



UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

Escola de Engenharia de Lorena - EEL

Departamento de Engenharia Química
(LOQ)

Química Geral Experimental

Apostila

Professoras:

Isabel Cristina Coelho Calegão

Larissa de Freitas

Patrícia Caroline Molgero Da Rós

2018

Química Geral Experimental

✓ 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.

O objetivo da disciplina Química Geral Experimental é ensinar conhecimentos de materiais e equipamentos básicos de um laboratório químico e suas aplicações específicas.

✓ Objetivos Específicos

Desenvolver nos alunos a capacidade de realizarem práticas rotineiras de laboratório associadas ao desenvolvimento de seu pensamento científico, resolvendo problemas teóricos e práticos, utilizando corretamente os diversos materiais de laboratório e manipulando reagentes químicos com segurança. Dessa forma, os alunos adquirirão experiência nas várias áreas da química aplicando os conceitos pertinentes

✓ Regras Básicas de Segurança

- Realize todo o trabalho com substâncias voláteis 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 seus vizinhos no local de trabalho.
- Sempre coloque os resíduos de metais, sais e solventes orgânicos nos recipientes adequados.

✓ Tarefas Pré-Laboratório

- Ler atentamente o roteiro do experimento.
- Quais os principais cuidados necessários para manipular os reagentes que serão empregados no experimento. Importante: manipulação de ácidos e bases fortes!
- Elabore os cálculos necessários para a preparação de todas as soluções desse experimento.
- Prepare-se para realizar a padronização de soluções usando padrão primário. O que é um padrão primário? Por que é necessário padronizar a solução? Qual o princípio desta determinação? Traga as equações e os cálculos necessários.
- Represente todas as operações na forma de um fluxograma do experimento.

✓ Elaboração do Relatório

Tão importante quanto realizar o experimento proposto é a apresentação do Relatório Técnico-Científico, portanto, entre os objetivos dessa disciplina está a redação do relatório científico.

O relatório de atividades deve em primeiro lugar, retratar o que foi realmente realizado no experimento, sendo de fundamental importância a apresentação de um documento bem ordenado e de fácil manuseio. Além disso, deve ser o mais sucinto possível e descrever as atividades experimentais realizadas, a base teórica dessas atividades, os resultados obtidos e sua discussão, além da citação da bibliografia consultada.

O relatório deve ser redigido de uma forma clara, precisa e lógica. Redija sempre de forma impessoal, utilizando-se a voz passiva no tempo passado.

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

✓ Partes de um relatório

A- Externa:

1- 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

B- Interna:

Sumário

Inicialmente, deve ser feito um resumo dos principais aspectos a serem abordados no relatório, tomando por base, o objetivo, as etapas constantes do procedimento experimental desenvolvido e dos resultados obtidos. Este item deve ser elaborado de forma clara e sucinta a fim de proporcionar ao leitor os tipos de informações fornecidas no documento. **Não deve ultrapassar a 100 palavras.**

Introdução

Apresentar os pontos básicos do estudo ou atividades desenvolvidas, especificando as principais aquisições teórico-metodológicas, referentes as técnicas empregadas. Neste item é dado um embasamento teórico do experimento descrito, para situar o leitor

naquilo que se pretendeu estudar no experimento. A literatura é consultada, apresentando-se uma revisão do assunto.

Parte Experimental (ou Materiais e Métodos)

Descrição detalhada do experimento realizado, dos métodos analíticos e técnicas empregadas, bem como descrição dos materiais e instrumentos utilizados. Este item precisa conter elementos suficientes para que qualquer pessoa possa ler e reproduzir o experimento no laboratório. **Utilizam-se desenhos e diagramas para esclarecer sobre a montagem de aparelhagem. Não deve incluir discussão de resultados.**

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

Ex: 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.

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

Resultados e Discussão

Esta é a parte principal do relatório, onde serão mostrados todos os resultados obtidos, que podem ser numéricos ou não. Deverá ser feita uma análise dos resultados obtidos, com as observações e comentários pertinentes.

Em um relatório desse tipo espera-se que o aluno discuta os resultados em termos dos fundamentos estabelecidos na introdução, mas também que os resultados inesperados e observações sejam relatados, procurando uma justificativa plausível para o fato. **Em textos científicos utilizam-se tabelas, gráficos e figuras como suporte para melhor esclarecer o leitor do que se pretende dizer.**

Tabela:

Ex:

Tabela 1. Algumas características dos estados da matéria

Estado da matéria	Compressibilidade	Fluidez ou rigidez	Densidade relativa
Gasoso	Alta	fluido	baixa
Líquido	muito baixa	fluido	alta
Sólido	muito baixa	rígido	alta

Gráfico: é a maneira de detectar visualmente como varia uma quantidade (y) a medida que uma segunda quantidade (x) também varia; é imprescindível o uso de papel milimetrado para construção de um gráfico.

Conclusões

Neste item deverá ser feita uma avaliação global do experimento realizado, são apresentados os fatos extraídos do experimento, comentando-se sobre as adaptações ou não, apontando-se possíveis explicações e fontes de erro experimental. Não é uma síntese do que foi feito (isso já está no sumário) e também não é a repetição da discussão.

Bibliografia

Citação de tudo o que foi utilizado como fonte de consulta para elaboração do relatório (notas de aula, livros, sites, artigos...). Existem normas que devem ser seguidas para a citação de bibliografias (ABNT):

○ **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.

○ **Internet**

Endereço eletrônico da página consultada e data do acesso.

Ex: www.eel.usp.br acesso em 16/08/2010

✓ Referências Bibliográficas gerais do curso

ASSUMPCÃO, R. M. V. ; MORITA, T. Manual de soluções reagentes e solventes: padronização, preparação, purificação. São Paulo: Editora Edgard Blucher, 1972.

BACCAN, N.; ANDRADE, J. C. O. ; GODINHO, E. S.; BARONE, J. S. Química analítica quantitativa elementar. 2.ed. São Paulo: Edgard Blucher, 1995.

BRADY, J; HUMISTON, G. E. Química geral. Rio de Janeiro: Ed. Livros Técnicos Científicos, 1986. BROWN, T. E et al. Química a Ciência Central. 9 ed. São Paulo. Pearson Prentice Hall, 2005-2007.

CONSTANTINO, M.G; SILVA, G. V. J. da; DONATE P. M. Fundamentos de química experimental, São Paulo : EDUSP, 2004. MAHAN, B. M.; MYERS, R. J. Química um curso universitário. São Paulo: Ed. Edgard Blucher Ltda, 1993.

SILVA, R. R.; BOCCHI, N. ; ROCHA FILHO, R. C. Introdução a química experimental. São Paulo: McGraw-Hill, 1990.

Experimento N° 1

Técnicas de determinação de massa, Exatidão e Precisão

PARTE A - 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:

Béquer 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 25,00 mL; Pissete plástico; Balança semi - analítica com precisão de 0,001 g; Conta-gotas.

Reagente:

Água destilada – H₂O

Procedimento:

Medidas de volume em diferentes instrumentos (proveta e pipeta) 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.

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 as pipetas de 25,0 mL.
4. Estes experimentos devem ser realizados em triplicata.
5. Compare a exatidão e precisão das medidas realizadas nas diferentes vidrarias.

PARTE B - Determinação da Densidade de Líquidos

Objetivo:

Determinar a densidade de amostras líquidas.

Materiais: Béquer 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 – $C_3H_5(OH)_3$
- Óleo vegetal

Procedimento:

Pesagens

1. Pesar um béquer de 100 mL e tarar.
2. Medir 5 mL de água destilada em uma proveta ajustando o menisco, transferir a amostra medida para o béquer zerado e anotar a massa.
3. Executar o mesmo procedimento utilizando os demais reagentes líquidos (álcool, glicerina e óleo vegetal). Anotar os resultados e efetuar os cálculos.

Tópicos para estudo:

- Algarismos significativos;
- Tratamento estatístico de dados: média, desvio padrão, precisão, exatidão;
- Cálculos de densidade e comparação bibliográfica;

- Propriedades extensivas e intensivas.
- Balança analítica – Sensibilidade e Exatidão.

Exemplos de materiais de laboratório de uso geral



béquer



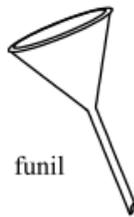
erlenmeyer



proveta



bureta



funil



quitassato



balão volumétrico



Pipeta volumétrica



Pipeta graduada

Experimento N° 2

Técnicas de Separação de Mistura

PARTE A - Separação em Funil de Decantação

Objetivos:

Realizar a decantação de uma mistura em um funil de decantação. Esse funil é um recipiente de vidro que apresenta uma válvula que controla a saída de material. É utilizado para a separação de misturas heterogêneas e que apresentam densidades diferentes.

Materiais:

Proveta; funil de decantação; suporte universal, anel de ferro (garra).

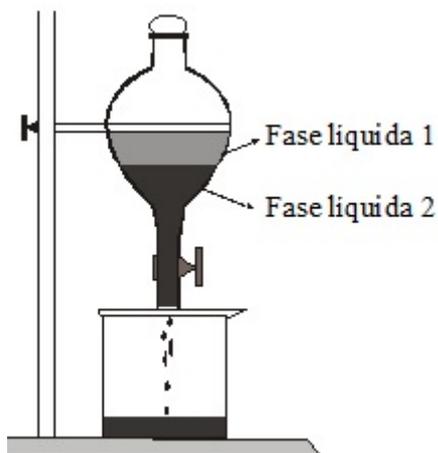
Reagentes:

Água destilada
Óleo vegetal comercial

Procedimento:

1. Montar o aparato experimental, de acordo com a Figura 4.
2. Medir 25 ml de água e de óleo em uma proveta e transferir para o funil de decantação.
3. Tampar com uma rolha o funil de decantação e agitar suavemente a mistura.
4. Deixar em repouso até a separação das fases.
5. Abrir a válvula e permitir o escoamento da fase mais densa.

Figura 4 - Separação em funil de decantação



PARTE B - Filtração Simples

Objetivos:

Realizar uma filtração por gravidade, tendo com a finalidade separar misturas heterogêneas.

Materiais:

Funil de vidro; papel de filtro; béquer de vidro; pissete; proveta; bastão de vidro; suporte universal; anel de ferro (garra).

Reagentes:

Solução de hidróxido de amônio

Solução de sulfato de cobre

Água destilada

Procedimento:

1. Inicialmente se adapta o papel de filtro ao funil (Figura 1) umedecendo-o com a água destilada de modo a fixá-lo. Posteriormente o funil é colocado no anel de ferro preso ao suporte universal como mostrado na Figura 2.
2. Medir 10 ml de cada solução em uma proveta e transferir para um béquer (misturar as soluções), agitar com o auxílio de um bastão de vidro.
3. Com o auxílio de um bastão de vidro, a mistura será transferida para o funil. A transferência deve ser realizada lentamente, de modo que a quantidade de líquido no papel de filtro não ultrapasse $2/3$ da sua altura.
4. Após a filtração observar o sólido retido no papel de filtro e o filtrado obtido.

Figura 1 - Modo de preparação do papel de filtro para filtração simples.

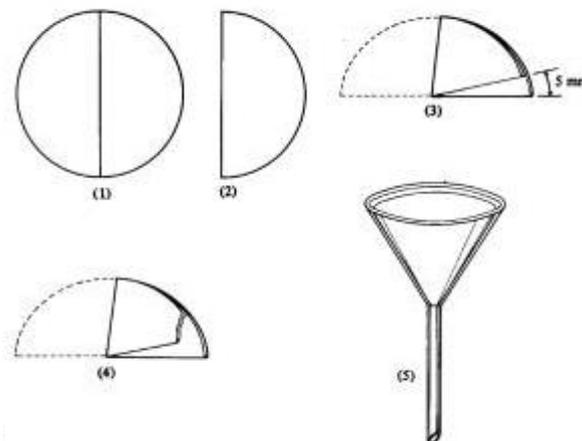
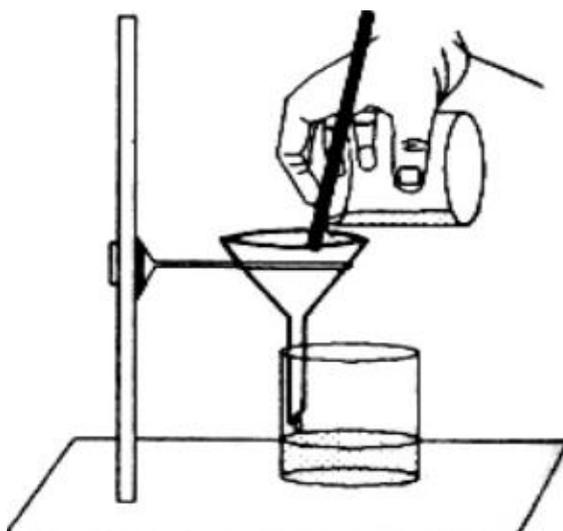


Figura 2 - Filtração por gravidade.



PARTE C - Filtração à Vácuo

Objetivos:

Realizar uma filtração à vácuo (por sucção). Essa técnica além de ser mais rápida que a filtração simples, permite uma secagem parcial do sólido, pois a sucção faz com que a corrente de ar que passa pelo filtro remova parte do líquido que umedece o sólido.

Materiais:

Béquer; bastão de vidro; funil de Büchner; kitassato.

Reagentes:

Ácido acetilsalicílico

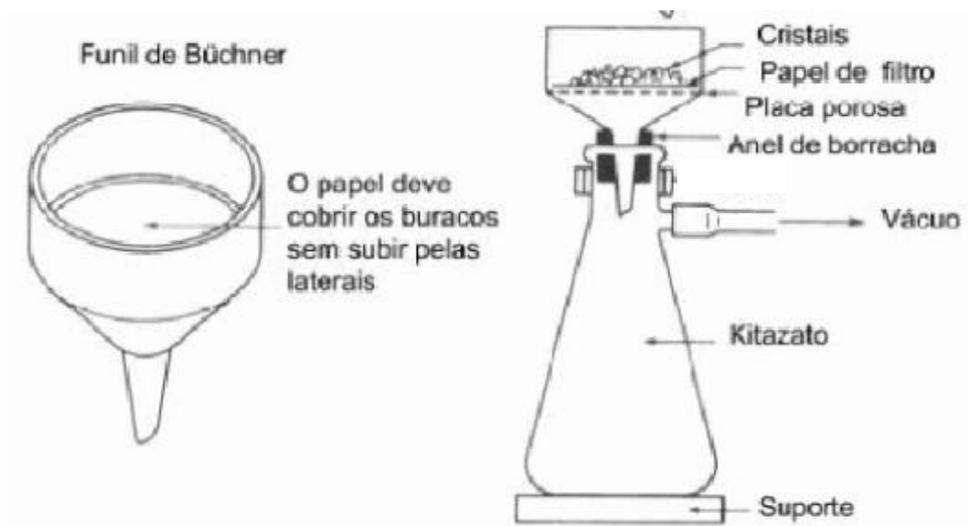
Etanol

Água

Procedimento:

1. Pesar cerca de 1 g de ácido acetilsalicílico em um béquer e adicionar 5mL de etanol (medidos em uma proveta). Com o auxílio de um bastão de vidro, adicionar 20 mL de água destilada sobre a solução.
2. Montar o aparato experimental, de acordo com a Figura 3. Adaptar o papel de filtro ao funil de Büchner, umedecendo-o com a água destilada de modo a fixá-lo.
3. Filtrar o sólido formado em um funil de Büchner.

Figura 3 - Filtração à vácuo.



Experimento N° 3

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

Objetivos:

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

Materiais:

Béquer de 100 mL; Vidro de relógio; Termômetro; Suporte universal; Arame de cobre fino (para fixar termômetro); Tela de amianto; Garra de metal; Tripé; Bastão de vidro; Pissete plástico.

Reagentes:

- Água;
- Gelo;
- Cristais de Iodo.

PARTE A - Determinação da temperatura de fusão e ebulição da água pura

Procedimento:

- 1 - Ascender o Bico de Bunsen e deixar a tela de amianto aquecer por 5 min sobre um tripé.
- 2 - Adicionar cubos de gelo até 2/3 do volume de um béquer de 100 mL.
- 3 - Adicionar cerca de 10 mL de água ao béquer.
- 4 - Quando a temperatura estabilizar (variar menos que 1° C), coloque o béquer sobre a tela de amianto já aquecida e fixe um termômetro (com o auxílio do suporte universal e da garra) no interior do béquer.
- 5 - Disparar um cronômetro (ou um relógio) e anotar a temperatura a cada 1 minuto.
- 6 - Continuar anotando a temperatura até sua estabilização.
- 7 - Anotar observações sobre o sistema e relacionar o gráfico de temperatura versus tempo com os fenômenos de mudança de estado.
- 8 - Realizar esse procedimento em triplicata.

PARTE 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 o béquer com um vidro de relógio.
- 3 - Colocar o béquer sobre a tela de amianto já aquecida. Observar.

Tópicos para estudo:

Mudanças de estado.

Experimento N° 4

Miscibilidade e Solubilidade

Objetivos:

Verificar a miscibilidade entre solventes e determinar o valor em porcentagem de etanol (v/v) em uma amostra de gasolina comercial.

Materiais:

Tubos de ensaio; Pipetas; Béqueres, Proveta, Pissete plástico; Bastão de vidro.

Reagentes:

Água, Etanol, Butanol, Gasolina, Glicerina.

PARTE A - Estudo da miscibilidade entre solventes

Procedimento:

1. Preparar as misturas abaixo em tubos de ensaio numerados.
2. Agitar e depois deixar em repouso.
3. Observar e anotar.

CUIDADO: solventes orgânicos são inflamáveis. Portanto, não trabalhe próximo à chamas.

Misturas:

- a) 5 mL de água + 2 mL de etanol;
- b) 5 mL de água + 2 mL de butanol;
- c) 5 mL de água + 2 mL de gasolina;
- d) 5 mL de etanol + 2 mL de butanol;
- e) 5 mL de etanol + 2 mL de gasolina;
- f) 5 mL de butanol + 2 mL de gasolina;
- g) 5 mL de água + 2 mL de glicerina;
- h) 5 mL de gasolina + 2 mL de glicerina;
- i) 5 mL de etanol + 2 mL de glicerina.

PARTE B - Determinação do teor de etanol na gasolina

Procedimento:

1. Medir 10 mL de gasolina em uma proveta de 50,00 mL com tampa, ajustando o menisco. Em seguida, adicionar mais 10,00 mL de água destilada e também ajustar o menisco.

2. Agitar a mistura resultante vagarosamente para devida homogeneização.
3. Observar a formação de uma mistura bifásica.
4. Anotar o resultado (volume final de água + álcool) e efetuar os cálculos.
5. Calcular a % v/v de álcool na gasolina analisada.
6. Verificar se valor em porcentagem de álcool na gasolina está dentro dos limites especificados pela ANP (Agência Nacional de Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis).

Tópicos para estudo:

- Polaridade, Forças intermoleculares, Sistemas homogêneos e heterogêneos e Miscibilidade.

Experimento N° 5

Reações Químicas (reações de óxido-redução)

Objetivos:

Observar a ocorrência de reações de óxido-redução a partir de metais e íons metálicos

Materiais:

Tubos de ensaio, Provetas, Pipetas, espátulas e conta gotas.

Reagentes:

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

- Adicionar uma pequena quantidade de Zn em um tubo de ensaio. Adicionar 5mL de $Cu(NO_3)_2$ 1 mol/L. Agitar vigorosamente e observar por cerca de 10 minutos.

Anotar as observações no caderno.

Reação 2:

- Adicionar uma pequena quantidade de Sn em um tubo de ensaio. Adicionar 5mL de $Cu(NO_3)_2$ 1 mol/L. Agitar vigorosamente e observar por cerca de 10 minutos.

Anotar as observações no caderno.

Reação 3:

- Adicionar uma pequena quantidade de Sn em um tubo de ensaio. Adicionar 5mL de $Zn(NO_3)_2$ 1 mol/L. Agitar vigorosamente e observar por cerca de 10 minutos.

Anotar as observações no caderno.

Reação 4:

- Adicionar uma pequena quantidade de Cu em um tubo de ensaio. Adicionar 5mL de $Zn(NO_3)_2$ 1 mol/L. Agitar vigorosamente e observe por cerca de 10 minutos.

Anotar as observações no caderno.

Reação 5:

- Adicionar uma pequena quantidade de Zn em um tubo de ensaio. Adicionar 5mL de HCl 1 mol/L. Agitar vigorosamente e observar por cerca de 10 minutos.

Anotar as observações no caderno.

Reação 6:

- Adicionar uma pequena quantidade de Sn em um tubo de ensaio. Adicionar 5mL de HCl 1 mol/L. Agitar vigorosamente e observe por cerca de 10 minutos.

Anotar as observações no caderno.

Reação 7:

- Adicionar uma pequena quantidade de Cu em um tubo de ensaio. Adicionar 5mL de HCl 1 mol/L. Agitar vigorosamente e observe por cerca de 10 minutos.

Anotar 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.

Tópicos para estudo:

- Reações de óxido-redução
- Potenciais de redução padrão

Experimentos N° 6 e 7

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, Pissete com água destilada, Pêra de sucção, béqueres.

Reagentes:

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

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 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.

PARTE A - Preparo da Solução de H₂SO₄ (0,05 mol.L⁻¹ ou 0,1 eq.L⁻¹)

Preparo de 250 mL de solução 0,05 mol.L⁻¹ de Ácido Sulfúrico

- 1) Calcular o volume de H₂SO₄ concentrado (98 %m/m, d = 1,84 g.cm⁻³) necessário para preparar 250 mL de uma solução de H₂SO₄ de concentração 0,05 mol.L⁻¹ (0,1 eq.L⁻¹).
- 2) Adicionar 150 mL de água destilada num béquer ou balão volumétrico de 250 mL.
- 3) Pipetar a quantidade de ácido necessária utilizando uma pipeta graduada e uma pêra e adicionar o ácido aos poucos no béquer ou balão volumétrico, agitando sempre. **Cuidado: a mistura de água e ácido é exotérmica: a adição deve ser sempre do ácido sobre a água.**
- 4) Transfira a solução para o frasco apropriado. (OBS: No rótulo de uma solução sempre deve aparecer o nome do reagente, concentração, data e o nome da pessoa que preparou).

PARTE B - Padronização da solução (0,1 eq.L⁻¹) ou 0,05 mol.L⁻¹ de Ácido Sulfúrico

• Padronização da solução de Ácido Sulfúrico

1. Montar a bureta no suporte universal, utilizando uma garra para fixa-la. Lavar a bureta com detergente e em seguida com água da torneira. Repetir a lavagem usando água destilada. (Estude essa montagem antes de iniciar o experimento).
2. Rinsar a bureta, duas vezes, com a solução de ácido sulfúrico preparada. Em seguida, encher a bureta com a solução de ácido sulfúrico 0,05 mol.L⁻¹ e zerar, recolhendo o excesso de solução em um béquer de forma que a parte inferior do menisco fique na marca do zero. A bureta está pronta para iniciar a titulação.
3. Com uma pipeta volumétrica de 25,0 mL 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. Em seguida, adicionar de 3 a 4 gotas da solução do indicador vermelho de metila à solução contida no Erlenmeyer.
4. Iniciar a titulação, gotejando a solução titulante de H₂SO₄ (bureta) sobre a solução titulada de Na₂CO₃, 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 H₂SO₄ (Atenção para a correta leitura do menisco da solução na bureta).

5. 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 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 ficar 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.

6. Anotar exatamente o volume gasto da solução titulante de H_2SO_4 , em mL. Zerar novamente a bureta, enchendo-a com solução $0,05 \text{ mol.L}^{-1}$ de ácido sulfúrico e repetir o procedimento mais 2 vezes.

7. Calcular a média dos três resultados de volume da solução de ácido consumido e calcular a concentração em mol.L^{-1} real da solução de ácido sulfúrico.

Tópicos para estudo:

- Definição de Arrhenius, Brönsted-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.

Experimento N° 8

Determinação da acidez total (%m/v) do vinagre comercial via Titrimetria

Objetivo:

Determinar a acidez total, expressa em ácido acético (CH_3COOH), a partir de uma reação química conhecida, em um procedimento de titulação.

Materiais:

Pipeta volumétrica de 25,0 mL, erlenmeyer de 250 mL, balão volumétrico de 250,0 mL, proveta de 25,00 mL, Conta gotas, pisseta com água destilada, pêra de sucção, béqueres.

Reagentes:

- Padrão de Hidróxido de Sódio NaOH - Ver concentração real no frasco.
- Vinagre comercial
- Solução indicadora fenolftaleína 1 %m/v.
- Água destilada – H_2O

Procedimento:

PARTE A - 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. 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.

PARTE B - Diluição da amostra de vinagre

Com o auxílio de uma pipeta volumétrica de 10,0 mL, transferir quantitativamente o vinagre para um balão volumétrico de 100,0 mL. Completar o volume do balão com água destilada até o menisco e homogeneizar a solução.

PARTE C - Titulação da amostra diluída de vinagre com a solução titulante de NaOH

O procedimento abaixo deverá ser feito, no mínimo, 3 vezes (triplicata):

Com uma pipeta volumétrica de 25,0 mL, previamente rinsada com a solução de ácido acético diluída, transferir quantitativamente uma alíquota de 25,0 mL 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 CH_3COOH , 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 para mais uma alíquota e se julgar necessário, repetir novamente o procedimento para uma 3ª alíquota da solução.

Calcular a acidez do vinagre (% m/v) a partir das titulações, comparar com o valor teórico e apresentar o cálculo do erro/precisão do experimento.

Tópicos para Estudo:

-Reações em solução aquosa e cálculos estequiométricos.

-Titulações ácido-base; acidimetria.

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

Experimento N° 9

Determinação da pureza do hidróxido de magnésio em leite de magnésia comercial via Titrimetria

Objetivo:

Determinar a % m/m de hidróxido de magnésio - $Mg(OH)_2$ em uma amostra de leite de magnésia comercial, em um procedimento por retrotitulação de neutralização.

Materiais:

Pipeta volumétrica de 50,0 mL, erlenmeyer de 250 mL, balança analítica com precisão de 0,0001 g, proveta de 25,00 mL, Conta gotas, bureta de 50,00 mL, pisseta com água destilada, pêra de sucção, béqueres.

Reagentes:

- NaOH padronizado ($0,1 \text{ mol.L}^{-1}$) - Ver concentração real no frasco.
- HCl padronizado ($0,1 \text{ mol.L}^{-1}$) - Ver concentração real no frasco.
- Leite de Magnésia comercial – $Mg(OH)_2$
- Solução indicadora fenolftaleína 1 %m/v.
- Água destilada – H_2O

Procedimento:

PARTE A - 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. 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.

PARTE B - Preparo da amostra para titulação

Agitar vigorosamente o frasco contendo a amostra. Utilizando uma balança analítica, pesar, em erlenmeyer, cerca de 1 g da amostra de $Mg(OH)_2$. Anotar a massa realmente pesada, com precisão de $\pm 0,0001$ g. Adicionar com pipeta volumétrica de mesma capacidade, devidamente rinsada, 50,0 mL de HCl 0,1 eq/L e acrescentar ao erlenmeyer cerca de 25,00 mL de água destilada (medidos em proveta). Homogeneizar a solução.

PARTE C - Titulação da amostra com a solução titulante de NaOH.

Adicionar ao erlenmeyer preparado no item b, 3 ou 4 gotas da solução do indicador fenolftaleína. Iniciar a titulação, gotejando a solução titulante de NaOH (bureta) sobre a solução titulada, 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 para mais uma alíquota e se julgar necessário, repetir novamente o procedimento para uma 3ª alíquota da solução.

Determinar a pureza do $Mg(OH)_2$ na solução de leite de magnésia a partir do volume médio obtido e massas médias nas titulações.

Tópicos para Estudo:

- Reações em solução aquosa e cálculos estequiométricos.
- Titulações ácido-base; acidimetria via retrotitulação.
- Uso de vidrarias e equipamentos adequados em procedimentos quantitativos: pipetas volumétricas, buretas.

Experimento N° 10

Solução tampão

Objetivo:

Preparar 50,0 mL de uma solução tampão de $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O} / \text{CH}_3\text{COOH}$ de pH 5,0, sendo que para o sal a concentração deve ser de 0,01 mol/L e para o ácido de 0,1 mol/L.

Materiais:

Vidro de relógio, Béquer de vidro com capacidade de 50 mL, balões volumétricos de 100,0 e 50,0 mL, pipeta graduada de 1,00 mL, buretas de 25,00 e 50,00 mL e pHmetro digital.

Reagentes:

- Acetato de Sódio – $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ sólido 99 % m/m
- Ácido Acético concentrado - CH_3COOH $d=1,05$; 99,7 %m/m
- Água destilada – H_2O

Procedimento:

PARTE A - Preparo da solução de CH_3COOH a ser utilizada

1. Calcular o volume de CH_3COOH concentrado (99,7 %m/m, $d = 1,05 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$) necessário para preparar 50 mL de uma solução de CH_3COOH de concentração $0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
2. Em um balão volumétrico de 50,0 mL, previamente lavado e rinsado, adicionar cerca de 50 mL de água destilada. Com uma pipeta graduada, previamente lavada e seca, transferir cuidadosamente o volume de CH_3COOH concentrado calculado na questão 1 para o balão. Completar o volume com água destilada, tomando o cuidado para o acerto correto do menisco.
3. Homogeneizar corretamente a solução resultante e reservar.

PARTE B - Preparo da solução de $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ a ser utilizada

1. Calcular a massa de $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (99 %m/m) necessária para a preparação de 100 mL de uma solução de $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ de concentração $0,01 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
2. Utilizando uma balança semi-analítica, pesar, em béquer de 50 mL, uma massa de $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ sólido próxima à calculada na questão 2. Adicionar cerca de 50 mL de água destilada ao béquer, para dissolução do acetato, agitando com um bastão de vidro. Transferir quantitativamente (ou seja, sem que ocorram perdas) a solução do béquer de 50 mL para um balão volumétrico de 100,0 mL e completar o volume com água destilada, tomando o cuidado para não ultrapassar o volume esperado.
3. Homogeneizar corretamente a solução resultante.

PARTE C - Preparo da solução Tampão pH 5,0

1. Calcular em que razão devem estar as concentrações de soluções de CH_3COONa , $3\text{H}_2\text{O}$ 0,01 mol/L e CH_3COOH 0,1 mol/L , a fim de se preparar um tampão com pH 5,0. **OBS:** Utilizar a equação de Henderson-Hasselbalch.
2. Em bureta de 25,00 e 50,00 mL (devidamente rinsadas com solução), adicionar as soluções de ácido e acetato, respectivamente. Adicionar os volumes de ácido e acetato (previamente calculados na questão 3) em um béquer de 100 mL. Agitar com bastão de vidro e ler o pH através do pH metro digital. Anotar o valor de pH.

Tópicos para Estudo

- Equilíbrio iônico
- Solução tampão