



**UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA - EEL**

Química Geral Experimental I

Profa. Elisângela Moraes

elisangela@debiq.eel.usp.br

1º Semestre de 2012

Química Geral Experimental I

1. *Introdução à Química Geral Experimental*

Para a realização de um experimento químico é necessária uma variedade de equipamentos de laboratório bastante simples, porém, com finalidades específicas. O emprego de um dado material ou equipamento depende de objetos específicos e das condições para que o experimento seja realizado.

Esta disciplina tem por objetivo ensinar conceitos químicos, terminologia e métodos laboratoriais, bem como proporcionar o conhecimento de materiais e equipamentos básicos de um laboratório e suas aplicações específicas.

1.1 *Objetivos Específicos*

Iniciar os alunos em trabalhos gerais de laboratório e prepará-los para executar experiências nas diversas áreas da química e, também, transmitir aos alunos noções de segurança, de técnicas de laboratório e de conceitos fundamentais da química geral I.

2. **Procedimento de trabalho no laboratório**

1 – O trabalho num laboratório químico só é efetivo quando realizado com a compreensão de sua teoria. Além disso, toda atividade experimental requer que o experimentador SEJA CUIDADOSO E ESTEJA ATENTO. Mesmo um experimento aparentemente inofensivo, pode resultar em consequências sérias quando planejado de maneira imprópria.

2 – Todo grupo terá um LUGAR NO LABORATÓRIO (BANCADA), QUE DEVERÁ SER MANTIDO LIMPO E ARRUMADO. Somente os materiais necessários ao experimento deverão permanecer sobre a bancada.

3 – O estudante, antes de iniciar o trabalho de laboratório deve:

- ⇒ Conhecer todos os detalhes do experimento que irá realizar;
- ⇒ Ter conhecimento sobre as propriedades das substâncias a serem utilizadas;
- ⇒ Familiarizar-se com a teoria relativa ao tópico em estudo;
- ⇒ Ter um roteiro experimental escrito envolvendo todas as atividades a serem realizadas;
- ⇒ Usar os EPI's (Equipamentos de Proteção Individual) adequados que são: jaleco, óculos de segurança e luvas sempre que trabalhar no laboratório.

NUNCA REALIZE EXPERIMENTOS QUE NÃO SEJAM INDICADOS SEM ANTES CONSULTAR O PROFESSOR RESPONSÁVEL.

2.1 **Anotações de Laboratório**

- ⇒ Utilize um caderno de uso exclusivo para as atividades de laboratório.

- ⇒ Anote todas as observações do trabalho experimental e suas conclusões.

2.2 Regras Básicas de Segurança

- ⇒ Realize todo o trabalho com substâncias voláteis e corrosivas na capela.
- ⇒ Trabalhe longe de chamas quando manusear substâncias inflamáveis.
- ⇒ Quando aquecer soluções num tubo de ensaio segure-o sempre com a abertura dirigida para longe de você ou de seus vizinhos no local de trabalho.
- ⇒ Sempre coloque os resíduos de metais, sais e solventes orgânicos nos recipientes adequados.

2.3 Regras de Segurança

- ⇒ Use óculos de segurança, sempre que estiver no laboratório.
- ⇒ Use sempre jaleco, de algodão com mangas compridas.
- ⇒ Não fume, não coma ou beba no laboratório.
- ⇒ Evite trabalhar sozinho, e fora das horas de trabalho convencionais.
- ⇒ Não jogue material insolúvel nas pias (sílica, carvão ativo, etc.). Use um frasco de resíduo apropriado.
- ⇒ Não jogue resíduos de solventes nas pias. Resíduos de reações devem ser antes inativados, depois armazenados em frascos adequados.
- ⇒ Nunca jogue no lixo resíduos reacionais.
- ⇒ Não trabalhar com material imperfeito, principalmente o de vidro que contenha pontas ou arestas cortantes.
- ⇒ Fechar com cuidado as torneiras de gás, evitando o seu escapamento.
- ⇒ Não deixar vidro quente em lugares onde possam pegá-los indevidamente.
- ⇒ Não aquecer tubos de ensaio com a boca virada para si ou para outra pessoa.
- ⇒ Comunicar imediatamente ao professor qualquer acidente ocorrido.

3. *Elaboração do Relatório*

A apresentação de um relatório é tão importante como a realização do experimento. O relatório descreve o que você fez dentro do laboratório em relação ao experimento e deve ser escrito sempre na voz passiva do tempo passado.

Ex: Colocou-se um béquer de vidro com capacidade de 250 mL...

O relatório deve apresentar a base teórica do experimento (consultas a livros, sites, artigos científicos); os resultados obtidos (prática) e as discussões (confronto de teoria e prática), além de uma sucinta conclusão e também, as fontes de consulta (referências).

3.1 Partes de um relatório

3.1.1 Externa:

Capa:

A capa de um relatório deve conter:

- Identificação do aluno (nome e turma).
- Identificação da Escola.
- Identificação do professor e da disciplina ministrada.
- Título do Experimento e data que o mesmo foi realizado.

3.1.2 Interna:

1- Assunto: É o título do experimento.

Ex: Fenômenos Físicos

2- Objetivo: É um resumo (curto) do que se trata a aula prática e não deve ter mais do que 5 linhas.

Ex: Verificar os fenômenos de mudança de Estado, utilizando a água em seu estado líquido e sólido.

3- Introdução: É a apresentação do assunto com bases teóricas.

4- Materiais: Devem ser citados todos os materiais (vidrarias, equipamentos...) utilizados.

5- Metodologia ou Procedimento: é a descrição do que ocorreu no laboratório em relação ao experimento.

Ex: Colocou-se um béquer de vidro com capacidade de 100 mL sobre uma tela com amianto montada sobre um tripé e adicionou-se alguns cubos de gelo no béquer.

Fixou-se um termômetro (com o auxílio de um suporte universal) dentro do béquer e aqueceu-se o sistema com o auxílio do bico de Bunsen.

Anotou-se a temperatura em função do tempo e repetiu-se o procedimento.

6- Resultados e Discussões:

6.1- Mostrar o que ocorreu com o experimento, ou seja, o que foi produzido como resposta ao objetivo.

Ex: Após 3 minutos a água entrou em ebulição.

6.2- Discussões: Comparar o resultado que você obteve no laboratório com o resultado teórico (apresentado pelo professor ou pela bibliografia consultada).

7- Conclusão: É um resumo final onde você descreve os resultados obtidos sucintamente.

Ex: Com base no experimento realizado, concluiu-se que no tempo de 3 minutos a água entrou em ebulição e também observou-se a importância dos fenômenos físicos no estudo das propriedades de algumas substâncias.

8- Referências: Citação de tudo o que foi utilizado como fonte de consulta para elaboração do relatório (notas de aula, livros, sites, artigos...).

Existem regras para a citação de bibliografias. É importante seguir a seqüência de informações para todas as referências citadas.

- o Livros

Autores (sobrenome por extenso maiúsculo em letra de forma, seguido das iniciais maiúsculas do primeiro nome do autor; título do livro; edição (se for a 1ª não precisa citar); editora; cidade; ano da edição e páginas consultadas (PP.)).

Ex: BRADY, J. Química Geral volume 1, 2ª Ed.; S.A Livros Técnicos e Científicos, Rio de Janeiro, 1986, p.p 21, 22 e 36.

- o Internet

Endereço eletrônico da página consultada e data do acesso.

Ex: www.eel.usp.br acesso em 16/02/2012

4. Referências Bibliográficas gerais do curso

- 1- BRADY, J & Humiston, G. E. Química Geral. Ed. Livros técnicos Científicos, Rio de Janeiro, 1981.
- 2- MAHAN, B. M. Myers, R. J. Química um Curso Universitário. Ed. Edgarg Blücher Ltda., São Paulo, 1993.
- 3- PETRUCCI, R. H., General Chemistry Principles and Modern Applications, Macmillan Publishing Company. 5th edition. 1989.
- 4- RUSSEL, J. B., Química Geral, MacGraw – Hill Ltda.. São Paulo.
- 5- QUAGLIANO, J. V. & Vallarino. Química. Ed Guanabara Dois. Rio de Janeiro. 1979.
- 6- ERNESTO, Giesbrecht et al., Experiências em Química – Técnicas e conceitos básicos, ED. Moderna, São Paulo. 1979.
- 7- VOGEL, A. L. Química Analítica Qualitativa. Trad. De M. Catalano & E. Catalano, 5ª Ed., Bueno Aires, Editorial Kapelus, 1969.

8- BACCAN, N., et al. Introdução à Semicroanálise Qualitativa, 6 Ed., Campinas, Ed. UNICAMP

RELATÓRIO:

Responder de forma clara, organizada e sucinta as questões. As respostas devem ser colocadas nas discussões do relatório que deve ser entregue até o término da aula experimental seguinte. Não serão aceitos relatórios após o prazo.

EXPERIMENTO 1

Propriedades Intensivas - Densidade

Objetivo: Determinar a densidade de amostras sólidas e líquidas.

Materiais: Béquero de vidro com capacidade de 100 mL; Proveta de vidro com capacidade de 10,00 mL; Pissete plástico; Balança Analítica com precisão de 0,0001 g; Conta-gotas.

Reagentes:

- Água destilada – H_2O
- Álcool etílico - C_2H_5OH
- Glicerina – $C_3H_5(OH)_3$
- Metais sólidos desconhecidos

Procedimento:

Medidas de densidade de líquidos.

A) Pesagens - Líquidos

1. Pesar um béquer de 100 mL e tarar.
2. Medir 5 mL de água destilada em uma proveta ajustando-se o menisco, transferir a amostra medida para o béquer zerado e anotar a massa.

Questão 1: Explique como se deve fazer o ajuste correto do menisco.

3. Executar o mesmo procedimento utilizando os demais reagentes líquidos (álcool e glicerina). Anotar os resultados e efetuar os cálculos.

Questão 2: Utilizando a fórmula da densidade calcule as densidades das substâncias sólidas analisadas, compare com os resultados descritos na literatura e discuta sobre o que foi obtido.

Questão 3: Pesquisar a fórmula estrutural da glicerina e também sua nomenclatura de acordo com a IUPAC.

B) Pesagens - Sólidos

1. Pesar um béquer de 100 mL e tarar. Adicionar um metal desconhecido e anota a massa do mesmo.
2. Medir exatamente 5 mL de água destilada em uma proveta de 10,00 mL, ajustando-se o menisco.
3. Inclinar levemente a proveta e colocar um dos metais em seu interior. Não faça isso com a proveta na vertical, pois a barra metálica pode quebrar o fundo da mesma.
4. Fazer a leitura do volume final (água + barra). Pela diferença entre volume final e inicial, calcular o volume ocupado pela barra.

Questão 4: Determinar o valor da densidade do metal e identificar qual metal é de acordo com a literatura.

Questão 5: Descrever sucintamente as principais características do metal encontrado.

Questão 6: Citar exemplos de propriedades extensivas e intensivas.

Questão 7: Destacar a importância da densidade na indústria química;

Tópicos para estudo:

- Cálculos de densidade e comparação bibliográfica entre prática e teoria.
- Propriedades extensivas e intensivas.
- Balança analítica – Sensibilidade e Exatidão.

Referências:

BRADY, J. & HUMISTON, G.E., *Química Geral Vol. I*, Capítulo I, Rio de Janeiro, Livros Técnicos e Científicos editora S.A., 1986.

PERRY – Manual de densidade

Vá até a biblioteca, procure também outros livros de química experimental, veja se eles abordam experimentos semelhantes aos que você realizou no laboratório.

EXPERIMENTO 2

Miscibilidade

Objetivo: Determinar o valor em porcentagem volume por volume de uma amostra de gasolina comercial através do uso da miscibilidade.

Materiais: Béquer de vidro com capacidade de 100 mL; Proveta de vidro com capacidade de 50,00 mL; Pissete plástico; Bastão de vidro.

Reagentes:

Água destilada – H₂O

Gasolina comercial

Procedimento:

Teste de Miscibilidade da gasolina:

1. Medir 20 mL de gasolina em uma proveta de 50,00 mL, ajustando-se o menisco, e em seguida, adicionar mais 20,00 mL de água destilada e também ajustar o menisco.

Questão 1: A gasolina é considerada uma molécula polar, apolar ou bipolar? Justifique.

2. Agitar a mistura resultante por cerca de 2 minutos para devida homogeneização.

Questão 2: Conceitue sistemas homogêneos e heterogêneos.

3. Esperar a interação (tempo de 2 minutos). Observar a formação de uma mistura bifásica.

4. Anotar o resultado (volume final de água + álcool) e efetuar os cálculos.

Questão 3: Calcular a % v/v de álcool na gasolina analisada.

Questão 4: Verificar se valor em porcentagem de álcool na gasolina está dentro dos limites especificados pela ANP (Agência Nacional de Petróleo).

Tópicos para estudo:

- Polaridade, sistemas e miscibilidade.

Referências:

BRADY, J. & HUMISTON, G.E., *Química Geral Vol. I*, Capítulo I, Rio de Janeiro, Livros Técnicos e Científicos editora S.A., 1986.

Vá até a biblioteca, procure também outros livros de química experimental, veja se eles abordam experimentos semelhantes aos que você realizou no laboratório.

EXPERIMENTO Nº 3

Calibração de vidrarias - Pesos e Medidas

Objetivos: Aprender a utilizar vidrarias destinadas a obter medidas de volume. Tratar dados experimentais por métodos estatísticos simples e compreender a exatidão e a precisão de determinações experimentais.

Materiais: Béquero de vidro com capacidade de 100 mL; Proveta de vidro com capacidade de 25,00 mL; Pipeta volumétrica de vidro com capacidade de 25,0 mL; Pipeta graduada de vidro com capacidade de 10,00 mL ; Pissete plástico; Balança semi - analítica com precisão de 0,001 g; Conta-gotas.

Reagente:

Água destilada – H₂O

Procedimento:

A) Medidas de volume em dois instrumentos diferentes e avaliação da exatidão e precisão das medidas obtidas.

Uso da balança:

1. Verificar a capacidade e a precisão da balança;
2. Verificar se o prato está limpo;
3. Zerar a balança;
4. Colocar o material a ser pesado sobre o prato;
5. Ler o valor da massa e limpar a balança se tiver deixado algum resíduo.

B) Pesagens:

1. Pesar e tarar um béquer de 100 mL.
2. Medir 25 mL de água em uma proveta, transferir para o béquer e pesar anotando a massa. Repetir essa etapa mais uma vez, sempre anotando a massa pesada.
3. Execute o mesmo procedimento utilizando uma pipeta volumétrica de 25,0 mL em vez da proveta.

Questão 1: Esse experimento permite comparar a precisão e a exatidão de medidas de volume obtidas com distintos materiais de vidro - proveta e pipeta. Compare os dados obtidos: suas médias, seus desvios padrão, os valores esperados e dê uma explicação plausível para seus resultados. Demonstre detalhadamente todos os cálculos de precisão. O parâmetro é 0,5 %.

Tópicos para estudo:

- Algarismos significativos

- Tratamento estatístico de dados: média, desvio padrão, precisão, exatidão;

Referências:

BRADY, J. & HUMISTON, G.E., *Química Geral Vol. I*, Capítulo I, Rio de Janeiro, Livros Técnicos e Científicos editora S.A., 1986.

BACCAN, N. ANDRADE, J.C., GODINHO, O.E..S. & BARONE, J.S., *Química Analítica Quantitativa Elementar*, Capítulo I, Campinas, Editora Edgard Blücher Ltda., 1985, 2ª edição.

VOGEL, A.I, et al., *Química Analítica Quantitativa*, Editora Kapelusz, 1960.

Vá até a biblioteca, procure também outros livros de química experimental, veja se eles abordam experimentos semelhantes aos que você realizou no laboratório.

EXPERIMENTO Nº 4

Fenômenos físicos - Determinação de pontos de fusão e ebulição e avaliação do fenômeno de sublimação)

Objetivo: Estudar os fenômenos de mudanças de estado como fusão, ebulição e sublimação.

Materiais: Béquero de 100 mL; Vidro de relógio; termômetro; Suporte universal; arame de cobre fino (para fixar termômetro); tela com amianto; garra de metal; tripé; bastão de vidro; pissete plástico;

Reagentes:

- Gelo;
- Cristais de Iodo.

Procedimento:

A) determinação da temperatura de fusão e ebulição da água pura:

1 - Adicionar cubos de gelo até 2/3 do volume de um béquer de 100 mL.

2 - Adicionar cerca de 10 mL de água ao béquer.

3 - Colocar o béquer sobre uma tela com amianto montada sobre um tripé e fixar um termômetro (com o auxílio do suporte universal e da garra) no interior do béquer.

4 - Disparar um cronômetro (ou um relógio) e anotar a temperatura a cada 2 minutos.

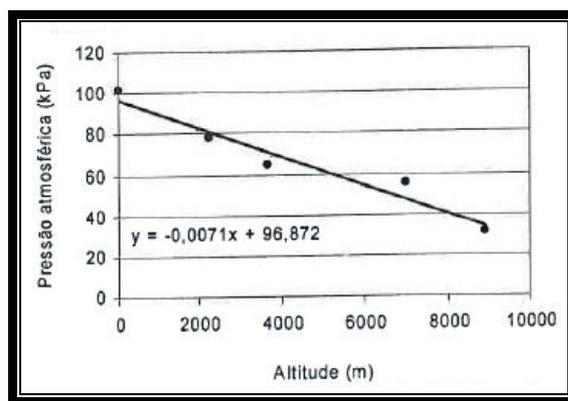
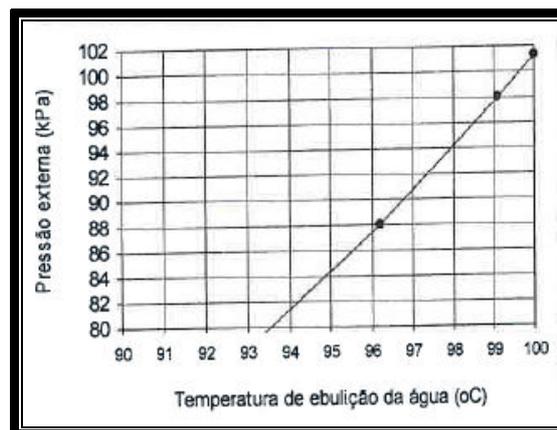
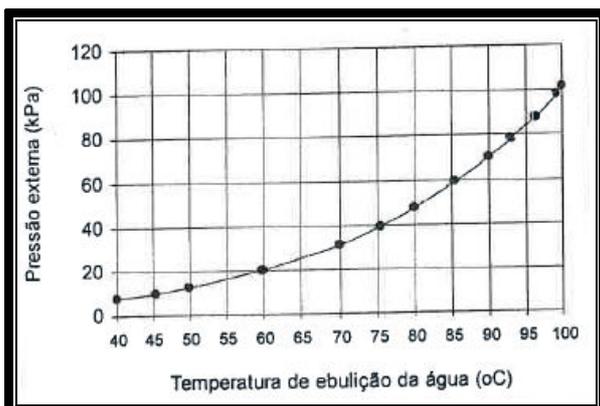
5 - Quando a temperatura estabilizar (variar menos que 1°C), aquecer o sistema montado, acendendo o bico de Bunsen.

6 - Continuar anotando a temperatura a cada 2 minutos.

7 - Anotar observações sobre o sistema e relacione o gráfico de temperaturas versus tempo com os fenômenos de mudança de estado.

Questão 1: Grafique seus dados e discuta o gráfico obtido. Qual a explicação para os resultados obtidos? Seus dados estão de acordo com a literatura? Discuta as similaridades ou discrepâncias de seus dados comparados com os descritos em livros texto.

Questão 2: Considere os dados apresentados abaixo. A partir deles e de seus dados experimentais seria possível determinar a altitude de Lorena? Se sim, qual é a altitude? O resultado é coerente?



Questão 3: Com base nos dados apresentados anteriormente, mostre como seria uma curva similar a que voce obteve no laboratório, porém obtida no cume do monte Everest cuja altitude é de aproximadamente 8800 m.

B) Avaliação do fenômeno de sublimação:

- 1 - colocar 2 cristais de iodo em um béquer de 50 mL. O béquer deve estar completamente seco.
- 2 - Cobrir com um vidro de relógio. Aquecer o béquer brandamente sobre a tela de amianto. Observar.

Tópicos para estudo:

Mudanças de estado.

Referências:

BRADY, J. & HUMISTON, G.E., Química Geral Vol. I, Capítulos 8 e 10, Rio de Janeiro, Livros Técnicos e Científicos editora S.A., 1986

EXPERIMENTO Nº 5

Ensaio de Chama

Objetivo: Estudar o comportamento de alguns elementos químicos ao serem excitados por uma fonte de calor e analisar a cor que cada um emite.

Materiais:

Reagentes: Vidro de relógio; Cabo de Kole; Fio de Monel (Liga de Ni-Cr) de 5 cm de comprimento; Bico de Bunsen; Vidro de Cobalto; Pissete Plástico.

Reagentes:

- Solução de ácido clorídrico- $\text{HCl } 6 \text{ mol L}^{-1}$
- Cloreto de Sódio sólido - NaCl ;
- Cloreto de Potássio sólido - KCl ;
- Cloreto de Cálcio sólido - CaCl_2 ;
- Cloreto de Estrôncio sólido - SrCl_2 ;
- Cloreto de Bário sólido - BaCl_2 ;
- Cloreto de Cobre sólido - CuCl_2 .

Procedimento:

1. Fixar o fio de Monel na extremidade do cabo de Kole.
2. Limpeza do fio de Monel: Colocar o fio em uma solução de $\text{HCl } 6 \text{ mol L}^{-1}$ contida em um vidro de relógio em seguida levá-lo à região de fusão da chama do bico de Bunsen. Repetir o procedimento até que o fio esteja completamente limpo. O fio estará limpo quando não mais transmitir coloração à chama.
3. Mergulhar o fio na solução de ácido clorídrico contida em um vidro de relógio e então numa porção da substância em análise de modo que esta fique aderida ao fio. Levar o fio contendo a amostra à zona oxidante inferior da chama e, então, observar a cor transmitida à chama ver figura abaixo. Repetir o procedimento de limpeza do fio e testar outro sal e preencher a tabela do final do procedimento.
4. A chama do sódio mascara a de outros cátions caso o sal testado esteja contaminado com sódio. Para contornarmos este problema repetiremos o mesmo procedimento do item 3 e observaremos a cor da chama através de uma placa de vidro de cobalto que absorve a cor amarela. Neste caso devido ao sódio as outras cores serão modificadas.

Questões para entrega:

- 1) Explique o que vem a ser espectro contínuo e descontínuo.
- 2) Coloque uma figura ilustrando o bico de Bunsen e explique as principais regiões existentes em sua chama.
- 3) Justifique o uso do vidro de cobalto no experimento realizado no laboratório.
- 4) Por que devemos realizar o teste do íon sódio por último no teste de chama?
- 5) Defina fóton e quantum.
- 6) Explique o que acontece quando um elétron recebe uma "excitação" energética.
- 7) Descreva o princípio da dualidade de De Broglie.
- 8) Apresente os resultados encontrados durante o experimento (cores da chama) e faça a comparação com a literatura, apresentando as discussões pertinentes.

Tópicos para estudo:

- Princípio da Dualidade.
- Espectros contínuo e descontínuo.
- Modelos Atômicos.

Referências:

Canto, Eduardo Leite e Peruzzo, Francisco Miragaia. Química na abordagem do cotidiano. Volume 1, 3ª ed. Ed. Moderna, São Paulo, 2003.

Experimento N° 6

Reações de Caracterização e Testes de Confirmação de Cátions e Ânions

Objetivo: Desenvolver o hábito técnico de interpretação precisa dos fenômenos físico-químicos capazes de ocorrerem nas caracterizações aquosas de Pesquisa e Identificação de Cátions e de Ânions (Componentes de amostras inorgânicas). Equacionar, em termos moleculares e estequiométricos, as reações iônicas inseridas nos textos analíticos experimentais.

Materiais: Tubos de ensaio, Conta gotas, Pisseta com água destilada e béquer de vidro com capacidade de 50 mL.

Reagentes:

- Cátions sob a forma de nitratos: Pb^{+2} , Ni^{+2} , Fe^{+3} , Ba^{+2}
- Ânions MnO_4^- , HCO_3^- , Cl^-
- Iodeto de Potássio – KI 0,5 mol/L
- Dimetilglioxima – $C_4H_8N_2O_2$ 1% m/v
- Ferrocianeto de Potássio – $K_4[Fe(CN)_6]$ 0,5 eq/L
- Ácido Clorídrico – HCl 5 mol/L
- Nitrato de Prata – $AgNO_3$ 0,1 mol/L
- Peróxido de Hidrogênio – H_2O_2 3 % m/v
- Ácido sulfúrico – H_2SO_4 5 eq/L
- Sulfocianeto de Potássio – KSCN sólido
- Cromato de Potássio – K_2CrO_4 0,5 eq/L
- Ácido nítrico – HNO_3 5 mol/L
- Hidróxido de Sódio – NaOH 5 mol/L
- Água destilada – H_2O

✓ Procedimento:

Observações:

Fenômenos Analíticos a serem Observados: 1) Tipo e cor do produto formado (Precipitado Cristalino, amorfo ou gelatinoso);

2) Testes de Solubilidade: (excesso do Reagente, Ácidos, Bases ou Outros);

Procedimento:

✓ Reações e testes de confirmação

A) Cátion Pb^{+2}

Em um tubo de ensaio, previamente lavado, adicionar cerca de 1 mL do cátion e cerca de 5 gotas de KI 0,5 mol/L. Homogeneizar a mistura reacional e anotar os fenômenos ocorridos. Adicionar ao tubo de ensaio cerca de 2 mL de água destilada quente, deixar em repouso e observar anotando o que for pertinente.

Questão 1: No procedimento acima:

- a) Apresentar a reação molecular e essencial entre o cátion e seu agente precipitante, dando nomenclatura aos produtos formados e tipo de precipitado encontrado.

B) Cátion Ni^{+2}

Em um tubo de ensaio, previamente lavado, adicionar cerca de 1 mL do cátion e cerca de 5 gotas de dimetilglioxima. Homogeneizar a mistura reacional e anotar os fenômenos ocorridos.

Questão 2: Apresentar a reação molecular e essencial entre o cátion e seu agente precipitante, dando nomenclatura aos produtos formados e tipo de precipitado encontrado.

C) Cátion Fe^{+3}

Em um tubo de ensaio, previamente lavado, adicionar cerca de 1 mL do cátion e cerca de 5 gotas de ferrocianeto de potássio. Homogeneizar a mistura reacional e anotar os fenômenos ocorridos. Adicionar ao tubo de ensaio cerca de 1 mL de NaOH 5 mol/L, agitar e observar anotando o que for pertinente.

Questão 3:

- a) Apresentar a reação molecular e essencial entre o cátion e seu agente precipitante, dando nomenclatura aos produtos formados e tipo de precipitado encontrado.
- b) O que é um íon complexo? Apresente como exemplo um íon complexo que o cátion Fe^{+3} pode formar.

D) Cátion Ba^{+2}

Em um tubo de ensaio, previamente lavado, adicionar cerca de 1 mL do cátion e cerca de 5 gotas de cromato de potássio. Homogeneizar a mistura reacional e anotar os fenômenos ocorridos. Adicionar ao tubo de ensaio cerca de 1 mL de HNO_3 5 mol/L, agitar e observar anotando o que for pertinente.

Questão 4:

- a) Apresentar a reação molecular e essencial entre o cátion e seu agente precipitante, dando nomenclatura aos produtos formados e tipo de precipitado encontrado.

E) Ânion Cl^-

Em um tubo de ensaio, previamente lavado, adicionar cerca de 1 mL do ânion e cerca de 5 gotas de nitrato de prata. Agitar a mistura reacional e anotar os fenômenos ocorridos. Deixar o tubo exposto à luz até o final do experimento e anotar se houve alguma alteração significativa no produto formado.

Questão 5:

- Apresentar a reação molecular e essencial entre o ânion e seu agente precipitante, dando nomenclatura aos produtos formados e tipo de precipitado encontrado.
- Explique o que ocorre com produtos formados com a prata expostos a luz.

F) Ânion HCO_3^-

Em um tubo de ensaio, previamente lavado, adicionar cerca de 1 mL do ânion e cerca de 2 gotas de HCl 5 mol/L. Agitar a mistura reacional e anotar os fenômenos ocorridos.

Questão 6:

- Apresentar a reação molecular e essencial entre o ânion e o ácido.
- Como podemos comprovar a existência de uma reação química?

G) Ânion MnO_4^-

Em um tubo de ensaio, previamente lavado, adicionar cerca de 1 mL do ânion, cerca de 10 gotas de H_2O_2 e 5 gotas de H_2SO_4 5 eq/L. Agitar a mistura reacional e anotar os fenômenos ocorridos.

Questão 7:

- Apresentar a reação molecular e essencial entre o ânion e o peróxido em meio ácido, dando nomenclatura aos produtos formados.
- Quais são os agentes que sofrem variação de Nox? Demonstre.

TÓPICOS PARA ESTUDO:

- Definição de reação química e tipos de reações.
- Reações em solução aquosa e tipos de precipitado.
- Formação de íons complexos.
- Oxidação e redução.
- Solubilidade.

REFERÊNCIAS:

BACCAN, N., Andrade, J.C., Godinho, O.E.S. & Barone, J.S., "Química Analítica Qualitativa", 2ª ed., Ed. Edgar Blücher / Ed. UNICAMP, Campinas, 1985.

GIESBRECHT, Ernesto (coord.), "Experiências em Química – Técnicas e conceitos básicos", Ed. Moderna/Edusp, São Paulo, 1979.

BRADY, J & Humiston, G.E., "Química Geral", Ed. Livros Técnicos Científicos, Rio de Janeiro, 1981.

RUSSEL, J.B., "Química Geral" volumes 1 e 2, 2ª ed., MAKRON Books Ltda., São Paulo, 1994.

VOGEL, Arthur, Química Analítica Qualitativa, 5ª ed., Ed. Mestre Jou, São Paulo, 1981.

EXPERIMENTO Nº 7

Reações Químicas (reações de óxido-redução)

Objetivos: Observar algumas reações de óxido - redução envolvendo metais e íons metálicos e avaliar a corrosão de metais por ácidos, a partir do ponto de vista das reações de óxido - redução.

Material: Tubos de ensaio e conta gotas.

Reagentes:

- Zinco; Estanho e Cobre metálicos.
- Solução Nitrato de Zinco $Zn(NO_3)_2$ 1 mol/L;
- Solução Nitrato de cobre $Cu(NO_3)_2$ 1 mol/L;
- Solução de Ácido clorídrico 1 mol/L;

Procedimento:

1 - Serão realizadas 7 misturas envolvendo cada metal com as respectivas soluções. Somente não serão realizadas as misturas do metal com a solução de seu próprio íon metálico. Ou seja, por exemplo, não misturaremos Zn com solução de $Zn(NO_3)_2$.

2 - Separar 7 tubos de ensaio e identificar cada um com as 7 reações que serão realizadas.

Reação 2:

- Pesar 0,3 g de Zn em um tubo de ensaio. Adicionar 5 mL de $Cu(NO_3)_2$ 1 mol/L. Agitar vigorosamente e observar por cerca de 10 minutos.

Anotar as observações no caderno.

Reação 2:

- Pesar 0,6 g de Sn em um tubo de ensaio. Adicionar 5 mL de $Cu(NO_3)_2$ 1 mol/L. Agitar vigorosamente e observar por cerca de 10 minutos.

Anotar as observações no caderno.

Reação 3:

- Pesar 0,6 g de Sn em um tubo de ensaio. Adicionar 5 mL de $Zn(NO_3)_2$ 1 mol/L. Agitar vigorosamente e observar por cerca de 10 minutos.

Anote as observações no caderno.

Reação 4:

- Pesar 0,3 g de Cu em um tubo de ensaio. Adicionar 5 mL de $Zn(NO_3)_2$ 1 mol/L. Agitar vigorosamente e observe por cerca de 10 minutos.

Anotar as observações no caderno.

Reação 5:

- Pesar 0,3 g de Zn em um tubo de ensaio. Adicionar 5 mL de HCl 1 mol/L. Agitar vigorosamente e observar por cerca de 10 minutos.

Anote as observações no caderno.

Reação 6:

- Pesar 0,6 g de Sn em um tubo de ensaio. Adicionar 5 mL de HCl 1 mol/L. Agitar vigorosamente e observe por cerca de 10 minutos.

Anote as observações no caderno.

Reação 7:

- Pesar 0,3 g de Cu em um tubo de ensaio. Adicionar 5 mL de HCl 1 mol/L. Agitar vigorosamente e observe por cerca de 10 minutos.

Anote as observações no caderno.

OBS: A partir de observações visuais simples é possível determinar se uma reação química ocorreu ou não. O primeiro objetivo desse experimento é, de fato, que o aluno perceba quais são as alterações que podem indicar a ocorrência de uma reação. Por isso, a anotação fidedigna das observações visuais no caderno de laboratório é fundamental.

Questão 1: De posse dos resultados verifique na literatura se é possível explicar as reações observadas. Como todas as reações em questão são de óxido - redução, é possível ainda calcular os valores de delta E a partir de cada semi - reação. Ao fazer isso, será possível entender porque algumas das misturas levaram a alterações significativas na aparência dos reagentes, enquanto em outras situações não se verificou grandes alterações.

Questão 2: Com base nos seus resultados e em seus estudos teóricos, tente ainda ordenar os 3 metais avaliados frente a resistência em ceder elétrons (sofrer oxidação).

Tópicos para estudo:

- Reações de óxido - redução
- Potenciais de redução padrão

Referências:

Brady, J. & HUMISTON, G. E. Química Geral Vol I, Rio de Janeiro, Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., 1986.

Experimentos N° 8, N° 9, N° 10 e N° 11

Preparo e padronização de soluções

Objetivo: Preparar soluções diluídas a partir de reagentes sólidos ou de soluções mais concentradas de reagentes. Determinar a concentração real de uma solução (padronização da solução) a partir de uma reação química conhecida, em um procedimento de titulação.

Materiais: Balança semi-analítica ($\pm 0,001$ g), pipeta volumétrica de 25,0 mL, Erlenmeyer de 250 mL, pipeta graduada de 10,00 mL, proveta de 10,00 mL, Conta gotas, Pisseta com água destilada, Pêra de sucção, béqueres.

Reagentes:

- H_2SO_4 concentrado (98 %m/m, $d = 1,84 \text{ g.cm}^{-3}$).
- NaOH sólido 97 %m/m.
- Solução de Na_2CO_3 de concentração exatamente conhecida (verificar rótulo do frasco).
- Soluções dos indicadores visuais vermelho de metila e fenolftaleína.
- Água destilada.

✓ Procedimento:

Observações:

1) Nunca coloque pipetas, conta-gotas, bastões de vidro ou espátulas nos frascos originais de reagentes, para evitar contaminações dos líquidos, soluções ou sólidos que serão utilizados por todos os experimentadores. Reserve recipientes limpos para coletar pequenas porções das soluções ou sólidos que serão utilizados.

2) Toda vidraria a ser usada deve ser lavada com água e detergente, enxaguada exaustivamente com água de torneira e, por último, enxaguada 2 ou 3 vezes com água destilada. Quando for necessário rinsar uma vidraria com uma solução, isso significa que após o enxágüe com água destilada, deve-se passar pequenas porções da solução por toda a superfície interna da vidraria, descartando tais porções da solução. Após a rinsagem, a vidraria pode ser preenchida com aquela solução.

✓ Preparo da solução de H_2SO_4 a ser titulada (padronizada)

Questão 1: Calcular o volume de H_2SO_4 concentrado (98 %m/m, $d = 1,84 \text{ g.cm}^{-3}$) necessário para preparar 250 mL de uma solução de H_2SO_4 de concentração $0,05 \text{ mol.L}^{-1}$ ($0,1 \text{ eq.L}^{-1}$).

✓ Procedimento:

Em um béquer de 250 mL, previamente lavado, adicionar cerca de 100 a 150 mL de água destilada. Com uma pipeta graduada, previamente lavada e seca, transferir cuidadosamente o volume de H_2SO_4 concentrado calculado na questão 1 para o béquer, com agitação lenta e

constante. Completar o volume do béquer com água destilada, tomando o cuidado para o acerto correto do menisco.

Homogeneizar corretamente a solução resultante e reservar.

Questão 2: No procedimento acima:

- Por que o volume de H_2SO_4 concentrado é transferido com pipeta graduada ou proveta e não com pipeta volumétrica?
- O preparo da solução diluída de H_2SO_4 deve ser feito obrigatoriamente em béquer?

✓ B) Preparo da bureta com a solução titulante de H_2SO_4 .

A bureta de 50,00 mL deve ser corretamente lavada e, por último, rinsada 2 ou 3 vezes com pequenas porções (5 a 10 mL cada porção) da solução titulante de H_2SO_4 . (preparada no item A). A vidraria deve ser colocada no suporte e preenchida com a solução titulante de H_2SO_4 . Deve-se prestar atenção ao correto acerto do menisco, para a ausência de bolhas de ar no interior da bureta (tanto no "corpo" da bureta quanto em sua parte inferior, abaixo da torneira, por onde a solução é escoada) e para a ausência de vazamentos.

Questão 3: Explique por que é necessário o procedimento de rinsagem da bureta.

✓ C) Titulação da solução-padrão de Na_2CO_3 com solução titulante de H_2SO_4 .

O procedimento abaixo deverá ser feito, no mínimo, 2 vezes (duplicata da padronização):

Com uma pipeta volumétrica de 25,0 mL, previamente lavada e rinsada com solução-padrão de Na_2CO_3 , transferir quantitativamente uma alíquota de 25,0 mL da solução de carbonato de sódio para um erlenmeyer de 250 mL e adicionar cerca de 20 a 25 mL de água destilada. Logo após, adicionar de 3 a 4 gotas da solução do indicador vermelho de metila à solução contida no erlenmeyer.

Iniciar a titulação, gotejando a solução titulante de H_2SO_4 (bureta) sobre a solução titulada de Na_2CO_3 , com agitação constante e homogênea (movimentos circulares). Continuar a titulação até o aparecimento de uma coloração rosada em toda a solução contida no erlenmeyer. Interromper a adição da solução titulante imediatamente, assim que a mudança de coloração amarelo → rosa for percebida visualmente. Anotar o volume gasto da solução titulante de H_2SO_4 (Atenção para a correta leitura do menisco da solução na bureta).

Utilizando o bico de Bunsen, o tripé e a tela com amianto, aquecer levemente o erlenmeyer contendo a solução titulada, por cerca de 1 a 2 minutos com agitação eventual. Se, após o aquecimento, a solução do erlenmeyer continuar rosada, essa titulação pode ser encerrada e o volume já anotado é o volume de solução de H_2SO_4 no ponto de equivalência da reação. Se, por outro lado, a cor da solução do erlenmeyer retornar a cor amarela com o aquecimento, deve-se resfriar novamente a solução a temperatura ambiente e continuar a titulação até que a solução torne-se novamente rosada. O volume de H_2SO_4 ao final desse processo é o volume necessário ao ponto de equivalência da reação.

Anotar exatamente o volume gasto da solução titulante de H_2SO_4 , em mL. Com esse valor, calcular a concentração (normalidade) real da solução de H_2SO_4 preparada no item A.

Repetir o procedimento da parte C com outra alíquota de solução padrão de Na_2CO_3 .

Se julgar necessário, repetir novamente o procedimento da parte C para uma 3^o alíquota da solução-padrão de Na_2CO_3 (triplicata da padronização do H_2SO_4)

Questão 4: Apresentar a equação química balanceada da reação de neutralização que ocorre no procedimento do item C. Explicar o comportamento ácido sulfúrico, H_2SO_4 , e o comportamento básico do sal carbonato de sódio, Na_2CO_3 , de acordo com as definições de Arrhenius, de Brönsted-Lowry e de Lewis.

Questão 5: Justifique o motivo do aquecimento no procedimento do item C.

Questão 6: Apresentar os cálculos para se determinar a normalidade real da solução de H_2SO_4 a partir do volume médio obtido nas duas titulações e calcular o erro/precisão do experimento.

D) Preparo da solução de NaOH a ser titulada (padronizada)

Questão 6: Calcular a massa de NaOH sólido para preparar 250 mL de uma solução 0,1 eq.L⁻¹.

✓ Procedimento:

Utilizando uma balança semi-analítica, pesar, em béquer pequeno, uma massa de NaOH sólido próxima à calculada na questão 6. Anotar a massa realmente pesada, com precisão de $\pm 0,001\text{g}$.

Adicionar cerca de 50 mL de água destilada ao béquer, para dissolução do NaOH, agitando com um bastão de vidro.

A um béquer de 250 mL, adicionar cerca de 100 mL de água destilada. E transferir quantitativamente (ou seja, sem que ocorram perdas) a solução do béquer menor para o béquer de 250 mL e completar o volume com água destilada, tomando o cuidado para não ultrapassar o volume esperado.

Homogeneizar corretamente a solução resultante.

Questão 7: No procedimento acima:

a) Qual seria a concentração da solução de NaOH preparada, de acordo com o valor da massa realmente pesada?

b) O preparo da solução diluída de NaOH poderia ser feito em balão volumétrico? Explique.

✓ E) Preparo da bureta com a solução titulante de NaOH

A bureta de 50,00 mL deve ser corretamente lavada e, por último, rinsada 2 ou 3 vezes com pequenas porções (5 a 10 mL cada porção) da solução titulante de NaOH (preparada no item D). A bureta deve ser colocada no suporte e preenchida com a solução titulante de

NaOH. Deve-se prestar atenção ao correto acerto do menisco, para a ausência de bolhas de ar no interior da bureta (tanto no "corpo" da bureta quanto em sua parte inferior, abaixo da torneira, por onde a solução é escoada) e para a ausência de vazamentos.

✓ F) Titulação da solução-padrão de H_2SO_4 com a solução titulante de NaOH.

O procedimento abaixo deverá ser feito, no mínimo, 2 vezes (duplicata da padronização):

Com uma pipeta volumétrica de 25,0 mL, previamente lavada e rinsada com a solução padronizada de H_2SO_4 , transferir quantitativamente uma alíquota de 25,0 mL da solução de ácido sulfúrico para um erlenmeyer de 250 mL e adicionar cerca de 20 a 25 mL de água destilada ao erlenmeyer, juntamente com 3 ou 4 gotas da solução do indicador fenolftaleína à solução contida no erlenmeyer.

Iniciar a titulação, gotejando a solução titulante de NaOH (bureta) sobre a solução titulada de H_2SO_4 , com agitação constante e homogênea (movimentos circulares). Continuar a titulação até o aparecimento de uma coloração levemente rosada em toda a solução contida no erlenmeyer. Interromper a adição da solução titulante imediatamente, assim que a mudança incolor → rosa for percebida visualmente.

Anotar exatamente o volume gasto da solução titulante de NaOH, em mL (Atenção para a correta leitura do menisco da solução na bureta).

Repetir o procedimento da parte F com uma alíquota da solução-padrão de H_2SO_4 .

Se julgar necessário, repetir novamente o procedimento da parte F para uma 3ª alíquota da solução-padrão de H_2SO_4 (triplicata da padronização do NaOH).

Questão 8: Apresentar a equação química balanceada da reação de neutralização que ocorre no procedimento do item F. Explicar o comportamento básico do hidróxido de sódio, NaOH, de acordo com as definições de Arrhenius, Brønsted-Lowry e de Lewis.

Questão 9: Apresentar os cálculos para se determinar a normalidade real da solução de NaOH a partir do volume médio obtido nas duas titulações e calcular o erro/precisão do experimento.

Questão 10: O que significam: Padronização, padrão primário e padrão secundário? Dentre os reagentes utilizados nos experimentos 1 e 2, por que o carbonato de sódio, Na_2CO_3 , é um padrão primário, enquanto H_2SO_4 e NaOH são padrões secundários? Explique.

TÓPICOS PARA ESTUDO:

-Definição de Arrhenius, Brønsted-Lowry e de Lewis para ácidos e bases.

-Reações em solução aquosa e cálculos estequiométricos.

-Titulações ácido-base; padronizações de soluções; padrões primários e secundários.

-Uso de vidrarias e equipamentos adequados em procedimentos quantitativos: pipetas volumétricas, buretas, balança analítica, etc.

REFERÊNCIAS:

BACCAN, N., Andrade, J.C., Godinho, O.E.S. & Barone, J.S., "Química Analítica Quantitativa Elementar", 2^a ed., Ed. Edgar Blücher / Ed. UNICAMP, Campinas, 1985.

GIESBRECHT, Ernesto (coord.), "Experiências em Química – Técnicas e conceitos básicos", Ed. Moderna/Edusp, São Paulo, 1979.

BRADY, J & Humiston, G.E., "Química Geral", Ed. Livros Técnicos Científicos, Rio de Janeiro, 1981.

RUSSEL, J.B., "Química Geral" volumes 1 e 2, 2^a ed., MAKRON Books Ltda., São Paulo, 1994

QUAGLIANO, J. V & Vallarino, "Química", Ed Guanabara Dois, Rio de Janeiro, 1979