



ANÁLISE QUÍMICA

Índice

Regras de Segurança	02
Instruções de Trabalho	04
Materiais usados em laboratório	05
Manejo do bico de gás	10
Técnicas de transferência de materiais	12
Acidentes mais comuns em laboratório e primeiro-socorros	15
Experimento 01: Técnicas de medidas de volume e massa	16
Experimento 02: Processos Gerais de Separação de Misturas	20
Experimento 03: Fenômenos físicos e químicos	25
Experimento 04: Densidades	30
Experimento 05: Calibração de instrumentos volumétricos	33
Experimento 06: Fracionamento como método de análise	39
Experimento 07: Construção da curva de solubilidade de um sal	40
Experimento 08: Supersaturação	42
Experimento 09: Extração do óleo de amendoim	43
Experimento 10: Determinação do equivalente-grama do cloro	45
Experimento 11: Propriedades funcionais de ácidos e bases	47
Experimento 12: Polaridade molecular e solubilidade das substâncias	51
Experimento 13: Análise de um sal hidratado	54
Experimento 14: Determinação de massa por via indireta	56
Cromatografia	57
Experimento 15: Cromatografia em coluna	68
Referências Bibliográficas	72

REGRAS DE SEGURANÇA

O laboratório de Química não é um local perigoso de trabalho, mas é necessário uma dose razoável de prudência da parte do aluno para mantê-lo seguro. Para a maioria das operações de laboratório existem instruções específicas que cada aluno deve obedecer para o bem de sua segurança e da de seus colegas; todavia, algumas regras são de aplicação tão generalizada que são resumidas a seguir:

1 – Não brinque em serviço; lembre-se sempre que o laboratório é lugar para trabalho sério.

2 – Qualquer acidente deve ser imediatamente comunicado ao professor.

3 – Use sempre avental.

4 – Faça apenas as experiências indicadas pelo professor; é proibido realizar experiências não autorizadas.

5 – Leia atentamente os rótulos dos frascos dos reagentes antes de utilizá-los; faça leitura pelo menos duas vezes, a fim de evitar enganos.

6 – Use a capela quando tiver que manusear líquidos tóxicos e voláteis.

7 – Evite derramar líquidos, mas, se o fizer, limpe imediatamente o local (consulte o professor).

8 – Se alguma solução ou reagente respingar em sua pele ou olhos, lave-se imediatamente com bastante água corrente e avise o professor.

9 – Não toque os produtos químicos com as mãos a menos que seja autorizado pelo professor.

10 – Não prove quaisquer produtos químicos ou soluções a menos que seja autorizado pelo professor; se tiver que fazê-lo, faça em gotas e depois lave a boca com bastante água. Não engula o material. Se alguma substância ou solução for ingerida acidentalmente procure imediatamente o professor.

11 – Não inale gases ou vapores desconhecidos se for possível evitá-lo; se for necessária a inalação nunca o faça diretamente colocando o rosto sobre o recipiente que contém o líquido. Use a sua mão para frente e para trás, a pouca distância do recipiente. Aspire vagarosamente.

12 – Mantenha a sua cabeça e seu vestuário afastados das chamas.

13 – Quando aquecer uma substância ou solução num tubo de ensaio dirija a boca do mesmo para um lado em que você e seus colegas não possam ser atingidos por eventuais projeções do conteúdo do tubo.

14 – nunca aqueça recipientes que contenha líquidos voláteis e inflamáveis em chama direta e nem os coloque nas vizinhanças de chamas; use banho-maria.

15 – Tenha muito cuidado com materiais inflamáveis; qualquer princípio de incêndio deve ser imediatamente abafado com uma toalha (avise o professor). Já na primeira vez que entrar no laboratório procure familiarizar-se com a localização de extintores de incêndio, toalhas, chuveiros de emergência, etc.

16 – Nunca empregue equipamento de vidro trincado ou quebrado, substitua-o imediatamente.

17 – Preste muita atenção quando manusear materiais de vidro tais como tubos e termômetros pois o vidro é frágil e se rompe com facilidade, acidente que freqüentemente produz lesões, às vezes graves.

18 – Não abandone peças de vidro aquecidas em qualquer lugar; lembre-se que o vidro quente tem a mesma aparência do vidro frio. Deixe-as esfriar demoradamente sobre uma tela de amianto.

19 – Adicione sempre o ácido à água para diluir um ácido concentrado, nunca adicione água ao ácido.

20 – Lave bem as mãos antes de deixar o laboratório.

21 – Consulte o professor quando tiver alguma dúvida.

INSTRUÇÕES DE TRABALHO

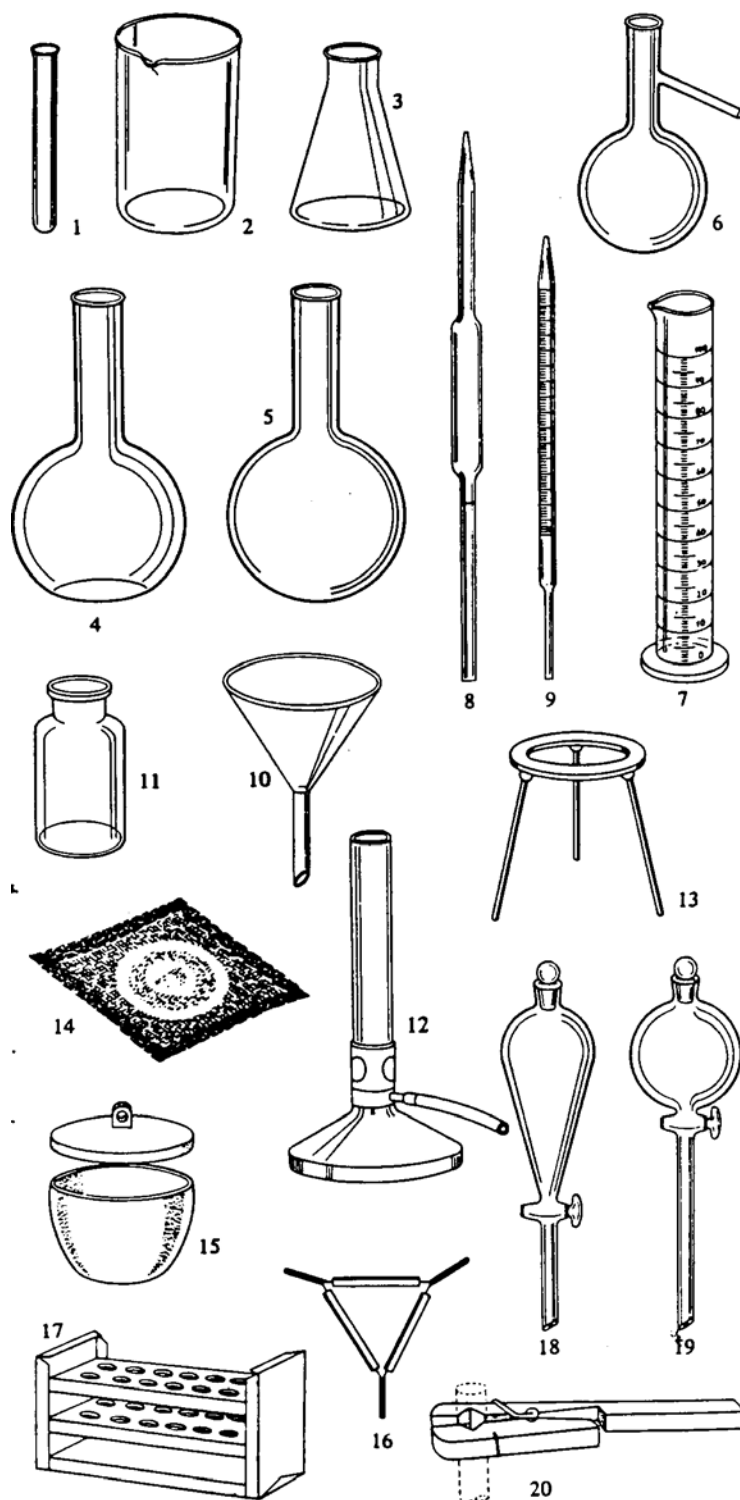
A finalidade deste item é apresentar ao aluno mais algumas regras que dizem respeito agora não tanto à segurança, porém, mais ao método geral de trabalho, tais instruções são as seguintes:

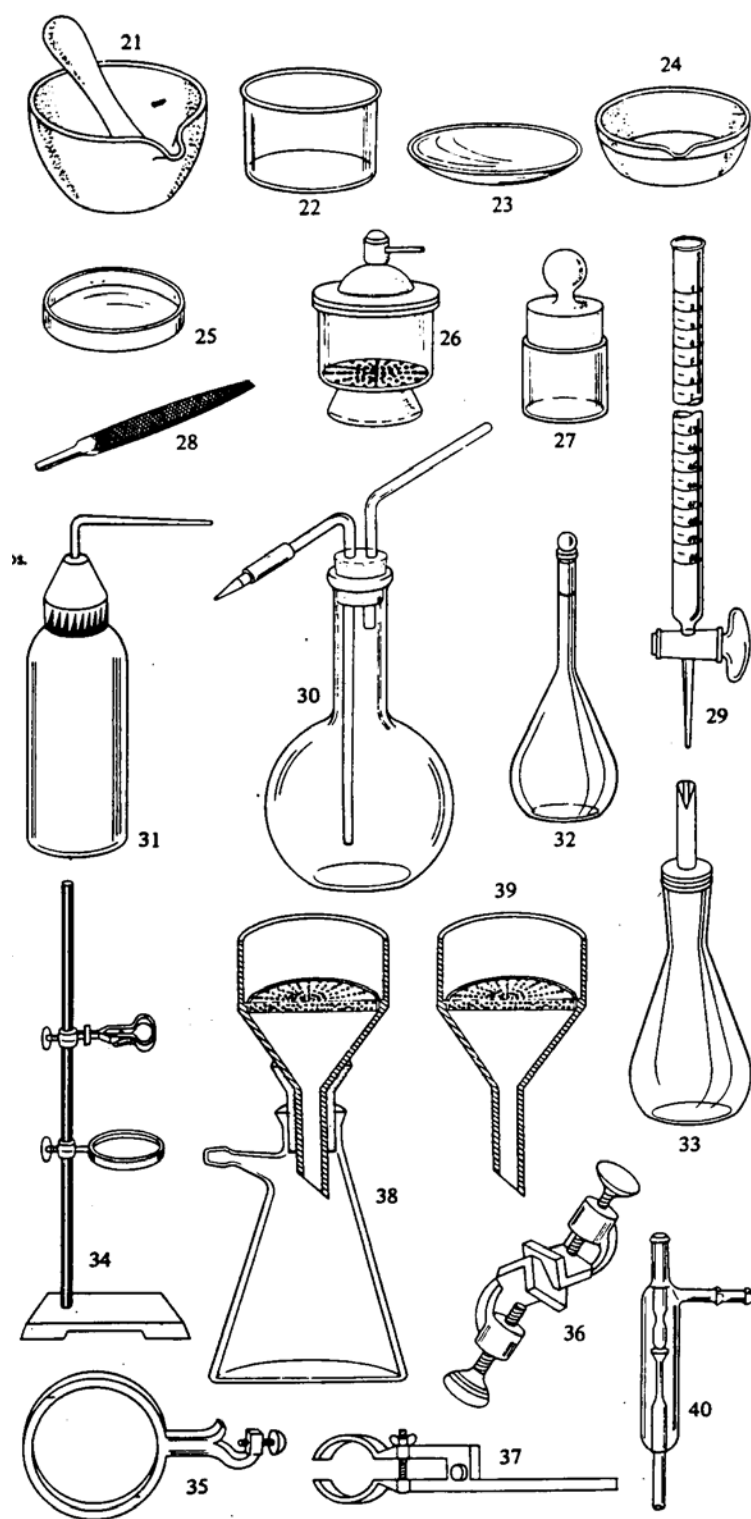
- 1 – Não fume no laboratório.
- 2 – Peça autorização ao professor se quiser modificar o processo experimental ou alterar as quantidades ou natureza dos reagentes a utilizar.
- 3 – Não devolva as sobras de reagentes aos frascos de origem para não impurificar o seu conteúdo; pelo mesmo motivo não introduza quaisquer objetos nos frascos que contém soluções, salvo o conta-gotas próprio de que alguns são dotados.
- 4 – Jogue no recipiente apropriado destinado ao lixo todos os sólidos e pedaços de papel usados; nunca jogue na pia fósforos, cacos de vidro, papel filtro ou qualquer sólido ainda que ligeiramente solúvel.
- 5 – Dilua as soluções residuais com bastante água corrente ao despejá-las na pia.
- 6 – Não aqueça cilindros graduados ou frascos volumétricos.
- 7 – Para furar uma rolha de cortiça use o furador de diâmetro igual ao do tubo de vidro; se a rolha for de borracha verifique se o furador tem diâmetro igual ao do tubo e use o de número imediatamente superior.
- 8 – Nunca tente introduzir tubos de vidro, termômetros ou haste de funil em rolhas de borracha sem lubrificar o tubo e o orifício com água; além disso, proteja as mãos com um pano grosso (toalha). Pegue a rolha firmemente com uma das mãos e com a outra introduza o tubo no orifício, girando o tubo e a rolha em sentidos opostos, de um lado para outro. A fim de diminuir a possibilidade de ruptura do tubo mantenha as mãos o mais próximas possível.
- 9 – Quando tentar remover um tubo de vidro, termômetro ou haste de funil de uma rolha de borracha, lubrifique-o com um pouco de água (relubrifique, se necessário). Se a borracha estiver grudada no vidro, não force; corte-a.

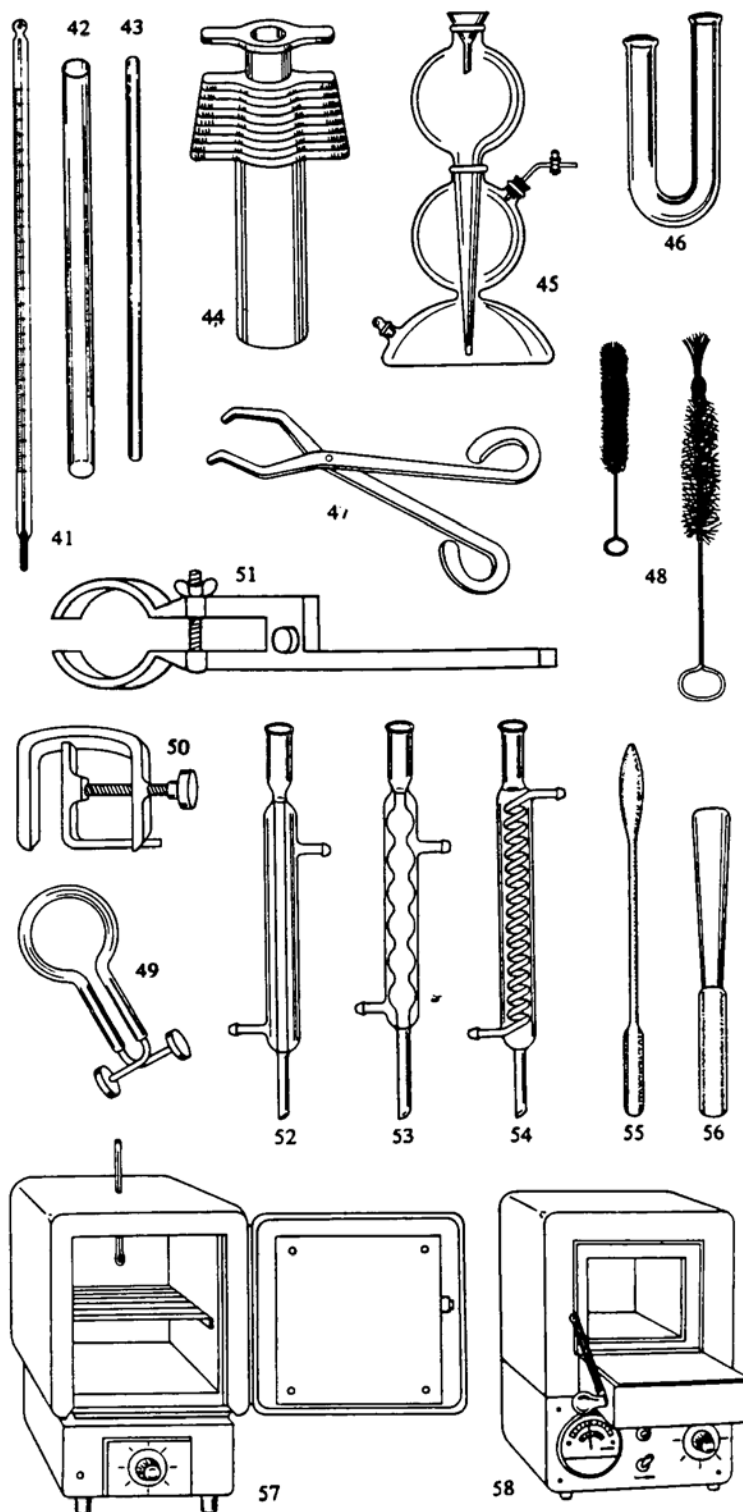
MATERIAIS USADOS EM LABORATÓRIO

- 1 – Tubos de ensaio: Usado em reações químicas, principalmente em testes de reação.
- 2 – Copo de Becker: usado para aquecimento de líquidos, reações de precipitação, etc.
- 3 – Erlenmeyer: Usado em análises titulométricas e aquecimento de líquidos.
- 4 – Balão de fundo chato: Usado para aquecimentos e armazenagem de líquidos.
- 5 – Balão de fundo redondo: Usado para aquecimento de líquidos e reações com desprendimento de gases.
- 6 – Balão de destilação: Usado em destilações. Possui saída lateral para a condensação dos vapores.
- 7 – Proveta ou Cilindro graduado: Usado para medidas aproximadas de volumes de líquidos.
- 8 – Pipeta volumétrica: Usada para medir volumes fixos de líquidos.
- 9 – Pipeta graduada: Usada para medir volumes variáveis de líquidos.
- 10 – Funil de vidro: Usado em transferência de líquidos e em filtrações simples de laboratório. O funil com colo longo e estrias é chamado de funil analítico.
- 11 – Frasco de reagente: Usado para o armazenamento de soluções.
- 12 – Bico de Bunsen: Usado em aquecimentos de laboratório.
- 13 – Tripé de ferro: Usado para sustentar a tela de amianto.
- 14 – Tela de amianto: Usado para distribuir uniformemente o calor em aquecimentos de laboratório.
- 15 – Cadinho de porcelana: Usado para aquecimento à seco (calcinações) no bico de Bunsen e mufla.
- 16 – Triângulo de porcelana: Usado para sustentar cadinhos de porcelana em aquecimentos diretos no bico de Bunsen.
- 17 – Estante para tubos de ensaio: Suporte para tubos de ensaio.
- 18 – Funis de decantação: Usados para separação de líquidos imiscíveis.
- 19 – Idem 18.
- 20 – Pinça de madeira: Usada para segurar os tubos de ensaio durante aquecimentos diretos no bico de bunsen.
- 21 – Almofariz e pistilo: Usado para triturar e pulverizar sólidos.
- 22 – Cuba de vidro: usada para banhos de gelo e fins diversos.
- 23 – Vidro de relógio: Usado para cobrir béqueres em evaporações, pesagens e fins diversos.
- 24 – Cápsula de porcelana: Usada para evaporar líquidos em soluções.
- 25 – Placa de Petri: usada para análises microbiológicas.
- 26 – Dessecador: Usado para resfriar substâncias em ausência de umidade.
- 27 – Pesa-filtros: Usado para pesagens de sólidos.
- 28 – Lima triangular: usadas para cortes de tubos de vidros.
- 29 – Bureta: Usadas para medidas precisas de líquidos e em análises volumétricas.
- 30 – Frasco lavador: Usado para lavagens, remoção de precipitados e outros fins.
- 31 – Pisseta: Usada para os mesmos fins do frasco lavador.

- 32 – Balão volumétrico: Usado para preparar e diluir soluções.
- 33 – Picnômetro: Usado para determinar a densidade de líquidos.
- 34 – Suporte Universal:
- 35 – Anel para funil:
- 36 – Mufa
- 37 – Garra metálica: Todos usados em filtrações, sustentação de peças, tais como condensador, funil de decantação e outros fins.
- 38 – Kitassato e funil de Buchner: Usados em conjunto para filtração à vácuo.
- 39 – Idem 38.
- 40 – Trompa de vácuo: Usada em conjunto com o kitassato e o funil de Buchner em filtrações à vácuo.
- 41 – Termômetro: Usado para medidas de temperatura.
- 42 – Vara de vidro: Usada para montagens de aparelhos, interligações e outros fins.
- 43 – Bagueta ou vara de vidro: Usada para agitar soluções, transporte de líquidos na filtração e outros fins.
- 44 – Furador de rolha: usado para furagem de rolhas.
- 45 – Aparelho de kipp – Usado para produção de gases, tais como H_2S , CO_2 , etc.
- 46 – Tubo em U: Usado em eletrólise.
- 47 – Pinça metálica Castelow: Usada para transporte de cadinhos e outros fins.
- 48 – Escovas de limpeza – Usada na limpeza de tubos de ensaio e outros materiais.
- 49 e 50 – Pinça de Mohr e pinça de Hoffman: usadas para impedir ou diminuir fluxos gasosos.
- 51 – garra para condensador: Usada para sustentar condensadores na destilação.
- 52, 53 e 54 – Condensadores: Usado para condensar os vapores e gases da destilação.
- 55 e 56 – Espátulas: Usadas para transferência de substâncias sólidas.
- 57 – Estufa: Usada para secagem de materiais (até $300^{\circ}C$).
- 58 – Mulfa: Usada para calcinações (até $1500^{\circ}C$).





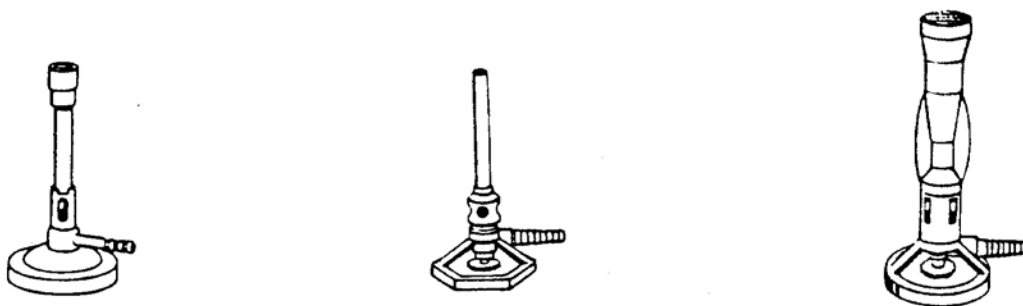


MANEJO DO BICO DE GÁS

Muitas operações de laboratório necessitam de uma fonte de calor de construção e manejo simples; tais fontes são os bicos de gás cujos tipos mais comuns são os seguintes:

- a) Bunsen
- b) Tirril
- c) Meker

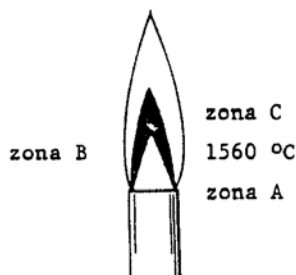
Tais bicos são apresentados pelas figuras abaixo:



Do ponto de vista operacional dos três tipos básicos são fundamentalmente semelhantes; em todos eles o gás é injetado logo acima da base e se mistura no tubo com o ar que é aspirado por ele, através dos orifícios cuja abertura pode ser modificada com o auxílio de um anel correição também perfurado. No bico de Bunsen a quantidade de gás que nele é queimada é regulada pelo registro de gás da mesa do laboratório ao passo que, no Tirril e no Meker, a regulagem é feita por um registro de agulha localizada na base do bico. Nos bicos de Bunsen e Tirril o tubo é cilíndrico enquanto que no de Meker ele apresenta um estrangulamento que provoca uma mistura mais íntima do gás e do ar, que propicia uma combustão mais rápida e uniforme; além disso, na boca do Meker há uma grade metálica que melhora as condições de combustão.

A maneira correta de acender um bico de gás consiste em fechar completamente a entrada de ar, abrir o registro do gás e chegar a chama de um fósforo ou isqueiro à boca do bico (lateralmente). Operando dessa maneira, obtém-se uma chama amarela e fuliginosa, luminosa, porque a combustão é incompleta; abre-se então, gradualmente a entrada de ar até que a chama se torne azul, sinal de que o gás está sendo queimado completamente.

O aspecto normal da chama de um bico de gás é o da figura abaixo:



A zona A é a região mais fria da chama; nela a temperatura é de somente 300°C e aí o gás praticamente não queima. O cone interno (zona B), luminoso, que contém ainda combustível não queimado, é denominado chama redutora ou zona redutora da chama; o cone externo (zona C), quase incolor, tem o nome de chama oxidante ou zona oxidante da chama, porque nele a combustão é completa e há excesso de oxigênio. Esta zona é a região mais quente da chama e nela, no bico de Bunsen, a temperatura alcança valores da ordem de 1560°C no ponto localizado a 2/3 da altura da chama medida a partir da sua base.

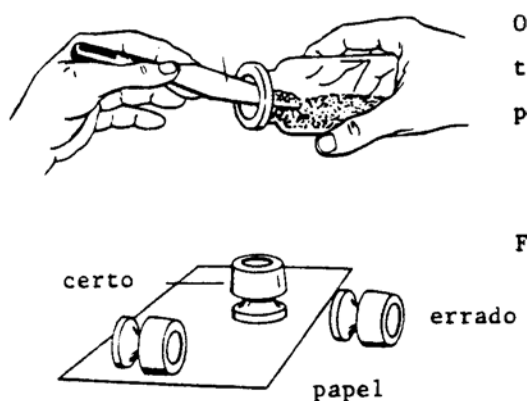
Quando se acende o bico de Bunsen com o registro de ar aberto a chama retorna e o gás queima dentro do tubo, quando isto acontecer, você deverá apagar o bico e deixá-lo esfriar completamente para depois acendê-lo corretamente.

TÉCNICAS DE TRANSFERÊNCIA DE MATERIAIS

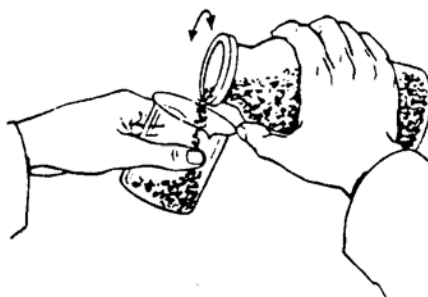
Em qualquer experimento químico a interpretação dos dados obtidos experimentalmente baseia-se na pressuposição de que os únicos componentes do sistema no seu estado inicial são os reagentes que foram utilizados; isto significa que se deve manejá-los de modo a evitar que sejam contaminados por materiais estranhos ao sistema, o que se pode fazer seguindo certas regras estabelecidas pela prática.

1 – Transferência de sólidos

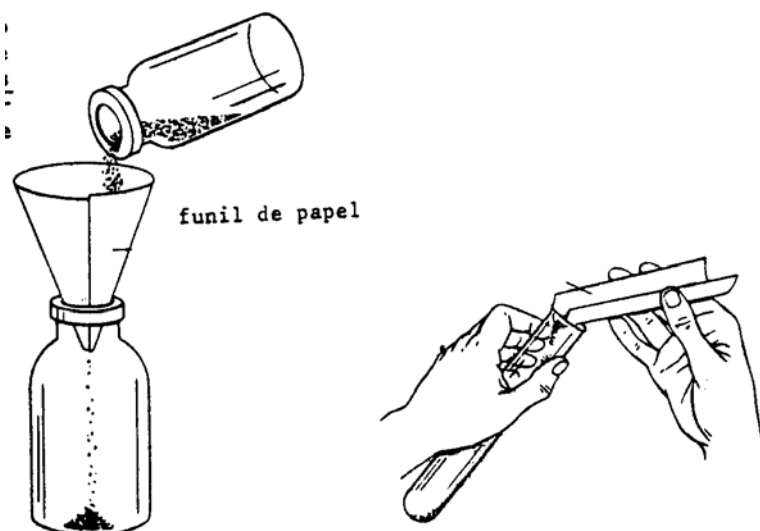
Para transferir um material granulado ou pulverizado de um frasco depósito para outro recipiente, use geralmente uma espátula limpa e seca, conforme a figura abaixo:



Para retirar uma grande quantidade de um reagente sólido de um frasco depósito gire o frasco lentamente de um lado para o outro, inclinando-o para frente como é mostrado na figura abaixo; desta maneira, você pode controlar a vazão do sólido, fazendo-a lenta ou rápida como desejar.

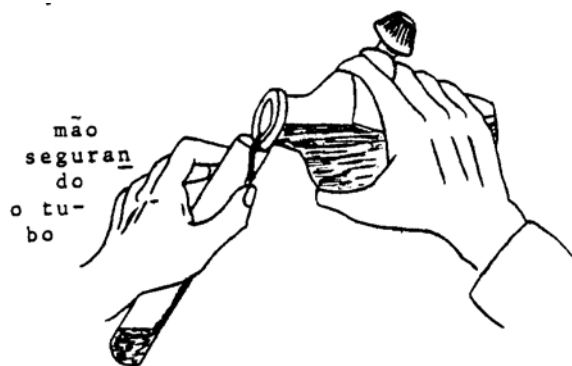


Uma folha de papel pode ser bastante útil quando você desejar transferir um sólido para um recipiente de boca estreita; o processo empregado dependerá da quantidade de sólido que deverá ser transferida, conforme as figuras abaixo:

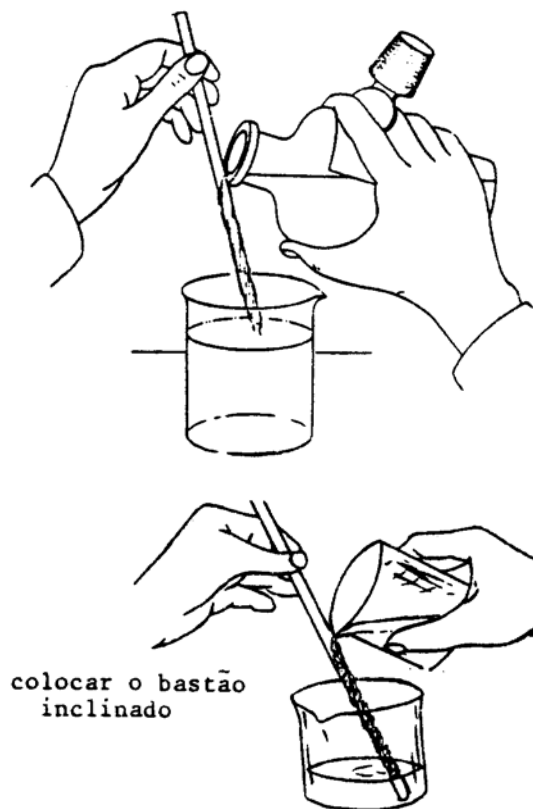


2 – Transferência de líquidos:

Para transferir um líquido de um frasco depósito para um tubo de ensaio você deve levar os recipientes à altura dos olhos, com os braços dobrados, mantendo o rótulo ou etiqueta do frasco para cima conforme mostra a figura abaixo. Tome os devidos cuidados para não contaminar a rolha do frasco. Proceda de modo semelhante quando transferir um líquido de um béquer para um tubo de ensaio.



Para transferir um líquido de um frasco depósito ou de um béquer use um bastão de vidro para evitar respingos, conforme mostram as figuras abaixo:



Por outro lado, para transferir um líquido para um recipiente de boca estreita, como por exemplo uma bureta, você pode usar um pequeno funil de vidro, limpo e seco.

Finalmente, depois que você retirou um líquido de um frasco depósito lave-o externamente para remover qualquer gota que tenha corrido pela parede e enxágüe-o; esta operação é particularmente importante quando o líquido for corrosivo ou venenoso.

ACIDENTES MAIS COMUNS EM LABORATÓRIO E PRIMEIROS SOCORROS

Queimaduras

- a) Queimaduras causadas por calor seco (chama e objetos aquecidos).

No caso de queimaduras leves, aplicar pomada de picrato de butesina. No caso de queimaduras graves, elas devem ser cobertas com gase esterilizada umedecida com solução aquosa de bicarbonato de sódio a 5%.

- b) Queimaduras por ácidos

Lavar imediatamente o local com água em abundância, durante cerca de cinco minutos. Em seguida, lavar com solução saturada de bicarbonato de sódio e novamente com água. Secar, aplicando, então, mertiolate.

- c) Queimaduras por álcalis

Lavar a região atingida com bastante água, durante cinco minutos. Tratar com solução de ácido acético 1% e novamente lavar com água. Secar a pele e aplicar mertiolate.

Ácidos nos olhos

Nos laboratórios existem lavadores de olhos acoplados aos chuveiros de emergência. A lavagem deve ser feita por quinze minutos, após o que se aplica solução de bicarbonato de sódio a 1%.

Álcalis nos olhos

Proceder como no item anterior, apenas substituindo a solução básica de bicarbonato por uma solução de ácido bórico a 1%.

Intoxicação por gases

Remover a vítima para um ambiente arejado, deixando-a descansar.

Ingestão por substâncias tóxicas

Administrar uma colher de sopa de “antídoto universal”, que é constituído por: duas partes de carvão ativo, uma parte de óxido de magnésio e uma de ácido tânico.

Queimadura com fenol deve ser lavada com muito álcool etílico.

Intoxicação com ácidos e sais: tomar leite de magnésia e procurar o médico.

Qualquer acidente deve ser comunicado imediatamente ao professor. Importante: Não perder a calma!!!

EXPERIMENTO Nº 01**TÉCNICAS DE MEDIDAS DE VOLUME E DE MASSA****Objetivos:**

Conhecer corretamente as diversas unidades de volume e a correspondência entre elas; identificar e caracterizar os recipientes volumétricos e sua limpeza; estar ciente dos erros que por ventura possam ocorrer e procurar evitá-los.

Introdução Teórica:

Unidades de volume: $1 \text{ L} = 1 \text{ dm}^3$

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

$$1 \text{ L} = 1000 \text{ cm}^3 = 1000 \text{ mL}$$

Recipientes volumétricos: Identificação e caracterização.

Proveta:

Recipiente de vidro ou de plástico para medidas aproximadas. As provetas possuem volume total variável, como 5, 10, 25, 50, 250, 500, 1000 e 2000 mL.

Pipeta:

As pipetas são aparelhos para medidas mais precisas. Existem dois tipos de pipeta: as não-graduadas (volumétricas) e as graduadas. A volumétrica tem apenas um traço de aferição na parte superior para indicar a sua capacidade. Já a graduada possui uma escala, que nos permite obter variadas medidas de volume.

Bureta:

Destina-se especificamente a titulações. É um tubo cilíndrico, graduado em mL ou 0,01 mL, com uma torneira controladora de vazão na extremidade inferior. Quando graduadas em 0,01 mL, chamam-se microburetas e são utilizadas para medir volumes com maior precisão. Há também as buretas automáticas, com dispositivos que conduzem o líquido automaticamente para dentro delas; evita-se assim, a contaminação do líquido pelo gás carbônico do ar.

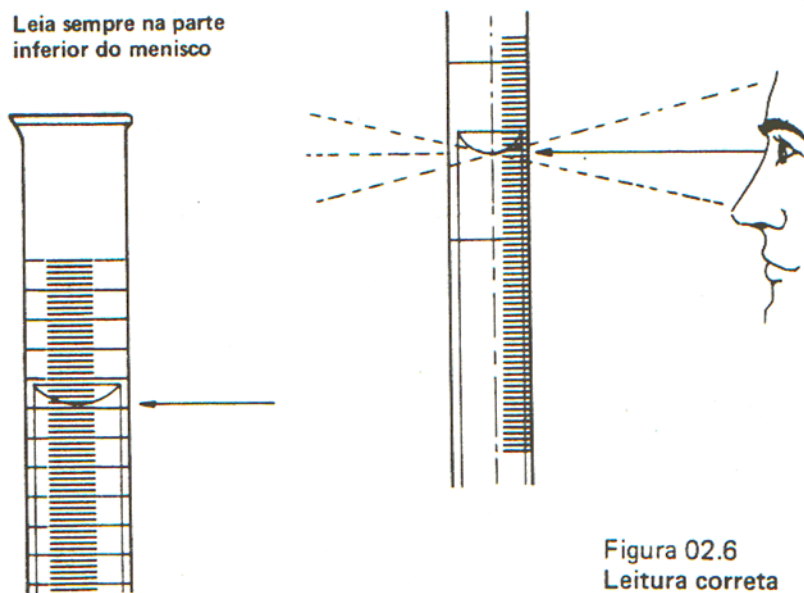
Balão volumétrico:

São recipientes de vidro, com o colo longo e fundo chato. Um traço de aferição no gargalo indica a sua capacidade volumétrica. Há balões de 50, 100, 250, 500 1000 e 2000 mL.

Procedimento Experimental:

1 – *Proveta*: Deve ser utilizada na forma vertical, e para aferição eleve o menisco até a altura dos olhos. Para esvaziar o líquido, entorna-lo vagarosamente (pode-se usar

um bastão de vidro para um bom escoamento, evitando que haja respingos) e permanecer com a mesma posição inclinada até o completo escoamento.



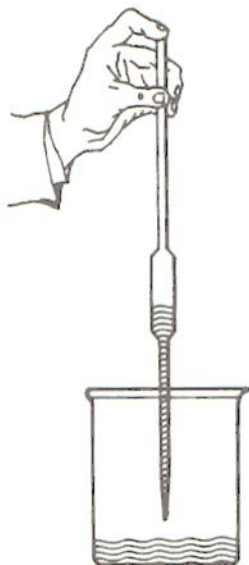
2 – Balão Volumétrico: Deve-se trabalhar com o mesmo na posição vertical.

Primeiramente faz-se uso do funil para colocar o líquido, o que será feito em etapas, sendo que cada uma o aluno deve agitar (homogeneizar) a solução.

Isso se consegue através de movimentos circulares lentos com o balão, sendo que uma das mãos deverá segurar o gargalo e a outra segurar a parte inferior do mesmo. Para aferição, colocar o frasco sobre a mesa ou balcão e fazer a leitura tomando como base a parte inferior do menisco. Após isso, colocar a tampa e fazer total homogeneização com movimentos lentos, no sentido de rotação.

3 – Pipeta: A pipetagem de uma solução deverá ser de modo metódico e cuidadoso. Os passos são os seguintes:

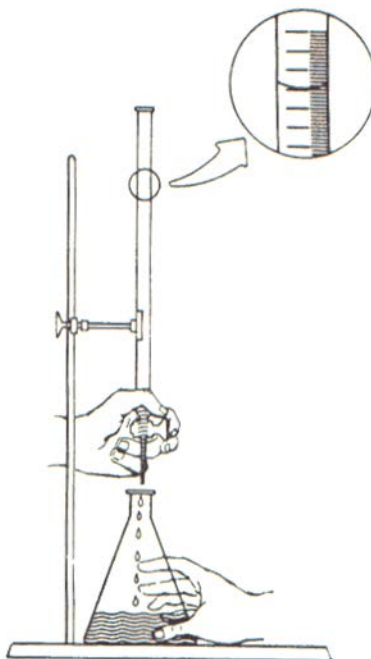
- Levar a pipeta com a mão até próximo do fundo do recipiente, tomando o cuidado de não bater a parte inferior da pipeta no fundo do mesmo.
- Com os dedos indicador e polegar, segurar a pipeta, como a figura abaixo:



- c) Fazer a sucção com a boca na parte superior da pipeta até notar que o líquido subiu um pouco acima do traço de aferição (fazer esse passo devagar para não ir líquido à boca).
- d) Tampar o orifício de sucção rapidamente com o dedo indicador, sendo que os outros deverão estar segurando a pipeta.
- e) Elevar a pipeta até que o traço de aferição coincida com a altura dos olhos.
- f) A outra mão deverá estar segurando o recipiente da solução de modo que a parte inferior da pipeta toque a parede lateral.
- g) Diminuir levemente a pressão exercida pelo dedo indicador deixando escoar o líquido do interior da mesma até se conseguir aferição. Enxugar a parte externa com papel.
- h) Levar a pipeta até o recipiente de destino e deixar escoar através da parede lateral do mesmo.
- i) Após o escoamento total do líquido, tocar com a ponta na parede lateral do recipiente para que se escoe a última gota da pipeta.
- j) Para pipetar líquidos tóxicos, voláteis ou corrosivos, usar pêra de borracha.
- k) Nas pipetas de escoamento total (aquelas cuja graduação vai até a ponta) deve-se soprar para escoar o último mililitro.

4 – Bureta:

- a) Montar a bureta no suporte universal.
- b) Fechar a torneira de controle de escoamento.
- c) Com o auxílio do funil, carregar a bureta com a solução a ser usada (HCl).



- d) Retirar o ar contido entre a torneira e a extremidade inferior da bureta.
- e) Enche-la.
- f) Acertar o menisco com o traço de aferição que fica na parte superior da mesma (ZERO).
- g) Se necessário, lubrificar a torneira da bureta com vaselina.
- h) Colocar um erlenmeyer sob a torneira, contendo solução de NaOH, conforme a figura acima.
- i) Adicionar à solução do erlenmeyer 5 gotas de indicador fenolftaleína.
- j) Com a mão esquerda, segurar a torneira de escoamento e com o auxílio dos dedos polegar, médio e indicador dar início ao escoamento.
- k) Adicionar a solução de HCl contida na bureta à solução de NaOH contida no erlenmeyer até mudança de cor do indicador fenolftaleína.
- l) Anotar o volume gasto de ácido.

ERROS MAIS COMUNS

- Leitura do menisco tomando a sua parte superior.
- Medir volumes de soluções quentes.
- Uso de material inadequado para medir volumes.
- Uso de material molhado e/ou sujo.
- Formação de bolhas nos recipientes.
- Controle indevido da velocidade de escoamento.

LAVAGEM E SECAGEM DOS MATERIAIS

A lavagem dos materiais deve ser feita com sabão ou outro desengordurante mais eficiente. No caso das pipetas, usar o sistema de embebedimento por certo tempo. Se necessário, os recipientes volumétricos devem ser lavados com mistura sufocrômica.

Posteriormente, lavar muito bem os materiais com água comum e em seguida com água destilada.

DETERMINAÇÃO DE MASSA

A massa de um corpo é determinada por comparação com massas conhecidas, com a utilização de balanças. Embora se trate de medida de massa, o procedimento é comumente denominado “pesagem”.

Há uma grande variedade de balanças de laboratório, desde as mais grosseiras até as de mais alta sensibilidade. É comum se encontrar, por exemplo, balanças de escala triplice, para determinação de massas até centenas de gramas, com precisão de $\pm 0,1\text{g}$ ou $\pm 0,001\text{g}$, e balanças analíticas para cargas máxima de 160 g com precisão de $\pm 0,0001\text{g}$.

CUIDADOS GERAIS COM BALANÇAS DE LABORATÓRIO

As balanças são instrumentos delicados e caros que devem ser manejados com cuidado, para que permaneçam em boas condições de funcionamento. Recomendam-se os seguintes cuidados gerais:

- a) A balança deve ser mantida limpa. Caso algum material caia sobre o prato ou outra parte da balança, deve ser imediatamente removido.
- b) Os reagentes não devem ser colocados diretamente sobre o prato da balança, mas em recipientes apropriados (pesa-filtro, béquer, vidro de relógio, etc.) que devem estar limpos e secos.
- c) Os objetos e produtos químicos a serem pesados devem estar à temperatura ambiente.
- d) Terminada a pesagem, todos os objetos devem ser removidos dos pratos e os botões, massas aferidas ou cavaleiros (conforme o caso) recolocados na posição zero.

QUESTÕES

- 1) Uma solução está dentro de um recipiente a 80°C . Como você procederia para medir o volume?
- 2) Descreva a operação de lavagem de uma pipeta.
- 3) Qual a diferença entre pipetas de escoamento total e parcial?
- 4) O que é solução sulfocrômica? Qual a sua composição?
- 5) Escreva o procedimento para medida de 5 g de um reagente sólido PA.

EXPERIMENTO Nº 02

PROCESSOS GERAIS DE SEPARAÇÃO DE MISTURAS

Objetivo: Separar os componentes de vários tipos de misturas.

Introdução Teórica:

É a associação de duas ou mais substâncias diferentes cujas estruturas permanecem inalteradas, isto é, não ocorre reação química entre elas. Existem dois tipos de misturas: homogênea e heterogênea.

Na mistura homogênea, não é possível distinguir superfícies de separação entre os componentes, nem mesmo com os mais aperfeiçoados equipamentos de aumento, como ultramicroscópio e o microscópio eletrônico.

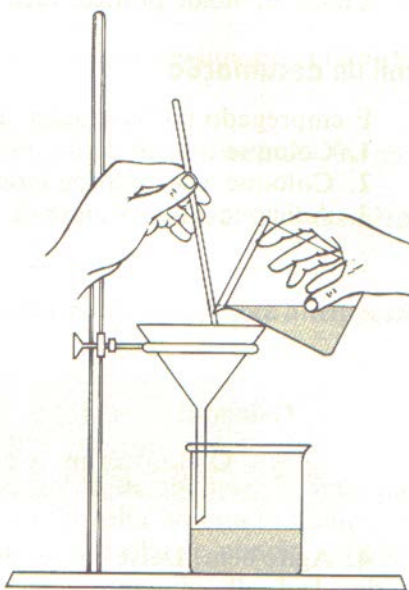
Na mistura heterogênea, é possível distinguir superfícies de separação entre os componentes – em alguns casos, a olho nu; em outros, com microscópio comum.

Para seu relatório, pesquise também sobre os diferentes métodos de separação de misturas: filtração simples, filtração à vácuo, destilação simples e fracionada e centrifugação.

Procedimento Experimental:

Filtração Simples

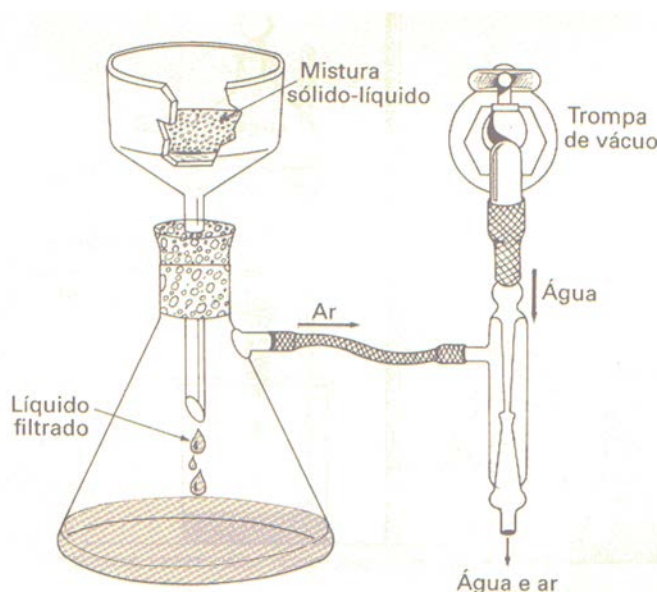
- Dobre o papel de filtro adequadamente.
- Coloque aproximadamente 50 mL de suspensão de carbonato de cálcio em um béquer.
- Filtre a suspensão utilizando a técnica mostrada na figura abaixo:



d) A fase sólida ficará retida no papel-filtro, e a fase líquida passará através do funil.

Filtração à vácuo

É empregada na separação de misturas sólido-líquido. Para tanto, usa-se um funil de Buchner (cujo fundo perfurado recebe o papel de filtro) e a trompa de vácuo, como a figura abaixo:

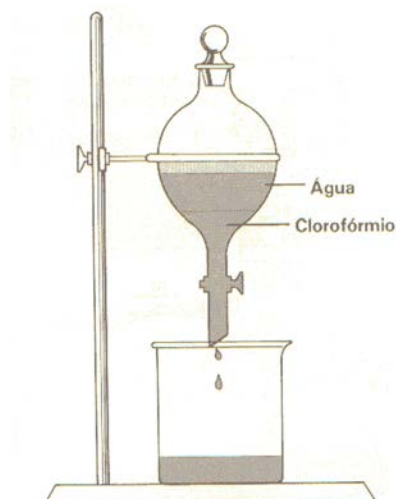


A trompa de vácuo é responsável pela sucção do ar, que puxa a mistura para baixo. O papel retém o material sólido, deixando passar o líquido. A filtração a vácuo recebe o nome de filtração com sucção ou ainda filtração à pressão reduzida. A técnica empregada é a mesma da filtração simples, tomando-se o cuidado, porém, de cortar o papel de modo tal que impossibilite a passagem de resíduos para o filtrado. Como atividade prática, faça a filtração à vácuo de uma suspensão de carbonato de cálcio.

Funil de decantação

É empregado para a separação de líquidos não-miscíveis. Siga os passos:

a) Coloque o funil de decantação no suporte universal como a figura abaixo:



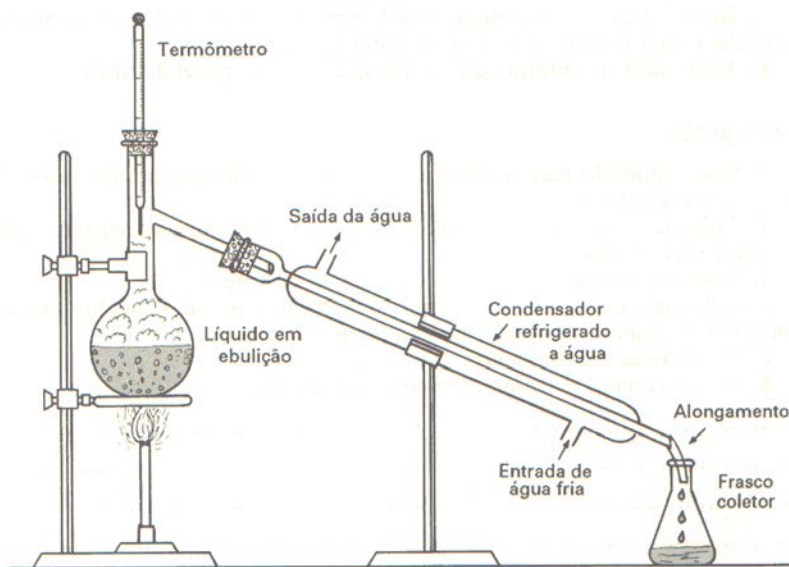
b) Abra lentamente a torneira e recolha o clorofórmio em um béquer, deixando apenas a água no funil.

O clorofórmio extrai o iodo da água. Por isso fica com cor violeta.

Destilação simples

É o processo utilizado para separar misturas homogêneas líquido-sólido. Proceda da seguinte maneira:

a) Monte a aparelhagem como mostra a figura abaixo:



b) Com o funil analítico e a proveta. Coloque aproximadamente 100 mL de uma solução de sulfato de cobre penta-hidratado no balão de fundo chato.

c) Para evitar super-aquecimento, coloque dentro da solução algumas pérolas de vidro.

d) Aqueça lentamente.

- e) Abra com cuidado a entrada de água do condensador.
- f) Observe que, quando a solução atinge o ponto de ebulição, a água passa para o estado gasoso e vai para o condensador, onde volta ao estado líquido.

Dissolução fracionada

É empregada na separação de misturas sólido-sólido.

- a) Misture cerca de 6 g de enxofre com 12 g de sulfato de cobre penta-hidratado sólido em um almofariz.
- b) Triture com o pistilo até obter um pó bem fino.
- c) Adicione água para dissolver o sulfato de cobre, pois o enxofre não é solúvel em água.
- d) Filtre a solução em um funil comum. Verifique a cor do filtrado.
- e) Deixe o filtrado em ebulição por 5 min e observe se a cor se mantém inalterada, comprovando a presença do sulfato de cobre.
- f) Verifique a constituição do resíduo que ficou no papel de filtro.

Centrifugação

Processo utilizado para acelerar a decantação.

- a) Coloque em um tubo de ensaio 5 mL de leite e algumas gotas de ácido acético diluído.
- b) Note que ocorre a precipitação da caseína do leite.
- c) Coloque o tubo no centrífugo, juntamente com um segundo tubo contendo igual quantidade de água para equilibrar o conjunto.
- d) Centrifugue por 3 minutos.
- e) Retire os tubos de ensaio e anote as suas observações.

QUESTÕES

- 1) Para que tipo de mistura devemos usar a filtração?
- 2) Quando se emprega a filtração a vácuo?
- 3) Como você separaria uma mistura de amido (maisena) com açúcar?
- 4) É uma mistura acetona-água?
- 5) Para que serve o filtro de ar do automóvel?
- 6) O aspirador de pó pode ser considerado um filtro? Por quê?
- 7) Qual a finalidade de uma centrífuga?
- 8) Defina o que é dissolução fracionada.
- 9) Por que uma mistura heterogênea sólido-líquido não deve ser destilada?

EXPERIMENTO Nº 03

FENÔMENOS FÍSICOS E FENÔMENOS QUÍMICOS

Objetivo:

Verificar, por procedimento experimental, as diferenças entre fenômenos físicos e fenômenos químicos.

Introdução Teórica:

Fenômeno físico: É aquele que não altera a estrutura das substâncias, ou seja, não altera sua composição química.

Fenômeno químico: É aquele que altera a estrutura das substâncias, modificando a sua composição química.

Procedimento Experimental:

a) Aquecimento da platina

Aqueça o fio de platina no bico de Bunsen por 30 segundos. Use uma pinça metálica para segurar o fio. Deixe esfriar. O que se observou?

O fenômeno é físico ou químico? Explique por quê. _____

b) Aquecimento do magnésio

Peque um pedaço de fita de magnésio com uma pinça metálica. Leve à chama do bico de Bunsen até a emissão da luz. O que aconteceu?

O fenômeno é físico ou químico? Explique o por quê.

Ocorreu alguma reação? Qual ?

Qual o aspecto do magnésio após o fenômeno?

c) Combustão do enxofre

Aqueça fortemente uma porção de enxofre aderida a um fio de platina ou dentro de um tubo de ensaio. O que você observou?

O fenômeno é físico ou químico? Explique por quê.

Ocorre alguma reação? Qual?

d) Decomposição do dicromato de amônio

Coloque uma ponta de espátula de dicromato de amônio em um tubo de ensaio. Aqueça no Bico de Bunsen. O que ocorreu?

O fenômeno é físico ou químico? Explique por quê.

Reação: $(\text{NH}_4)_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \rightarrow \text{Cr}_2\text{O}_3 + \text{N}_2 + 4 \text{H}_2\text{O}$

e) Sublimação do iodo

Observe a figura abaixo:

Coloque cinco cristais de iodo em um béquer de 100 mL.

Cubra o copo com um vidro de relógio. Despeje água no vidro de relógio até 2/3 do seu volume.

Coloque esse conjunto sobre uma tela de amianto. Aqueça em chama baixa até que os vapores de iodo cheguem ao vidro de relógio.

Esperre mais 5 segundos e desligue o gás.

Deixe esfriar o sistema durante 5 minutos.

Retire o vidro de relógio cuidadosamente e jogue fora a água.

Observe o vidro de relógio. O que há em sua face externa?

Ocorreu um fenômeno físico ou químico? Explique o por quê.

Qual o estado físico do iodo? _____. Qual a sua coloração? _____

O iodo possui algum cheiro? _____

Qual a cor dos vapores de iodo? _____

Qual a sua fórmula? _____.

O que é sublimação? _____

f) Reação entre iodeto de potássio e nitrato de chumbo

Pegue dois tubos de ensaio.

Despeje em um deles, cerca de 2 mL de solução a 0,25% de KI.

No outro, ponha igual volume de solução a 0,25% de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$.

Em seguida, verta o conteúdo de um tubo no outro.

O que se observou?

Escreva a equação química e explique o fenômeno.

Agora, aqueça o conteúdo do tubo de ensaio até ele entrar em ebulição. O que aconteceu?

Como você explica o acontecido?

O primeiro fenômeno é físico ou químico? Explique o por quê.

O segundo fenômeno é físico ou químico? Explique o porquê.

g) Identificação do gás carbônico

Coloque água de cal ou água de barita até 1/3 do volume de um tubo de ensaio.

Usando um canudinho de refrigerante ou tubo plástico de caneta esferográfica sem carga, sopre dentro do líquido do tubo de ensaio durante 30 segundos. O que aconteceu?

Explique, por meio de reações químicas, o ocorrido.

O fenômeno é físico ou químico? Explique por quê.

Dê a fórmula e o nome da substância introduzida quando você soprou o tubo de ensaio.

Dê as fórmulas e os nomes das substâncias que restaram no tubo de ensaio após o sopro.

h) Carbonização do açúcar

Adicione, cuidadosamente, algumas gotas ou alguns mililitros de ácido sulfúrico concentrado sobre uma pequena porção de açúcar num tubo de ensaio.

Observe durante 2 ou 3 minutos.

O que ocorreu? Houve um fenômeno físico ou químico? Explique por quê.

i) Perda da água de cristalização

No bico de Bunsen, aqueça uma pequena porção de sulfato cúprico decaidratado, colocada dentro de um tubo de ensaio. Quando notar alguma alteração, desligue o gás. O que ocorreu? Escreva a reação.

Quando esfriar, pingue um pouco de água. O que você observou?

O fenômeno é químico ou físico? Explique por quê.

QUESTÕES

1) Classifique os seguintes fenômenos:

- a) Queima de uma vela;
- b) Filtração da água;
- c) Formação da ferrugem;
- d) Fermentação do leite;
- e) Mistura de sal com água;
- f) Mistura de álcool com água;
- g) Queima de gasolina nos automóveis;
- h) Digestão dos alimentos;
- i) Respiração;
- j) A fotossíntese realizada pelas plantas.

EXPERIMENTO Nº 04**DENSIDADES****Objetivo:**

Medir a densidade absoluta de sólidos e líquidos. Aprender a utilizar corretamente densímetros, picnômetros e balança.

Introdução Teórica

Densidade absoluta (d) de uma substância pura ou de qualquer tipo de matéria é a relação entre sua massa (m) e seu volume (V).

$$d = m / V$$

A densidade (massa específica) é uma propriedade específica, isto é: cada substância pura tem a sua densidade própria, que a identifica e a diferencia das outras substâncias.

Densidade relativa de um material é a relação entre a densidade absoluta desse material e a densidade absoluta de uma substância estabelecida como padrão. No cálculo da densidade relativa de sólidos e de líquidos, o padrão usualmente escolhido é a densidade absoluta da água, medida a 4 °C, que é igual a 1,000 g/mL.

Observemos ainda que a variação da temperatura resulta em variação de volume. Por isso, a densidade depende da temperatura.

DENSIDADE DE SÓLIDOS**Procedimento:****a) Deslocamento de líquido**

- 1 – Determinar a massa do sólido.
- 2 – Colocar 100 mL de água numa proveta de 250 mL.
- 3 – Com muito cuidado, introduzir o sólido na proveta.
- 4 – Medir o volume de líquido deslocado na proveta.
- 5 – A diferença entre o novo volume e os 100 mL corresponde ao volume ocupado pelo sólido.
- 6 – Divida a massa do sólido pelo seu volume e obtenha a densidade do mesmo.

b) Cálculo matemático

- 1 – Determinar a massa dos sólidos
- 2 – Calcular, usando as fórmulas matemáticas de volume, o volume dos sólidos.
- 3 – Dividir a massa pelo volume obtido, obtendo a densidade do material.
- 4 – Compare as medidas de densidade obtida nesse item com o anterior.

DENSIDADE DE LÍQUIDOS**a) Determinação por densímetros**

Os densímetros permitem medir diretamente a densidade de líquidos. Assim como há régua de 10 cm, 20 cm, etc, há densímetros cuja escala permite medir diferentes intervalos de densidades.

- 1 – Verificar quanto vale cada intervalo de cada densímetro.
- 2 – Colocar o líquido que se deseja medir a densidade numa proveta de 250 mL até volume entre 230 e 250 mL.
- 3 – Lenta e cuidadosamente, introduzir no líquido o densímetro apropriado.
- 4 – Deixar que o aparelho flutue no líquido sem encostar nas paredes da proveta.
- 5 – Ler a densidade na parte da superfície livre do líquido em contato com o densímetro.

b) Determinação por picnômetro

Picnômetros são pequenos ballões volumétricos para se medir pequenos volumes de líquidos. Com a massa e o volume do líquido, pode-se calcular sua densidade. Os picnômetros dispõem de um pequeno orifício na sua tampa. Este orifício dispensa o acerto do menisco, pois o líquido deve transbordar pelo mesmo, ficando o aparelho totalmente cheio.

- 1 – Determinar a massa de um picnômetro limpo e seco.
- 2 – Ferver 250 mL de água, deixar esfriar até a temperatura ambiente.
- 3 – Encher o picnômetro com a água fervida e fria.
- 4 – Determinar a massa do picnômetro cheio.
- 5 – Consultar uma tabela de densidades e verificar a densidade da água na temperatura ambiente do laboratório.
- 6 – Terminar a aferição do picnômetro, calculando o volume real do mesmo.
- 7 – Encher o picnômetro com o líquido com o qual se deseja medir a densidade.
- 8 – Colocar a tampa e enxugar com um pano ou papel higiênico o líquido que escorreu pela parte de fora.
- 9 – Pesar o picnômetro cheio e anotar.
- 10 – Calcular a massa de líquido, descontando o peso do picnômetro vazio.
- 11 – Obtém-se a densidade do líquido dividindo-se a massa do líquido pelo volume real do picnômetro.

QUESTÕES

- 1) O que é aferição do picnômetro?
- 2) Descreva o uso do densímetro.
- 3) Como determinar a densidade de um bloco de madeira, de forma cúbica?
- 4) Se um litro de óleo comestível e 1 kg do mesmo óleo custassem o mesmo preço, seria mais vantagem comprar 1 litro de óleo ou 1 kg de óleo? Ou seria a mesma coisa? Explique por que. Densidade do óleo = $0,920 \text{ g/cm}^3$.
- 5) Por que o óleo flutua na água?
- 6) O álcool comercial apresenta cerca de 4 a 5% de água. É possível com um densímetro saber a porcentagem de água no álcool? Explicar.
- 7) Quais os erros mais comuns que se podem cometer no uso do picnômetro?
- 8) A temperatura influi na densidade? Por que?
- 9) A água quente é mais densa ou menos densa que a água fria? Por que?
- 10) A água do mar tem densidade igual, maior ou menor que a água destilada? Por que?

EXPERIMENTO Nº 05

CALIBRAÇÃO DE INSTRUMENTOS VOLUMÉTRICOS

Objetivos:

- Aprender a calibrar um instrumento de medida de volume.
- Aprender a conferir a calibração de um instrumento.
- Conferir a calibração de balões volumétricos, pipetas e buretas.

Introdução Teórica:

A **precisão** de um instrumento mede a maior ou menor dispersão das medidas feitas com esse instrumento ao redor do seu melhor valor. A precisão reflete os erros estatísticos ou erros casuais ou também chamados erros fortuitos da medida, os quais não tem como evitá-los. Eles, ora são negativos e ora são positivos.

A **exatidão** de um instrumento mede o quanto as medidas, ou o melhor valor, são feitas, com esse instrumento, se afastam do verdadeiro valor da medida (μ). A exatidão reflete o erro sistemático do instrumento, ou do valor medido. O erro sistemático pode ser determinado. Ele tem sinal, isto é, pode ser sempre negativo ou sempre positivo. Nunca acontece como o estatístico que na mesma medida pode ser negativo e positivo.

Os erros sistemáticos podem originar-se de erros do instrumento, erros do método e erros pessoais.

O desvio, ou erro sistemático, pode ser controlado e diminuído. E de posse do seu valor pode ser feita a correção no resultado final. Entretanto, nem sempre isto é possível na prática. Por motivos diversos, pode ser que não seja possível de reduzir, ou estabelecer correções para os erros sistemáticos.

Às vezes, eliminar um erro sistemático, relativamente pequeno em uma experiência, pode custar muito tempo e muito dinheiro, sendo inviável qualquer procedimento para a correção do mesmo.

Erros sistemáticos de qualquer tipo, que não possam ser reduzidos a um valor baixo ou para os quais não seja possível fazer correções, são chamados de **erros sistemáticos residuais**.

As incertezas residuais devem ser tratadas como incertezas estatísticas, para efeito de indicação do erro-padrão no resultado final de uma grandeza.

Erros do instrumento

Uma das principais fontes dos erros sistemáticos é a **calibração do instrumento**. Por isto, é necessário conferir se o instrumento em uso está corretamente calibrado ou aferido.

Esta atividade é peculiar a cada tipo de instrumento. Na química são usados muitos instrumentos aferidos, mas, entre os mais necessitados estão a balança e os aparelhos de medida de volume, tais como: balões volumétricos, pipetas volumétricas e graduadas, buretas, provetas, etc.

Procedimentos:

Limpeza da superfície

A limpeza da vidraria deve ser feita com detergente, agitando várias vezes e usando uma escova, enxaguando muito bem em seguida.

Se a vidraria não tiver suficientemente limpa após a lavagem com detergente, aplicar solução sulfocrômica (35 g de dicromato de potássio em um mínimo de água, adicionando lentamente ácido sulfúrico concentrado até completar 1 L), ou HCl 1:1.

Depois que fizer a limpeza da vidraria, lavar com água destilada.

Calibração de buretas

Manter a bureta na posição vertical fixado em suporte universal.

Encher a bureta com água destilada até cerca de 1 cm acima do menisco.

Verificar se não há vazamentos.

Medir a temperatura da água e acertar o menisco no zero.

Colocar um erlenmeyer de 125 mL na balança analítica e zerar.

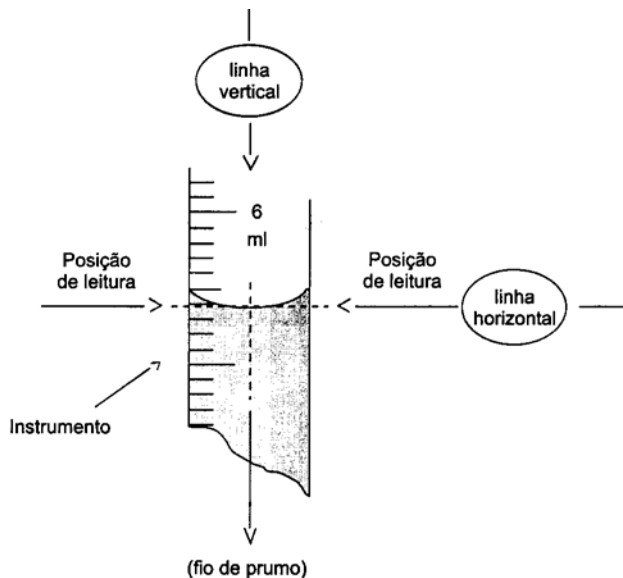


Figura 8.3 – Posição e ponto de leitura numa bureta contendo uma solução aquosa.

Colocar o erlenmeyer sob a bureta deixando o bico entrar em contato com a parte interna do frasco.

Transferir para o erlenmeyer o volume especificado na tabela abaixo, referente a bureta que está sendo usada:

Bureta (mL)	Calibrar a cada (mL)	Tolerância (mL)
10	2	0,02
25	5	0,03
50	10	0,05

Repesar o erlenmeyer imediatamente ao escoamento e anotar a massa.

Transferir os demais volumes citados na tabela.

Calibração de pipetas volumétricas

Colocar um erlenmeyer de 125 mL na balança analítica e zerar.

Encher a pipeta volumétrica com água destilada, com auxílio de uma pêra.

Acertar o menisco e transferir a água para o erlenmeyer na balança. Anotar a massa.

Medir a temperatura da água antes e depois da operação de calibração, considerando a média das duas medições.

Pipetas volumétricas com 1 traço, deixar escorrer totalmente, esperar cerca de 15 segundos, encostar a ponta no erlenmeyer e repesar.

Pipetas volumétricas com 2 traços, deixar escorrer totalmente, esperar cerca de 15 s e soprar.

Pipeta(mL)	Tolerância (mL)
0,5	0,005
1,0	0,008
2,0	0,01
5,0	0,015
10,0	0,02
20,0	0,03
25,0	0,03
50,0	0,05
100,0	0,08

Calibração de balão volumétrico

Encher o balão volumétrico até poucos milímetros da linha de graduação.

Adicionar água necessária, gota a gota, evitando molhar as paredes acima da linha.

Retirar, com o auxílio de papel de filtro, o excesso de água ou respingos nas paredes.

Pesar e anotar a massa.

Medir a temperatura da água antes e depois da operação de calibração, considerando a média das duas medições.

Balão volumétrico (mL)	Tolerância (mL)
5	0,025
10	0,025
25	0,04
50	0,06
100	0,10
200	0,15
250	0,15
500	0,25
1000	0,4

Se houver uma diferença de até mais ou menos 0,003 mL o balão volumétrico é classificado na **Classe A**, segundo o National Physical Laboratory conforme a tabela abaixo:

Tabela 8.4 – Erro máximo permitido em balões volumétricos para que os mesmos pertençam à Classe A, segundo o National Physical Laboratory

Capacidade Volumétrica	mL	25	50	100	250	500	1000	2000
Tolerância (erro)	±mL	0,033	0,04	0,06	0,1	0,15	0,2	0,4

Fonte: VOGEL, 1960.

Este material serve para trabalhos científicos. Os outros (com erro maior que 0,003), pertencem a **Classe B** e servem para trabalhos que exigem menor exatidão nos resultados.

Cálculo do volume:

$$V_r = \frac{m}{d} \cdot [1 - C_e \cdot (T - 20)]$$

onde:

V_r = volume real da vidraria calibrada.

m = massa da água usada na calibração da vidraria, em g.

d = densidade da água, obtida através da tabela I.

C_e = Coeficiente de expansão térmica, obtida através da tabela II.

T = temperatura da água destilada, em °C.

Cálculo do fator de correção

$$F_c = \frac{V_r}{V}$$

Onde:

V_r = volume real da vidraria calibrada.

V = volume nominal (volume inscrito na vidraria).

Tabela I – Densidades da água

Em (°C)	Temperatura									
	Em décimos de grau									
	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
10	0,999700	691	682	673	664	654	645	635	624	615
11	605	595	585	574	564	553	542	531	520	509
12	498	486	475	463	451	439	427	415	402	390
13	377	364	352	339	326	312	299	285	272	258
14	244	230	216	202	188	173	159	144	120	114
15	099	084	069	054	038	023	007	991	975	959
16	0,998943	926	910	893	877	860	843	826	809	792
17	774	757	739	722	704	686	668	650	632	613
18	595	576	558	539	520	501	482	463	444	424
19	405	385	365	345	325	305	285	265	244	224
20	203	183	162	141	120	099	078	056	035	013
21	0,997992	970	948	926	904	882	860	837	815	792
22	770	747	724	701	678	655	632	608	585	561
23	538	514	490	466	442	418	394	369	345	320
24	296	271	246	224	196	171	146	120	095	069
25	044	018	992	967	941	914	888	862	836	809
26	0,996783	756	929	703	676	649	621	594	567	540
27	512	485	457	429	401	373	345	311	289	261
28	232	204	175	147	118	089	060	031	002	973
29	0,995944	914	885	855	826	796	766	736	706	676
30	646	616	586	555	525	494	464	433	402	371

Fonte: Handbook of Physical Chemistry.

Tabela II – Coeficiente de Expansão Térmica

Material	Coeficiente de Expansão Térmica (cm ³ /°C)
Sílica (quartzo)	0,000016
Vidro borossilicato	0,000010
Vidro alcalino	0,000025

QUESTÕES

- 1) Cite 3 fatores que poderiam interferir na calibração das vidrarias.
- 2) O que é solução sulfocrômica?
- 3) A falha na limpeza é um dos fatores que contribuem para o erro de leitura de volumes. Cite 2 defeitos do menisco que poderiam ocorrer como consequência desse fato.
- 4) Qual a importância do fator de correção da vidraria?
- 5) Qual o prazo de validade para a calibração de uma vidraria?

EXPERIMENTO Nº 06

FRACIONAMENTO COMO MÉTODO DE ANÁLISE

Objetivo

Utilizar alguns dos processos mais comuns de fracionamento de misturas heterogêneas e soluções, a fim de analisar uma mistura constituída por cloreto de sódio (sal de cozinha) e sílica (areia).

Procedimento:

Anote a identificação da amostra que você recebeu e, depois, pese-a. Transfira-a integralmente para um béquer de 100 mL, junte 20 mL de água destilada e agite a mistura vigorosamente, durante 5 minutos com o auxílio de um bastão de vidro. Tome cuidado para não perder material.

Pese um papel de filtro já dobrado e cortado, junto com um vidro de relógio limpo, seco e numerado. Adapte o papel a um funil analítico com o auxílio de água destilada; deixe a haste do funil cheia de água para acelerar a filtração.

Pese uma cápsula de porcelana limpa, seca e numerada.

Decante a maior parte do líquido que sobrenada a areia através do filtro, recolhendo o filtrado num cilindro graduado de 50 mL, transfira todo o sólido para o funil com o auxílio dos jatos de água de um frasco lavador, usando a menor quantidade possível de água. Lave o resíduo com duas porções de água destilada de modo que o cubram completamente, deixando que cada uma se esgote totalmente antes de adicionar a seguinte; recolha a água de lavagem junto com o filtrado e tome cuidado para que o volume total do líquido não ultrapasse a capacidade do cilindro.

Retire o papel filtro com resíduo do funil, abra-o sobre o vidro de relógio e leve-o à estufa para secar (80 a 90°C). Depois de seco, deixe o conjunto esfriar até a temperatura ambiente e pese-o.

Meça o volume do filtrado, transfira para o béquer de 100 mL e homogenize-o com o bastão de vidro. Retire uma alíquota de 10 mL com o auxílio de uma pipeta, coloque-a na cápsula de porcelana e evapore à secura, em banho-maria. Leve a cápsula à estufa (110 a 120°C) durante 15 minutos. Deixe esfriar até a temperatura ambiente e pese.

Interpretação dos dados obtidos

- 1) Calcule a massa de sílica na amostra.
- 2) Calcule a massa de cloreto de sódio dissolvida na alíquota de 10 mL do filtrado.
- 3) Calcule a massa de NaCl na sua amostra: $m_{\text{NaCl}}/V = m_{\text{NaCl}}/10$
- 4) Calcule a composição centesimal da amostra que você recebeu:
 $\% \text{ componente} = 100 \times (m_{\text{componente}} / m_{\text{amostra}})$
- 5) Compare os resultados que você obteve com aquele fornecido pelo professor; se eles diferirem, procure apontar as possíveis fontes de erro.
- 6) Teça algumas considerações sobre a eficiência dos processos que você empregou para separar a areia do sal.

EXPERIMENTO Nº 07**CONSTRUÇÃO DA CURVA DE SOLUBILIDADE DE UM SAL****Objetivo:**

Construir a curva de solubilidade de um sal, através de dados experimentais. Concluir sobre a influência da temperatura na solubilidade de substâncias sólidas.

Procedimento:

- 1 – Colocar 20 mL de água destilada numa proveta de 50 mL
- 2 – Pesar 20 g de dicromato de potássio e colocar cuidadosamente na proveta do item anterior.
- 3 – Usando uma bagueta, agitar cuidadosamente a mistura, procurando retirar todo o sal sólido das paredes da proveta.
- 4 – Colocar a proveta dentro de um béquer de 500 mL contendo água de tal forma que a mistura da proveta fique imersa na água, e colocar o sistema numa tela de amianto sobre um tripé.
- 5 – Colocar um termômetro dentro da proveta e agitar suavemente (sem bate-lo contra as paredes da proveta), até o termômetro entrar em equilíbrio térmico com o líquido.
- 6 – Retirar o termômetro de dentro do sal e, com o bulbo imerso na fase líquida, medir a temperatura e o volume de sal depositado no fundo do recipiente (procurar, com o termômetro, deixar reta a superfície do sal depositado).
- 7 – Transferir estas leituras para a primeira linha do quadro abaixo:

LEITURA	A	B	C (item B x 1,48)	D (20 – item C)	E (item D x 5)
	°C	cm ³ de sal depositado	Massa não dissolvida em 20 g de água	Massa dissolvida em 20 g de água.	Massa dissolvida em 100 g de água
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					

- 8 – Agora, acender o bico de Bunsen e aquecer a água do béquer com a proveta no seu interior para aproximadamente 60°C acima da temperatura do item anterior.

9 – Quando a temperatura da mistura do sal estiver aproximadamente 60°C acima da leitura já feita, desligar o gás, homogeneizar com a bagueta a mistura do sal, colocar na mesma o termômetro e medir a temperatura da solução e o volume de sal não dissolvido.

10 – Transferir os valores obtidos para o item 7 da tabela de leitura.

11 – Agora, cuidadosamente, resfriar a água do béquer em aproximadamente 10°C, a fim de resfriar o conteúdo da proveta. Se necessário, retirar um pouco de água quente e substituir por água fria.

12 – Homogeneizar bem (com a bagueta) o conteúdo da proveta; colocar o termômetro, esperar 30 segundos e medir a temperatura e o volume de sal não dissolvido.

13 – Da maneira utilizada até agora, preencha os itens 5, 4, 3 e 2 da tabela de leitura (cada uma inferior a aproximadamente 10°C da leitura anterior) e o volume de sal depositado correspondente a cada temperatura.

14 – Após isso, está terminada a fase experimental.

DADOS FINAIS:

Temperatura (°C)	Solubilidade (g $K_2Cr_2O_7$ / 100 g de água)

Lançar os valores acima no papel milimetrado. Unir os pontos por uma curva e não por uma linha quebrada. Se a curva não passar por todos os pontos do gráfico, deve-se deixar aproximadamente igual número de pontos à direita e à esquerda.

QUESTÕES:

- 1) O que se observa durante o aquecimento da solução?
- 2) E durante o resfriamento?
- 3) Usando a curva de solubilidade que você construiu, calcule:
 - a) A massa de dicromato de potássio que pode ser dissolvida em 50 g de água a 48°C.
 - b) A massa de água necessária para dissolver 12 g deste sal a 32°C.

EXPERIMENTO Nº 08

SUPERSATURAÇÃO

Objetivo: Preparar solução supersaturada e analisar condições para obtê-la.

Procedimento:

Colocar 5 g de tiosulfato de sódio em um tubo de ensaio e acrescentar 1 mL de água. Agitar. Observar se há mudança de temperatura, segurando o tubo com a mão.

Aquecer o tubo de ensaio até a dissolução do sal. Manter o tubo inclinado durante o aquecimento.

Retirar o tubo do aquecimento, tampar com algodão e deixar no suporte para tubos de ensaio até a temperatura voltar a ambiente. **Não mexer!!!**

Retirar o algodão sem agitar o sistema e introduzir um pequeno cristal de tiosulfato no tubo. Observar. Com a mão, verificar se há mudança de temperatura.

Questões para discussão:

- 1) Complete os desenhos e a tabela abaixo, indicando o tipo de solução obtida em cada etapa do procedimento e as respectivas temperaturas (ambiente ou maior que a ambiente).

Temperatura				
Classificação da solução				

- 2) É possível preparar solução supersaturada à temperatura ambiente?
- 3) Por que o resfriamento deve ser lento?
- 4) A dissolução é um processo endotérmico ou exotérmico? E a cristalização? Explique.

EXPERIMENTO Nº 09

EXTRAÇÃO DO ÓLEO DE AMENDOIM

Objetivo: Extrair uma substância de um composto sólido (lixiviação) com o extrator Soxhlet.

Extrator Soxhlet

O extrator Soxhlet é muito utilizado para a extração de gorduras e óleos de sementes; produtos alimentícios e substâncias impregnadas. No caso de sementes, é necessário esmagá-las em um almofariz antes da extração, tanto quanto possível.

O solvente a ser utilizado depende da substância a ser extraída. Quando se utilizam solventes inflamáveis, como éter etílico ou éter de petróleo, o aquecimento não pode ser feito com a chama do bico de bunsen, deve ser elétrico.

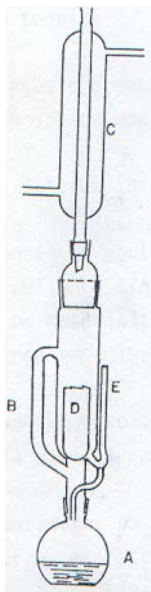
Para solventes com elevados pontos de ebulição como álcool, benzeno e os hidrocarbonetos clorados, pode-se usar o bico de Bunsen sob a tela de amianto.

A velocidade de extração é controlada pelo ajuste da temperatura. Após a extração do material, pode-se efetuar a remoção do solvente através do próprio aparelho de Soxhlet.

Muitas substâncias extraídas são apreciavelmente voláteis a 110°C (óleos, por exemplo). Portanto, nesses casos a extração é habitualmente realizada com solventes de baixo ponto de ebulição, como o éter etílico ou o éter de petróleo.

Procedimento Experimental

- 1 – Pese, em um vidro de relógio, 50 g de amostra previamente triturada.
- 2 – Transfira a amostra para o cartucho de extração.
- 3 – Cubra o cartucho com um pedaço de algodão e coloque-o no copo Soxhlet.
- 4 – pese um balão limpo e coloque nele uma quantidade de solvente tal que encha o copo acima do sifão.
- 5 – Faça a montagem da figura:



- 6 – Ligue o aquecimento e inicie a extração.
- 7 – Deixe extraindo por 1 hora.
- 8 – Desligue o aquecimento e deixe esfriar o sistema. Retire o cartucho e monte novamente a aparelhagem.
- 9 – Recupere o solvente do seguinte modo:
 - Ligue o aquecimento e deixe-o ligado até que o extrator esteja cheio e haja o sifonamento. Desligue o aquecimento.
 - Deixe esfriar, desconecte novamente o balão condensador, incline o copo Soxhlet e deixe o solvente escorrer para dentro do recipiente de recuperação.
- 10 – Desmonte a aparelhagem e leve o balão com o óleo em aquecimento em banho-maria até evaporação total do restante do solvente. Pese o conjunto, depois de frio.

Responda:

- 1) Qual o princípio de funcionamento do aparelho extrator Soxhlet?
- 2) Calcule o rendimento do processo.

EXPERIMENTO Nº 10**DETERMINAÇÃO DO EQUIVALENTE-GRAMA DO CLORO****Objetivo:**

Determinação do equivalente-grama do cloro a partir do equivalente-grama do sódio.

Introdução Teórica:

Equivalente-grama de uma substância é a massa dessa, que em uma determinada reação química pode combinar-se com 8 g de oxigênio ou 1,008 g de hidrogênio.

$$E = \frac{\text{Massa atômica ou molecular}}{\text{Nº de oxidação ou valência}}$$

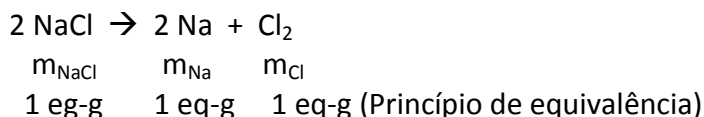
Procedimento Experimental:

Pesar uma cápsula de porcelana seca e anotar o peso. Pesar cerca de 0,5 g de sódio metálico.

Colocar 15 mL de álcool etílico absoluto na cápsula e cobrir imediatamente com um vidro de relógio. Terminada a reação, lavar o vidro de relógio com água destilada.

Juntar 2 a 3 gotas de fenolftaleína. Neutralizar a solução com solução de ácido clorídrico 1 mol/L.

Evaporar o conteúdo da cápsula em banho-maria, até o aparecimento de um resíduo. Colocar a cápsula no dessecador e pesa-la depois de fria. Anotar o resultado, que será a massa de NaCl (cloreto de sódio) formada.

Cálculos:

$$E_{\text{Cl}} = \frac{m_{\text{Cl}} \cdot E_{\text{Na}}}{m_{\text{Na}}}$$

Determinar o erro porcentual do experimento:

$$\% \text{ Erro experimental} = \frac{E_{\text{teórico}} - E_{\text{experimental}}}{E_{\text{teórico}}}$$

QUESTÕES:

- 1) Observar a cor da solução de fenolftaleína. Qual o motivo dessa coloração?
- 2) Quais as reações químicas envolvidas no processo?

3) Por que se usa álcool e não água nessa experiência, sabendo-se que ambas as substâncias reagindo com sódio e uma posterior neutralização, produzirão o NaCl (cloreto de sódio) ?

4) Por que a cápsula com o NaCl vai ao dessecador?

EXPERIMENTO Nº 11**PROPRIEDADES FUNCIONAIS DE ÁCIDOS E BASES****Parte A – Indicadores de laboratório e reação de neutralização****Objetivos:**

Constatar experimentalmente as propriedades funcionais dos ácidos e das bases e utilizar corretamente os indicadores ácido-base mais comuns.

Introdução Teórica

Ao reagirem ácidos com bases, sempre formam sal e água. Essa reação é chamada reação de neutralização ou de salificação. Diz-se que os ácidos neutralizam as bases ou que as bases são neutralizadas pelos ácidos.

Quando reagem com carbonatos ou bicarbonatos, é produzida uma efervescência, que se dá pela produção de gás carbônico.

O ácido carbônico, H_2CO_3 , é instável e se decompõe em H_2O e CO_2 .

Indicadores ácido-base

São substâncias cujas cores podem sofrer determinadas alterações quando colocadas em meio ácido ou em meio alcalino (básico). Os indicadores ácido-base mais comuns são indicados na tabela abaixo:

TABELA DE INDICADORES DE pH

INDICADOR	INTERVALO DE pH	ÁCIDO	NEUTRO	BÁSICO
Violeta de metila	0 a 2,0	Amarelo	Verde-azulado	Violeta
Azul de timol	1,2 a 2,0	Vermelho	Alaranjado	Amarelo
Alaranjado de metila	3,1 a 4,4	Vermelho	Alaranjado	Amarelo
Azul de bromofenol	3,0 a 4,6	Amarelo	Verde	Azul
Vermelho congo	3,0 a 5,0	Azul	Violeta	Vermelho
Verde de bromocresol	3,8 a 5,4	Amarelo	Verde	Verde azulado
Vermelho de metila	4,2 a 6,3	Vermelho	Alaranjado	Amarelo
Púrpura de bromocreso	5,2 a 6,8	Amarelo	alaranjado	Púrpura
Tornassol	4,5 a 8,3	Vermelho	Púrpura	Azul
Azul de bromotimol	6,0 a 7,6	Amarelo	Verde	Azul
Vermelho neutro	6,8 a 8,0	Vermelho	Alaranjado	Amarelo
Vermelho cresol	7,2 a 8,8	Amarelo	Alaranjado	Vermelho
Naftoltaleína	7,3 a 8,7	Vermelho	Púrpura	Azul
Azul de timol	8,0 a 9,6	Amarelo	Verde	Azul

Fenolftaleína	8,3 a 10,0	Incolor	Rosado	Vermelho
Timolftaleína	9,2 a 10,6	Incolor	Azul claro	Azul
Amarelo alizarin	10,1 a 12,0	Amarelo	Alaranjado	Lilás
Nitramina	11,0 a 13,0	Incolor	Pardo claro	Pardo alaranjado

Indicador Universal : Mistura em volumes de soluções de vermelho de metila, naftolftaleína, fenolftaleína e azul de bromotimol.

pH	4,0	5,0	6,0	7,0	8,0	9,0
cor	vermelho	vermelho alaranjado	amarelo	verde amarelado	verde	azul esverdeado
	10,0 azul violeta	11,0 vermelho violeta				

Procedimento:

1 – Numerar 4 tubos de ensaio.

2 – Colocar até aproximadamente 1/3 do volume de cada um, respectivamente soluções de HCl, H₂SO₄, NaOH e NH₄OH.

3 – Usando a bagueta, molhar um pedaço de papel tornassol azul, um de papel tornassol vermelho e um papel indicador universal com a solução do tubo nº 1. Anotar as cores.

4 – Repetir para os demais tubos.

5 – Adicionar 3 a 5 gotas de indicador fenolftaleína a cada tubo dos itens anteriores.

6 – Anotar a coloração em cada tubo.

7 – Jogar fora o conteúdo dos tubos, lava-los e repetir a operação usando o indicador metilorange.

8 – Repita o procedimento do item 7 usando agora o indicador azul de bromotimol.

9 – Colocar num tubo de ensaio 2 mL de NaOH e 3 gotas de fenolftaleína. Adicionar 2 mL de solução de HCl. O que acontece? Meça o pH e compare com o inicial.

10 – Colocar num tubo de ensaio 2 mL de HCl 0,1N. Adicionar pequena quantidade de bicarbonato de sódio. O que ocorre? Há alteração de pH?

11 – Escreva as equações químicas ocorridas nos itens 9 e 10.

Parte B – Preparação de Indicadores Naturais**Objetivo**

Extrair e verificar a mudança de cor (em função do pH) dos indicadores vegetais.

Introdução Teórica

Indicadores são substâncias que indicam o ponto final da titulação por meio de mudança de cor.

Muitos pigmentos (substâncias coloridas) de plantas podem ser usados como indicadores ácido-base; entre eles estão as antocianidinas. As antocianidinas mais comuns são:

- Pelargonidina (vermelho)
- Cionidina (magenta)
- Delfinidina (violenta intenso)
- Petunidina (violeta)
- Malvidina (cor de malva)

Vegetal	Viragem do indicador	Erro Experimental
Dália	Laranja-amarelo	0,1%
Azuléia	Rosa-verde	0,4%
Repolho roxo	Rosa-verde	0,3%
Violeta africana	Rosa-verde	0,1%
Maria sem-vergonha	Rosa-verde	0,1%

Como podemos notar, os pigmentos vegetais são ótimos indicadores por que não dão erros experimentais maiores que 0,4%.

Procedimento:

Preparo do indicador: Coloque 5 g de tecido vegetal num almofariz, adicione 10 mL de álcool etílico e macere com o pistilo. Com cuidado, passe a fase líquida para o tubo de ensaio.

Teste do indicador: Para verificar a presença de antocianidinas indicadoras, coloque 2 mL de solução ácida e 3 gotas do extrato. Observe a cor contra um fundo branco (papel). Anote .

Repita o item anterior usando solução básica. Anote a cor.

QUESTÕES

- 1) Suponha que você tenha um líquido incolor e inodoro. Cite seis processos para provar, experimentalmente, que este líquido é ácido. Um desses processos não deve ser com indicador.
- 2) Qual a definição de indicador ácido-base?
- 3) Quais os indicadores ácido-base você conhece?
- 4) Como se pode conhecer um ácido pela fórmula? E uma base?
- 5) Por que a sacarose, $C_{12}H_{22}O_{11}$, tendo 22 átomos de H por molécula, não apresenta o caráter ácido?
- 6) Escreva as equações de neutralização entre:
 - a) H_2SO_4 e NH_4OH
 - b) HNO_3 e $Mg(OH)_2$
 - c) H_3PO_4 e $Zn(OH)_2$
- 7) O que é reação de neutralização ou de salificação? Quais os produtos dessas reações?

EXPERIMENTO Nº 12**POLARIDADE MOLECULAR E SOLUBILIDADE DAS SUBSTÂNCIAS****Objetivo**

Constatar, na prática, evidências de que algumas substâncias são formadas por moléculas polares, enquanto que outras são constituídas de moléculas apolares. A natureza, polar ou apolar das substâncias influi na solubilidade em determinados solventes; por isso, nessa aula verificaremos também a solubilidade de alguns compostos.

Introdução Teórica

As substâncias iônicas são compostos formados por partículas com carga elétrica positiva (íons positivos ou cátions) e por partículas com carga elétrica negativa (íons negativos ou ânions), sendo que essas partículas se mantêm ligadas uma às outras por forças de natureza elétrica.

Isso não ocorre com as substâncias moleculares ou covalentes. Nestas, as moléculas não são partículas com cargas elétricas, embora apresentem pólos elétricos (moléculas polares) ou não (moléculas apolares).

As moléculas apolares não sofrem desvios por ação de campos elétricos. As moléculas polares são desviadas pela ação de campo elétrico.

Por causa de atrações de natureza elétrica, pode-se estabelecer a seguinte regra geral: **compostos iônicos e compostos covalentes polares são solúveis em solventes polares, mas são insolúveis em solventes apolares.**

Chama-se **solvatação** ao envolvimento das partículas do soluto pelas moléculas do solvente.

A figura acima mostra o envolvimento dos cátions Na^+ e dos ânions Cl^- pelas moléculas de água. Convém lembrar que a molécula de água é fortemente polarizada, apresentando o átomo de oxigênio como pólo negativo e os átomos de hidrogênio como pólos positivos.

Procedimento Experimental:**Ação de um campo elétrico**

Monte 3 buretas de 50 mL em suportes universais, colocando sob cada uma delas um béquer de 100 mL.

Carregue a primeira bureta com água, a segunda com álcool e a terceira com benzeno, identificando-as.

Abra a torneira da bureta com água, de modo a deixar correr um fio de água mais fino possível de uma altura aproximada de 10 cm entre o bico da bureta e a boca do béquer.

Agora, atrite um bastão de plástico (caneta esferográfica) contra o cabelo ou uma flanela e chegue-a para bem próximo do fio de água (sem encostar). O que se observou?

Repita o procedimento usando as buretas com álcool e benzeno, anotando as suas observações no seu caderno.

Solubilidade x Polaridade

Numere três tubos de ensaio.

Utilizando as buretas, coloque água no primeiro tubo, até 1/3 do seu volume; no segundo, álcool; no terceiro, benzeno, sempre na mesma proporção.

Coloque 2 gotas de óleo comestível ou lubrificante em cada um dos três tubos de ensaio.

Quais os solventes solubilizam o óleo? _____

Quais os solventes não solubilizam o óleo? _____

Pode-se concluir que as moléculas de óleo são polares ou apolares? _____

Jogue fora o conteúdo dos 3 tubos de ensaio e lave-os.

Encha novamente os três tubos de ensaio com as substâncias das buretas, conforme descrito anteriormente.

Coloque uma pitada de cloreto de sódio em cada um deles (procure colocar a mesma quantidade em cada tubo). Agite muito bem e observe.

O cloreto de sódio é mais solúvel em _____; depois em _____ e, por último, em _____.

Sendo um composto iônico, o NaCl é mais solúvel nos solventes mais polares. Coloque os três solventes em ordem crescente de polaridade.

Repita esses testes usando parafina ou naftaleno. Use pequena quantidade de parafina; se usarmos muita parafina não podemos concluir corretamente.

A parafina é mais solúvel em _____; é menos solúvel em _____.

Podemos pensar (em termos de polaridade) que as moléculas de parafina são _____.

Repita novamente os testes de solubilização, colocando agora um cristal de iodo em cada tubo de ensaio.

O iodo é mais solúvel em _____; é menos solúvel em _____.

Então você conclui que as moléculas de iodo devem ser polares ou apolares?

QUESTÕES

- 1) Como poderemos constatar experimentalmente se um solvente líquido é polar ou apolar?
- 2) Como poderemos prever, experimentalmente, a natureza polar, pouco polar ou apolar de certas substâncias?
- 3) Elabore uma explicação teórica para mostrar que as moléculas de iodo são apolares. Use para isso a teoria da geometria molecular.

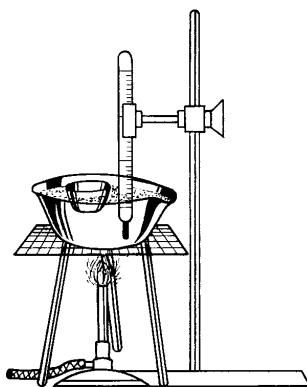
EXPERIMENTO Nº 13

ANÁLISE DE UM SAL HIDRATADO

Objetivo: Determinar o número de moléculas de água de cristalização de um sal hidratado.

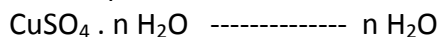
Procedimento:

- 1) Coloque **cerca** de 2 g de sulfato de cobre em um almofariz e triture-o bem.
- 2) Pese um cadinho de porcelana e anote a sua massa (m_1).
- 3) Dentro do cadinho, pese **cerca** de 2 g de sulfato de cobre triturado. Anote a sua massa (m_2).
- 4) Coloque o cadinho com o sulfato de cobre no banho de areia, de modo que a parte do cadinho que contém sal fique submersa na areia, conforme a figura abaixo:



- 5) Aqueça e controle a temperatura da areia, não deixando que ultrapasse 200°C.
- 6) Quando todo o sulfato de cobre estiver branco, pare o aquecimento.
- 7) Com uma pinça metálica, retire o cadinho da areia e espere que esfrie **em local adequado**.
- 8) Pese o cadinho e anote a sua massa (m_3).
- 9) Após a pesagem, recoloque o cadinho no banho de areia e reaqueça-o de acordo com as instruções dadas nos passos 4 e 5.
- 10) Enquanto calcula o número de moléculas de água que havia em cada molécula da amostra de sulfato de cobre antes do aquecimento, recoloque o cadinho no banho de areia e aqueça-o novamente, sem se esquecer de controlar a temperatura. Deixe por mais 15 min, recalcule a massa de água perdida. Há diferença entre a primeira medida? Por que?
- 11) Calcule a massa de água que evaporou com o aquecimento do sal no primeiro aquecimento (m_4).

- 12) Conhecendo-se as massas atômicas (Cu=63,5; S=32; O=16 e H=1), proceda os cálculos estequiométricos, relacionando, numa regra de três, a massa de sulfato de cobre antes do aquecimento e a massa de água após o aquecimento.



$$159,5 + n \cdot 18 \quad \text{-----} \quad n \cdot 18$$

$$m_2 \quad \text{-----} \quad m_4$$

Então:

$$(159,5 + 18 \cdot n) \cdot m_4 = 18 \cdot n \cdot m_2$$

- 13) Calcule o número de moléculas de água contidas no sulfato de cobre. Compare com o resultado fornecido pelo professor e mencione, na sua conclusão, as possíveis causas da diferença (caso haja).

QUESTÕES

- 1) Por que, antes de fazer os cálculos, o cadinho com o sulfato de cobre foi reaquecido e repesado?
- 2) Seria recomendável aquece-lo mais de uma vez e repesa-lo? Por quê?
- 3) Tente encontrar uma explicação para o fato de termos recomendado que a temperatura não ultrapasse 200°C durante o aquecimento.
- 4) O cloreto de cobalto hexa-hidratado tem fórmula $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. São conhecidas as massas atômicas: Co = 59; Cl = 35,5; O = 16; H = 1. Calcule a massa de água que seria evaporada no aquecimento de 1,19 g do sal hidratado.
- 5) Por que, ao perderem a água de cristalização, os sais hidratados são chamados de anidros?

EXPERIMENTO Nº 14**DETERMINAÇÃO DE MASSA POR VIA INDIRETA**

Objetivo: Verificar o ponto de equivalência em titulações de soluções cujos solutos sejam insolúveis.

Introdução Teórica:

Muitas substâncias com características básicas por serem insolúveis em água dificultam a determinação do ponto de equivalência numa titulação direta com ácido. Nos casos em que estas substâncias reagem com os ácidos com dissolução das mesmas, podemos colocar um excesso de ácido que reagirá com toda a amostra dissolvendo-a, o excesso de ácido poderá ser determinado com uma base, que por diferença, determinamos a quantidade de ácido consumida pela amostra. O número de equivalentes-grama da amostra presente será dado por:

$$e_{\text{amostra}} = e_{\text{total de ácido usado}} - e_{\text{ácido em excesso}}$$

Neste experimento você irá receber uma dada massa de CaCO_3 de características básicas que é insolúvel em água, o que dificulta determinar sua massa por uma titulação direta com HCl. Você irá juntar um excesso de HCl na amostra que reagirá com a mesma tornando-a solúvel e o excesso de HCl usado será determinado com o auxílio de uma solução de NaOH.

Procedimento Experimental:

Pegue com o professor um erlenmeyer contendo a amostra de carbonato de cálcio, anote essa massa ($m = \underline{\hspace{2cm}}$ g), junte pequena porção de água destilada e observe (a amostra é insolúvel).

Com o auxílio de uma pipeta volumétrica transfira para o erlenmeyer 10 mL de HCl contido no frasco, agite bem e observe (a amostra reage com dissolução) anote o volume do ácido pipetado, a sua normalidade e calcule o número de equivalente-grama total de ácido usado.

Junte 3 gotas de azul de bromotimol, titule o excesso de ácido com o NaOH contido na bureta e anote este volume assim como sua normalidade e calcule o número de equivalentes-grama do HCl em excesso.

O número de equivalentes-grama de ácido consumido pela amostra é o próprio e da amostra e é dado por:

$$e_{\text{amostra}} = e_{\text{ácido consumido}} = e_{\text{total usado}} - e_{\text{excesso}}$$

Determine a massa de CaCO_3 correspondente a este e lembrando que o equivalente-grama (E) do CaCO_3 é 50 g.

Compare o valor que você calculou com o da amostra recebida.

Se tiver diferença, calcule a porcentagem de erro.

Cite os fatores possíveis que levaram a tal diferença de massas.

CROMATOGRAFIA

A cromatografia foi introduzida por um pesquisador russo, Michael Tswett, em 1906, quando ele separou clorofila de uma mistura de pigmentos de planta. Ele colocou uma pequena quantidade de amostra no topo de uma coluna de vidro cheia de carbonato de cálcio em pó e lavou a amostra com éter de petróleo. Conforme a amostra descia pela coluna, apareciam as bandas separadas e de cores distintas. Daí vem o nome da técnica, pois, em grego, “cromo” significa cor e “grafia” significa escrita, o que quer dizer “escrevendo em cores”. Porém, a cor foi caracterizada neste caso, mas em outros tipos de cromatografia pode existir separação dos componentes da amostra sem nenhum aparecimento de cor.

Definição

Cromatografia é uma poderosa e muito usada técnica de separação de componentes de uma amostra. Os componentes da amostra são distribuídos entre duas fases, uma das quais permanece estacionária, enquanto a outra elui entre os interstícios ou sobre a superfície da fase estacionária (FE). O movimento da fase móvel (FM) resulta numa migração diferencial dos componentes da amostra. O mecanismo envolvido nesta migração diferencial vai depender do tipo de fase móvel e estacionária utilizado.

Usos e aplicações da cromatografia em geral

Cromatografia é preliminarmente uma ferramenta analítica para a separação de misturas, combinada com análises qualitativa e quantitativa das substâncias separadas.

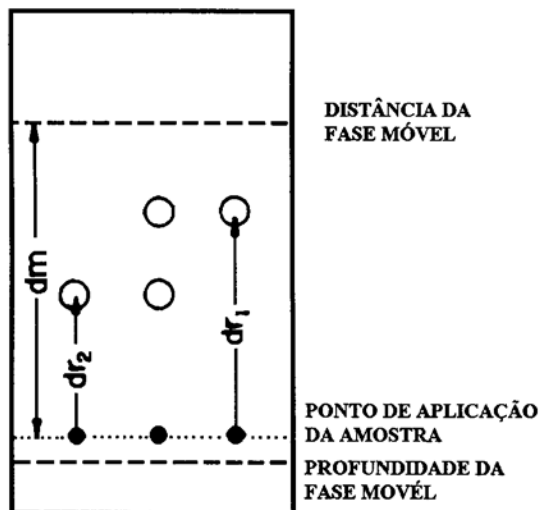
Cromatografia, combinada com química convencional ou instrumental, serve para identificar espécies químicas. Cromatografia sozinha não é adequada para identificação qualitativa positiva e conclusiva. Quando uma amostra é preparada misturando-se a amostra conhecida com um padrão conhecido, existe uma suspeita de ser o mesmo composto se as zonas não se separarem sob várias direções diferentes, e isto é chamado de co-cromatografia. Neste caso, o desconhecido e o padrão podem ser ou idênticos ou muito semelhantes (isótopos ou isômeros). Se duas substâncias se separam cromatograficamente, é uma prova positiva de que elas não são idênticas.

Os métodos cromatográficos tem uma faixa de aplicação praticamente ilimitada. Podem ser usados para separação desde moléculas menores até as maiores.

Cromatograma

É a demonstração gráfica da separação obtida por alguma técnica cromatográfica, planar ou em coluna. Através do cromatograma podemos retirar dados para uma análise qualitativa e quantitativa da amostra.

A cromatografia planar (papel e camada delgada) apresenta o seguinte cromatograma, no qual são usadas as seguintes nomenclaturas:

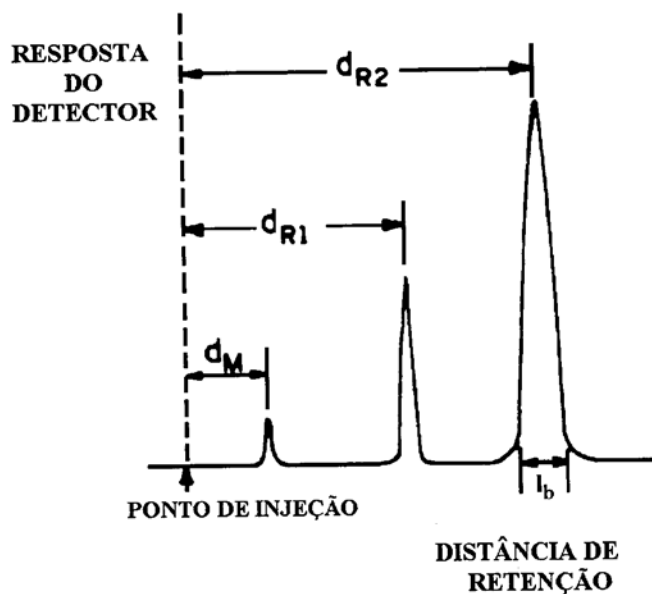


d_r = distância de retenção do soluto (componente da amostra).

d_m = distância percorrida pelo solvente (fase móvel)

$R_f = d_r / d_m$ (Fator de retenção)

A cromatografia em coluna pode ser de vários tipos e apresenta o seguinte cromatograma, obtido de um gráfico registrado através de um registrador ou uma impressora de computador:



Este cromatograma tem as seguintes nomenclaturas:

d_r = distância de retenção do soluto dentro da coluna cromatográfica.

d_M = distância de um composto que não tem afinidade com a FE da coluna, como, por exemplo, o solvente.

No cromatograma registrado da cromatografia em coluna, a linha de base representa a passagem somente da fase móvel através do detector. Quando os componentes da amostra são eluídos, aparecem os picos, cujas áreas são proporcionais às concentrações.

A distância de retenção é também medida como tempo de retenção, que é uma característica do composto que está sendo separado na cromatografia. O tempo de retenção vai ser o tempo gasto desde a injeção até a saída do componente da coluna, t_r .

$$t_r = d_r / f$$

Identificação

As medidas de distância, tempo e volume de retenção são usadas para identificação dos componentes de uma mistura, comparando-se com as mesmas medidas obtidas com substâncias padrões.

Comparações do valor de R_f da amostra com o de um padrão é o método qualitativo mais usado na cromatografia planar.

Na cromatografia em coluna, a retenção de um componente é medida pela razão dos tempos em que as suas moléculas ficam retidas na fase estacionária ou percorrendo a coluna na fase móvel.

Quantificação

A quantificação é feita através dos cálculos das áreas (ou alturas) dos picos dos componentes da amostra.

As áreas são calculadas por triangulação, e mede-se as alturas dos picos no lugar das áreas, apenas quando os picos são muito finos, com larguras de base desprezíveis.

Resolução

É a razão entre a diferença das distâncias ou tempos de retenção entre dois picos adjacentes e a média de suas larguras na linha da base. A medida da largura da base é feita traçando-se tangentes nos lados dos picos.

$$R = 2 \cdot (d_{r2} - d_{r1}) / (l_{b1} + l_{b2})$$

A resolução mínima aceitável é de 1,5.

CROMATOGRAFIA PLANAR

A cromatografia em papel, desenvolvida em 1944, é uma técnica simples e econômica de separação dos componentes de uma mistura, podendo em alguns casos ter uma aplicação qualitativa e quantitativa. Classifica-se como cromatografia líquida-líquida, e a separação ocorre por partição do soluto entre dois líquidos.

Está baseada nas diferentes solubilidades relativas dos componentes da amostra na fase móvel (líquida) e na fase estacionária (líquida). Os componentes menos solúveis na fase estacionária tem uma movimentação mais rápida ao longo do papel, enquanto os mais solúveis serão seletivamente retidos, tendo uma movimentação mais lenta.

Vantagens

- Simples e econômica;
- Utiliza pequena quantidade de amostra;
- Boa capacidade de resolução;
- Praticidade (pode recortar o papel).

Fase móvel e fase estacionária

O mecanismo de separação na cromatografia em papel é baseado no fato de que a celulose do papel é constituída por 2000 ou mais unidades de glicose anidra ligadas por átomos de oxigênio, e, conseqüentemente, um líquido polar como a água terá grande afinidade pelas hidroxilas de cada glicose, formando pontes de hidrogênio, ficando retido e funcionando como fase estacionária, enquanto que os líquidos menos polares (solventes orgânicos) são repelidos por essa estrutura e funcionam como fase móvel. Os solventes mais usados como fase móvel, por ordem de polaridade, são: n-pentano, ciclohexano, tetracloreto de carbono, benzeno, tricloroetileno, clorofórmio, éter etílico, acetato de etila, piridina, amônia, acetona, etanol, metanol, acetonitrila e água.

Tipos de desenvolvimento***Ascendente***

A forma mais simples de cromatografia em papel, que utiliza uma tira de papel de comprimento e largura variáveis, em função da cuba cromatográfica a ser utilizada. Marca-se com um lápis o ponto de partida da amostra, a uns 2 cm de uma das bordas do papel, e marca-se a linha de chegada da fase móvel, geralmente distante 10-12 cm do ponto de partida. Dependendo da largura do papel, geralmente, é possível colocar-se várias manchas do padrão ou da amostra, centralizando-se esta aplicação na linha de partida. Neste caso, deixa-se 2 cm de distância das bordas laterais e um intervalo entre os pontos de aplicação de 1,5 a 2,0 cm. O nível da fase móvel deve ficar abaixo do ponto de partida da substância, devendo sempre, haver uma boa vedação da cuba cromatográfica para que não se perca o vapor dessa fase.

Por capilaridade, a fase móvel começa a movimentar-se em fluxo ascendente, rapidamente no início, diminuindo gradativamente até parar por completo, quando a força ascendente da capilaridade for neutralizada pela ação da gravidade. Quando a fase móvel atingir a linha de chegada, geralmente 10-12cm do ponto de partida, retira-se o papel da cuba cromatográfica e seca-se a tira de papel com secador com ar quente ou frio até eliminar a fase móvel. No caso de substância de componentes coloridos, à medida que ocorrer a separação, a cor única se desdobrará em cores distintas em função do número de substâncias que a compõem, como, por exemplo, a separação de corantes artificiais

em produtos alimentícios. No caso de misturas de substâncias incolores, pode-se detectar (revelar) estes componentes por técnicas diversas.

Descendente

As manchas são colocadas na parte de cima do papel e este é colocado numa pequena cuba com solvente. O solvente desce por capilaridade e gravidade, e por isso é uma técnica mais rápida, porém necessita de um equipamento mais complexo e específico.

Confirmação da identidade

Devemos lembrar que, neste tipo de cromatografia, a identificação não é conclusiva, pois pode haver mais de um componente com o mesmo R_f nas condições de análise. Neste caso, é necessário a aplicação de outras técnicas para confirmação da identidade. As técnicas utilizadas são:

- 1) Co-cromatografia: colocar na mesma mancha padrão e amostra. Se depois da eluição aparecerem duas manchas, pode-se concluir que o componente da amostra não é o mesmo do padrão. Se aparecer uma única mancha, pode-se “suspeitar” que o componente da amostra seja o mesmo do padrão, mas é necessário fazer outras confirmações da identidade.
- 2) Recromatografar em vários solventes diferentes.
- 3) Reações específicas (com revelações que dão cor).
- 4) Retirar a mancha do papel, diluir num solvente e tirar os espectros infravermelhos, ultravioleta visível, de massa, etc.

CROMATOGRAFIA EM CAMADA DELGADA

É considerada como uma cromatografia em coluna modificada para o plano, pois ela consiste na separação dos componentes de uma mistura por migração diferencial sobre uma camada delgada de adsorvente preso sobre uma superfície plana. Essa superfície é geralmente de vidro plano, porém pode ser também de alumínio com a vantagem de poder ser recortada. Os adsorventes mais comuns da fase estacionária são: sílica, alumina, celulose e poliamida.

Vantagens

- Fácil execução;
- Rapidez;
- Versatilidade;
- Baixo custo;

Desvantagens

- Mais cara que a de papel;
- Mais difícil de tirar as manchas da placa para análise por outros métodos;
- Menor uniformidade para fazer a camada delgada.

CROMATOGRAFIA EM COLUNA

Nesse tipo de cromatografia, a fase estacionária é um sólido de superfície ativa, que pode ser: sílica gel, alumina, celulose, etc. Este sólido é empacotado dentro da coluna de vidro ou de aço, e a fase móvel, que é um solvente composto de um ou mais líquidos orgânicos, vai eluir os componentes da mistura através da coluna. Nesse tipo de cromatografia, a técnica de fase normal, quando a fase estacionária é polar e a fase móvel é polar; e é chamada fase reversa no caso contrário.

Os solventes utilizados como FM, em ordem crescente de polaridade, são: hexano, éter de petróleo, ciclohexano, tetracloreto de carbono, benzeno, tolueno, diclorometano, clorofórmio, éter etílico, acetato de etila, acetona, etanol, metanol e ácido acético.

Processo de separação

O processo de separação é por adsorção, resultante da adsorção diferencial dos componentes da mistura sobre a superfície do sólido, utilizado como fase estacionária. Solutos fracamente adsorvidos caminham mais rapidamente enquanto solutos mais fortemente adsorvidos são retardados. As interações moleculares envolvidas na adsorção podem ser de vários tipos dependendo da natureza (polaridade) do adsorvente, do soluto adsorvido e do solvente. Geralmente, são formados por pontes de hidrogênio, forças de Van der Waals, etc.

Os eluentes da fase móvel tem duas funções: dissolver os componentes da amostra e eluir os componentes da amostra pela coluna.

Na cromatografia de coluna de vidro, a amostra é colocada no topo de uma coluna de vidro de 2 cm de diâmetro e 30 cm de altura empacotada com um adsorvente (fase estacionária) e eluída com solvente (fase móvel), à pressão atmosférica. A coluna não deve conter bolhas e nem ficar seca. Os componentes da coluna que são separados são coletados em intervalos de tempo e levados para serem analisados por:

- Métodos físicos: fluorescência, absorção de radiação UV e visível, pH, atividade óptica, índice de refração, etc.
- Métodos químicos: adição de um reagente que forneçam um produto colorido ou fluorescente.

Na cromatografia com colunas de aço, utiliza-se um equipamento moderno e sofisticado, onde um solvente passa, em alta pressão por uma coluna de aço inox bem estreita (0,5 – 100 mm de diâmetro), e portanto os componentes da mistura são separados num curtíssimo espaço de tempo. O tempo de separação da cromatografia em coluna convencional pode levar mais de duas horas, enquanto na cromatografia de alta eficiência, a mesma separação levaria de 15 a 20 min. Além disso, este equipamento fornece a análise completa, pois além da separação cromatográfica na coluna ela executa a identificação e quantificação dos componentes da amostra através de sofisticados detectores e processadores.

CROMATOGRAFIA LÍQUIDA DE ALTA EFICIÊNCIA (CLAE OU HPLC)

É uma otimização da coluna clássica em que o solvente passa pela coluna a alta pressão, tornando a separação entre os compostos da amostra muito mais rápida e eficiente.

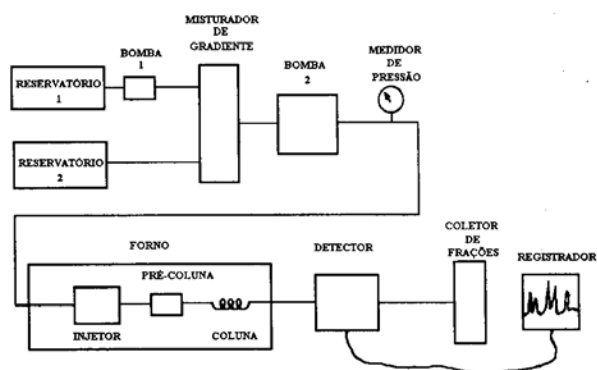
Tem aplicação para a determinação dos mais diversos compostos orgânicos, com a vantagem de não restringir-se apenas a amostras voláteis e termicamente resistentes, além de realizar a análise completa em apenas alguns minutos, em comparação com a cromatografia líquida em coluna clássica, que demora muito mais.

Vantagens da CLAE:

- Tem maior resolução;
- Tem maior sensibilidade;
- Tem maior reprodutibilidade;
- Tem maior rapidez e automação;
- Equipamento caro e de alto custo de operação e manutenção.

Equipamento para CLAE

Um esquema de construção do cromatógrafo de alta eficiência é detalhado na figura abaixo:



Cortesia de Varian Aerograph Co.

Como já foi dito, o equipamento utilizado na CLAE é caro e sofisticado, pois é o resultado da aplicação de alta pressão, necessária para operar colunas altamente eficientes, recheadas com partículas de diâmetro muito pequeno, a uma velocidade de fluxo de poucos ml/min.

CROMATOGRAFIA GASOSA

Esta moderna e sofisticada técnica foi introduzida em 1952, por James e Martin e atualmente é um dos procedimentos mais utilizados nos laboratórios modernos, pois,

devido à sua excelente sensibilidade, é capaz de separar e detectar centenas de compostos simultaneamente. É uma das técnicas mais usadas na química analítica de componentes orgânicos, tanto em laboratórios de indústrias como de universidades.

A fase móvel é um gás e a fase estacionária pode ser um líquido ou um sólido.

Vantagens

- Rapidez: a fase móvel tem maior velocidade e o equilíbrio entre os solutos da amostras e as duas fases é mais rápido.
- Alto poder de separação e resolução (resolução = picos agudos, sem alargamento).
- Alta sensibilidade: pode-se analisar até 10^{-12} g.
- Trabalha com pequenas quantidades de amostra.

Desvantagens

- Analisa somente componentes voláteis, ou que tornem-se voláteis de alguma reação de derivação.
- A preparação da amostra pode ser trabalhosa, aumentando o tempo de análise.
- Não é uma técnica qualitativa eficiente, pois seu resultado não é conclusivo, necessitando, geralmente, de outras técnicas de confirmação de identidade.
- Como técnica preparativa, ela fornece apenas quantidades em microgramas e miligramas dos componentes separados das amostras.

Processos de separação

Como todo processo cromatográfico, a técnica de cromatografia gasosa é utilizada para separar os componentes de uma amostra através de sua distribuição entre as fases móvel e estacionária.

O processo físico básico de separação na CSG é por adsorção (FE é um sólido), enquanto na CLG é por partição (FE é um líquido), sendo esta última técnica mais popular. A FM é sempre um gás, que deve ser inerte, pois ele terá a função de apenas transportar os componentes da amostra através da coluna, sem nenhum tipo de afinidade entre eles.

A CSG possui como FE um sólido de grande área superficial, como silicagel ou carvão vegetal e é geralmente utilizada para separação e análise de gases como nitrogênio, oxigênio, monóxido de carbono, etc.

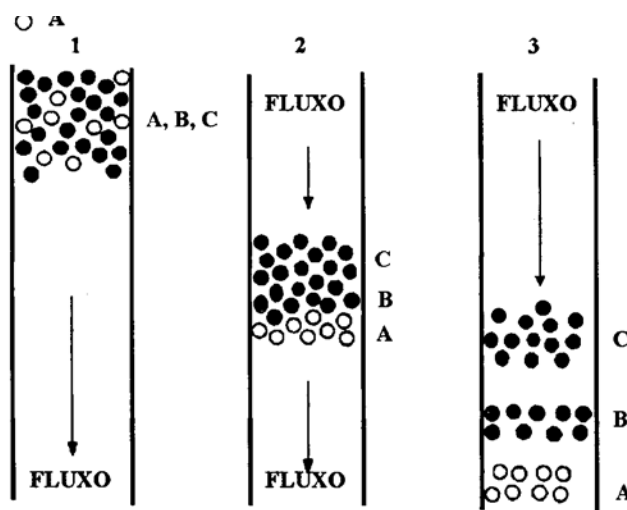
Na CLG, a FE é um líquido que fica preso na coluna através de um suporte sólido inerte, ou por capilaridade.

A amostra, que pode ser um gás ou um líquido volátil, é injetada no interior do cromatógrafo, através de uma microseringa ou de um sistema de injeção automático, onde é aquecida e vaporizada. Daí, ela é arrastada pelo gás de arraste (fase móvel) para a coluna contendo a fase estacionária. A coluna também é convenientemente aquecida a fim de manter a amostra vaporizada.

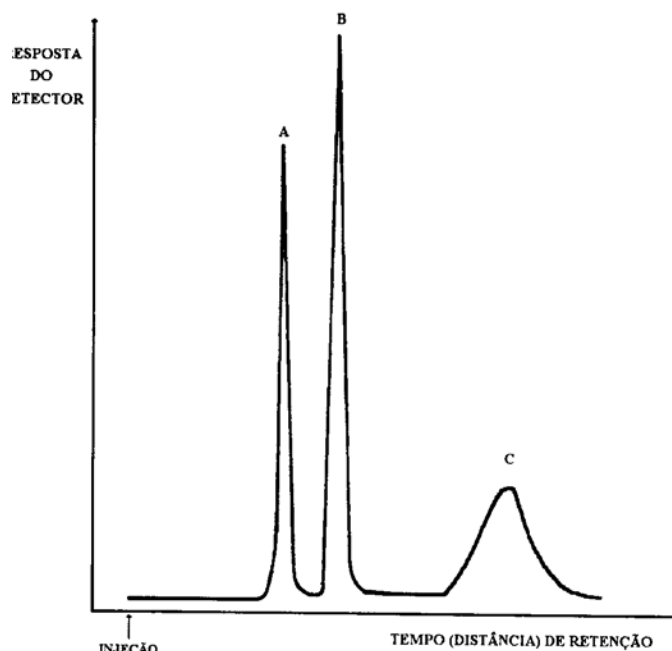
Os componentes da amostra são seletivamente retardados pela fase estacionária. Deste modo, é estabelecida uma série de equilíbrio dos componentes em ambas as fases, móvel e estacionária. O equilíbrio formado dura pouco tempo, já que mais gás de arraste chega neste ponto da coluna e o equilíbrio é desfeito. Os componentes dissolvidos deixam a fase líquida para restaurar o equilíbrio entre as duas fases. Então, o componente é

removido completamente daquela porção da fase estacionária. Para atingir o equilíbrio, moléculas do componente deixam a fase gasosa na fase estacionária líquida até que o equilíbrio seja alcançado. Entretanto nessa hora a fase móvel gasosa puxará novamente os componentes, e o equilíbrio é novamente destruído, moléculas deixarão a fase líquida, e todo o processo será repetido muitas vezes.

Assim, os componentes da amostra movem-se na coluna numa velocidade determinada por vários fatores, mas principalmente pela força de retenção, que vai depender da solubilidade na fase estacionária e da volatilidade para a fase móvel. Deste modo, os diferentes componentes da amostra saem da coluna em diferentes tempos, dependendo se eles são mais ou menos retidos na fase estacionária, e conseqüentemente são separados entre si. Os outros fatores que podem influenciar na separação são a adsorção pelo suporte sólido, mesmo que ele seja completamente envolvido pela fase líquida e seja inerte. A figura abaixo mostra um esquema de separação de três componentes de uma amostra, de acordo com as diferentes solubilidades que cada um tem com a FE.



Os componentes da amostra, já separados na coluna, entram no detector onde são individualmente detectados. Um registrador capta os sinais do detector para cada componente, produzindo um gráfico onde os componentes separados aparecem como uma sucessão de picos sobre uma linha base. Isto é conhecido como cromatograma e uma figura do exemplo acima é dada a seguir:

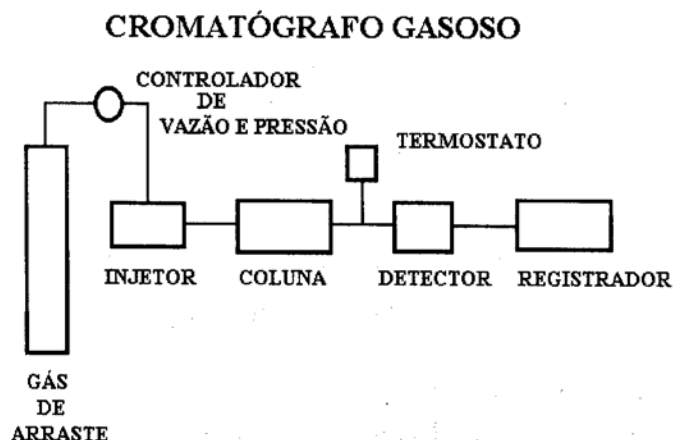


No cromatograma, podemos notar as seguintes características:

- A definição de uma linha reta no cromatograma indica a presença apenas do gás de arraste passando pela coluna e pelo detector e é chamada de “linha de base”.
- O aparecimento de picos determina que a banda do composto separado na coluna está entrando no detector em concentrações menores, até chegar o máximo, para depois entrando no detector em concentrações menores, até chegar ao máximo, para depois diminuir novamente. O tempo gasto entre a entrada e saída do componente na coluna mede o tempo de retenção e é medido no máximo do pico. Este tempo de retenção é uma característica particular do componente em determinadas condições cromatográficas e serve para identificá-lo quando comparado com padrões. Entretanto é importante lembrar que essa identificação não é conclusiva, e é necessário utilizar outras técnicas de confirmação de identidade.
- Os primeiros picos são mais agudos e simétricos que os últimos, que são mais largos e assimétricos, pois, quanto mais tempo o componente ficar retido na coluna, maior será o alargamento da banda.
- Podem aparecer picos não completamente separados. Uma maneira de resolver este problema seria aumentar o comprimento da coluna, que daria mais tempo para que os componentes se separassem.
- A assimetria dos picos pode ser frontal ou caudal. A frontal é causada pela injeção da amostra em excesso, ou a coluna pode estar numa temperatura abaixo do ideal para uma determinada análise. As caudas aparecem devido às falhas na técnica de injeção da amostra, ou devido à adsorção excessiva na fase estacionária ou suporte sólido.

- A área (ou altura) sobre o pico dá uma indicação quantitativa do componente.

Equipamento:



Prática:

Recorte tiras de papel de filtro com aproximadamente 12 cm de comprimento e 2 cm de largura.

Faça uma mancha pequena a uns 3 cm da ponta de cada tira com os diferentes pigmentos obtidos.

Fixe a outra ponta na parte central de um lápis ou bastão de vidro.

Coloque um pouco de álcool (eluente) em um béquer e apóie o lápis ou o bastão na borda do béquer fazendo com que a extremidade da tira de papel fique mergulhada no álcool.

A mancha do pigmento deve estar localizada um pouco acima do nível do álcool.

Repita esse procedimento para tinta de caneta esferográfica preta.

Calcular o R_f para cada pigmento.

EXPERIMENTO Nº 15**CROMATOGRAFIA EM COLUNA**

Objetivo: separar pigmentos de plantas

Introdução:

Uma coluna cromatográfica clássica é constituída basicamente por uma *fase estacionária*, empacotada em um tubo, e uma *fase móvel* ou *eluente*. A separação de uma mistura em um sistema cromatográfico depende das interações que ocorrem entre os componentes da mistura e as fases estacionária e móvel. Quando apresentam interações diferentes, os constituintes de uma amostra podem ser separados, em princípio, por cromatografia em coluna ou outro método cromatográfico (Collins *et al.*, 1997).

Materiais

Extração

- 15 g de espinafre (5-6 folhas)
- 10 mL de removedor de ceras
- 5 mL de acetona comercial (removedor de esmaltes)
- 0,3-0,5 g de sal de cozinha - NaCl
- Recipiente de vidro Pyrex®
- Almofariz e pistilo
- Proveta de 10 mL (ou outro recipiente graduado)
- Béquer de 50 mL (ou recipiente compatível)
- Pipeta de Pasteur e chupeta de látex (ou conta-gotas)

Coluna cromatográfica

- 50 mL de removedor de ceras
- 16-18 g de açúcar refinado
- Tubo de vidro de 1,8-2,0 cm de diâmetro, 30 cm de comprimento, com uma das extremidades “afilada” (ou bureta de tamanho compatível)
- Algodão
- Vareta de madeira
- Tubo de látex de 5-6 cm
- Pinça
- Funil de boca larga
- Peça de mangueira para gás

Aplicação da amostra

- 5 mL de removedor de ceras
- Pipeta de Pasteur e chupeta de látex (ou conta-gotas)

- Frasco de Erlenmeyer de 50 mL (ou frasco compatível)

Desenvolvimento da coluna

- 10 frascos de penicilina de 8 mL limpos e secos
- 100 mL de removedor
- 50 mL de solução removedor acetato de etila 25%
- Removedor de ceras contendo 25% de acetato de etila comercial (diluente ou removedor de esmaltes, que pode conter etanol ou acetona)
- Filme de polietileno (tipo Magipak®)

Parte experimental**Extração**

Cortar em pedaços pequenos 5-6 folhas de espinafre fresco. Colocar as folhas de espinafre fresco (cerca de 15 g), colocar em um recipiente de vidro resistente (Figura 1), adicionar cerca de 5 mL de acetona e 10 mL de removedor e prensar o material com um pistilo de madeira durante alguns minutos. Transferir o líquido resultante para um béquer e retirar a fase aquosa com pipeta de Pasteur.

Adicionar à fase orgânica (removedor/ extrato) uma pequena quantidade de sal de cozinha (uma camada fina no fundo do recipiente) para eliminar a água residual.

Montagem da coluna cromatográfica Utilizar uma bureta de volume compatível ou tubo de vidro de 1,8- 2,0 cm de diâmetro e cerca de 30 cm de comprimento com um “afilamento” em uma das extremidades (Figura 1), introduzir um chumaço pequeno de algodão e pressionar com uma vareta para fixá-lo. Colocar na ponta do “afilamento” da coluna um pedaço de tubo de látex de 5-6 cm e improvisar uma torneira, com uma pinça. Colocar na coluna, com a torneira fechada e utilizando um funil, o removedor, deixando um volume “morto” (sem solvente) de 6-8 cm. Com um funil de boca larga, despejar sobre o removedor, de forma contínua, 15-18 g de açúcar comum refinado sem “grumos”.

Após a adição de todo o açúcar, para melhorar o empacotamento, bater suavemente na coluna com um pedaço de mangueira para gás. Antes de realizar a próxima etapa separar e numerar 10 frascos de penicilina de 8 mL limpos e secos. Aplicação da amostra Depois do empacotamento da coluna, escoar o eluente até 3-5 mm acima da superfície da sacarose (Figura 1). Com a torneira fechada aplicar a solução de extrato/removedor no topo da coluna, com pipeta de Pasteur, deixando a solução escorrer lentamente pela parede do tubo de vidro. Após a aplicação da solução, escoar o solvente para um frasco de Erlenmeyer até o nível da solução ficar a 3-5 mm acima da superfície do açúcar. Adicionar com pipeta de Pasteur cerca de 5 mL de eluente (removedor) e repetir a operação anterior (Figura 2). Antes de outras adições de solvente, introduzir na coluna um pequeno chumaço de algodão, sem tocar a sacarose.

Completar com removedor o volume restante da coluna. Desenvolvimento da coluna. Após a adição do eluente, com escoamento adequado, coletar as frações (2/3 do volume do frasquinho de penicilina), completando o volume de eluente e sem deixar a coluna secar (Figura 2). Após a coleta das frações da primeira faixa colorida, não colocar

mais eluente na coluna e deixar a altura do líquido chegar a 1,0 cm acima da fase estacionária. Completar o volume da coluna, com cuidado, com uma solução de removedor de ceras contendo 25% de acetato de etila comercial. Proceder a coleta das frações da segunda faixa colorida até a eluição completa (Figura 3).

Comparar o conjunto de frações coletadas, registrar o eluente de cada uma das faixas e fechar os frasquinhos usando filme de polietileno.



Figura 1:

Espinafre, extrato, coluna de açúcar e removedor.



Figura 2: Separação do extrato de espinafre na coluna de açúcar.

Figura 2: Separação do extrato de



Figura 3: Frações da cromatografia em coluna do extrato de espinafre.

Figura 3: Frações da cromatografia

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA:

- LENZI, Ervin; Química Geral experimental, 1ª. Edição, editora Freitas Bastos, São Paulo, 2004.
- OLIVEIRA, Edson Albuquerque; Aulas de Química Experimental, 3ª. Edição, editora Moderna, São Paulo, 1993.
- CECCHI, Heloisa Máscia., Fundamentos teóricos e práticos em análise de alimentos, 1ª. Edição, editora UNICAMP, Campinas, 2001.
- FERRAZ, Flávio César; Feitoza, Antonio Carlos.; Técnica de segurança em laboratórios – Regras práticas, 1ª. Edição, editora Hemus, São Paulo, 2004.
- CONSTANTINO, Gomes Mauricio; Silva, Gil Valdo José da.; Fundamentos de Química Experimental, 1ª. Edição, Editora EDUSP, São Paulo, 2004.
- TRINDADE, Diamantino Fernandes., Química Básica Experimental, editora ícone, São Paulo, 1998.
- MAIA, Daltamir.; Práticas de Química para engenheiros., 1ª. Edição, Editora Átomo, Campinas, 2008.