$
Média = 20,46 mL	Média dos desvios = 0,02
Portanto o valor da medida é 20,46 ± 0,02 mL.	

Algumas observações adicionais:

a) Os valores a seguir que representam medidas de volume, possuem:

- i) 22,48 mL → 4 algarismos significativos
- ii) 210,34 mL → 5 algarismos significativos
- iii) 1,0 L → 2 algarismos significativos

b) Com relação ao algarismo zero, deve ser observado que:

- Quando está entre dois outros dígitos é um algarismo significativo
 - i) 1107 → 4 algarismos significativos
 - ii) 50.002 → 5 algarismos significativos
- Quando precede o primeiro algarismo diferente de zero, não é significativo
 - i) 0,000163 ou $1,63 \times 10^{-4}$ → 3 algarismos significativos
 - ii) 0,06801 ou $6,801 \times 10^{-2}$ → 4 algarismos significativos
- Quando se encontra no final de um número é significativo
 - i) 0,0200 → 3 algarismos significativos
 - ii) 0,040120 → 5 algarismos significativos

1.1.1. Operações com algarismos significativos

- Na **multiplicação ou divisão**, manter o número de algarismos significativos da medida que tiver **menor** número de algarismos.

Exemplo:

$$\underbrace{25,2 \text{ cm}}_{\substack{3 \text{ alg.}}} \times \underbrace{3.192 \text{ cm}}_{\substack{4 \text{ alg.}}} = 80.438,4 \text{ cm}^2 = \underbrace{8,04}_{\substack{3 \text{ alg.}}} \times 10^4 \text{ cm}^2$$

- Na **adição ou subtração**, o número de dígitos à direita da vírgula no resultado deve ser igual ao do número com menos dígitos dos números somados ou subtraídos.

Exemplo:

$$\underbrace{35,271}_{\substack{3}} + \underbrace{11,30}_{\substack{2}} + \underbrace{102,1920}_{\substack{4}} = 148,7630 = \underbrace{148,76}_{\substack{2}}$$

3.2 Arredondamento de números

Em diversas situações se deseja eliminar algarismos de menos significância, expressando determinados números com um menor número de algarismos significativos. Para se efetuar o arredondamento devem-se seguir algumas regras:

-
- Se o algarismo a ser eliminado for maior que cinco, acrescenta-se uma unidade ao primeiro algarismo que está situado à sua esquerda.

$$\begin{array}{c} \text{Aumenta 1} \\ \text{unidade} \\ \swarrow \quad \searrow \\ 9,757 = 9,76 \\ \uparrow \\ \text{Algarismo duvidoso} > 5 \end{array}$$

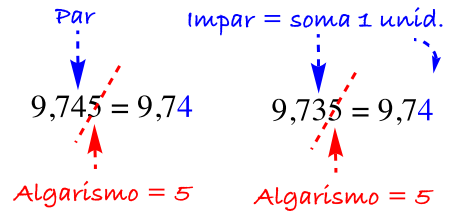
-
- Se o algarismo a ser eliminado for menor que cinco, deve-se manter inalterado o algarismo da esquerda.

$$\begin{array}{c} \text{Mantém} \\ \swarrow \quad \searrow \\ 9,754 = 9,75 \\ \uparrow \\ \text{Algarismo duvidoso} < 5 \end{array}$$

- Se o algarismo a ser eliminado for igual a cinco.

Verificar se o algarismo anterior é par ou ímpar:

- **Se for par**: somente elimina o algarismo duvidoso
- **Se for ímpar**: eliminar o algarismo duvidoso e aumentar 1 unidade no algarismo anterior



Exercício

Calcule e represente os resultados com o número correto de algarismos significativos:

- i) $56,3 \times 10,22 =$ _____ iii) $4,78 \times 0,0453 =$ _____
- ii) $42,175 + 32,8 =$ _____ iv) $34,5 + 5,72 \times 2,4 =$ _____

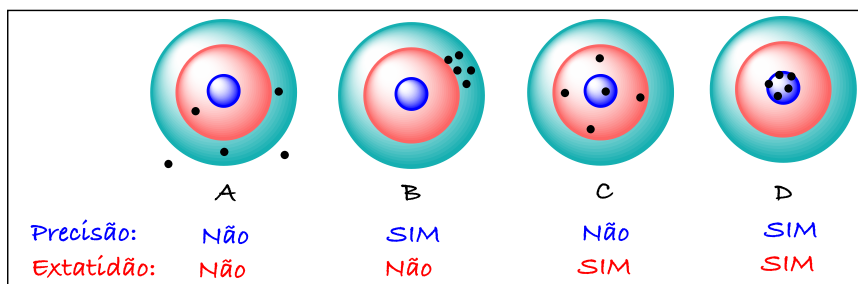
3.3 Precisão e Exatidão

Para comprovar as teorias e leis, os cientistas observam resultados obtidos experimentalmente. A confiança nesses resultados está, em geral, relacionada ao quão exato e preciso são os equipamentos utilizados para obtenção dos dados. Apesar de parecerem sinônimos, a exatidão e a precisão são termos distintos.

EXATIDÃO: indica o quão próximo o valor medido está do valor aceito como referência (ou “padrão”).

PRECISÃO: indica o quão próximo diversos valores de medições estão entre si, ou seja, quanto menor for o **desvio médio**, maior será a precisão na medida.

Para auxiliar na compreensão destes conceitos, vamos observar os resultados de 4 jogos de dardos abaixo.

Figura 4: comparação entre precisão e exatidão tomando

No jogo **A**, todos os lançamentos ficaram, além de distantes entre si (não foram precisos), distantes do alvo (não foram exatos). Já no **B**, todos os lançamentos ficaram próximos uns dos outros (preciso), entretanto, fora do alvo (não exatos). Em **C**, todos foram lançados dentro do alvo (exato), mas distantes uns dos outros (não preciso). E, por fim, em **D**, todos os lançamentos ocorreram próximos entre si e dentro do alvo, portanto este jogador foi preciso e exato.

Assim, a **precisão** geralmente é associada com erros aleatórios do processo de medição, enquanto a **exatidão** está associada a fontes sistemáticas. Portanto, a média de várias determinações é geralmente considerada o melhor valor para uma medida do que uma única determinação. O **erro** é a medida da divergência do valor obtido experimentalmente e o valor aceito como exato (erro absoluto), frequentemente apresentado de forma percentual (erro relativo), conforme segue:

$$\text{Erro Absduto} = \text{valor determinado experimentalmente} - \text{valor aceito}$$

$$\text{Erro Relativo (E\%)} = \frac{\text{Erro absduto}}{\text{Valor aceito}} \times 100\%$$

4. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

4.1. Materiais

- Béquer
- Termômetro
- Gelo
- Bastão de vidro
- NaCl
- Rolha de borracha
- Rolha de vidro
- Cadinho de porcelana
- Proveta
- Pipeta graduada
- Pipeta volumétrica

4.2. Medidas de temperatura

1. Coloque água de torneira em um béquer, até aproximadamente 2/3 do seu volume e meça a temperatura utilizando um termômetro. Obtenha o valor da temperatura com o número máximo possível de algarismos significativos. Realize 3 medidas.

Temperatura (°C): _____

Média das medidas: _____ Desvio médio: _____

2. Em um béquer, coloque certa quantidade de gelo picado e em seguida adicione um pouco de água. Agite esta mistura com um bastão de vidro e determine a temperatura com um termômetro. Realize 3 medidas.

Temperatura (°C): _____

Média das medidas: _____ Desvio médio: _____

2.1. Adicione cerca de 3 colheres de cloreto de sódio (NaCl) ao béquer da **etapa 2**, agite com o bastão de vidro e anote a temperatura (quando esta permanecer constante) em triplicata.

Temperatura (°C): _____

Média das medidas: _____ Desvio médio: _____

Observações:

- Durante as medidas, mantenha o bulbo do termômetro totalmente imerso na água, sem tocar o vidro.
- Note que a água continua líquida a uma temperatura menor que zero grau (0°C).
- Não se esqueça de colocar o sinal negativo para temperaturas abaixo de zero.
- Pesquise sobre propriedades coligativas.

Questões:

- Calcule a média e o desvio dos valores obtidos nos experimentos acima.
- Por que é necessária a realização de mais que uma determinação?
- Discuta sobre os resultados obtidos nos itens 2 e 2.1.

4.3. Medidas de massa

1. Considere três objetos que se encontram em sua bancada:

- uma rolha de borracha
- um cadinho de porcelana
- uma rolha de vidro.

O professor e/ou o monitor lhe ensinará como utilizar a(s) balança(s) disponível(eis) no laboratório, mas utilize sempre a mesma balança nas pesagens. Antes de pesá-los, pegue cada objeto e tente estimar o mais pesado e o mais leve. Em seguida, utilizando uma balança, pese cada um destes objetos.

Objeto	Ordem da massa estimada	Massa determinada na balança (g)	Ordem da massa real (medida)
Rolha de borracha			
Cadinho			
Rolha de vidro			

2. Inicialmente, pese um béquer pequeno. Em seguida adicione, com um conta-gotas ou pipeta de Pasteur, 30 gotas de água destilada ao béquer e pese o conjunto.

Massa do béquer (g)	Massa do béquer com 30 gotas de água (g)	Massa das 30 gotas de água (g)

Observação: Pesquise a densidade da água na temperatura do experimento.

Questões:

1. Qual a massa aproximada de uma gota?
2. Qual o volume aproximado de uma gota?
3. Qual o número aproximado de gotas em um mililitro?
4. Quais os possíveis erros de se utilizar “gotas” como medida de volume?

4.4. Medidas de volume

1. Proveta

- a. Pese um béquer seco de 100 mL e anote a massa utilizando duas casas decimais.
- b. Meça 20 mL de água com uma proveta, transfira para o béquer e pese-o novamente.
- c. Repita este procedimento mais duas vezes e anote as massas obtidas.

Massa do béquer seco: _____

Béquer + água	Massa total (g)	Massa dos 20 mL de água (g)
Béquer + 20 mL de água		
Béquer + 40 mL de água		
Béquer + 60 mL de água		

Média das massas: _____ Desvio médio: _____

2. Pipeta volumétrica

- a. Pese um béquer seco de 100 mL e anote a massa utilizando duas casas decimais.
- b. Meça 20 mL de água com uma pipeta volumétrica, transfira para o béquer e pese-o novamente.
- c. Repita este procedimento mais duas vezes e anote as massas obtidas.

Massa do béquer seco: _____

Béquer + água	Massa total (g)	Massa dos 20 mL de água (g)
Béquer + 20 mL de água		
Béquer + 40 mL de água		
Béquer + 60 mL de água		

Média das massas: _____ Desvio médio: _____

Questão:

1. A partir dos dados experimentais que você obteve nos itens 1 e 2, utilizando uma proveta e uma pipeta volumétrica, qual dos dois equipamentos possui maior precisão? Justifique a sua resposta.

5. QUESTÕES DE PRÉ-LABORATÓRIO

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

- | | |
|---------------|------------------------------------|
| (a) 212,9 cm | (d) $4,021 \times 10^{-3}$ m |
| (b) 540.31 m | (e) $5,10 \times 10^{18}$ átomos |
| (c) 0,02009 g | (f) $4,1 \times 10^{22}$ moléculas |

2. Arredonde os seguintes números de forma que fiquem com três algarismos significativos:

- | | |
|-----------------------------|-------------|
| (a) 8100,402 | (d) 14010,2 |
| (b) 0,501070 | (e) 13,5200 |
| (c) $2,3001 \times 10^{-5}$ | (f) 0,40455 |

3. Faça os cálculos abaixo e escreva a resposta com o número correto de algarismos significativos:

- (a) 821×250
- (b) $(5,603 \times 10^3) \times (7,2 \times 10^3)$
- (c) $3928,0 / 22,10$
- (d) $8.119 \times 0,23$
- (e) $14,098 + 27,340 + 84,7593$
- (f) $42,07 + (0,259/28,4445)$

4. Um técnico de laboratório de Química determinou a temperatura de ebulição de um determinado solvente, obtendo os seguintes valores: 42,50; 41,10; 40,20; 42,25; 39,85; 40,70 e 40,00 °C. Qual é a média e o desvio dessas medidas? Com quantos algarismos significativos deve ser representada a média da temperatura? Justifique a resposta.




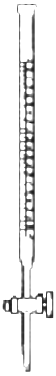
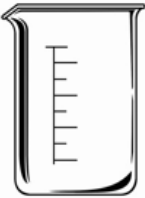



ANEXO A

No quadro abaixo estão apresentadas a densidade da água em algumas temperaturas:

Temperatura (°C)	Densidade (g/mL)
15	0,9991
16	0,9989
17	0,9988
18	0,9986
19	0,9984
20	0,9982
21	0,998
22	0,9978
23	0,9975
24	0,9973
25	0,997
26	0,9968
27	0,9965
28	0,9962
29	0,9959
30	0,9956

ANEXO B

Alguns utensílios comuns nos laboratórios de Química e suas utilizações:

 <p>Pipeta graduada: É um tubo aberto nas duas extremidades e com uma escala graduada usada para a medição e transferência de (alíquotas) volumes variáveis de líquidos.</p>	 <p>Pipeta volumétrica: instrumento em vidro que permite a medição e transferência rigorosa de volumes de líquidos. É um tubo longo e estreito, com uma zona central mais larga, aberto nas duas extremidades, marcado com uma linha horizontal que indica o volume exato de líquido que pode transferir.</p>
 <p>Termômetro Químico: tubo de vidro com enchimento de mercúrio, para realizar medições de temperatura em geral.</p>	 <p>Bureta: Com escala graduada rigorosa e torneira de precisão, é utilizada para titulação de soluções e, também, para escoar volumes variáveis. É colocado na vertical com a ajuda de um suporte.</p>
 <p>Béquer: recipiente simples de formato cilíndrico com fundo chato e um bico em sua parte superior. Possui graduação, entretanto oferecem medidas pouco precisas.</p>	 <p>Frasco de Erlenmeyer: seu formato facilita a agitação do conteúdo. Utilizado em dissoluções, aquecimentos e titulações.</p>
 <p>Balão volumétrico: Utilizado no preparo e diluição de soluções com volumes precisos. O menisco indica o volume final a ser medido.</p>	 <p>Proveta: tubo cilíndrico com base e aberto em cima, que pode ser de plástico ou vidro. Possui medidas em toda a sua extensão e é utilizada para medição de volumes de líquidos, com baixa precisão.</p>

<p>Tubos de ensaio: tubos de vidro usados para efetuar reações em pequena escala, como testes de reações.</p>		<p>Pisseta ou frasco lavador: utilizada para armazenar pequenas quantidades de água destilada, álcool e outros solventes. Muito usado para completar os balões e efetuar lavagem de recipientes.</p>	
	<p>Kitassato: constituído de um vidro espesso e um orifício lateral, normalmente usado junto com o funil de Büchner em filtrações (sob sucção) a vácuo.</p>		<p>Funil de Büchner: Usado em filtração a vácuo e deve ser acoplado a um frasco de kitassato por meio de uma borracha de vedação.</p>
	<p>Funil simples: Pode ser feito de vidro ou de plástico. Utilizado para filtração (separação líquido-sólido) ou adição de líquidos.</p>	<p>Pipeta de Pasteur: utilizada para transferência de pequenos volumes, sem necessidade de precisão.</p>	

EXPERIMENTO 2: CALIBRAÇÃO DE VIDRARIA

1. OBJETIVOS

Calibrar diferentes vidrarias utilizadas para medir volume e realizar o tratamento estatístico das medidas obtidas experimentalmente.

2. INTRODUÇÃO

A calibração é um procedimento laboratorial que, além de ser de simples execução, é primordial para garantir uma elevada qualidade dos dados coletados, pois permite estimar o erro de medidas de equipamentos e vidrarias.

As vidrarias, volumétricas ou graduadas, são calibradas a partir da **massa** de um líquido conhecido contido no recipiente (na vidraria em questão) e sua **densidade**. O líquido geralmente utilizado é a água destilada ou deionizada, pois os dados de densidade são facilmente obtidos da literatura (*Handbooks*) ou experimentalmente.

Na sua fabricação, as vidrarias volumétricas podem ser calibradas tanto “a conter” (TC, In) ou “por vertido” (TD, Ex)¹ e as siglas estão gravadas nas mesmas.

- **TC** (*to contain*) – Volume de líquido **total contido** na vidraria corresponde ao volume impresso na mesma. Exemplos: provetas e balões volumétricos.
- **TD** (*to deliver*) – Volume de um determinado líquido efetivamente **transferido**, de acordo com o volume impresso na vidraria. Neste caso, o filme líquido que fica retido na parede interna da vidraria foi considerado na calibração. Exemplos: buretas, pipetas graduadas e volumétricas. É importante ressaltar que as pipetas graduadas apresentam erros de medida maiores em relação às volumétricas, razão pela qual os químicos analíticos não utilizam pipetas graduadas.

Para calibrar uma vidraria volumétrica utiliza-se a massa (m) e a densidade (d) do líquido contido na mesma, pela relação:

$$v \text{ (mL)} = \frac{m \text{ (g)}}{d \text{ (g/mL)}}$$

$1 \text{ mL} = 1 \text{ cm}^3$

¹ <http://instrumentosvolumetricos.blogspot.com/2015/07/instrumentos-in-tc-ou-ex-td.html>

A pesagem do líquido utilizado na calibração de uma vidraria deve ser realizada em uma **balança analítica**, para a obtenção de massas com **maior exatidão e precisão**.

Além disso, a fim de evitar erros nas medições, alguns cuidados devem ser tomados durante o processo de calibração, como:

- Observar e compreender o mecanismo da balança (consulte o professor ou técnico);
- Para pesagens sucessivas (em multiplicata) **utilizar sempre a mesma balança**;
- Certifique-se de que a balança está nivelada (Não mexa! Consulte o professor ou técnico);
- Centralizar o peso do recipiente no prato da balança;
- Evitar contato direto com o recipiente para não contaminá-lo com umidade ou gordura das mãos; use luvas ou papéis para segurar objetos secos;
- Certifique-se da ausência de bolhas na vidraria volumétrica.

2.1 Tensão superficial e a sua relação com a leitura de um volume

Medir volumes de líquidos em um recipiente significa comparar a sua superfície com a escala apresentada na vidraria utilizada. Essa superfície é denominada **menisco**, que corresponde à curva formada na superfície de um líquido próximo à superfície do recipiente que o contém. Os meniscos são causados pela **tensão superficial** dos líquidos e está relacionada com a força na qual as moléculas de um líquido se atraem mutuamente, isto é, é uma propriedade de um líquido em resistir a uma força externa devido às forças de coesão entre as moléculas.

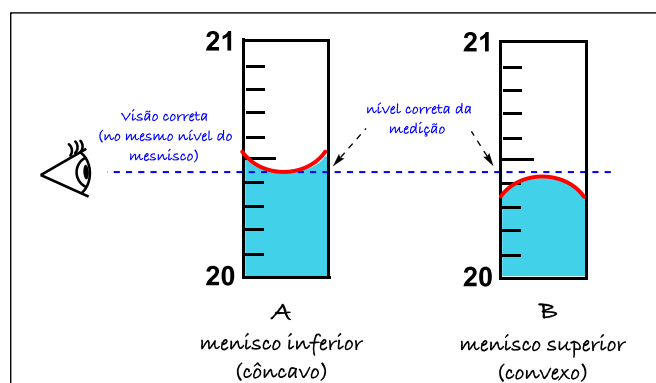
O menisco pode ser **côncavo** (maioria dos líquidos) ou **convexo**, a depender do líquido e da superfície sobre a qual se forma (Figura 1).

O menisco **côncavo** é formado quando as moléculas do líquido são atraídas mais fortemente pelo recipiente (adesão) do que pelas moléculas do próprio líquido (coesão). Este comportamento ocorre entre as paredes de vidro e a água.

Já nos líquidos que formam um menisco **convexo** em um determinado recipiente, as forças de coesão (força de atração entre moléculas do líquido) superam as de adesão. Como exemplo de menisco convexo pode-se citar o

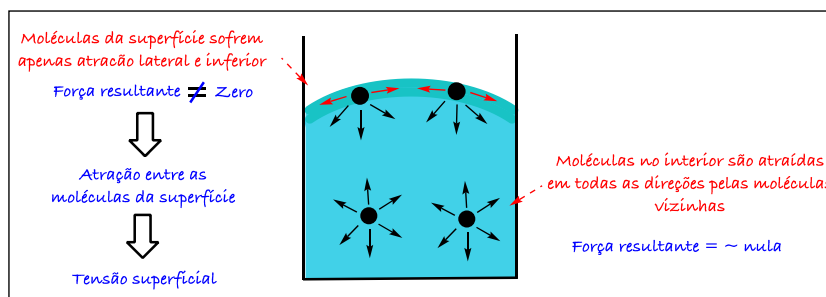
mercúrio em um recipiente de vidro, a exemplo dos antigos termômetros de mercúrio, cuja comercialização foi proibida em virtude da toxicidade do metal.

Figura 1. Representação de um menisco côncavo (A) e convexo (B) formados por líquidos em um recipiente e a forma correta de realizar a leitura do volume.



Na Figura 2 estão representadas as forças de atração que ocorrem entre as moléculas do líquido no interior e na superfície de um líquido. Enquanto que no interior de um líquido as forças de atração estão saturadas, pois as moléculas são atraídas em todas as direções pelas moléculas vizinhas, fazendo com que a força resultante que atua sobre cada uma delas seja praticamente nula, as moléculas da superfície do líquido sofrem apenas atração lateral e inferior. Esta força para o lado e para baixo cria uma tensão na superfície, que faz a mesma comportar-se como uma película elástica – como se o líquido estivesse coberto por uma película autotensora. Essa força que contrai a superfície do líquido é o que chamamos de **tensão superficial** e varia de um líquido para outro, dependendo do tipo de interação intermolecular.

Figura 2. Representação das forças de coesão entre as moléculas no interior e na superfície de um líquido.



As medidas de volume em laboratórios químicos são obtidas, rotineiramente, pelo emprego de pipetas, provetas e buretas, e são realizadas pela comparação do

nível do líquido com as marcações ou escala de graduação dessas vidrarias. A leitura deve ser feita de forma que a linha de visão do operador esteja perpendicular à escala graduada e na altura do menisco para evitar **erros de paralaxe**, conforme apresentado na Figura 1. Os erros de paralaxe correspondem a medições incorretas decorrentes da leitura do volume a partir de um ângulo inadequado da visão do observador.

3. ANÁLISE DOS RESULTADOS

Em qualquer procedimento experimental que envolva a coleta de dados é importante determinar o erro obtido (**erro experimental**) em relação à medida realizada. Em geral, para estimar o erro de uma medida, calcula-se inicialmente o **desvio padrão (Dp)** (Equação 1) e o **desvio padrão relativo (CV - coeficiente de variação)** (Equação 2)

O **s** se baseia nos desvios dos dados individuais em relação à média, como expresso na Equação 1 enquanto que o **CV** compreende a relação percentual do **s** com a média dos valores (Eq. 2)

$$Dp = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}{N-1}} \quad Dp = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}{N}} \quad \boxed{Dp = \sqrt{s} \quad s = \text{variância}} \quad (\text{Eq. 1})$$

Em que:

x_i = valor medido (individual)

\bar{x} = média dos valores medidos

N = número de repetições = considerando as medidas de uma população (como o todo)

N – 1 = considerando as medidas como uma amostra (uma parte do todo)

$$CV = \frac{Dp}{\bar{x}} \times 100\% \quad (\text{Eq. 2})$$

4. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS



Para a obtenção de resultados confiáveis, antes de executar o procedimento de calibração é necessário verificar se as vidrarias estão adequadamente limpas (lavar adequadamente com água e sabão) e secas. O correto é deixar a vidraria secar naturalmente por aproximadamente 25 horas, entretanto, como na aula prática não se dispõe desse tempo, costuma se enxaguar a vidraria a ser calibrada com etanol ou acetona para a secagem rápida.

4.1 Materiais

- Béquero
- Termômetro
- Picnômetro
- Pipeta graduada
- Pipeta volumétrica
- Proveta
- Bureta
- Erlenmeyer

4.2 Determinando a Densidade da Água com um Picnômetro

(só para os cursos de Química)

- a) Em um béquer de 250,0 mL limpo, coloque aproximadamente 150,0 mL de água destilada. Aguarde até a água atingir o equilíbrio térmico com a temperatura ambiente e, com o auxílio de um termômetro meça e anote a temperatura da água.
- b) Pese cuidadosamente e anote a massa do picnômetro (Figura ao lado) vazio e seco.
- c) Complete o picnômetro com água destilada do béquer. Tampe-o de maneira que o excesso de água esorra pelo capilar. Verifique se há bolhas de ar aprisionadas no interior do picnômetro. Se isso ocorreu, remova-as e preencha-o novamente.
- d) Coloque o picnômetro preenchido dentro do béquer contendo o restante da água destilada, evitando que o nível de água do béquer atinja a tampa do picnômetro. Aguarde 15 minutos para que se atinja o equilíbrio térmico. Verifique e anote novamente a temperatura da água no béquer.
- e) Com um pano ou papel poroso, enxugue o líquido presente na parte externa do picnômetro. Pese-o com a água e anote a massa.



- f) Repita a pesagem mais duas vezes retirando o picnômetro da balança a cada pesagem.

Obs. Procure realizar este procedimento o mais rápido possível para não engordurar as paredes externas do picnômetro e para evitar alteração de temperatura do líquido.

Temperatura da água: _____

Massa do picnômetro vazio (g)	Massa do picnômetro com água (g)	Temperatura da água (°C)	Densidade da água (g/cm ³)

Comparar o valor obtido com a Tabela 1 (Anexo) e empregar o valor determinado nos demais procedimento.

4.2. Calibração de pipetas graduada e volumétrica

Existem dois tipos de pipetas: volumétrica (A) e graduada (B), cujas capacidades variam de 0,1 a 100 mL e podem conter uma ou duas faixas contidas na sua parte superior. Estas faixas indicam a forma que a pipeta foi calibrada, a saber:

- Pipeta com *uma faixa* significa que a medição é exata, de apenas uma quantidade específica do líquido e, portanto, não deve ser escorrida completamente (uma gota restará na ponta da pipeta).
- A pipeta que apresenta *duas faixas* foi calibrada de tal maneira que sua capacidade total é atingida quando a última gota escorrer completamente para fora da vidraria.

Utilizar uma pipeta volumétrica e uma pipeta graduada de 10 mL; Fazer 3 repetições do mesmo procedimento para cada pipeta.

- a) Pese um béquer, limpo e seco, e anote sua massa.
- b) Utilize a pipeta a ser calibrada e pipete água destilada até a marca do volume total (cuidado com o ajuste do menisco).

- c) Transfira o volume para o Béquer anteriormente pesado.
- d) Pese o Béquer contendo a água destilada.
- e) Determine a massa da água destilada transferida a partir da diferença das duas pesagens.
- f) Verifique a temperatura da água com o auxílio de um termômetro.
- g) Repita o mesmo procedimento para a outra pipeta a ser calibrada.
- h) Calcule o volume real da pipeta para cada replicata em acordo com equação abaixo (consultar o Anexo para verificar a densidade da água na temperatura do experimento).

$$V = \frac{M_{\text{H}_2\text{O transf.}}}{d_{\text{H}_2\text{O}}} \quad (\text{Eq. 3})$$

Em que:

V = volume da pipeta calibrada

$d_{\text{H}_2\text{O}}$ = densidade da água na

$M_{\text{H}_2\text{O transf.}}$ = massa da água transferida

temperatura observada

Massa do béquer seco: _____

Temperatura da água: _____

Dados obtidos para a Pipeta Graduada

Frasco + água	Massa total (g)	Massa de 10 mL de água (g)	Volume da pipeta calibrada (mL)
Béquer + água (10 mL)			
Béquer + água (10 mL)			
Béquer + água (10 mL)			

Dados obtidos para a Pipeta Volumétrica

Frasco + água	Massa total (g)	Massa de 10 mL de água (g)	Volume da pipeta calibrada (mL)
Béquer + água (10 mL)			
Béquer + água (10 mL)			
Béquer + água (10 mL)			

Estime o **Dp** (Eq. 1), o **CV** (Eq. 2) e verifique, na Tabela 2 (Anexo), se os valores obtidos estão em acordo com o limite de tolerância da capacidade da pipeta.

4.3. Calibração de proveta

- Pese uma proveta de 25 mL e anote sua massa.
- Preencha a proveta com água destilada até o nível indicado da capacidade.
- Pese a proveta preenchida com a água destilada (Cuidado com o ajuste do menisco).
- Determine a massa de água a partir da diferença das duas pesagens e verifique sua temperatura.
- Calcule o volume da proveta calibrada, segundo a Equação 3.
- Estime o **Dp** (Eq. 1), o **CV** (Eq. 2) e verifique, na Tabela 2 (Anexo), se os valores obtidos estão em acordo com o limite de tolerância da capacidade da proveta.

Massa do frasco seco: _____

Temperatura da água: _____

Proveta + água	Massa total (g)	Massa dos 25 mL de água (g)	Volume da pipeta calibrada (mL)
Proveta + água (25 mL)			
Proveta + água (25 mL)			
Proveta + água (25 mL)			

4.4. Calibração de balão volumétrico

- Pese um balão volumétrico seco de 50 mL (com tampa) e anote sua massa.
- Encha o balão com água destilada até o nível da marca da sua capacidade volumétrica (Cuidado com o menisco).
- Pese o balão com a água e verifique se a parte externa está completamente seca.
- Determine a massa de água pela diferença entre as duas pesagens.
- Verifique a temperatura da água com o auxílio de um termômetro.
- Calcule o volume do balão volumétrico, de acordo com a Equação 3.
- Estime o **Dp** (Eq. 1), o **CV** (Eq. 2) e verifique, na Tabela 2 (Anexo), se os valores encontrados estão em acordo com o limite de tolerância da capacidade do balão.

Massa do balão seco: _____

Temperatura da água: _____

Balão + água	Massa total (g)	Massa dos 50 mL de água (g)	Volume do balão calibrado (mL)
Balão + água (50 mL)			
Balão + água (50 mL)			
Balão + água (50 mL)			

4.5. Calibração de bureta

- a) Encha completamente uma bureta de 25 mL com água destilada.
- b) Escoe lentamente a água até tangenciar a marca zero na bureta. Certifique-se que o espaço abaixo da torneira está completo com água.
- c) Transfira alíquotas de aproximadamente 2 mL para um erlenmeyer, lendo o valor transferido na escala da bureta (anote o volume transferido na Tabela abaixo).
- d) Determine a massa do volume transferido da bureta para o erlenmeyer.
- e) Repetir cinco vezes o procedimento anterior, utilizando o mesmo erlenmeyer, transferindo volumes da mesma ordem.
- f) Determine a temperatura da água.
- g) Calcule os volumes escoados da bureta, a partir da massa que você determinou experimentalmente. Consulte a Tabela 1 dos Anexos para obter a densidade da água na temperatura do experimento, ou use o valor obtido no item 4.1.
- h) Calcule o volume real de cada alíquota para cada replicata em acordo com equação 3.
- i) Construa um gráfico, colocando na ordenada os valores de volume lidos diretamente na bureta e na abscissa os volumes calculados a partir da massa da alíquota e da densidade da água, na temperatura em que foi feito o experimento. Este gráfico permite a correção dos valores de volume lidos na bureta, ou seja, essa será a curva de calibração da bureta utilizada no experimento.

Massa do erlenmeyer vazio: _____

Volume lido (mL)	Massa total (g)	Massa da água (g)	Volume calculado (mL)

5. ANEXOS

Tabela 1. Variação da densidade da água com a temperatura

Temperatura (°C)	Densidade (g/mL)	Temperatura (°C)	Densidade (g/mL)
15	0,9991	23	0,9975
16	0,9989	24	0,9973
17	0,9988	25	0,9970
18	0,9986	26	0,9968
19	0,9984	27	0,9965
20	0,9982	28	0,9962
21	0,998	29	0,9959
22	0,9978	30	0,9956

Valores com representação de quatro dígitos na pressão de 1 atm.

Fonte: Handbook of Chemistry and Physics, CRC press, ed 64).

Tabela 2 - Limite de tolerância para o Coeficiente de Variação (CV) de algumas vidrarias.

Capacidade (mL)	Limite de tolerância			
	Pipeta volumétrica	Pipeta graduada	Balão volumétrico	Proveta
0,5	±0,006	-	-	-
1	±0,006	±0,01	±0,02	-
2	±0,006	±0,01	±0,02	-
3	±0,01	-	±0,015	-
4	±0,01	-	±0,02	-
5	±0,01	±0,02	±0,02	±0,02
10	±0,02	±0,03	±0,02	±0,02
15	±0,03	-	-	-
20	±0,03	-	±0,03	-
25	±0,03	±0,05	±0,03	±0,03
50	±0,05	-	±0,05	±0,05
100	±0,08	-	±0,08	±0,10
250	-	-	±0,12	-
500	-	-	±0,20	-
1000	-	-	±0,30	-

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

EXPERIMENTO 3: SÍNTESE E APLICAÇÃO DO ALÚMEN DE ALUMÍNIO E POTÁSSIO

1. OBJETIVOS

Ao final desta atividade experimental se espera que o aluno esteja apto a:

- Conhecer um processo de transformação química a partir da reciclagem do alumínio das latas de bebidas e compreender a aplicação do produto final;
- Efetuar cálculos de rendimento em uma transformação química.

2. QUESTÕES DE ESTUDO

- Como produzir alúmen de alumínio e potássio utilizando latas comerciais de alumínio?
- Qual a diferença entre reciclagem e reutilização?
- Quais as vantagens de reciclar materiais de origem metálica, em especial o alumínio?

3. INTRODUÇÃO

3.1 Reciclagem de alumínio

O processo de reciclagem do alumínio (e outros materiais) consiste na transformação de materiais usados (**reutilização**) para a confecção de produtos novos, envolvendo consumo menor de energia e a redução de custos em relação à produção primária deste material – a exemplo da extração do alumínio a partir do minério bauxita. Além disso, a reciclagem representa um grande benefício ao meio ambiente, pois grande parte deste material seria descartado levando a um aumento na poluição de solos e rios.

Embora grande parte do alumínio que é reciclado no Brasil seja proveniente de latas de refrigerantes, cervejas e sucos,² outros produtos à base de alumínio podem ser reciclados, como esquadrias, janelas, portas, componentes de eletrodomésticos, sobras nas indústrias, cadeiras e mesas.³

² <https://agenciabrasil.etc.com.br/geral/noticia/2021-04/brasil-fecha-2020-entre-os-maiores-recicladores-de-latas-de-aluminio>. Acesso em 18/04/2022

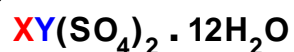
³ <https://www.recicloteca.org.br/material-reciclavel/metal/aluminio/#:~:text=O%20processo%20de%20reciclagem%20consiste,de%20refrigerantes%2C%20cervejas%20e%20sucos>. Acesso em 18/04/2022

Entre os variados produtos que podem ser obtidos da reutilização do alumínio, é possível utilizá-lo como matéria-prima para a obtenção de compostos químicos, com diferentes aplicações industriais, a exemplo do **alúmen de alumínio e potássio**.

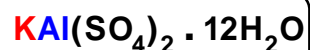
Alumens são compostos iônicos (sais inorgânicos duplos) constituídos por:

- Dois ânions sulfato (**SO₄**);
- Um metal com NOX é +1 (**X**) → um cátion **monovalente** (K⁺, Na⁺ ou NH₄⁺);
- Um metal com NOX é +3 (**Y**) → um cátion **trivalente** (Al³⁺, Cr³⁺ ou Fe³⁺);
- Presença de moléculas de **água**.

Conforme Equação geral abaixo:



O **alúmen de alumínio e potássio**, que será sintetizado nesta aula experimental, é um sulfato duplo de alumínio e potássio, comumente encontrado em sua forma dodecahidratada, conforme segue:



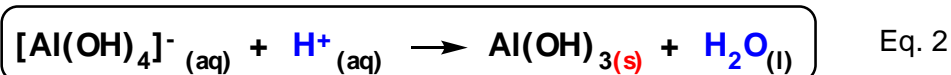
Embora facilmente sintetizado a partir do alumínio, o alúmen de alumínio e potássio ocorre naturalmente como incrustações em rochas, e é comumente usado em purificação de águas (como agente floculante), curtimento de couro, tingimento de tecidos (como “mordente”), manufatura de produtos de higiene, entre outros.

A síntese do sulfato duplo de alumínio e potássio a partir de latas de alumínio ocorre via **reação redox** e **reações ácido-base**.

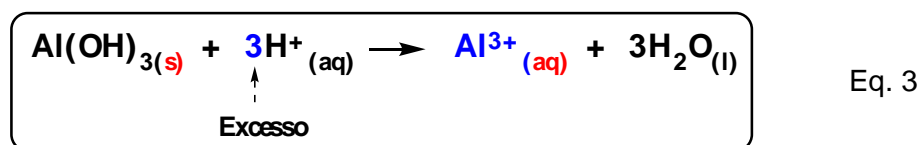
Uma vez que o metal alumínio reage muito pouco com soluções ácidas diluídas, pois sua superfície normalmente é protegida por uma camada de óxido de alumínio (Al₂O₃), é necessária, inicialmente, utilizar soluções alcalinas para dissolver a camada de óxido, e em seguida atacar o metal, com formação do ânion [Al(OH)₄]⁻_(aq) (Equação 1):



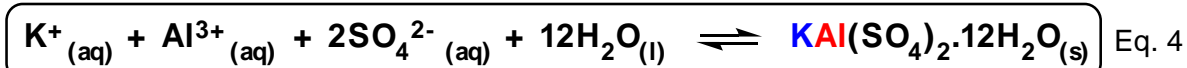
A partir da formação do ânion $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-_{(\text{aq})}$ pode-se iniciar a adição de ácido sulfúrico, com formação inicial do $\text{Al}(\text{OH})_{3(\text{s})}$, que é neutro e precipita no meio aquoso (Equação 2):



Entretanto, com a adição de ácido sulfúrico em excesso e sob agitação, ocorrerá a dissolução do precipitado de hidróxido de alumínio (Equação 3):



Após o resfriamento, ocorre a formação e precipitação do alúmen de alumínio e potássio (Equação 4):



A seta de equilíbrio nesta última etapa indica que esta transformação é reversível, uma vez que o produto é solúvel em água e, com isso o sal duplo se dissocia nos respectivos íons hidratados.

3.2 Rendimento de uma reação

Reações químicas são processos de mudanças químicas, nas quais uma ou mais substâncias são convertidas em outras substâncias. Para interpretar quantitativamente as reações, utiliza-se a chamada **estequiometria das reações**, a partir do balanceamento correto das equações químicas.

Nos **cálculos estequiométricos** parte-se do princípio de que as substâncias reajam exatamente conforme descritas em uma equação química, entretanto, na prática isso nem sempre acontece. Além da possibilidade de parte dos reagentes poder ser consumida em reações competitivas, muitas reações químicas não são completas, isto é, parte de todos os reagentes de partida não é consumida para formação do produto.

A partir das equações químicas corretamente balanceadas e das quantidades de reagentes utilizados, é possível prever a quantidade de produtos que deverá ser

formada. Esta previsão é chamada de **rendimento teórico**, e consiste na quantidade máxima (mols, massa ou volume) de produto que pode ser obtida a partir de uma determinada quantidade de reagente.

A quantidade de produto (mols, massa ou volume) que se obtêm experimentalmente é o **rendimento real** e através deste calcula-se o **rendimento percentual**, que é a fração do rendimento teórico realmente obtido:

$$\text{Rendimento percentual (experimental)} = \frac{\text{Rendimento real}}{\text{Rendimento teórico}} \times 100$$

Rendimento real = quantidade obtida no experimento
Rendimento teórico = quantidade total que poderia ser obtida se não houvessem perdas durante o processo

ou:

$$\frac{\text{Rendimento teórico} \longrightarrow 100\%}{\text{Rendimento real} \longrightarrow X}$$

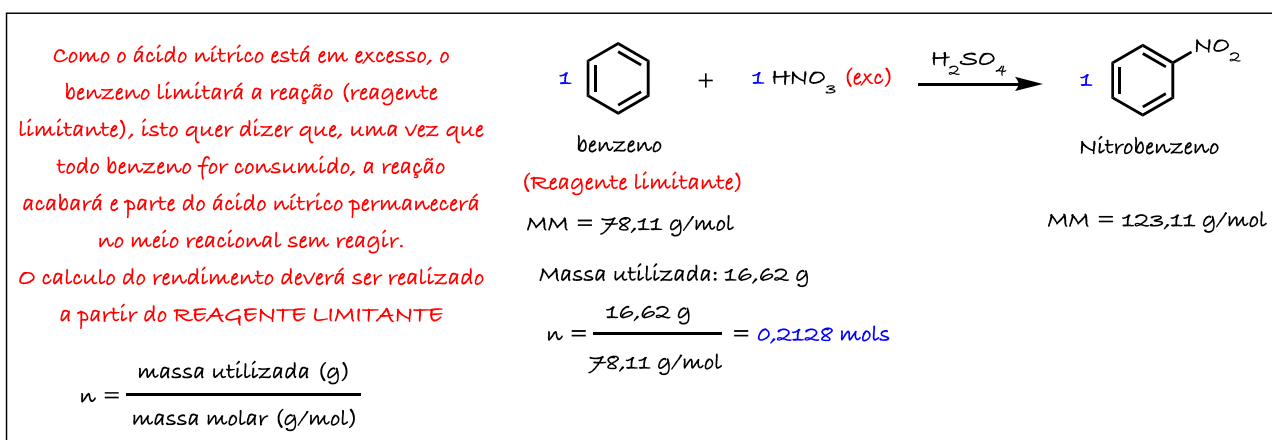
X = rendimento experimental

Exemplo:

Se 15,62 g de benzeno (C₆H₆) reagem com excesso de ácido nítrico (HNO₃) na presença de ácido sulfúrico (H₂SO₄) como catalisador, produzindo 18,0 g de nitrobenzeno (C₆H₅NO₂), qual é o rendimento percentual desta reação?


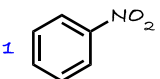
Vamos por partes:

- **Passo 1:** escreva a equação química da reação balanceada:



Observe que **1 mol** de benzeno reage com **1 mol** de ácido nítrico para formar **1 mol** de nitrobenzeno. Logo, se aproximadamente **0,2 mol** de benzeno reagir com ácido nítrico em excesso será formado aproximadamente **0,2 mol** de nitrobenzeno.

- **Passo 2: Calcular o rendimento teórico**

Pela massa:		Pela número de mols (n):	
	→		
benzeno		Nitrobenzeno	
78,11 g	_____	123,11 g	
16,62 g	_____	x	
<hr/>		<hr/>	
$x = 26,20 \text{ g de nitrobenzeno (rendimento teórico)}$		$x = 0,2128 \text{ mols de nitrobenzeno}$	
<i>Cuidado! Se a estequiometria for diferente de 1:1 é preciso multiplicar as massas. neste caso é mais seguro calcular pelo número de mols</i>		$m = 0,2128 \text{ mols} \times 123,11 \text{ g/mol}$	
		$m = 26,20 \text{ g de nitrobenzeno}$	

- **Passo 3: Calcular o rendimento experimental**

A partir do rendimento teórico (26,20 g) e do valor obtido experimentalmente (18,0 g), pode-se calcular o rendimento percentual:

$$\begin{array}{ccc} 26,20 \text{ g} & \longrightarrow & 100\% \\ 18,0 \text{ g} & \longrightarrow & x \\ \hline x = 68,70\% & & \text{de rendimento percentual} \end{array}$$

O nitrobenzeno foi obtido em 68,70% de rendimento.

4. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

4.1 Materiais

- Lata de alumínio
- Palha de aço
- Tesoura
- Béquer
- Bastão de vidro
- Chapa de aquecimento
- Kitassato
- Funil de Büchner
- Papel filtro
- Bomba de vácuo
- Banho de gelo
- KOH 1,5 mol/L
- H₂SO₄ 9,0 mol/L
- Etanol/água (1:1)

4.2 Síntese do alumínio

- A. Limpe uma lata de alumínio (de refrigerante, suco ou de cerveja), utilizando palha de aço para remover toda a tinta da parte externa da lata e o verniz interno. Corte-a em um retângulo com aproximadamente 6 x 7 cm.
- B. Recorte este pedaço de alumínio em pedaços bem pequenos (menor possível), de forma a aumentar a sua área superficial.
- C. Pese aproximadamente 1,00 g do alumínio recortado em um béquer de 250 mL (anote esta massa) e, em seguida adicione 50,0 mL de uma solução aquosa de KOH 1,5 mol L⁻¹. Observe a liberação de hidrogênio gasoso (H_{2(g)}).



Este procedimento deve ser realizado na capela química, com o exaustor ligado e longe de fontes de chama, pois o hidrogênio é inflamável e explosivo. Caso não disponha de capela química com exaustor, realize esta reação em local aberto e arejado.

- D. Coloque o béquer sobre uma chapa de aquecimento e aqueça brandamente para aumentar a velocidade da reação. A solução no béquer que era inicialmente incolor torna-se escura. O término da liberação de hidrogênio indica que a reação se completou.
- E. Filtre sob vácuo a solução ainda quente, transferindo todo o conteúdo do béquer para um funil de Büchner com a ajuda de um bastão de vidro. Todo o resíduo sólido deverá ficar retido no papel de filtro e ser descartado corretamente e **filtrado incolor** deve ser **reservado para ser utilizado na sequência**. Caso a solução no kitassato não esteja límpida, realize nova filtração.
- F. Transfira o filtrado límpido do kitassato para um béquer limpo. Com cuidado, e sob agitação (com auxílio de um bastão de vidro), adicione, aos poucos, 20 mL de H₂SO₄ 9,0 mol L⁻¹ ao béquer com o filtrado. Observe que, inicialmente aparecerá um precipitado de hidróxido de alumínio [Al(OH)₃] (ver Equação 2), mas que se dissolverá com a adição de mais ácido (Equação 3), devido ao aquecimento da solução (trata-se de uma reação ácido-base *exotérmica*). Caso o precipitado não dissolver completamente, aqueça a solução entre 2 e

5 minutos sob agitação (com bastão de vidro) até completa dissolução. Se após este período ainda permanecer algum sólido, filtre a mistura e conserve o filtrado incolor para posterior obtenção dos cristais de alúmen.

- G.** Prepare um banho de gelo e coloque o béquer com o filtrado nesse banho entre 15 e 20 minutos (identifique o béquer). Durante o resfriamento, atrite o fundo e as paredes internas do béquer com o bastão de vidro para iniciar a precipitação do alúmen. Os cristais do alúmen formados devem ser filtrados a vácuo, lavando-os com cerca de 30 mL de uma mistura resfriada de etanol:água (1:1). Despreze o filtrado corretamente, determine a massa dos cristais de alúmen obtidos e secos e calcule o rendimento da síntese.

Para saber sobre a aplicação do alúmen na clarificação de água turva veja:

de S. Maia, W. de Oliveira e V. K. L. Osório. *Da água turva à água clara: o papel do coagulante*. QNEsc, nº 18, Nov, 2003.

5. PRÉ-LABORATÓRIO

1. Qual a massa de KOH necessária para preparar 100 mL de uma solução 1,5 mol L⁻¹?
2. Calcule o volume de H₂SO₄ (95%; 1,84 g mL⁻¹; 98,0 g mol⁻¹) necessário para preparar 100 mL de uma solução 9 mol L⁻¹.
3. Identifique as reações ácido-base e as reações redox no processo da obtenção do alúmen de alumínio e potássio.
4. Em casa, corte uma lata de alumínio (de refrigerante, suco ou de cerveja) de modo a obter um retângulo com aproximadamente 6 x 7 cm. Com auxílio de uma palha de aço, remova completamente a tinta da parte externa da lata e o “verniz” da parte interna. Leve esta lâmina de alumínio para realizar o experimento (Uma lâmina por grupo).
5. A atividade experimental a ser realizada é uma síntese química que envolve várias etapas. Faça um fluxograma incluindo todos os passos envolvidos nesta síntese, e leve para utilizar na aula. O professor poderá solicitar a entrega do fluxograma ao final do experimento.

EXPERIMENTO 4: SOLUBILIDADE

1. OBJETIVOS

- Identificar alguns fatores que afetam a solubilidade;
- Utilizar técnicas simples de extração, recristalização e filtração para separar e purificar compostos de acordo com a sua solubilidade.

2. QUESTÕES DE ESTUDO

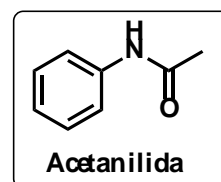
- O que significa solubilidade?
- Qual a diferença entre solubilidade e miscibilidade?
- O que é uma solução saturada, insaturada ou super saturada?
- O que é uma mistura homogênea e heterogênea?
- No que consiste a recristalização?
- Estudar o artigo "Solubilidade das substâncias orgânicas" (*Quim. Nova*, Vol. 36 (8), 1248-1255, 2013).

3. INTRODUÇÃO

A solubilidade de um soluto em um solvente é um dos princípios químicos subjacentes mais importantes no laboratório de Química, pois grande parte dos processos rotineiros (reações químicas, tratamento, purificação e métodos de análise de compostos) envolve propriedades relacionadas à solubilidade de compostos.

O processo de solubilização de uma substância química resulta da interação entre a espécie que se deseja solubilizar (soluto) e a substância que a dissolve (solvente), e pode ser definida como a quantidade de soluto que dissolve em uma determinada quantidade de solvente, em condições de equilíbrio.

A solubilidade é portanto, um fenômeno quantitativo. Por exemplo, suponha que sobre sua bancada existam dois béqueres, cada um com 100 mL de água a 25 °C, além do cloreto de sódio (NaCl) e da acetanilida (C₈H₉NO – estrutura química ao lado) para



serem dissolvidos em água. Adicionando NaCl ao primeiro béquer e misturando bem, você conseguirá dissolver cerca de 35 g e, qualquer quantidade excedente do soluto resultará em um acúmulo de sólido no fundo do béquer. Portanto, 35 g de

NaCl é a quantidade que satura 100 mL de H₂O a 25 °C. Entretanto, ao adicionar acetanilida ao segundo béquer, você verá que apenas alguns miligramas serão dissolvidos até o ponto de saturação ser alcançado.

A que se deve esta diferença de solubilidade dos compostos?

A solubilidade de compostos está diretamente relacionada à **força de interações intermoleculares** entre solvente-solvente, soluto-soluto e soluto-solvente e também é afetada pela **temperatura**.

3.1 Fatores que afetam a solubilidade de um soluto em um solvente

3.1.1 Efeito das Interações intermoleculares

A solubilidade de uma substância em um determinado solvente está diretamente relacionada à estrutura molecular das espécies envolvidas. Nesse ponto, vale o seguinte questionamento: *a polaridade de uma ligação química é sinônimo de polaridade molecular?* Pense sobre isso.

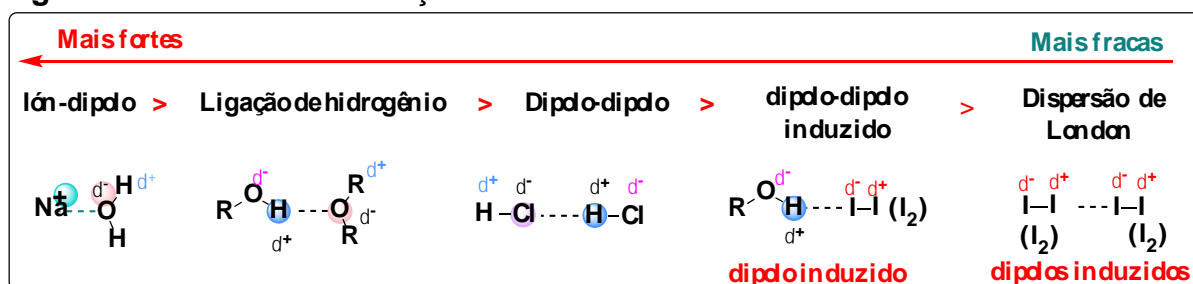
Geralmente, os compostos apolares ou fracamente polares são solúveis em solventes apolares ou de baixa polaridade, enquanto que compostos de alta polaridade são solúveis em solventes também polares, o que está de acordo com a regra:

“O semelhante dissolve semelhante”

A solubilidade depende, portanto, das **forças de atração intermoleculares** e, para que um soluto se dissolva em um determinado solvente, as forças de atração que mantêm a estrutura (interações soluto-soluto) devem ser vencidas pelas interações entre soluto e solvente.

Os tipos de interações intermoleculares, em ordem decrescente de força, são (Figura 1):

Figura 1: intensidade das forças intermoleculares.



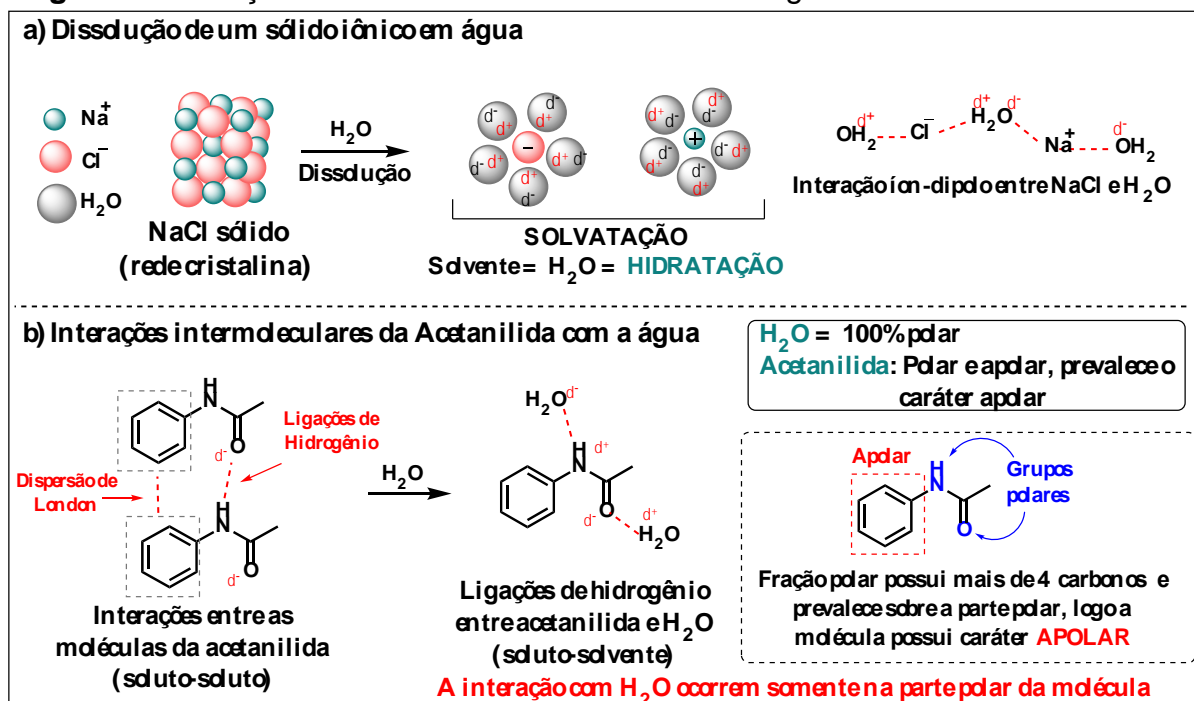
Fonte: autores

Retornando ao exemplo da solubilidade do NaCl e acetanilida em água, percebe-se que o NaCl, um composto iônico, é muito mais solúvel em relação à acetanilida, uma molécula orgânica, formada apenas por ligações covalentes. Observem a representação esquemática apresentada na Figura 2.

No processo de solvatação aquosa (ou hidratação), em que ocorre a dissolução de um sal (composto iônico) como o NaCl, tanto os cátions (Na^+) quanto os ânions (Cl^-) ficam hidratados, com energia suficiente para vencer a energia da rede cristalina (que existe devido à atração mútua entre todos os cátions e todos os ânions, descontadas as repulsões existentes, sendo a responsável pela manutenção do retículo cristalino coeso). Solutos com polaridades próximas à polaridade do solvente se dissolvem em maior quantidade do que aqueles com polaridades muito diferentes. A interação intermolecular que governa esse processo é a força do tipo íon-dipolo¹ (<https://youtu.be/vU196QdVGf8>).

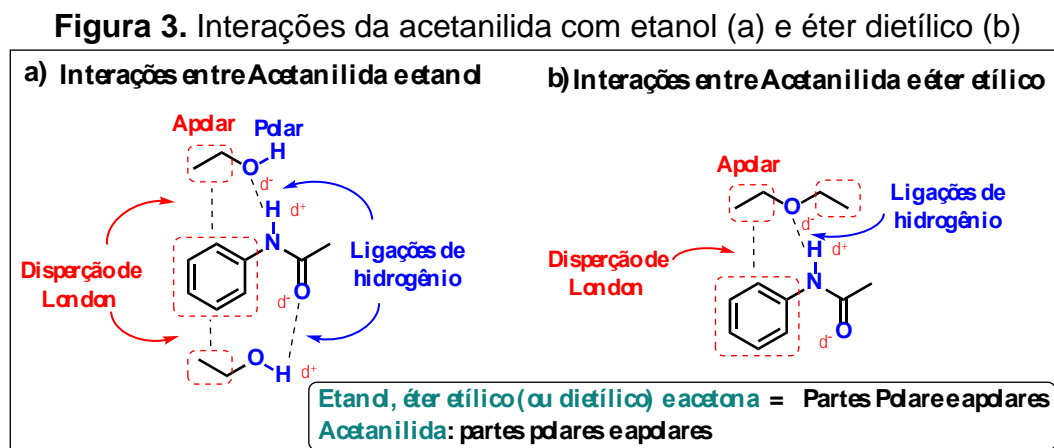
No caso específico da possível interação da água (momento de dipolo $\neq 0$, polar) com a acetanilida, que é bem pouco polar, não deve haver solubilidade apreciável da acetanilida nesse solvente.

Figura 2. Interações entre NaCl e acetanilida com a água.



Fonte: autores

Por outro lado, a acetanilida é solúvel em solventes orgânicos, como etanol, éter etílico e acetona, em virtude da maior semelhança estrutural, visto que ambos apresentam uma parte polar e apolar (Figura 3).

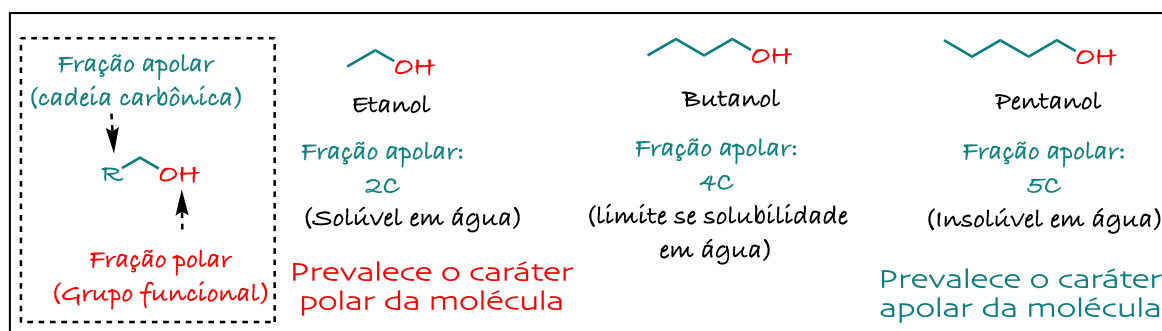


Fonte: autores

Portanto, além da força das interações intermoleculares, outros fenômenos estão envolvidos na dissolução de um soluto em um solvente, como:

- **Extensão da cadeia hidrocarbônica em compostos orgânicos:** a cadeia hidrocarbônica presente em compostos orgânicos têm características apolares e, portanto, a polaridade da molécula como um todo depende da extensão desta cadeia: quanto maior o número de carbonos presentes, maior é o caráter apolar da molécula, conforme ilustrado nas Figura 3 (acetanilida) e 4 (outros exemplos).

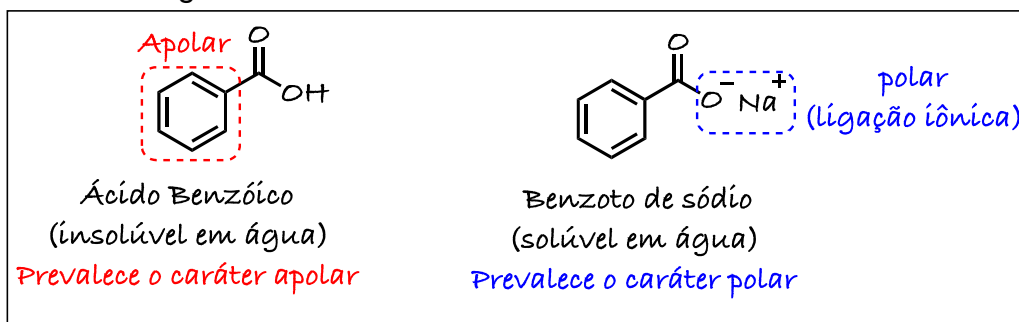
Figura 4. Influência da extensão da cadeia hidrocarbônica na polaridade da molécula.



Fonte: autores

Vale ressaltar que essa regra não é, exatamente, considerada quando a interação entre soluto e solvente é do tipo íon-dipolo, pois, em virtude da alta polaridade dos compostos iônicos, o seu caráter polar prevalece em maior extensão, conforme exemplo comparativo apresentado na Figura 5.

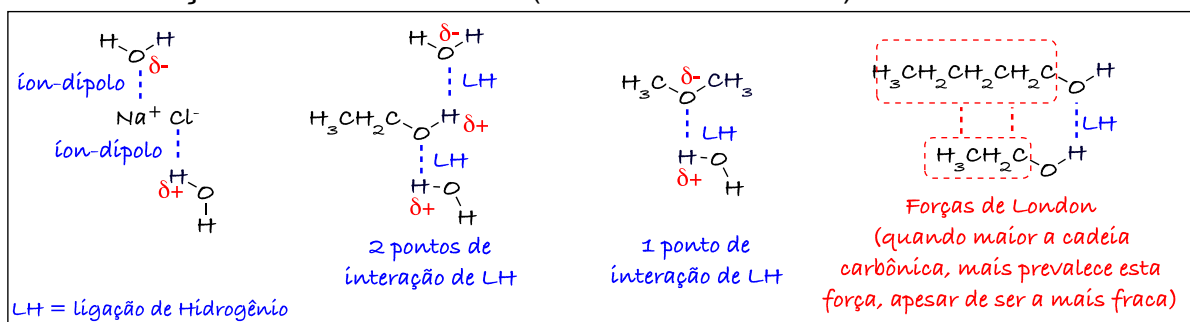
Figura 5. Comparação entre a solubilidade do ácido benzóico e seu sal correspondente em água.



Fonte: autores

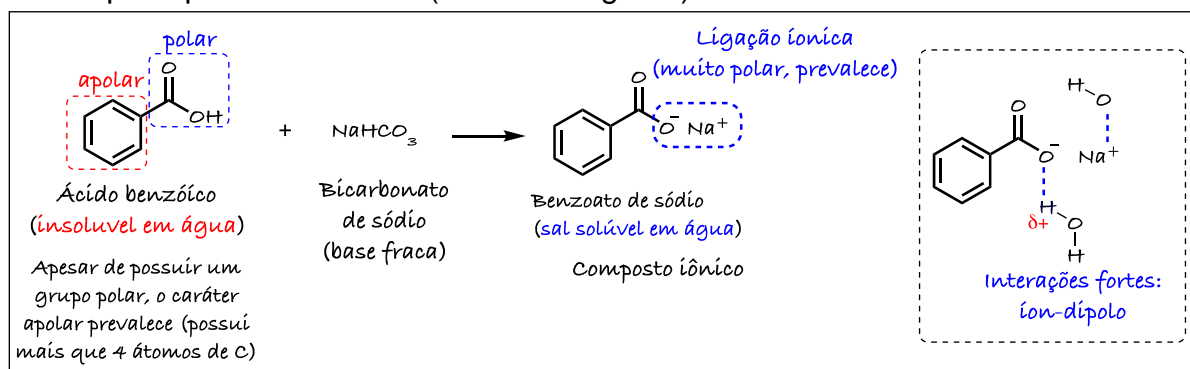
Em alguns casos, a solubilidade de compostos orgânicos pode estar relacionada com a ocorrência de uma reação química. Portanto, a solubilidade de um soluto em um determinado solvente pode ocorrer por dois princípios:

1. Pela **polaridade** das espécies envolvidas e depende somente das **interações intermoleculares** (conforme visto acima).



Fonte: autores

2. A partir de uma **reação química** (por exemplo, na **reação ácido-base**), em que o produto formado (e não o reagente) é solúvel no meio.



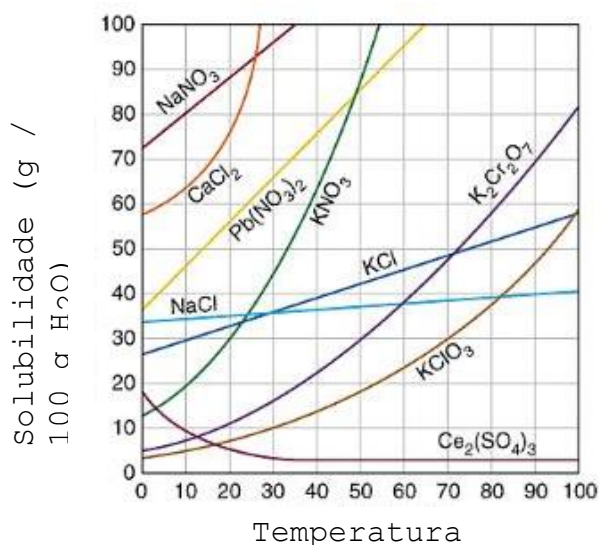
Fonte: autores

3.1.2 Efeito da temperatura

Além da natureza química do soluto e do solvente, outro fator a ser considerado no processo de dissolução é a temperatura. Embora a solubilidade de quase todos os **compostos orgânicos** aumente com o aumento de temperatura, o efeito da

temperatura na solubilidade dos **compostos inorgânicos** é bastante variada, pois, enquanto a solubilidade de muitos compostos aumenta com o aumento da temperatura, para alguns ocorre o inverso, como por exemplo o $\text{Ce}(\text{SO}_4)_3$, cuja solubilidade diminui com o aumento da temperatura. E ainda, para alguns, como o NaCl , a solubilidade basicamente não é afetada (Figura 6).

Figura 6. Variação da solubilidade de diferentes substâncias em função da temperatura.



3.2. Separação e Purificação

Os compostos químicos podem ser extraídos de fontes naturais ou sintetizados a partir de outros compostos via reações químicas. Independente da origem, os processos raramente produzem produtos puros, sendo necessária uma etapa de purificação.

As técnicas de purificação mais comuns são: **extração, recristalização, destilação e cromatografia** e a escolha da técnica mais adequada é realizada verificando alguns parâmetros como: presença de reagentes ácidos ou básicos remanescentes, estado físico da mistura a ser purificada, solubilidade dos compostos a serem separados, entre outros. Por exemplo, para a purificação de sólidos, inicialmente é testado a técnica de recristalização.

Convém observar que compostos comerciais apresentam diferentes graus de pureza, e frequentemente possuem de 90 a 95% de pureza. Para algumas aplicações estas purezas podem ser satisfatórias enquanto que, para outras, é necessária um grau de pureza maior.

3.2.1. Recristalização

A recristalização é uma técnica usada para purificar substâncias sólidas, consistindo essencialmente em dissolver o composto e as suas impurezas em solvente (ou mistura de solventes) apropriado, com posterior precipitação do composto (preferencialmente) ou das impurezas, de forma a promover a sua separação via filtração a vácuo.

Esta técnica se baseia na diferença de solubilidade que existe entre o composto cristalino e os demais componentes da mistura em um solvente a uma determinada temperatura.

Um solvente apropriado para a recristalização deve preencher os requisitos:

- Possibilitar uma fácil dissolução da substância a altas temperaturas e pouca solubilidade a baixas temperaturas, como a temperatura ambiente (t.a.);
- Ser quimicamente inerte (não deve reagir com a substância);
- Possuir um ponto de ebulição relativamente baixo para ser facilmente removido do meio (mas não tão baixo a ponto de evaporar antes de remover as impurezas);
- Deve solubilizar mais facilmente as impurezas que a substância.

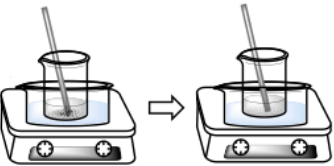
Na Figura 7 estão sumarizadas as técnicas utilizando um ou mais solventes para a recristalização.

Figura 7. Como escolher o solvente adequado na recristalização de compostos.

Escolhendo o solvente ou mistura de solventes mais adequados

Com 1 solvente

O solvente deve solubilizar o composto à t.a. até certo grau → o composto não deve ser muito solúvel no solvente, mas o suficiente para solubilizá-lo a quente.

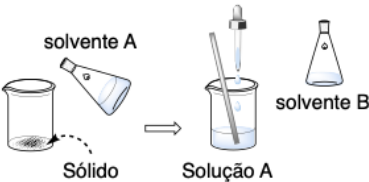


Aquecer em banho maria até completa solubilização

Caso não encontre um solvente ideal...

Com 2 (ou mais) solventes

... (a) Solubilizar o composto em um solvente no qual seja bastante solúvel e (b) adicionar (aos poucos) um solvente no qual seja insolúvel (ou pouco solúvel), mas que seja miscível no primeiro.



Adicionar até que as gotas turvas formadas com o contato do solvente B na solução A demoram para desaparecer (de forma similar à titulação ácido-base).

Não deixe a solução turvar. Se isto acontecer adicionar o solvente A até a solução ficar translúcida

Exemplos de mistura de solventes:
MeOH/H₂O, EtOH/CHCl₃, CHCl₃/hexano, AcOEt/hexano.

Fonte: autores

Após a solubilização da mistura, a solução é resfriada para favorecer a precipitação. Embora seja mais adequado que este resfriamento ocorra de forma lenta para favorecer a formação de cristais grandes e puros, nas aulas experimentais o resfriamento ocorre mediante banho de gelo. Com o banho de gelo, a temperatura diminui rápida e significativamente, diminuindo a solubilidade dos compostos no meio, levando a precipitação do produto (preferencialmente), mas podendo, também, levar a precipitação de impurezas sólidas presentes. Após a precipitação, o sólido é filtrado e lavado com um solvente que não solubilize o sólido, mas que solubilize as impurezas (filtrado)

Obs.: *As impurezas podem ser removidas pela filtração da solução saturada em uma temperatura mais alta. As impurezas que são solúveis no solvente não se cristalizam mesmo na solução fria.*

4. PARTE EXPERIMENTAL

4.1. Materiais

- 7 tubos de ensaio
- 2 béquer de 50 mL
- 1 béquer de 250 mL
- Papel filtro
- Funil de Büchner
- Suporte universal
- Kitassato
- Alonga borracha
- Bomba de vácuo
- Pipeta de pasteur
- Pipetas de 5 mL
- 1 rolha para um dos tubos
- Bastão de vidro (baqueta)
- Bacia plástica com gelo
- 1-butanol
- Etanol
- Ácido benzóico
- Iodo (~0,03%, em massa)
- Solução NaOH 5,0 mol L⁻¹
- Solução HCl 5,0 mol L⁻¹
- Querosene

4.2. Procedimentos experimentais

Obs.: Ao terminar a experiência esvazie cada tubo nos respectivos béqueres adequados aos rejeitos. **Não jogue rejeitos na pia!** Não misture as soluções.

4.2.1. Miscibilidade de líquidos

Numere seis tubos de ensaio (de 1 a 6) e prepare as misturas conforme descrito na Tabela abaixo. Agite cada tubo de ensaio e classifique as misturas em: miscíveis, parcialmente miscíveis ou imiscíveis, de acordo com o observado. No caso de ocorrer a formação de 2 fases, identifique cada fase (superior e inferior). Identifique o tipo de interação intermolecular principal que ocorre entre solvente-solvente (S1-S1), soluto-soluto (S2-S2) e solvente-soluto (S1-S2).

Tubo	Solvente (60 gotas) + soluto (20 gotas)	Miscibilidade	Principais interações intermoleculares		
			S1-S1	S2-S2	S1-S2
1	água + etanol				
2	água + 1-butanol				
3	água + querosene				
4	etanol + 1-butanol				
5	etanol + querosene				
6	1-butanol + querosene				

4.2.2. Extração

- a) Coloque cerca de 60 gotas de uma solução aquosa saturada de iodo (~ 0,03% de iodo, em massa) em um tubo de ensaio. Adicione cerca de 20 gotas de querosene. Não agite. Anote suas observações no tubo de ensaio **A** da Figura abaixo.
- b) Tampe o tubo com uma rolha e agite. Aguarde alguns instantes e anote suas observações no tubo de ensaio **B** da Figura abaixo.

60 gotas de I_2 (aq)
+ 20 gotas de querosene

Obs: Provavelmente foi necessário adicionar algumas gotas de etanol na solução do I_2 para que ocorresse a dissolução.

A

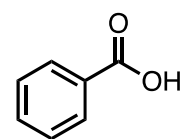
Agite
(Extração)

B

O que aconteceu? Explique com base nas interações intermoleculares

4.2.3. Reação ácido-base

- a) Coloque cerca de 0,05 g de ácido benzóico (C_6H_5COOH) em béquer pequeno e adicione 5,0 mL de água deionizada com auxílio de uma pipeta graduada. Mexa a mistura com um bastão de vidro e observe se ocorre ou não a solubilização do composto em água. Anote suas observações.



um

Ácido benzóico

Dados: a solubilidade do ácido benzóico em água é baixa, $3,4 \text{ g L}^{-1}$ a $25 \text{ }^\circ\text{C}$

- b) Adicione, gota a gota, de uma solução de NaOH $5,0 \text{ mol L}^{-1}$, agitando com um bastão até observar alguma mudança. Anote suas observações.
- c) Adicione, gota a gota, de uma solução de HCl $5,0 \text{ mol L}^{-1}$, agitando com um bastão, até observar alguma mudança. Anote suas observações.

4.2.4. Recristalização

- a) Em um béquer de 100 mL pese 3,0 g de alúmen impuro e transfira para. Consulte uma tabela de solubilidade e calcule o volume de água necessário para recristalização.

Volume de água para recristalização: _____ mL

- b) Adicione o volume de água calculado à amostra de alúmen impuro e proceda a dissolução. Com muito cuidado, agite a solução com um bastão de vidro e leve a solução ao aquecimento em banho maria a $50 \text{ }^\circ\text{C}$.
- c) Caso necessário, acrescente água quente em pequenas porções até que a solução esteja límpida ou até que não ocorra mais dissolução do sólido. Anote o volume total de água utilizada.

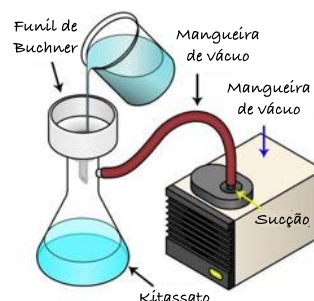
- d) Após a total dissolução do alúmen, retire o béquer do aquecimento e deixe a solução resfriar à temperatura ambiente, de maneira lenta e natural, sem tocar nem agitar.
- e) Observe a formação de cristais. Caso não ocorra a cristalização, deixe a sua solução em repouso até a semana seguinte.
- f) Filtre os cristais via filtração a vácuo (procedimento a seguir).

4.2.5. Filtração a vácuo

- a) Corte um papel filtro circular com o diâmetro do funil de Büchner.

Obs.: o papel deve preencher apenas o fundo do funil sem tocar a lateral do funil.

- b) Coloque o funil em um kitassato usando uma alonga de borracha, conforme Figura ao lado.



- c) Ligue a bomba de vácuo, e com o auxílio de uma pisseta, molhe o papel filtro com uma pequena quantidade de uma mistura de etanol/água (50/50) para fixá-lo no funil.

- d) Com a ajuda de um bastão de vidro, despeje o conteúdo do béquer contendo os cristais, etanol e água, para o papel filtro.

- e) Separe os cristais brancos por filtração à vácuo, utilizando funil de Büchner. Lave-os com 2 pequenas porções de uma mistura de etanol/água (50/50) gelada.

Responda: Por que não se utiliza somente água para lavar os cristais? E por que a solução deve ser gelada?

- f) Pese a massa de cristais puros e calcule a porcentagem de impureza e o rendimento do processo.
- g) Reserve uma pequena amostra de alúmen para determinação da TF (experimento futuro).

5. PRÉ-LABORATÓRIO

1. Ao acrescentar 652,5 g de nitrato de sódio (NaNO_3) a 750,0 g de água a 20 °C, obtém-se uma solução saturada desse sal. Encontre a solubilidade do nitrato de sódio em 100 g de água nesta temperatura:

- a) 65,25 g b) 87,0 g c) 100,0 g d) 1,0 g e) 57,0 g

2. Sabendo que a solubilidade do brometo de potássio, KBr, a 60 °C é 85,5 g/100 g de H₂O, calcule a massa de água necessária para dissolver 780,0 g de KBr 60 °C.

3. Explique a diferença de solubilidade do NaCl e da acetanilida em água?

4. Defina os seguintes termos químicos e exemplifique:

a) Miscibilidade

b) Solubilidade

c) Extração

d) Solute

e) Eletronegatividade

f) Molécula polar

g) Ligação covalente polar

h) Ligação covalente não-polar

i) Molécula não-polar

5. A polaridade de uma molécula diatômica é estimada pela diferença das eletronegatividades da ligação dos dois átomos. Quando a diferença das eletronegatividades for menor ou igual 0,4 a ligação é considerada **covalente não-polar**. Uma diferença de eletronegatividade entre 0,5 e 1,7 indica uma ligação **covalente polar**, enquanto que a diferença maior que 1,7 é característica de uma **ligação iônica**. Consultando os valores de eletronegatividade dos elementos químicos, classifique as ligações nas moléculas a seguir como: covalente não polar, covalente polar ou iônica:

CO _____

CaO _____

Na₂O _____

I₂ _____

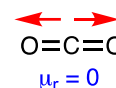
LiH _____

BeH₂ _____

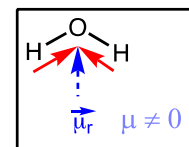
PH₃. _____

CaCl₂ _____

6. Para as moléculas poliatômicas, a polaridade de uma molécula é determinada pelas polaridades das ligações, e também pela geometria molecular. Embora CO_2 possua ligações covalentes polares, a molécula é não-polar pois o momento dipolar (ou momento dipolo elétrico) resultante é zero, conforme mostrado ao lado:

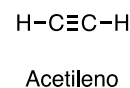
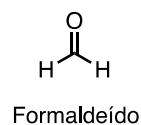
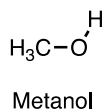
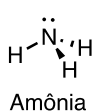
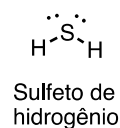
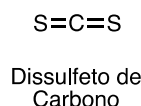
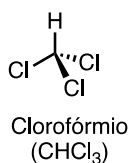
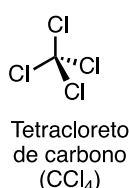


Por outro lado, a molécula da água é polar, pois suas ligações formam um ângulo menor do que 180° , não sendo linear como a molécula de CO_2 .



Assim, a molécula da água possui um momento dipolar diferente de zero.

Verifique cada uma das moléculas abaixo e indique se é polar ou não-polar.



7. Quais dos compostos abaixo você acredita que sejam solúveis em água. Justifique suas respostas.

a) NaCl

b) LiBr

c) etanol ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$)

d) metano (CH_4)

e) etano ($\text{H}_3\text{C}-\text{CH}_3$)

f) Br_2

Referências:

MARTINS, C. R.; LOPES, W. A.; ANDRADE, J. B. de, **Solubilidade das substâncias orgânicas**. *Quim. Nova*, Vol. 36, nº. 8, 1248-1255, 2013.

ATKINS, P. W.; JONES, L. **Princípios de química: questionando a vida moderna e o meio ambiente**. 5. ed. Porto Alegre: Bookman, 2012.

EXPERIMENTO 5: TEMPERATURA DE FUSÃO DE UMA SUBSTÂNCIA

1. OBJETIVOS

Ao final desta atividade experimental espera-se que os alunos sejam capazes de:

- Identificar compostos e determinar suas purezas usando a temperatura de fusão (TF).
- Determinar a TF a partir do gráfico da curva de resfriamento.
- Fazer o gráfico de um fenômeno não linear.
- Verificar as possíveis diferenças na TF de uma mesma substância através de procedimentos experimentais diferentes.

2. QUESTÕES DE ESTUDO

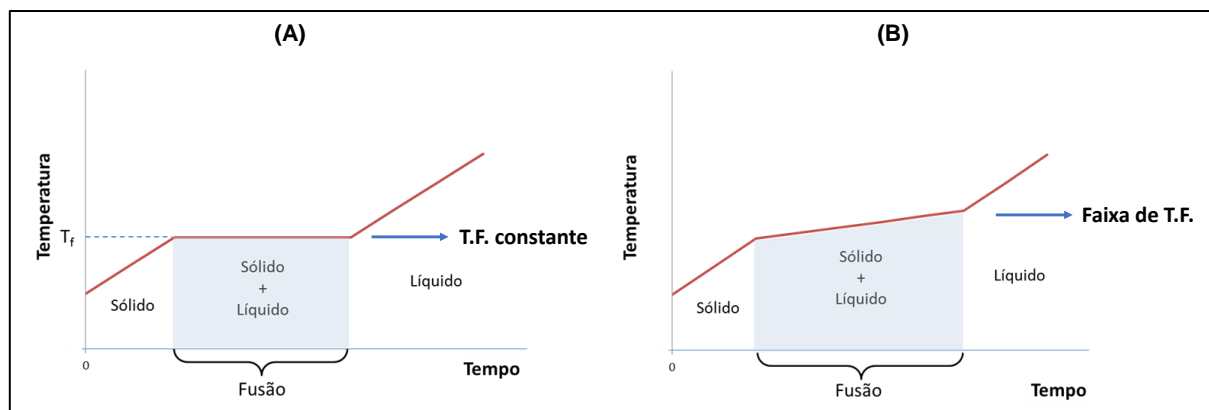
- Como determinar a TF de uma substância?
- A TF de um sólido é um parâmetro suficiente para afirmar se este sólido é uma substância pura?
- É possível caracterizar um sólido desconhecido apenas com a sua TF?

3. INTRODUÇÃO

A química é a ciência da matéria e das mudanças que ela sofre. Lembrando que a matéria pode ser líquida, sólida ou gasosa, e é tudo o que tem massa e ocupa espaço. Analisada qualitativamente, a matéria é chamada de substância, possuindo uma composição característica que é determinada por um conjunto definido de propriedades. As substâncias podem ser simples (formadas por um elemento químico) ou compostas (formadas por vários elementos químicos), e dentre as suas propriedades se destacam as físicas, que são propriedades intrínsecas à substância quando pura, e podem ser determinadas sem alterar a identidade da substância. Dentre as propriedades físicas destacam-se: dureza, a cor, o estado da matéria, a densidade e a TF.

A temperatura de fusão, também denominada de ponto de fusão, é uma propriedade física que designa a temperatura na qual uma substância passa do estado sólido ao estado líquido. Nesta temperatura a substância sólida está em equilíbrio com a substância que dela se obtém por fusão. Para substâncias puras, quando se atinge a TF, a temperatura da substância deixa de aumentar até que toda a amostra sob aquecimento tiver sofrido a mudança de estado (**Figura 1A**). A presença de impurezas, além de diminuir a TF, faz com que a temperatura varie durante a fusão, obtendo-se uma faixa de fusão (**Figura 1B**).

Figura 1. Curva de aquecimento de (A) uma substância pura e (B) uma impura.



S: sólido; L: líquido; T.F.: temperatura de fusão.

A TF está relacionada com a pureza da substância sólida, dessa forma comparamos os valores medidos experimentalmente com os valores disponíveis na literatura ou em um *handbook*, a concordância desse valor indica uma substância “pura”, sendo tolerada uma variação de $\pm 0,50$ °C na TF em relação ao valor aceito na literatura. A adição de impurezas aumenta o intervalo de fusão e reduz a temperatura na qual se inicia a fusão, logo, quanto mais estreito for o intervalo de fusão, mais puro será o material.

O processo de mudança de estado físico, do sólido para o líquido (fusão) está associado às alterações nas interações intermoleculares. A TF de uma determinada substância pura é bem definida, porém é importante ressaltar que a TF não é um parâmetro suficiente para caracterizar uma determinada substância. Por exemplo, dois compostos diferentes como o *p-terc*-butil fenol ($C_{10}H_{14}O$) e fenantreno ($C_{14}H_{10}$) apresentam o mesmo valor da TF (101 °C). Assim, outras análises devem ser realizadas para a caracterização de uma substância pura.

Em média, cada 1% de impureza diminui a TF em aproximadamente 1 °C. Por exemplo, se um composto **A** possui TF de 86 °C, mas foi observado experimentalmente que, durante o aquecimento ele fundiu no intervalo entre 79 e 86 °C pode-se afirmar que esta amostra apresenta 7% de impurezas e pureza de 93%.

Outra aplicação do valor da TF é na identificação de amostras desconhecidas. Supondo que no laboratório há dois frascos com compostos conhecidos e devidamente identificados (**A** e **B**) e um terceiro frasco sem identificação todos com TF 86 °C, é possível realizar a identificação da amostra desconhecida apoiado no fato de que as contaminações diminuem a TF. Deve-se misturar uma pequena quantidade do composto

desconhecido com **A**, e depois com **B**, e determinar a TF de ambas as misturas efetuadas. Se, por exemplo, a mistura do composto desconhecido com **A**, funde a exatamente 86 °C enquanto a mistura do composto desconhecido com **B** funde no intervalo de 79-83 °C, temos uma forte indicação de que o frasco sem rótulo contém o composto **A**.

3.1. Rendimentos na purificação de uma substância

Os rendimentos na obtenção e na purificação de uma substância são extremamente importantes do ponto de vista econômico, especialmente numa indústria. A porcentagem de recuperação é calculada dividindo a quantidade de amostra recristalizada pela massa inicial, e multiplicando o resultado por 100%.

3.2. Determinação experimental do intervalo de fusão

A partir da técnica de determinação da TF, obtém-se curvas de aquecimento e resfriamento de um composto. Tanto o aquecimento como o resfriamento devem ser lentos. Melhores resultados são obtidos com o resfriamento, isto porque o controle sobre o calor fornecido é geralmente mais difícil, resultando num aquecimento muito rápido. Os valores das temperaturas são obtidos em pequenos intervalos de tempo e colocados em um gráfico: temperatura *versus* tempo, como mostram as Figuras **1A** e **1B**.

Em uma técnica de determinação da TF, utilizada em trabalhos de rotina, uma quantidade pequena de amostra é colocada em um tubo capilar preso a um termômetro imerso em um líquido (ou a amostra é colocada entre duas lamínulas para microscopia). A amostra é então aquecida e as temperaturas de fusão, inicial e final, são anotadas como um intervalo de TF (por exemplo, 93,2 – 96,0 °C).

4. PARTE EXPERIMENTAL

4.1. Materiais

- Chapa de aquecimento
- Suporte universal
- Garra
- Tubo de ensaio com naftaleno e o termômetro
- Béquer de 600 mL
- Aparelho digital de ponto de fusão
- Alúmen impuro
- Alúmen recristalizado
- Espátula
- Lamínulas de vidro

4.2. Determinação da TF

Determinação da TF de uma amostra de naftaleno ($C_{10}H_8$) a partir de uma curva de aquecimento e de uma curva de resfriamento.

4.2.1. Curva de aquecimento

A. Coloque uma chapa de aquecimento sobre a base de um suporte universal, de modo que fique firme. Sobre a chapa de aquecimento coloque um béquer de 600 mL com a água. Dentro do béquer, coloque o tubo de ensaio com naftaleno e o termômetro, fixado com uma garra ao suporte universal de modo a ficar submerso totalmente na água e sem encostar no fundo do béquer (**Figura 2**).

Obs.1: No início do aquecimento, não tente mexer o termômetro que está preso ao naftaleno sólido, pois poderá quebrá-lo.

B. Ligue a chapa de aquecimento e inicie o aquecimento lentamente. Quando a temperatura do sistema atingir 60 °C, comece a anotar os valores de temperatura a cada 0,5 minutos na folha de dados, até atingir 90 °C. A partir do momento que o termômetro ficar solto, use-o para agitar levemente a massa em fusão. Quando a temperatura atingir 90 °C desligue a chapa de aquecimento, mas mantenha o conjunto fixo ao suporte universal, pois em seguida será acompanhado o resfriamento do naftaleno.

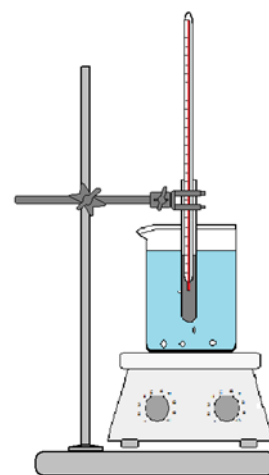


Figura 2



LEMBRE-SE DE ANOTAR A TEMPERATURA EM QUE A FUSÃO DO SÓLIDO INICIA!

4.2.2. Curva de resfriamento

A. Sem retirar o tubo de ensaio com naftaleno de dentro do béquer, anote a temperatura de resfriamento do naftaleno a cada 0,5 minutos até atingir 60 °C. Com o termômetro agite (com cuidado, para não quebrar o termômetro) a massa fundida de naftaleno, até o início da solidificação.

B. Anote a temperatura a cada 0,5 minutos até atingir 60 °C.

4.2.3. Folha de dados

CURVA DE AQUECIMENTO					
Tempo (min)	Temperatura (°C)	Tempo (min.)	Temperatura (°C)	Tempo (min.)	Temperatura (°C)
0,0	60,0	11,5		23,0	
0,5		12,0		23,5	
1,0		12,5		24,0	
1,5		13,0		24,5	
2,0		13,5		25,0	
2,5		14,0		25,5	
3,0		14,5		26,0	
3,5		15,0		26,5	
4,0		15,5		27,0	
4,5		16,0		27,5	
5,0		16,5		28,0	
5,5		17,0		28,5	
6,0		17,5		29,0	
6,5		18,0		29,5	
7,0		18,5		30,0	
7,5		19,0		30,5	
8,0		19,5		31,0	
8,5		20,0		31,5	
9,0		20,5		32,0	
9,5		21,0		32,5	
10,0		21,5		33,0	
10,5		22,0		33,5	
11,0		22,5		34,0	

CURVA DE RESFRIAMENTO					
Tempo (min)	Temperatura (°C)	Tempo (min.)	Temperatura (°C)	Tempo (min.)	Temperatura (°C)
0,0	90,0	11,5		23,0	
0,5		12,0		23,5	
1,0		12,5		24,0	
1,5		13,0		24,5	
2,0		13,5		25,0	
2,5		14,0		25,5	
3,0		14,5		26,0	
3,5		15,0		26,5	
4,0		15,5		27,0	
4,5		16,0		27,5	
5,0		16,5		28,0	
5,5		17,0		28,5	
6,0		17,5		29,0	
6,5		18,0		29,5	
7,0		18,5		30,0	
7,5		19,0		30,5	
8,0		19,5		31,0	
8,5		20,0		31,5	
9,0		20,5		32,0	
9,5		21,0		32,5	
10,0		21,5		33,0	
10,5		22,0		33,5	
11,0		22,5		34,0	

4.2.4. Tratamento dos dados experimentais

- A.** Em um papel milimetrado, ou empregando um software para confecção de gráficos, desenhe, no mesmo gráfico, a curva de aquecimento e a curva de resfriamento. Coloque no eixo das abscissas o tempo e no eixo das ordenadas os valores das temperaturas obtidas nos experimentos.
- B.** Faça o gráfico traçando a curva pelos pontos médios dos valores experimentais, ou seja, não una todos os pontos, apenas trace uma curva média.
- C.** Explique o tipo de comportamento observado (regiões das curvas: substância pura ou impura e os estados físicos da substância) para a variação de temperatura com o tempo, na fusão e na solidificação, e apresente no item resultados e discussão do seu relatório ou pós-teste.

4.3. Determinação da TF usando o aparelho de Ponto de Fusão

Para pequenas quantidades de amostra empregamos um aparelho digital (Figura 3A) para determinar a TF da amostra. Na Figura 3B é representada a mudança de estado físico observada no processo de fusão da amostra, desde o início da fusão (T1) até a fusão completa (T2) (faixa de fusão).

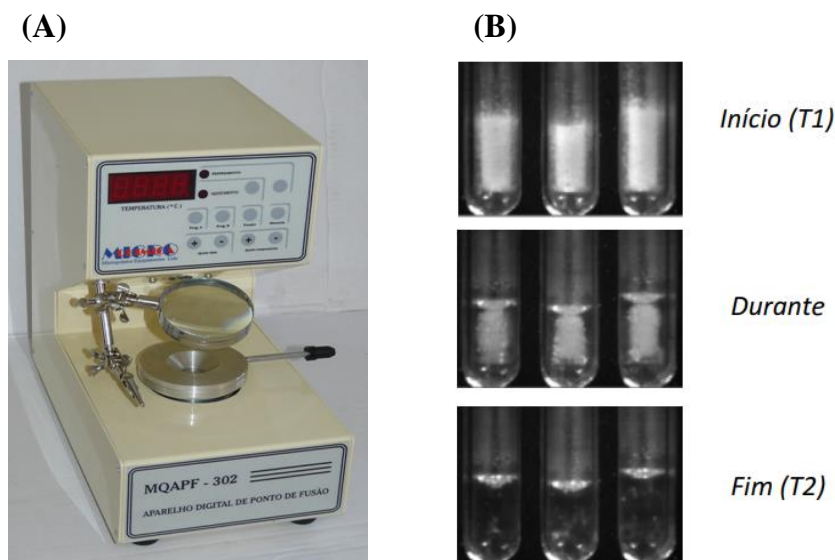


Figura 3. (A) Aparelho digital de ponto de fusão – utiliza lamínulas de vidro (B) observação visual durante o processo de fusão da amostra.



ANTES DE OPERAR O EQUIPAMENTO, AGUARDE AS INSTRUÇÕES DE SEU PROFESSOR!

Instruções Gerais:

- A.** Para determinar a TF pelo aparelho de fusão é necessário separar duas lamínulas de vidro adequadas ao aparelho de ponto de fusão.
- B.** Com uma espátula coloque uma pequena quantidade de amostra sobre uma das lamínulas. Cubra a amostra com a outra lamínula e, com o auxílio de uma pinça metálica, transfira sobre a placa aquecedora do aparelho.
- C.** Ligue o aparelho, ajuste o visor da lente de aumento de modo a conseguir observar a amostra corretamente e programe a taxa de aquecimento adequada no controlador (esta taxa pode ser mais alta no início do aquecimento, mas deve ser reduzida próximo à TF do composto).
- D.** Acompanhe a temperatura durante o aquecimento pelo visor digital e anote a temperatura (ou faixa) que a amostra funde (o T1 e o T2).
- E.** Desligue o aquecimento e ligue o resfriamento.
- F.** Aguarde a temperatura atingir aproximadamente 30 °C e desligue o aparelho.

4.3.1. Determinação da TF do alúmen impuro

Prepare a amostra de alúmen impuro (obtido no Experimento 3) para determinar a sua TF, conforme descrito acima.

TF do alúmen impuro: _____ °C

4.3.2. Determinação da TF do alúmen puro

Prepare a amostra de alúmen puro para determinar a sua TF conforme descrito acima. Para esta etapa utilize o alúmen purificado por recristalização no Experimento 4.

TF do alúmen após purificação por recristalização: _____ °C

Questionamentos:

- a. Apresente uma tabela com os dados sobre os valores das temperaturas de fusão do alúmen de alumínio e potássio (antes e após a sua purificação). Discuta os resultados obtidos, compare com a literatura (não esqueça de citar a referência).
- b. Discuta sobre a eficiência do processo de purificação por recristalização do composto analisado.

5. PRÉ-LABORATÓRIO

1. Como as impurezas geralmente afetam a TF de uma amostra?
2. Ao recristalizar 3,5 g de uma amostra de naftaleno (intervalo de fusão 74-77 °C) são obtidos 2,8 g de material purificado (TF 80 °C). Qual o rendimento dessa purificação? Qual era aproximadamente a pureza da amostra de naftaleno?
3. Sabendo-se que o ácido cinâmico e uréia fundem a 135 °C e que a TF de uma substância X desconhecida foi de 135°C, responda: Quando X é misturada com uréia, a fusão ocorre no intervalo de 123-128 °C. É possível identificar a amostra x com essa informação? Se não, quais testes devem ser feitos?

Referências:

ATKINS, P. W.; JONES, L. **Princípios de química: questionando a vida moderna e o meio ambiente**. 5. ed. Porto Alegre: Bookman, 2012.

QFL4325 – Química Orgânica Experimental. Disponível em:

https://edisciplinas.usp.br/pluginfile.php/1936802/mod_resource/content/1/QFL4325%20-%20Aula%20%20v.2016.pdf. Acesso em: 20 de maio de 2022.

EXPERIMENTO 6: CROMATOGRAFIA EM PAPEL

1. OBJETIVOS

Separar os componentes (cores) de canetas hidrocor e separar e identificar os componentes de uma mistura de íons metálicos via cromatografia em papel.

2. QUESTÕES DE ESTUDO

- A tinta contida nas canetas hidrocor é composta em uma única substância ou de uma mistura de substâncias? Como este experimento pode auxiliar na resposta?

3. INTRODUÇÃO

Cromatografia é uma técnica utilizada para analisar, identificar e/ou separar os componentes de uma mistura. É um método físico-químico de separação, em que dois ou mais compostos ou íons diferentes são separados pela distribuição (devido às diferentes interações) entre duas fases imiscíveis, uma estacionária (**FE**, fixa) e outra móvel (**FM**, solvente = eluente).

Esta técnica foi desenvolvida por Michael Tswett (botânico russo), no começo do século XX, ao eluir pigmentos extraídos de plantas em uma coluna cromatográfica preenchida com carbonato de cálcio (CaCO_3).

Existem vários tipos de técnicas cromatográficas, entre as quais se destacam: a *Cromatografia em Coluna*, a *Cromatografia Líquida de Alta Eficiência* (CLAE), a *Cromatografia de Camada Delgada* (CCD), a *Cromatografia Gasosa* (CG) e a *Cromatografia em Papel*. Neste experimento será abordada a cromatografia em papel.

Em todas as técnicas cromatográficas, a amostra é adsorvida na FE, e a FM "lava" continuamente os componentes nela (na FE) adsorvidos, arrastando-os ordenadamente de acordo com as **forças de interações com que são adsorvidos na FE**. Desta forma, os componentes que interagem pouco com a FE são arrastados facilmente pela FM e aqueles com maior interação ficam mais retidos.

Essas interações entre os componentes e a FE (e também com a FM) ocorrem devido a ação de diversas forças intermoleculares, assim o composto terá maior ou menor adsorção, a depender das forças dessas interações, que variam na seguinte ordem:

Ordem de Força das interações intermoleculares

Formação de sais (compostos iônicos – Altamente polares) >

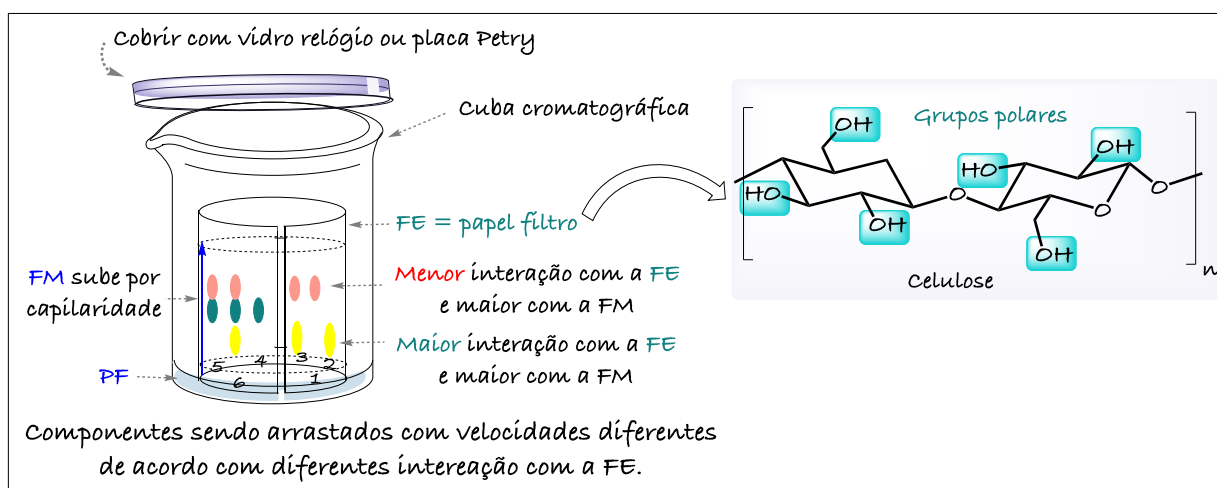
Coordenação > ligações de hidrogênio > dipolo-dipolo > Dispersão de London (dipolo induzido - apolares).

Portanto, o conhecimento sobre a polaridade das moléculas presentes nas amostras que se deseja separar é muito importante. Pois, uma vez que moléculas polares interagem com maior intensidade com solventes polares e moléculas apolares têm mais afinidade com solventes apolares, é possível, na maioria das vezes, separar os componentes de uma amostra variando-se a polaridade do eluente, iniciando com um eluente menos polar e aumentando gradativamente a polaridade.

3.1. Cromatografia em Papel

Na cromatografia em papel se utiliza papel filtro (celulose) como FE, sobre o qual as amostras são aplicadas e o eluente sobe por capilaridade separando os componentes contidos na amostra (Figura 1). Os componentes se deslocam sobre a FE (polar) de acordo com a sua capacidade de adsorção na FE e com a afinidade (semelhança de polaridade) com a FM utilizada.

Figura 1. Representação da cromatografia em papel.



Fonte: Os autores

Os componentes com menor capacidade de se adsorver na FE e maior afinidade pela FM se deslocam com maior velocidade ao longo da FE, enquanto que, os

componentes mais adsorvidos na FE e com menor afinidade com a FM ficarão mais retidos e terão um deslocamento mais lento.

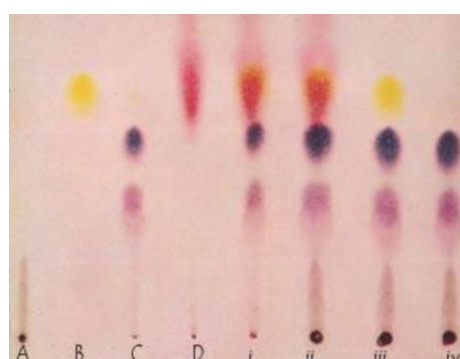
Na Figura 2A está apresentada uma corrida cromatográfica com a separação de componentes de tintas de caneta hidrocor por cromatografia em papel e, na Figura 2B, um cromatograma em papel com 4 compostos padrões (A, B, C e D) e 4 misturas destes compostos (i, ii, iii e iv), permitindo a identificação dos componentes da mistura pela comparação com padrões.

Figura 2A. Corrida cromatográfica.



Fonte: Os autores

Figura 2B. Separação das amostras.



Fonte: Os autores

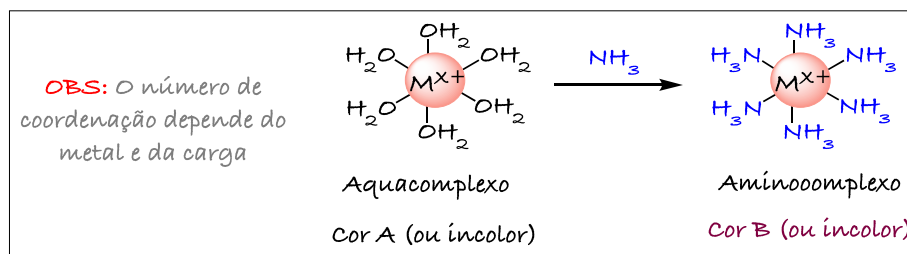
3.2. Reveladores ou Agentes Cromogênicos

Na cromatografia representada na Figura 2A e no cromatograma 2B as manchas dos componentes das misturas são facilmente observadas a olho humano, pois se tratam de componentes coloridos (absorvem na região da luz visível). Entretanto, a maioria dos compostos não absorve na região da luz visível e, como consequência, não fornecem manchas visíveis. Para esses compostos faz-se necessário o uso de reveladores que, na maioria das vezes, transforma um composto “invisível” a olho humano em um composto colorido, a exemplo do iodo molecular (I_2) amônia (NH_3) e luz ultravioleta (entre outros). A escolha do revelador está diretamente relacionada a estrutura química (propriedades químicas) do composto que se deseja identificar.

Neste experimento será utilizada amônia para visualizar alguns íons metálicos, em que os íons, inicialmente dissolvidos em água, encontram-se hidratados, formando um aquo-complexo, com uma determinada cor (ou incolor), ao reagir com a amônia as (ou algumas das) moléculas de água são substituídas por moléculas de amônia, gerando um

amino-complexo, com diferente coloração. Desta forma, pode observar-se o aparecimento de uma mancha ou a mudança de coloração, conforme ilustrado no Esquema 1.

Esquema 1. Esquema representativo da formação dos aminoscomplexos a partir dos aquacomplexos.



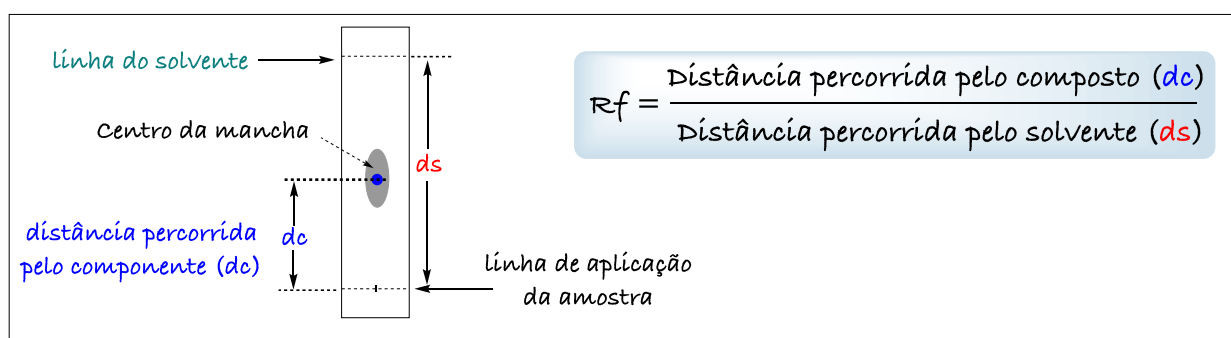
Fonte: Os autores

Portanto, o revelador é um agente físico ou químico que possibilita visualizar substâncias incolores separadas pela cromatografia em papel e em camada delgada (CCD).

3.3. Fator de Retenção (Rf)

Um parâmetro frequentemente usado em cromatografia é o **Fator de Retenção** (Rf) de um composto, definido como a razão entre a distância percorrida pelo componente (dc) e a distância percorrida pelo solvente/eluente (ds) (Figura 3).

Figura 3. Como calcular o valor de Rf de compostos.



Fonte: Os autores

O valor do Rf depende da FE e da FM utilizados na análise. Portanto, quando as condições de medida forem especificadas, o valor de Rf é constante para qualquer composto dado e corresponde a uma propriedade física. Entretanto, este valor deve ser utilizado apenas como guia, já que diferentes compostos podem ter o mesmo valor de Rf.

4. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

4.1. Materiais

- Papel filtro 9,5 cm x 17,0 cm
- Papel Filtro 8,0 cm x 15,0 cm
- Lápis
- Régua
- Canetas hidrocor coloridas
- Grampeador
- Béquer
- Placa de Petri
- Capilares
- Secador de cabelo
- Soluções de íons metálicos
- Etanol/1-butanol/amônia 2 mol L⁻¹ (1:1:1)
- HCl/acetona (7 mL de HCl 6 mol L⁻¹/ 25 mL de acetona)
- NH₃ 6,0 mol L⁻¹

Os Esquemas gerais dos procedimentos experimentais estão apresentados nos apêndices A e B.

4.2. Cromatografia de tinta de caneta hidrocor (Apêndice A)

1. Recorte um pedaço de papel filtro com as dimensões 9,5 cm x 17,0 cm, com um **lápiz** e auxílio de uma régua, trace uma linha reta com um lápis a 1,5 cm das duas extremidades. Marque, em uma das extremidades de cada papel, seis pontos equidistantes com um lápis ao longo da reta, numerando-os de 1 a 6. Evite deixar os pontos próximos da extremidade do papel.
2. Faça pequenos pontos com cada uma das canetas seguindo uma ordem de cores (por exemplo: vermelho, azul, amarelo, verde, marrom e preto).
3. Enrole o papel filtro na forma de um cilindro e coloque grampos para manter a forma de cilindro.

Obs.: *Deixe um pequeno espaço (± 1 mm) entre as duas extremidades de forma a não se tocarem, evitando a co-eluição.*

4. Coloque esse cilindro de papel em um béquer contendo uma mistura de solventes na proporção 1:1:1 de etanol/1-butanol/amônia 2 mol L^{-1} (esta será a fase móvel utilizada neste experimento).
5. Cubra o béquer com uma placa de Petri (ou um vidro de relógio).
6. Quando a linha do solvente atingir a marca superior no papel remova-o do béquer.
7. Remova os grampos e deixe-o secar naturalmente.
8. Depois de seco contorne cada mancha, à lápis, e calcule os valores de R_f .
9. Discuta os resultados

4.3. Cromatografia de cátions em solução (Apêndice B)

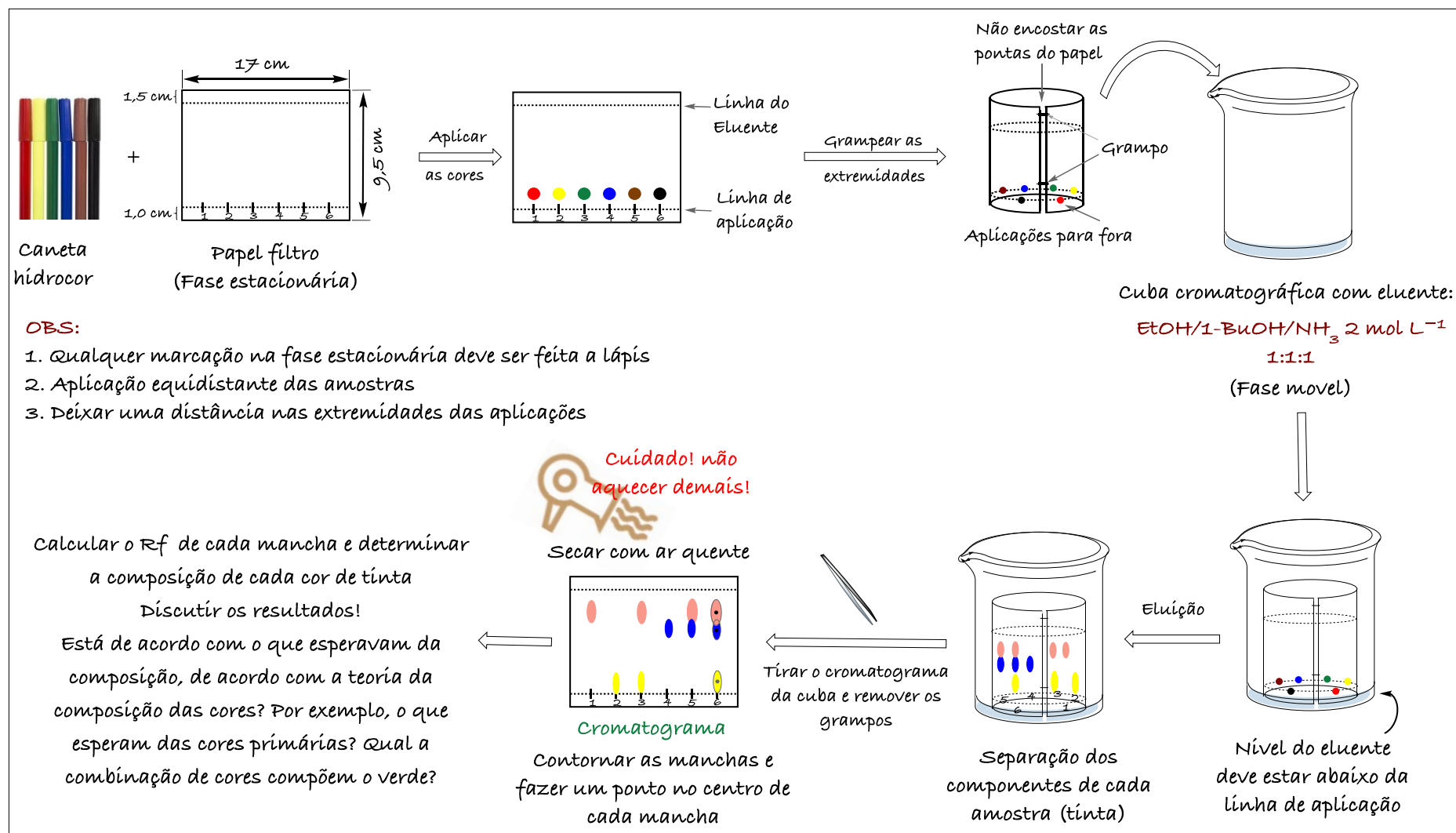
1. Recorte um pedaço de papel filtro com as dimensões 8,0 cm x 15,0 cm, trace com o auxílio de uma régua uma linha reta com um lápis a 1,5 cm das duas extremidades. Faça pequenos pontos com as soluções dos íons metálicos e com a solução desconhecida, usando um tubo capilar (Atenção! Um capilar para cada solução. Não misture!). Evite deixar os pontos próximos da extremidade do papel.
2. Grampeie o papel na forma de um cilindro, como você fez para o cromatograma anterior e coloque na cuba contendo a mistura HCl/acetona (7 mL de HCl 6 mol L^{-1} / 25 mL de acetona).
3. Cubra a cuba cromatográfica com vidro relógio para evitar a evaporação do eluente.
4. Quando a linha do solvente atingir a marca superior no papel remova-o da cuba.
5. Seque o cromatograma dos íons metálicos, ao ar quente utilizando um secador de cabelos. Circule com um lápis qualquer mancha no cromatograma e anote a cor.
6. Na capela química com o exaustor ligado realize o processo de “revelação” para observar todas as cores desse cromatograma. Para isso, coloque o cromatograma em papel aberto sobre o béquer que contém amônia 6 mol L^{-1} e cubra-o com um vidro de relógio por 5 minutos (repita o mesmo procedimento para a outra metade do cromatograma). Este processo de “revelação” se constitui de reações entre os cátions metálicos com moléculas de amônia (NH_3).
7. Seque o cromatograma novamente, demarcando e anotando a cor de cada mancha.

8. Marque a posição de qualquer mancha nova que aparecer e anote qualquer mudança.
9. Calcule todos os valores de R_f , e descubra qual(is) o(s) íon(s) presente(s) na amostra desconhecida.

5. PRÉ-LABORATÓRIO

1. Apresente uma escala de polaridade de solventes (pesquisar), iniciando com água (mais polar) e finalizando com tetracloreto de carbono (menos polar).
2. Quais fatores estão envolvidos na separação de compostos por cromatografia?
3. O que significa capilaridade?
4. Qual a composição química do papel? Como ele é fabricado? Descreva sobre a polaridade.
5. Em relação ao observado no cromatograma obtido da separação das tintas de caneta hidrocor, descreva sobre a composição das cores: são formadas por um único composto ou pela mistura de compostos.
6. Por que se utiliza lápis grafite (e não caneta) para marcar no papel?
8. Em um cromatograma de papel, uma mancha vermelha desloca-se 6,0 cm da origem, enquanto a linha do solvente desloca-se 9,0 cm. Qual é o valor de R_f para essa mancha?
9. Os valores do R_f de compostos polares aumentam ou diminuem com o aumento da polaridade do solvente? Por quê?
10. Dois cromatogramas de uma mesma substância são obtidos sob as mesmas condições, exceto que um é deixado correr por 10 minutos e o outro por 20 minutos. Os valores de R_f serão diferentes? Explique sua resposta.
11. Por que é importante fazer manchas pequenas para obtenção de um cromatograma?
12. Por que a visualização de alguns compostos requer o uso de reveladores?

APÊNDICE A: Separação dos componentes de canetas hidrocor



APÊNDICE B: Separação e identificação de íons metálicos

