

Experimento 1: Introdução ao Laboratório químico e Técnicas de transferência de sólidos e líquidos

O Laboratório Químico é um lugar de experimentação onde vocês terão a oportunidade de aprender Química sob um ponto de vista diferente do que poderiam atingir por intermédio de livros, demonstrações ou filmes; é a possibilidade de alcançar maior compreensão da Química e a oportunidade de ver e trabalhar com as próprias mãos. Para tal, são necessárias qualidades tais como dedicação, interesse, curiosidade, pontualidade, disciplina, entre outros.

A significação dos resultados obtidos dependerá muito do cuidado com que se desenvolverão as operações de laboratório. Boa técnica é mais do que uma questão de habilidade manual; requer uma atenção total aos propósitos essenciais da experiência.

No entanto, técnicas de Química não são objetivos, mas sim os instrumentos que nos permitem atingir a meta final, de extrair informações úteis a partir de observações pessoais. Aprender o manuseio de compostos e a manipulação de aparelhos é obviamente uma parte essencial à formação inicial de futuros professores de Química.

Nunca se esqueça que não se deve começar uma prática sem antes compreendê-la totalmente, isto significa **estudar o experimento antes de entrar no laboratório**.

1.1 Manuseio de líquidos e sólidos

Antes de retirar líquidos ou sólidos de um frasco, deve-se tomar alguns cuidados:

a) Ler o rótulo do frasco pelo menos duas vezes para se assegurar de que se tem em mãos, realmente, o líquido ou sólido desejado;

b) Se o líquido ou sólido que estiver manuseando for *corrosivo*, certifique-se que o frasco não esteja externamente umedecido; caso esteja, limpe-o com papel-toalha úmido e seque-o;

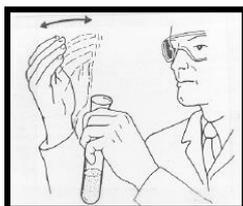
c) Para verter um líquido de um frasco, faça-o sempre no lado oposto ao rótulo; isto evita que o líquido escorra externamente sobre o rótulo, danificando-o e podendo, futuramente, impedir a identificação do líquido;

d) Ao retirar uma tampa plástica rosqueável de um frasco, nunca a coloque sobre a bancada com o lado aberto tocando a bancada. Deste modo, evita-se que o líquido, eventualmente, escorra da tampa para a bancada e, também, que a tampa se contamine por contato com a bancada;

e) Sob nenhuma hipótese, coloque objetos sujos no interior de um frasco, pois isto contaminaria a substância nele contida. Somente retorne uma substância ao seu frasco original se tiver certeza absoluta que ela não foi contaminada durante o seu manuseio;

f) Sempre que algum líquido ou sólido entrar em contato com as suas mãos, lave-as *imediatamente* com muita água e sabão.

g) Se a substância que se está manuseando é *volátil*, isto é, se ela evapora facilmente à temperatura ambiente (como é o caso de algumas substâncias nesta experiência), nunca cheire uma substância diretamente na boca do frasco, pois ela pode ser *muito tóxica*. Para evitar intoxicações graves, cheire as substâncias através do deslocamento de seus vapores, conforme ilustrado a seguir.



1.2 Técnicas de Volumetria

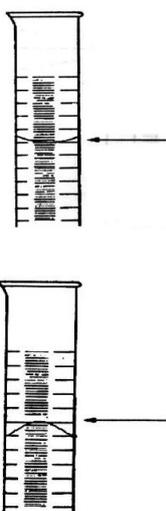
A prática de análise volumétrica requer a medida de volumes de líquidos com elevada precisão. Para efetuar tais medidas são empregados vários tipos de aparelhos, que podem ser classificados em duas categorias: **a)** Aparelhos calibrados para dar escoamento a determinados volumes; **b)** Aparelhos calibrados para conter um volume líquido. Na classe **a** estão contidas as pipetas e as buretas e, na classe **b**, estão incluídos os balões volumétricos.

A medida de volumes líquidos com qualquer dos referidos aparelhos está sujeita a uma série de erros devido às seguintes causas:

- a) Ação da tensão superficial sobre as superfícies líquidas.
- b) Dilatações e contrações provocadas pelas variações de temperatura.
- c) Calibração imperfeita dos aparelhos volumétricos.
- d) Erros de paralaxe.

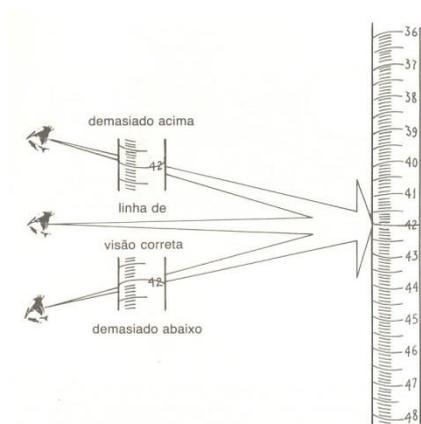
Medir volumes de líquidos em um recipiente significa comparar a sua superfície com a escala descrita no recipiente utilizado. Essa superfície é denominada menisco.

Os líquidos têm a propriedade de reduzir ao máximo a sua superfície. Esta propriedade denomina-se tensão superficial e está relacionada com a força na qual as moléculas de um líquido se atraem mutuamente. Se no interior de um líquido as forças de atração estão saturadas, na superfície está compensada só uma parte delas. Por isso as moléculas da superfície sofrem uma atração recíproca especialmente forte, é como se o líquido estivesse coberto por uma película autotensora. Essa força que contrai a superfície do líquido é o que chamamos de tensão superficial e varia para cada líquido, dependendo do caráter da interação intermolecular.



Para a água, a força de coesão entre as moléculas é parcialmente superada pelas de adesão entre ela e o vidro, e o menisco é côncavo, sendo que sua parte inferior (vértice) deverá coincidir com a linha de aferição.

No mercúrio, ao contrário, as forças de coesão são maiores que as de adesão entre o mercúrio e o vidro, e o menisco é convexo, sendo considerado para leitura sua parte superior.



Outra técnica importante é a posição do olho do observador. Este deverá estar sempre no mesmo nível da marca de aferição do recipiente. Se o observador estiver olhando por cima do menisco, observará um valor superior ao verdadeiro. Se estiver olhando por baixo do menisco, observará um valor inferior. Estes erros são conhecidos como **erros de paralaxe**.

De um modo geral, para medidas aproximadas de volumes de líquidos, usam-se provetas; para medidas precisas, usam-se pipetas, buretas e balões volumétricos, que constituem o chamado material volumétrico. Aparelhos volumétricos são calibrados pelo fabricante a uma temperatura padrão de calibração de 20° C.

Em trabalhos de laboratório, as medidas de volume aproximadas são efetuadas, na quase totalidade dos casos, com provetas graduadas, as medidas grosseiras, com béqueres com escala e as medidas volumétricas, chamadas precisas, com aparelhos volumétricos.

Aparelhos Volumétricos

a) Balões volumétricos: Os balões volumétricos são balões de fundo chato e gargalo comprido, calibrados para conter determinados volumes de líquidos.

Os balões volumétricos são providos de rolhas esmerilhadas de vidro ou de polietileno. O traço de referência marcando o volume pelo qual o balão volumétrico foi calibrado é gravado sobre a meia-altura do gargalo (bulbo). A distância entre o traço de referência e a boca do gargalo deve ser relativamente grande para permitir a fácil agitação do líquido depois de ser completado o volume até a marca (a solução deve ser bem homogeneizada). O traço de referência é gravado sob a forma de uma linha circular, tal que, por ocasião da observação, o plano tangente à superfície inferior do menisco tem que coincidir com o plano do círculo de referência. Os balões volumétricos são construídos para conter volumes diversos; os mais usados são os de 50, 100, 200, 500 e 1000.

Os balões volumétricos são especialmente usados na preparação de soluções de concentração conhecida. Para se preparar uma solução em um balão volumétrico, transfere-se ao mesmo, o soluto ou a solução a ser diluída. Adiciona-se, a seguir, solvente até cerca de 3/4 da capacidade total do balão. Misturam-se os componentes e deixa-se em repouso até atingir a temperatura ambiente, tendo-se o cuidado de não segurar o balão pelo bulbo. Adiciona-se solvente até “acertar o menisco”, isto é, até o nível do líquido coincidir com a marca no gargalo. As últimas porções do solvente devem ser adicionadas com um conta-gotas, lentamente, e não devem ficar gotas presas no gargalo. O ajustamento do menisco ao traço de referência deverá ser feito com a maior precisão possível. Fecha-se bem o balão e vira-se o mesmo de cabeça para baixo, várias vezes, agitando-o, para homogeneizar o seu conteúdo.

b) Pipetas: Existem duas espécies de pipetas:

- *Pipetas volumétricas*, construídas para dar escoamento a um determinado volume.
- *Pipetas graduadas* ou cilíndricas que servem para escoar volumes variáveis de líquidos.

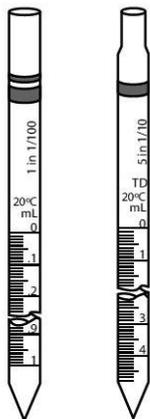
As *pipetas volumétricas* são constituídas por um tubo de vidro com um bulbo na parte central. O traço de referência é gravado na parte do tubo acima do bulbo. A extremidade inferior é afilada e o orifício deve ser ajustado de modo que o escoamento não se processe rápido demais, o que faria com que pequenas diferenças de tempo de escoamento ocasionassem erros apreciáveis. As pipetas volumétricas são construídas com as capacidades de 1, 2, 5, 10, 20, 50, 100 e 200 mL, sendo de uso mais freqüente as de 25 e 50 mL.

As *pipetas graduadas* consistem de um tubo de vidro estreito, geralmente graduado em 0,1mL. São usadas para medir pequenos volumes líquidos. Encontram pouca aplicação sempre que se quer medir volumes líquidos com elevada precisão. Têm a vantagem de se poder medir volumes variáveis.

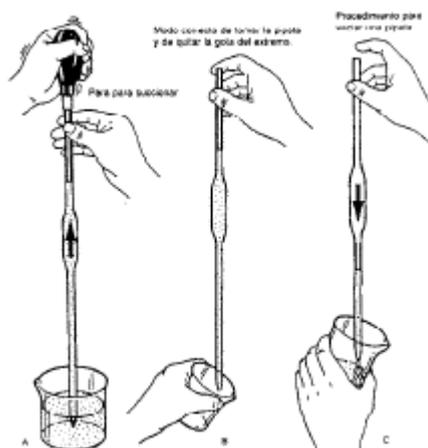
Quanto ao modo de operação, há dois tipos de pipetas em uso atualmente:

i) *Pipetas de esgotamento total*: contêm duas faixas na parte superior, indicando que as mesmas são calibradas para liberar sua capacidade total, assoprando-se até a última gota.

ii) *Pipetas de esgotamento parcial*: contêm na parte superior uma faixa estreita que as diferencia das pipetas de escoamento total. Não precisa ser assoprada



Para se encher uma pipeta, coloca-se a ponta da mesma no líquido e faz-se a sucção com a pêra de sucção (não use a boca para pipetar em laboratórios). Deve-se ter o cuidado em manter a ponta da mesma sempre abaixo do nível da solução do líquido. Caso contrário, ao se fazer a sucção, o líquido alcança a pêra de sucção ou a boca. A sucção deve ser feita até o líquido ultrapassar o traço de referência. Feito isto, tapa-se a pipeta com o dedo indicador (ligeiramente úmido), caso não se esteja usando a pêra de sucção, e deixa-se escoar o líquido lentamente até o traço de referência (zero). O ajustamento deve ser feito de maneira a evitar erros de paralaxe.



Para escoar os líquidos, deve-se colocar a pipeta na posição vertical, com a ponta encostada na parede do recipiente que vai receber o líquido; caso esteja usando a boca na pipetagem (técnica desaconselhável), levanta-se o dedo indicador até que o líquido escoe totalmente. Esperam-se 15 ou 20 segundos e retira-se a gota aderida a ponta da pipeta, encostando-a à parede do recipiente.

c) Buretas

As buretas servem para dar escoamento a volumes variáveis de líquidos. São constituídas de tubos de vidro uniformemente calibrados, graduados em 1mL e 0,1 mL. São providas de dispositivos, torneiras de vidro ou polietileno entre o tubo graduado e sua ponta afilada, que permitem o fácil controle de escoamento

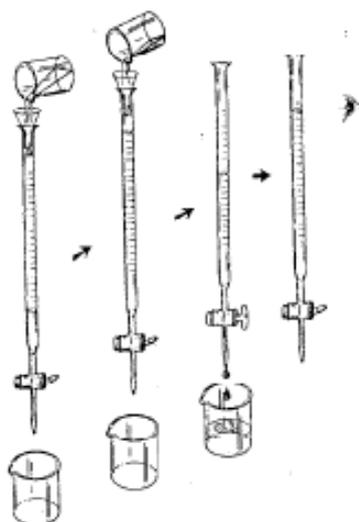
As buretas podem ser dispostas em suportes universais contendo mufas. As buretas de uso mais constantes são as de 50 mL, graduadas em décimos de mL; também são muito usadas as de 25 mL. Nos trabalhos de escala semimicro, são freqüentemente usadas as buretas de 5 e 10 mL, graduadas em 0,01 ou 0,02 mL.

Para o uso com soluções que possam sofrer o efeito da luz, são recomendadas buretas de vidro castanho.

As torneiras das buretas, quando forem de vidro, devem ser levemente lubrificadas para que possam ser manipuladas com mais facilidade. Serve para este fim uma mistura de partes iguais de vaselina e cera de abelhas; misturas especiais são encontradas no comércio.

Recomendações para uso da bureta

- A bureta limpa e vazia deve ser fixada em um suporte na posição vertical.
- Antes de se usar um reagente líquido, deve-se agitar o frasco que o contém, pois não é raro haver na parte superior do mesmo, gotas de água condensada.
- A bureta deve ser lavada, pelo menos uma vez, com uma porção de 5 mL do reagente em questão, o qual deverá ser adicionado por meio de um funil, em buretas que não possuam gargalo especial; cada porção é deixada escoar completamente antes da adição da seguinte.
- Enche-se então a bureta até um pouco acima do zero da escala e remove-se o funil.
- Abre-se a torneira para encher a ponta ou expulsar todo o ar e, deixa-se escoar o líquido, até que a parte inferior do menisco coincida exatamente com a divisão zero. Quando se calibra a bureta (acerto do zero) deve-se tomar o cuidado de eliminar todas as bolhas de ar que possam existir.
- Coloca-se o frasco que vai receber o líquido sob a bureta e deixa-se o líquido escoar, gota a gota, geralmente a uma velocidade não superior a 10 mL por minuto. Controla-se a torneira da bureta com a mão esquerda. Após o escoamento da quantidade necessária de líquido, espera-se de 10 a 20 segundos e lê-se o volume retirado.



1.3 Técnicas de Pesagem

A determinação de massa ou “pesagem” é uma das operações de laboratório mais importantes que é realizada com a utilização de balanças.

Há uma grande variedade de balanças de laboratório, desde as mais grosseiras até as de mais alta sensibilidade.

Balanças de mola: São balanças de um prato fixado em uma mola: A extensão da mola indica o peso.

Balanças de dois pratos: dois pratos são fixados nas pontas de uma alavanca. Em um deles a amostra é colocada, no outro contrapesos de massas definidas equilibram o braço da balança. Se as duas partes do braço da balança tiverem comprimentos iguais, a massa dos contrapesos será igual à massa da amostra.

Balanças Elétricas/Eletrônicas: São balanças de um único prato assentado sobre um cristal piezoelétrico (cristais que apresentam uma diferença de potencial elétrico entre faces perpendiculares à direção de uma força aplicada). O peso se lê diretamente numa escala digital. Essas balanças podem ser chamadas de semi-analíticas (precisão de cerca de 0,1g) ou analíticas com maior precisão.

Cuidados Gerais com Balanças de Laboratórios

O manejo de qualquer balança requer cuidados especiais por ser um instrumento de grande sensibilidade e alto custo. A confiabilidade de um instrumento de medida depende sempre do seu uso e trato corretos. Cuidados particulares devem ser tomados ao lidar com balanças de laboratórios particularmente com as balanças analíticas.

- 1) A balança deve ser colocada em lugar apropriado onde não há correntes de ar, incidência de luz solar, vibrações ou intenso movimento de pessoas.
- 2) A balança deve ser equilibrada. Muitas balanças possuem um nível de água para facilitar essa operação.
- 3) Nunca coloque a mão numa balança analítica (o fluxo de ar e a temperatura da mão, diferente da temperatura do interior da balança interferem na precisão da medida): usar sempre pinças para introduzir a amostra nessas balanças.
- 4) A amostra deve ser sempre colocada sobre um vidro de relógio, um béquer, papel manteiga ou em um pesa-filtro.
- 5) Não pegar o suporte da amostra com as mãos, principalmente quando pesagens comparativas são realizadas (impressões digitais ou impureza pesam...).
- 6) Nunca fazer transferências de substâncias dentro de uma balança analítica ou com o suporte da amostra sobre o prato da balança: alguma coisa pode cair fora do suporte sujando ou danificando o equipamento.
- 7) Não colocar na balança nenhuma substância que não esteja à temperatura ambiente.
- 8) Conservar a balança sempre limpa, retirando qualquer respingo, partículas ou poeira de seus pratos com a escova que se encontra na balança ou do lado dela.
- 9) Líquidos e sólidos, em pó ou granulados, devem ser mantidos em algum recipiente seco, previamente pesado e à temperatura ambiente.
- 10) Se, durante a pesagem, o material for passível de interagir com a atmosfera (evaporação, oxidação, absorção de umidade), o frasco deve ser fechado.
- 11) Toda transferência de amostra deve ser feita somente quando os pratos estiverem travados.

- 12) Usar pinças e espátulas, nunca usar os dedos para manusear objetos e substâncias que estão sendo pesadas;
- 13) Ao terminar seu trabalho, remover todos os pesos e objetos da balança, verificar a sua limpeza, mantendo-a coberta ou fechada. Zerar a balança, se for o caso. Desligar as balanças elétricas.

2. Pré-exercícios de laboratório (PEL)

- a) Por qual motivo existem dois tipos de pipetas? Como elas se diferenciam?
- b) Para preparar uma solução estoque a partir de um padrão, é mais aconselhável usar uma pipeta volumétrica ou graduada?
- c) Para preparar uma solução que posteriormente terá sua concentração determinada por titulação, qual pipeta é a mais adequada?
- d) O que pesa mais: 1 kg de chumbo ou 1 kg de algodão? E se colocarmos estas amostras dentro de um balde com água, elas ocuparão o mesmo volume? Por quê?
- e) Faça, em seu caderno, um fluxograma com todo o procedimento experimental que será realizado no laboratório. Elabore também um fluxograma dos dados que serão coletados, deixando prontas em seu caderno de laboratório as tabelas que serão usadas.

As respostas das questões e os fluxogramas deverão ser apresentados no dia do experimento. Além disso, prepare-se para ser arguido sobre o experimento no dia da aula.

3. Objetivos

Possibilitar que os alunos conheçam técnicas básicas de laboratório como o manuseio de balança, balões volumétricos e pipetas, além de introduzir os fundamentos sobre propagação de erros e escolha de materiais no laboratório químico.

4. Parte experimental

4.1 Materiais e reagentes

Cloreto de sódio (NaCl)	Balanças Analítica e semi-analítica
Espátula	Vidro de relógio
Béquer de 50mL	Provetas de 25, 50 e 100 mL
Erlenmeyer de 125 mL	Pipetas volumétrica de 10 e 20 mL
Pipeta graduada de 5 mL	Bureta de 25 mL
Termômetro	Balões volumétricos de 25, 50 e 100 mL

4.2 Procedimentos

4.2.1 Uso de balanças

Efetue as operações de pesagem descritas a seguir:

- a) Pesagem de um composto sólido.
 - a1. Pese, numa balança analítica, 1 béquer de 50 mL. Anote o resultado com todas as casas decimais significativas. Repita esse procedimento 5 vezes com o mesmo béquer. Calcule a média e o desvio.
 - a2. Anote o resultado que é a tara do béquer.
 - a3. Pese cerca de 2,0 g de NaCl usando um vidro de relógio (balança semi-analítica). Transfira esse NaCl para o béquer 'tarado'.

- a4. Pese o béquer contendo o NaCl. Anote o resultado com todas as casas decimais significativas. Repita esse procedimento 5 vezes com a mesma amostra de NaCl. Calcule a média e o desvio.

4.2.2 Medidas de volume

a) Comparação entre proveta e béquer

Preencha a proveta de 25mL com água destilada e acerte o traço de aferição. Transfira esse volume cuidadosamente para um béquer de 50mL. Compare o volume final. Anote suas observações na tabela de resultados.

b) Comparação entre proveta e erlenmeyer

Preencha uma proveta de 50mL com água destilada e acerte o traço de aferição. Transfira para um erlenmeyer de 125mL limpo e seco. Compare o volume final. Anote suas observações na tabela de resultados.

c) Comparação entre béquer e erlenmeyer

Adicione 200mL de água destilada num béquer de 250mL. Transfira para um erlenmeyer de 250mL limpo e seco. Compare o volume final. Anote suas observações na tabela de resultados.

d) Comparação entre proveta e balão volumétrico

Preencha uma proveta de 100mL com água destilada e acerte o traço de aferição. Transfira para um balão volumétrico de 100mL limpo e seco. Compare o volume final. Anote suas observações na tabela de resultados.

e) Comparação entre bureta e balão volumétrico

Fixe uma bureta de 50mL no suporte. Feche a torneira de controle de escoamento. Coloque um béquer de 100mL embaixo da bureta. Encha a bureta com água destilada e observe se há vazamentos e se há bolhas entre a torneira e a extremidade inferior da bureta. Caso tenha bolhas, abra a torneira rapidamente até removê-las. Em seguida, encha a bureta com água destilada e acerte o menisco com o traço de aferição (zero), que fica na parte superior. Segure a torneira com a mão esquerda e usando os dedos polegar e médio dessa mão, inicie o escoamento. Transfira 50mL de água da bureta, para um balão volumétrico de 50mL limpo e seco. Compare o volume final. Anote suas observações na tabela de resultados.

f) Comparação entre pipeta graduada e volumétrica

Meça 5mL de água destilada em uma pipeta volumétrica de 5mL e transfira para uma proveta de 10mL limpa e seca. Meça 5mL de água destilada em uma pipeta graduada de 5mL e transfira para uma outra proveta de 10mL limpa e seca. Compare os volumes. Anote suas observações na tabela de resultados.

g) Técnica de pipetagem

Pipete, com pipeta graduada, e transfira para os tubos de ensaio, os seguintes volumes:

Tubo de ensaio	1	2	3	4	5
Volume de água (mL)	1,0	5,0	2,7	3,8	4,5

Tabela . Resultados das comparações das medida de volume.

Procedimento	Observações
a	
b	
c	
d	
e	
f	

Ainda sobre o assunto ...

A) Leia abaixo uma notícia que trata de um assunto pertinente ao experimento que você realizará e responda ao que segue

“Fiscalização apreende balanças por erro na pesagem”

“Quatro balanças apreendidas. Esse foi o saldo inicial da fiscalização desta terça-feira, em feiras livres de Goiânia. Na primeira feira, a Dom Bosco, localizada no Setor Oeste, os fiscais da Superintendência do Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (INMETRO) encontraram erros que lesam o consumidor e que ocorrem, em alguns casos, por falta de manutenção no instrumento...”

Publicado no Portal do INMETRO de Goiás, na página do Governo Federal, em 07/03/2006

[<http://www.inmetro.gov.br/?pagina=16&id=104>]

O texto cita um motivo comum para erros de medida em instrumentos, que é a falta de manutenção (descalibragem). Procure explicar o que é o ato de calibrar um equipamento e pesquise quais são outras causas comuns que geram erros em equipamentos. Diga que implicações práticas e que consequências esses problemas trariam, na sua opinião, em atividades importantes do cotidiano, como por exemplo a fabricação de um remédio.

B) Arquimedes e a coroa do Rei

Havia, em Siracusa, um rei que decidiu um dia oferecer aos deuses uma coroa de ouro, cuja confecção foi ordenada a um artesão da cidade, que recebeu uma boa quantidade de ouro puro para tal finalidade. À data combinada, o artesão a entregou ao rei. Este, desconfiado de que a coroa não tinha ouro puro, apesar da aparência impecável, e sim prata misturada, chamou Arquimedes, um cidadão de destacada inteligência, que ficou incumbido da missão de descobrir se a coroa era fraudulenta ou não, sob a condição de ser punido caso não o fizesse. Preocupado com isso, decidiu um dia tomar banho e, ao entrar na banheira, começou a gritar e pular: Eureka, Eureka!, certo de que havia solucionado o problema.

Esta é uma conhecida história que circula na Internet, em revistas, livros e que é passada adiante há anos. Explique, do ponto de vista químico, como Arquimedes pôde solucionar o problema da falsificação da coroa, evidenciando como e que propriedade da matéria foi usada nesse caso.

5. Referências Bibliográficas

GIESBRECHT, E. Et al. **Experiências em Química: Técnicas e Conceitos Básicos**. São Paulo: Editora Moderna, 1979.

SILVA, R. R.; BOCCHI, N.; ROCHA FILHO, R. C. **Introdução à Química experimental**. São Paulo: McGraw-Hill, 1990.

CONSTANTINO, M. G.; SILVA, G. V. J.; DONATE, P. M. **Fundamentos de Química Experimental**. São Paulo: EDUSP, 2004.