



Universidade Federal de Ouro Preto
Instituto de Ciências Exatas e Biológicas
Departamento de Química



Apostila de
Química Geral
(Nutrição - QUI322)

2019

PÁGINA EM BRANDO

Período: Início: ___/___/20___ - Término: ___/___/20___

Horário e Local: _____-feira - ___:___ às ___:___ Laboratório: _____

Avaliação: Serão totalizados 10,00 pontos distribuídos entre relatórios, provas escritas, prova prática, exercícios, presença e participação, de acordo com critério do(a) professor(a). Será aprovado o aluno que obtiver no mínimo 6,0 pontos e mais que 75% de frequência às aulas. Somente poderá fazer o exame especial o aluno que obtiver menos que 6,0 pontos e mais que 75% de frequência às aulas.

CRONOGRAMA DAS AULAS:

SEMANA	DATA	EXPERIMENTO
01		
02		
03		
04		
05		
06		
07		
08		
09		
10		
11		
12		
13		
14		
15		
16		
17		
18		
19		
20		

BIBLIOGRAFIA:

- 1- Atkins, P.A. e Jones, L.; “Princípios de Química”, Ed. Bookman., 2002.
- 2- Kotz, J.C. e Treichel, Jr, P.M.; “Química Geral e Reações Químicas”, Vol. 1 e 2, 5ª. Ed., Ed. Cengage Learning, 2008.
- 3- Brown, T.L., Le May, Jr., H.E., Bursten, B.E. e Burdge, J.R.; “Química a Ciência Central”, 9ª. Ed., Ed. Pearson Education, 2005.
- 4- Brown, L.S. e Holme, T.A.; “Química Geral Aplicada à Engenharia”, Ed. Cengage Learning, 2009.
- 5- Russel, J. B.; “Química Geral”, Vol. 1 e 2”, 2ª. Ed, Ed. McGraw-Hill, 1994.
- 6- Segal, B.G.; “Chemistry Experiment and Theory”, 1989.
- 7- Lenzi, E.; Favero, L.O.B.; Tanaka, A.S.; Vianna Filho, E.A.; Silva, M.B.; Gimenes, M.J.G.; “Química Geral Experimental”, Ed. Freitas Bastos, 2004.
- 8- Constantino, M.G.; Silva, G.V.J.; Donate, P.M.; “Fundamentos de Química Experimental”, EDUSP, 2003.

PÁGINA EM BRANDO

ÍNDICE

CRONOGRAMA DAS AULAS:	I
BIBLIOGRAFIA:	I
ÍNDICE	III
PRÁTICA 1 INTRODUÇÃO À QUÍMICA GERAL EXPERIMENTAL	1
INSTRUÇÕES GERAIS, NORMAS DE SEGURANÇA E APRESENTAÇÃO DE VIDRARIAS E EQUIPAMENTOS DE LABORATÓRIO	1
PRÁTICA 2 NOTAÇÃO CIENTÍFICA, ERROS E OPERAÇÃO DE MEDIDAS	24
PRÁTICA 3 PROCESSOS DE SEPARAÇÃO E PURIFICAÇÃO	38
PRÁTICA 4 REAÇÕES QUÍMICAS I	ERRO! INDICADOR NÃO DEFINIDO.
PRÁTICA 5 REAÇÕES QUÍMICAS II	ERRO! INDICADOR NÃO DEFINIDO.
PRÁTICA 6 ESTEQUIOMETRIA I	ERRO! INDICADOR NÃO DEFINIDO.
PRÁTICA 7 ESTEQUIOMETRIA II	ERRO! INDICADOR NÃO DEFINIDO.
PRÁTICA 8 DETERMINAÇÃO DA MASSA MOLAR DO MAGNÉSIO	ERRO! INDICADOR NÃO DEFINIDO.
PRÁTICA 9 SÍNTESE DO SULFATO DE FERRO II	ERRO! INDICADOR NÃO DEFINIDO.
PRÁTICA 10 TENSÃO SUPERFICIAL	ERRO! INDICADOR NÃO DEFINIDO.
PRÁTICA 11 PREPARO DE SOLUÇÕES	49
PRÁTICA 12 PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES	54
PRÁTICA 13 DETERMINAÇÃO DA ACIDEZ DO VINAGRE	59
PRÁTICA 14 ANÁLISE DO "LEITE DE MAGNÉSIA"	62
PRÁTICA 15 ANÁLISE DE CLORETO EM SORO FISIOLÓGICO (MÉTODO DE MOHR)	65
PRÁTICA 16 DETERMINAÇÃO DE ÁCIDO ASCÓRBICO (VITAMINA C)	71
PRÁTICA 17 DETERMINAÇÃO DE Ca^{2+} EM LEITE	68
PRÁTICA 18 ANÁLISE QUÍMICA DO LEITE	ERRO! INDICADOR NÃO DEFINIDO.
PRÁTICA 19 CINÉTICA QUÍMICA I REAÇÃO DE PRIMEIRA ORDEM	ERRO! INDICADOR NÃO DEFINIDO.
PRÁTICA 20 CINÉTICA QUÍMICA II INFLUÊNCIA DA CONCENTRAÇÃO E DA TEMPERATURA	ERRO! INDICADOR NÃO DEFINIDO.
PRÁTICA 21 EQUILÍBRIO QUÍMICO I	ERRO! INDICADOR NÃO DEFINIDO.
PRÁTICA 22 EQUILÍBRIO QUÍMICO II	ERRO! INDICADOR NÃO DEFINIDO.
PRÁTICA 23 IDENTIFICAÇÃO DE ALGUNS ÁCIDOS E BASES	ERRO! INDICADOR NÃO DEFINIDO.
PRÁTICA 24 MEDIDAS DE VALOR DE PH E SOLUÇÕES TAMPÃO	43
PRÁTICA 25 TRATAMENTO DE RESÍDUOS	ERRO! INDICADOR NÃO DEFINIDO.
MODELO DE LAUDO TÉCNICO	I
NORMAS DE GERENCIAMENTO DOS RESÍDUOS QUÍMICOS DO INSTITUTO DE CIÊNCIAS EXATAS E BIOLÓGICAS (ICEB) DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO (UFOP)	III
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	XII

PÁGINA EM BRANDO

PRÁTICA 1

INTRODUÇÃO À QUÍMICA GERAL EXPERIMENTAL

INSTRUÇÕES GERAIS, NORMAS DE SEGURANÇA E APRESENTAÇÃO DE VIDRARIAS E EQUIPAMENTOS DE LABORATÓRIO

1. INTRODUÇÃO

Este programa de laboratório foi concebido para fornecer ao aluno um primeiro contato com as técnicas básicas e os principais equipamentos e vidrarias de um laboratório de Química. Além disto, os dados experimentais obtidos poderão ser empregados para explorar vários aspectos da química teórica e descritiva. Frequentemente será verificado que na prática, a teoria poderá requerer um exame mais detalhado de um determinado problema, ou ainda, exigir habilidades manuais do aluno.

A relação entre a teoria e os trabalhos de laboratório é apresentada de forma a gerar uma sinergia entre os aspectos experimentais e teóricos de diversos conceitos químicos.

2. O RELATÓRIO

O relatório de um trabalho experimental tem como finalidade justificar os fatos que motivaram a sua realização, descrever a forma como o trabalho foi realizado e, através dos resultados obtidos experimentalmente, interpretar conclusivamente a relação entre os dados obtidos e os dados teóricos. Para que o relatório torne-se compreensível e reproduzível, as anotações devem ser claras, exatas e completas. A fim de descrever exatamente o que aconteceu. Um bom relatório deve ser o mais simples possível, de linguagem correta e não prolixo ou ambíguo.

Em síntese, um relatório destina-se a:

- Explicar a experiência efetuada;
- Descrever os procedimentos e resultados experimentais;
- Discutir os resultados obtidos, apresentando os cálculos, por ventura, efetuados.

Um relatório deve ser elaborado de tal forma que:

- Outra pessoa possa repetir o trabalho efetuado com base nele;
- Qualquer pessoa possa perceber qual o objetivo do trabalho, o que se fez, quais foram os resultados obtidos e ter uma apreciação crítica dos resultados.

2.1. NORMAS PARA ELABORAR UM RELATÓRIO SEGUNDO A NORMA ABNT NBR 14724 (INFORMAÇÃO E DOCUMENTAÇÃO — TRABALHOS ACADÊMICOS — APRESENTAÇÃO) E GUIA PARA NORMALIZAÇÃO BIBLIOGRÁFICA DE TRABALHOS ACADÊMICOS 2ª. EDIÇÃO REVISTA, ATUALIZADA E AMPLIADA, UFOP, OURO PRETO, SISTEMA DE BIBLIOTECAS E INFORMAÇÃO, 2017 – DISPONÍVEL EM: [HTTP://WWW.REPOSITORIO.UFOP.BR/IMAGE/GUIA-NORMALIZACAO-SISBIN.PDF](http://www.repositorio.ufop.br/image/guia-normalizacao-sisbin.pdf), PÁGINA CONSULTADA EM 31/01/2019.

2.1.1. Instruções segundo a ABNT

Formato:

Os textos devem ser digitados ou datilografados em cor preta, podendo utilizar outras cores somente para as ilustrações. Se impresso, utilizar papel branco ou reciclado, no formato A4 (21 cm × 29,7 cm).

Os elementos pré-textuais devem iniciar no anverso da folha, com exceção dos dados internacionais de catalogação-na-publicação que devem vir no verso da folha de rosto. Recomenda-se que os elementos textuais e pós-textuais sejam digitados ou datilografados no anverso e verso das folhas.

As margens devem ser: para o anverso, esquerda e superior de 3 cm e direita e inferior de 2 cm; para o verso, direita e superior de 3 cm e esquerda e inferior de 2 cm.

Recomenda-se, quando digitado, a fonte tamanho 12 para todo o trabalho, inclusive capa, excetuando-se citações com mais de três linhas, notas de rodapé, paginação, dados internacionais de catalogação-na-publicação, legendas e fontes das ilustrações e das tabelas, que devem ser em tamanho menor e uniforme.

Espaçamento

Todo texto deve ser digitado ou datilografado com espaçamento 1,5 entre as linhas, excetuando-se as citações de mais de três linhas, notas de rodapé, referências, legendas das ilustrações e das tabelas, natureza (tipo do trabalho, objetivo, nome da instituição a que é submetido e área de concentração), que devem ser digitados ou datilografados em espaço simples. As referências, ao final do trabalho, devem ser separadas entre si por um espaço simples em branco.

Um relatório deverá ser composto por:

- **Título:** Deve ser claro e descritivo.
- **Identificação:** Deve conter os nomes dos integrantes do grupo, o curso, a instituição e a data da realização do experimento.
- **Objetivos:** Deve conter uma descrição simples e clara dos objetivos do experimento realizado.
- **Introdução:** A introdução deve ser uma descrição concisa da história e da teoria relevante para o trabalho prático. Podem ser adicionados esquemas, quando forem relevantes. A introdução não precisa ser extensa, nem cópia do roteiro, utilize referências diferentes do roteiro de prática. Se usar um livro ou artigo de uma revista, não copie parágrafos inteiros; limite-se a extrair a informação relevante para o relatório. As referências bibliográficas devem ser inseridas no texto em números arábicos e entre colchetes, e o mais próximo possível à citação ([1], [2], [3], etc).

Devem ser citadas e listadas de forma crescente. As referências completas devem constar na Bibliografia do relatório.

- **Parte Experimental:**

- Materiais utilizados: apresentação de todos os materiais, vidrarias e equipamentos utilizados na realização do experimento, exceto reagentes, na forma de itens. Exemplo:
 - Tubo de ensaio
 - Béquer de 200 mL, 50 mL
 - Bomba de vácuo
 - Bico de Bunsen
 - Centrífuga, etc.

- Reagentes utilizados
 - Solução aquosa de hidróxido de sódio: [NaOH] 0,1 mol/L
 - Sulfato de cobre pentaidratado: (CuSO₄.5H₂O)
 - Água destilada
 - Álcool etílico anidro

Não copie da apostila. Muitas vezes o procedimento é alterado no momento da realização do experimento. Registre exatamente a forma como o procedimento foi realizado. Especifique todo o material utilizado, assim como os reagentes. Utilize os verbos em linguagem impessoal. Por exemplo, prefira "*Utilizou-se* os seguintes materiais..." ou "*Foram utilizados* os seguintes materiais..." ao invés de "*Utilizamos* os seguintes materiais..." ou "*Utilizei* os seguintes materiais...". Neste item não se devem constar quaisquer observações experimentais, pois, essas fazem parte dos Resultados e Discussão.

- **Apresentação dos resultados experimentais – Resultados e discussão:** Sempre que possível, os resultados devem ser apresentados em tabelas para que uma futura consulta ao seu trabalho seja facilitada. Cada tabela deve ser numerada para eventual referência no texto e incluir uma breve descrição do seu conteúdo (ex: Tabela 2 – Efeito do ácido clorídrico nas roupas dos estudantes que não usam jaleco). A primeira linha de cada coluna da Tabela deve conter o nome, a quantidade e a respectiva unidade de medida (ex. concentração mol.L⁻¹ ou mol/L).
- Cálculos e Discussão dos resultados: De uma maneira geral os cálculos devem ser apresentados de forma completa. Quando houver vários cálculos semelhantes, detalhar somente um deles e apresentar apenas o resultado final para os demais. Os resultados finais dos cálculos devem ser apresentados em destaque e estar em concordância com o erro calculado. A discussão é uma das partes mais importantes do relatório. As discussões não são obrigatoriamente longas, mas devem ser completas e fundamentadas. Podem-se discutir os cálculos, conforme são apresentados. A discussão deve ser feita do ponto de vista da avaliação dos resultados finais, do seu significado, da sua precisão e, quando possível, da exatidão. Tente pensar sobre as possíveis implicações dos resultados, relacionando-os com os objetivos do trabalho.

 - Faça uma análise comparativa entre os resultados obtidos na prática e os resultados esperados e/ou publicados na literatura, indicando quando for o caso, possíveis erros, alterações no experimento, etc. Discuta alterações visuais como: mudança de cor, aquecimento, formação de precipitado,

emissão de som ou luz, etc., e os resultados obtidos como: massa final, rendimento, ponto de fusão, análises, etc.

- **Conclusões:** As conclusões devem ser descrições breves do que foi encontrado ou demonstrado na aula prática. É, por vezes, também apropriado incluir um resumo dos resultados quantitativos. As conclusões são feitas com base nos objetivos do trabalho.
- **Bibliografia:** A última parte do relatório deve ser uma lista de todas as referências utilizadas, de acordo com a numeração dada ao longo da confecção do relatório.
- **Adendo – Como fazer:**
 - o **Tabelas:** O título das Tabelas deve aparecer na parte superior, precedido da palavra designativa: Tabela, seguido de seu número de ordem de ocorrência no texto, em algarismos arábicos, travessão e do respectivo título; a construção das tabelas deve seguir as “Normas de Apresentação Tabular” publicadas pelo IBGE. As tabelas, diferentemente dos quadros não devem ser fechadas nas laterais, devendo apresentar traços apenas na horizontal para dividir suas respectivas seções, subseções e seus dados (vide Template).
 - o **Equações e fórmulas** devem ser destacadas no texto e, se necessário, numeradas com algarismos arábicos entre parênteses, alinhados à direita. Na sequência normal do texto, é permitido o uso de uma entrelinha maior que comporte seus elementos;
 - o **Ilustração, Figura ou Esquema:** sua identificação aparece na parte superior, precedida da palavra designativa (Desenho, Esquema, Fluxograma, Gráfico, Mapa ou outros), seguida de seu número de ordem de ocorrência no texto, em algarismos arábicos, travessão e do respectivo título. Após a ilustração, na parte inferior, indicar a fonte consultada (elemento obrigatório, mesmo que seja produção do próprio autor), legenda, notas e outras informações necessárias à sua compreensão (se houver). A ilustração deve ser citada no texto e inserida o mais próximo possível do texto a que se refere;

2.1.2. COMO FAZER UMA CITAÇÃO BIBLIOGRÁFICA

- **Para partes de livros:**

AUTOR DA PUBLICAÇÃO. *Título*: subtítulo. Edição. Local da publicação (cidade): Editora, data (ano). Volume (quando for o caso), páginas consultadas.

Ex.

BIER, O. *Bacteriologia e imunologia*. 15ed. São Paulo: Melhoramentos, 1970, p. 806-10, 817, 836.

- **Para capítulos de livros:**

AUTOR DO CAPÍTULO. *Título do capítulo*. In: AUTOR DO LIVRO. *Título*: subtítulo do livro. Edição. Local da publicação (cidade): Editora, data (ano). Volume (quando for o caso), capítulo, páginas consultadas.

Ex.

MULTZER, J. *Basic Principles of Asymmetric Synthesis*. In: PFALTZS, A., YAMAMOTO, H., JACOBSEN, E. N. (Ed.). *Comprehensive Asymmetric Catalysis – Supplement 1*. New York: Springer-Verlag, 2003, p.215-45.

- **Para fontes eletrônicas online:**

AUTORIA. *Título*. Fonte (se for publicação periódica). Disponível em <endereço eletrônico> Acesso em: data (dia, mês, ano).

Ex.

UNITED STATES, Environmental Protection Agency, Official of Pesticides Programs. *Assesing health risks from pesticides*. Disponível em: <<http://www.epa.gov/pesticides/citizens/riskaccess.htm>> Acesso em: 14jun.1999.

MINISTÉRIO DO DESENVOLVIMENTO INDÚSTRIA E COMÉRCIO EXTERIOR, Secretaria de Comércio Exterior. *Exportação/Importação de Terpenos*. Disponível em: <<http://aliceweb.desenvolvimento.gov.br/>> Acesso em: 16 jul.2002.

- **Para citar documentos de patentes:**

Número do depósito de patente; AUTORIA. *Título*. Ano de depósito

Ex.

US20130110237A1; Thomas P. Schaer, Suzanne Stewart, Alexander M. Klibanov; *Antibacterial coatings that inhibit biofilm formation on implants*. 2013

- **Para citar artigos científicos:**

AUTORIA *Título*. **Revista**, Volume, número, páginas, data da publicação. ISSN ou DOI

Ex.

BOROUJENI, K. P.; JAFARINASAB, M. *Polystyrene-supported pyridinium chloroaluminate ionic liquid as a new heterogeneous Lewis acid catalyst for Knoevenagel condensation*. **Journal of Chemical Research**, n. 7, p. 429-431, Jul 2012. ISSN 1747-5198.

ATENÇÃO: Atente tanto para a formatação (negrito, itálico, maiúsculas, etc.), quanto para a pontuação. Estes elementos fazem parte da maneira correta de se fazer uma citação bibliográfica.

Se você ainda tiver dúvidas, não hesite em perguntar ao seu professor ou consulte um livro sobre citações bibliográficas. Uma excelente recomendação disponível na biblioteca do ICEB/UFOP é a seguinte:

FRANÇA, J. L. et al. *Manual para normatização de publicações técnico-científicas*. 5ed – rev. Belo Horizonte: Ed. UFMG, 2001, 211p.

Sites úteis na consulta de informações para os relatórios

www.periodicos.capes.gov.br/ - para acessar informações de artigos
www.inpi.gov.br, <https://worldwide.espacenet.com/>, <https://patents.google.com/>,
www.wipo.int/, - para acessar documentos de patentes

EXEMPLO DE RELATÓRIO DE PRÁTICA E SUGESTÃO DE BAREMA PARA CORREÇÃO DESSES RELATÓRIOS

Distribuição da pontuação dos relatórios

Seção	Aspectos avaliados	Pontuação
Apresentação	Estética na apresentação do relatório e formatação correta, seguindo as instruções da apostila de prática;	1,0
Capa	Com todas as informações importantes (vide <i>template</i>);	0,5
Resumo	Conforme explicitado no roteiro do relatório;	0,5
Introdução	Fundamentação teórica de todos os assuntos envolvidos na prática, com referências bibliográficas consultadas e expressas corretamente;	1,5
Objetivo	Expresso de forma clara e objetiva;	0,5
Parte experimental	i) Materiais e reagentes: lista completa com respectivas especificações dos materiais (marca, modelo, etc.) e reagentes (marca, grau de pureza, etc.) utilizados na prática; ii) Procedimentos: Texto compreensivo do trabalho desenvolvido de modo que possa ser reproduzido por outra pessoa. Montagem experimental. Colocar desenhos e fotos quando achar que são necessários;	0,5 1,0
Resultados e discussão	Apresentação de texto explicativo introdutório precedendo a apresentação dos resultados experimentais, que, quando, pertinente, deve ser apresentado na forma de tabelas e gráficos;	2,0
Conclusão	Conforme explicitado no roteiro do relatório;	1,0
Referências	Conforme explicitado no roteiro do relatório.	1,5

Será considerado motivo de perda de pontuação: texto em seção inapropriada, erro gramatical, linguagem inapropriada, colocação incorreta de identificação de tabelas e figuras, apresentação de medidas sem a respectiva unidade, utilização inadequada de algarismos significativos, falta de indicação de referências bibliográficas ou sua indicação incorreta.



UFOP

Universidade Federal
de Ouro Preto

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
Universidade Federal de Ouro Preto
Departamento de Química
Laboratórios de Química Geral

Relatório

**Prática 1: Síntese e caracterização do *N,N*-dodecil,metil-
polietilenoimina (DMPEI)**

Disciplina: QUI666 – Química Geral Experimental

Turma: 96

Professor: Marcelo Gomes Speziali

Data da experiência: 09/08/2018

Data da entrega do relatório: 14/08/2018

Alunos – Curso:

Marcelo Gomes Speziali - Química

Joaquim José da Silva Xavier – Engenharia metalúrgica

Chico Rei - Farmácia

Francisco Lisboa da Anunciação - Farmácia

Ouro Preto, agosto de 2018

Resumo

No presente relatório são descritos protocolos para a síntese do polímero N, N-dodecil, metil-polietilenoimina.

Introdução

Pesquisas na área de biomédicas, geralmente, necessitam de materiais isentos de contaminação biológica. Para tanto, é muito comum o uso de substâncias microbidas, capazes de matar vírus e bactérias de forma eficaz. Isso pode ser conseguido pelo revestimento da superfície de tais objetos com uma composição polimérica impregnada com biocidas, por exemplo, prata, íons de metais pesados, antibióticos, que gradualmente lixiviam para o meio [1].

Essa estratégia, no entanto, é altamente limitada porque, eventualmente, o biocida incorporado reduzirá sua concentração aos poucos, além de que a liberação de biocidas tóxicos no ambiente é extremamente indesejável.

Recentemente foi desenvolvido uma abordagem de recobrimento alternativa, sem a liberação do revestimento baseado no uso de polímeros de hidrofobicidade, massa molecular e carga especificamente pensados e projetados para se ligar covalentemente à superfície de diversos tipos de materiais [2].

Nesses casos, a ação microbida parece ser um fenômeno físico em que as cadeias poliméricas hidrofóbicas, rígidas e eretas, parecem romper as membranas celulares bacterianas ou as membranas lipídicas virais, matando assim os micróbios que entrarem em contato com a superfície protegida por esses materiais [2].

Esse modo de ligação covalente, embora altamente eficaz, requer várias etapas de modificações químicas específicas da superfície [3] (vale ressaltar que essas superfícies covalentemente modificadas, embora mortais para as bactérias, parecem inofensivas às células de mamíferos [4], o que é bom para sua segurança humana).

No presente relatório, uma molécula útil no revestimento não covalente tem sua síntese discutida aqui. Essa molécula conhecida como N,N-dodecil,metil-polietilenoimina ou simplesmente por (DMPEI) é igualmente microbida [2,5,6], é de fácil obtenção.

Objetivos

Síntese e caracterização do composto DMPEI (N,N-dodecil,metil-polietilenoimina)

Materiais e Reagentes

- 1-Bromododecano (Sigma-Aldrich, cat. No. B65551)
- 1-Butanol (Sigma-Aldrich, cat. No. 360463)
- Acetona (Sigma-Aldrich, cat. No. 320110)
- Iodometano (Sigma-Aldrich, cat. No. 289566)
- Metanol (Sigma-Aldrich, cat. No. 179337)
- PEI, solução ramificada a 50% (p/p) em água, peso molecular médio de 750 kDa (Sigma-Aldrich, cat. No. 181978)
- K_2CO_3 (Sigma-Aldrich, No. de cat. 310263)
- álcool terc-amílico (Sigma-Aldrich, cat. No. 152463)

Equipamentos

- Condensador, junta 24/40
- Agitadores com aquecimento
- Espectrômetro de RMN (Bruker, 300 MHz)
- balão de fundo redondo, 250 ml

Procedimento

Síntese de N, N-dodecil, metil-PEI

Etapa 1:

A solução de PEI (20g) foi transferida para um béquer e a amostra foi congelada em nitrogênio líquido por 5 minutos. Após o congelamento, a amostra foi liofilizada por 5 dias. O produto liofilizado foi transferido para um balão de fundo redondo de 250 ml contendo uma barra de agitação magnética revestida com Teflon. Foram adicionados 5,5 g de PEI desidratado e 21 g (152 mmol) de K_2CO_3 . À mistura anterior foram transferidos 70 ml de álcool terc-amílico e 90 ml de 1-bromododecano. Um condensador de bolas foi fixado ao balão (c.f. Figura 1) e a mistura foi aquecida em banho de óleo até a temperatura de 100°C por 96 horas. Após esse período, a mistura foi resfriada a temperatura ambiente e em seguida filtrada com auxílio de vácuo para a remoção dos sais de carbonato (c.f. Figura 2).

Etapa 2:

Após filtrada, à solução foram adicionados 15 mL de iodometano. A mistura de reação foi agitada a 60 ° C por 24 h em um frasco de tampa de rosca selado com parafilme.

Após esse período a mistura reacional resfriada até à temperatura ambiente seguida da adição de acetano em excesso. O precipitado formado após adição da acetona foi filtrado com auxílio de vácuo (c.f. Figura 2) e lavado com acetona em excesso. O Sólido formado amarelo claro foi armazenado em um dessecador durante a noite.

Figura 1: Montagem do esquema de refluxo da reação de síntese do DMPEI

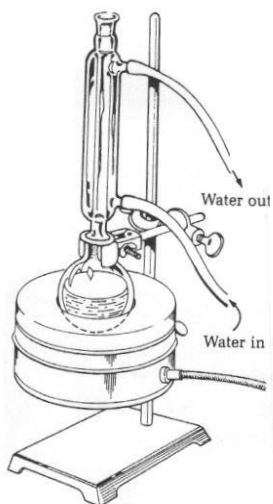
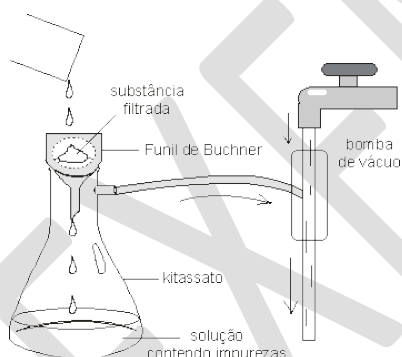


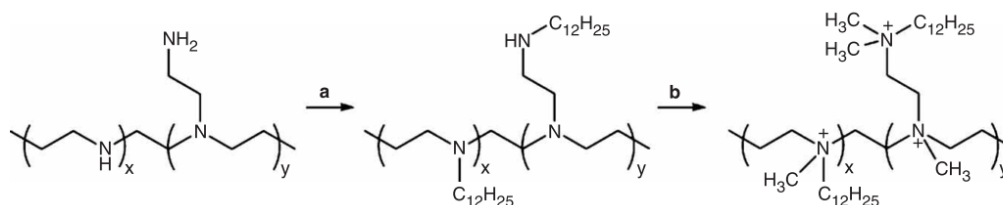
Figura 2: Esquema da montagem da filtração à vácuo da reação de síntese do DMPEI



Resultados e discussão

O produto formado apresentou uma leve coloração amarelada, foi enviado para caracterização por análises de Ressonância Magnética Nuclear, Infravermelho e Espectrometria de Massas. O esquema da formação do produto a partir do polietileno imina se encontra na Figura 3 abaixo. O rendimento final do produto foi de cerca de 90%.

Figura 3: Representação esquemática da síntese do DMPEI. Os números de repetição das unidades monoméricas estão representados como x e y; a) 1-Bromododecane, K_2CO_3 , terc-amil álcool, 95 °C; b) Iodometano, 60 °C.



A Tabela 1 apresenta o deslocamento dos sinais de hidrogênio do DMPEI, obtidos em um espectrômetro de Ressonância Magnética Nuclear de 300 MHz, utilizando clorofórmio deuterado como solvente e tetrametilsilano como padrão interno.

Tabela 1: Atribuição dos sinais de Ressonância Magnética Nuclear aos respectivos hidrogênios do DMPEI

Deslocamento do sinal do H no espectro de HRMN	Atribuição
0.85–0.95	t, N-CH ₂ -(CH ₂) ₁₀ -CH ₃
1.1–1.5	br s, N-CH ₂ -(CH ₂) ₁₀ -CH ₃
3.3–4.0	br m, N-CH ₂ -(CH ₂) ₁₀ -CH ₃ , N-CH ₃

Conclusão

A molécula N,N-dodecil,metil-polietilenoimina (DMPEI) foi preparada a partir do precursor N,N-polietilenoimina (PEI) em alto rendimento (90%) em um processo de duas etapas. O produto final foi caracterizado por análise de ressonância magnética nuclear confirmando a estrutura do DMPEI. Análises subsequentes de infravermelho e espectrometria de massas estão sendo aguardadas para confirmação indubitável da estrutura do polímero da síntese.

Referências bibliográficas

- EDGE, M.; ALLEN, N.S.; TURNER, D.; ROBINSON, J.; SEAL, K. *The enhanced performance of biocidal additives in paints and coatings*. **Progr. Org. Coat.** v.43, p.10–17, 2001. ISSN 1747-5198.
- KLIBANOV, A.M. *Permanently microbicidal materials coatings*. **J. Mater. Chem.** v.17, p.2479–2482, 2007. ISSN 1747-5199.
- LEWIS, K.; KLIBANOV, A.M. *Surpassing nature: rational design of sterile-surface materials*. **Trends Biotechnol.** v.23, p.343–348, 2005. ISSN 1747-5197

4. MILOVIÆ, N.M.; WANG, J.; LEWIS, K.; KLIBANOV, A.M. *Immobilized N-alkylated polyethylenimine avidly kills bacteria by rupturing cell membranes with no resistance developed.* **Biotechnol. Bioeng.** v.90, p.715–722, 2005. ISSN 1747-5298.
5. PARK, D.; WANG, J.; KLIBANOV, A.M. *One-step, painting-like coating procedures to make surfaces highly and permanently bactericidal.* **Biotechnol. Prog.** v.22, p.584–589, 2006. ISSN 1747-5137.
6. HALDAR, J., AN, D.; ÁLVAREZ DE CIENFUEGOS, L.; CHEN, J.; KLIBANOV, A.M. *Polymeric coatings that inactivate both influenza virus and pathogenic bacteria.* **Proc. Natl. Acad. Sci. USA.** v.103, p.17667–17671, 2006. ISSN 1747-5474.

EXEMPLO

3. NORMAS GERAIS DE SEGURANÇA EM LABORATÓRIO

Ao executar uma experiência, você deve ter conhecimento das práticas e dos processos usuais de trabalho no laboratório. Isto requer uma atenção especial, pois neste curso espera-se que você faça mais do que repetir uma sucessão de operações indicadas. É necessário conhecer bem o equipamento e o trabalho de laboratório para investigar com sucesso os problemas apresentados. O sucesso de seu trabalho dependerá, em grande parte, da sua capacidade de seguir as sugestões e conselhos do professor. Quando em dúvida, consulte-o.

No laboratório, devem ser observadas as instruções e normas abaixo relacionadas, que são fundamentais para a sua segurança e dos demais colegas:

- Para iniciar os trabalhos: Ao realizar cada experiência leia antes as instruções correspondentes. Consulte seu professor cada vez que ficar em dúvida sobre uma atividade proposta.
- O laboratório não é lugar para brincadeiras: O laboratório é sempre um lugar para se trabalhar com responsabilidade. As brincadeiras devem ficar para outro lugar mais adequado. Trabalhe com atenção, prudência e calma.
- Observe o material a ser utilizado: Não trabalhar com material imperfeito ou defeituoso, principalmente os vidros que tenham pontas ou arestas cortantes.
- Cuidado com as substâncias desconhecidas: Nunca se deve trabalhar com substâncias químicas das quais não se conheçam as propriedades. Faça apenas as experiências indicadas pelo seu professor.
- Nossa pele e alguns produtos químicos não combinam: Não toque nos produtos químicos. Caso alguma substância caia na sua pele, lave imediatamente com bastante água e avise seu professor.
- Seja observador: É muito importante que você anote todas as observações e conclusões durante a realização de uma atividade experimental. Esses dados suportarão a confecção de seu relatório.
- Substâncias inflamáveis: As substâncias inflamáveis não devem ser aquecidas em fogo direto. Pode-se fazer um aquecimento indireto em banho-maria.
- Mantenha limpa sua bancada de trabalho: Conserve sempre limpo seu material e sua bancada de trabalho. Evite derramar líquido ou deixar cair sólido no chão ou na bancada. Caso isto aconteça, lave imediatamente o local com bastante água. Deixe os materiais da mesma maneira em que os encontrou no início da aula, limpos e organizados.
- Ao final do trabalho: Ao sair do laboratório, lave as mãos, verifique se os aparelhos estão desligados e se não há torneiras de água ou gás abertas.
- A sua segurança em primeiro lugar: Quando você trabalhar com substâncias corrosivas, use sempre máscaras e luvas de borracha. Para tocar nestas substâncias

deve-se usar bastão de vidro ou pinças. Em procedimentos que envolvam liberação de vapores tóxicos ou inflamáveis, utilize a capela.

- É proibido entrar no laboratório sem jaleco: Use sempre jaleco, calça comprida e sapatos fechados nas aulas experimentais e tenha cuidado com os olhos e o rosto. Cabelos longos devem estar presos para que imprevistos sejam minimizados.
- Cada material em seu lugar: Sobre sua bancada, no laboratório, deixe apenas o material em uso; pastas e livros devem ficar em outro local apropriado.
- Refeição não combina com laboratório: As refeições devem ser feitas na lanchonete. NUNCA FUME, COMA OU BEBA NO LABORATÓRIO, pois pode ocorrer algum tipo de contaminação por substâncias tóxicas.
- Mistura-se A + B ou B + A? Sempre que for necessário juntar ou misturar substâncias que reajam violentamente, deve-se fazê-lo com CUIDADO, verificando se é necessário refrigeração e, o mais importante, em que ordem essas substâncias devem ser juntadas ou misturadas. Deve-se juntar ácido à água, NUNCA água ao ácido.
- Não vá se intoxicar: As substâncias tóxicas devem ser manipuladas na capela ou próxima de uma janela e, se as mesmas forem voláteis (que se evaporam), deve-se usar máscara adequada.
- Cuidado com material inflamável: Toda vez que for necessário empregar fósforo ou bico de Bunsen, deve-se verificar se nas proximidades há algum frasco que contenha líquido inflamável. Se houver, deve ser afastado o máximo possível. Pequenos incêndios podem ser abafados com uma toalha.
- Aquecimento: não aqueça tubos de ensaio com a boca virada para seu lado nem para o lado de outra pessoa.
- Cada frasco com sua tampa: Para não contaminar os reagentes, você não deve trocar as tampas dos recipientes. Nunca devolva ao frasco original um reagente que de lá foi retirado ou utilizado numa reação.
- Sistemas fechados: Não aqueçam, em nenhuma hipótese, substâncias em sistemas hermeticamente fechados.
- Olha a higiene. Resíduos no lixo: Você não deve jogar nas pias ou no chão resto de reagente, fósforo ou pedaço de papel sujo. No laboratório existem frascos ou cestos de lixo destinados a receberem estes resíduos.
- Você é afobado? Quando você aquecer material de vidro ou porcelana, conserve o rosto afastado, a fim de evitar que, pela quebra acidental, venha a ocorrer um grave acidente, principalmente com os olhos. Lembre-se de que um vidro quente tem a mesma aparência do vidro quando frio.
- Gases, o que fazer? Nunca se deve aspirar gases ou vapores diretamente de um recipiente, pois pode tratar-se de substância tóxica. Em vez disso, com a mão traga um pouco do vapor ou gás até você.

- Reagentes químicos são perigosos: Nenhum reagente químico deve ser provado ou ingerido, a fim de testar seu gosto, pois pode tratar-se de um veneno.
- Em caso de acidentes: Comunique o incidente, **IMEDIATAMENTE**, ao professor.

3.1. SIMBOLOGIA DE RISCOS

O risco oferecido por uma substância é indicado no rótulo de sua embalagem por ícones que atendem a padrões internacionais. Estes ícones são os *Símbolos de Risco* e são apresentados em quadrados de fundo laranja ou branco.

O tipo de risco também é indicado, de maneira mais específica, pelas chamadas *Frases de Risco*. Elas são indicadas pela letra R seguida de números ou combinação de números. As *Frases de Segurança* indicam as medidas e precauções que devem ser tomadas no manuseio desta mesma substância. Elas são indicadas pela letra S seguida de números ou combinações de números.

Observe o rótulo do ácido clorídrico que está reproduzido na figura abaixo. Na parte em laranja podemos ver desenhos. Estes são os símbolos de risco para esta substância. Na parte inferior a esquerda deste mesmo rótulo estão as frases de risco R:34-37. Logo abaixo estão as frases de segurança S:26-36-17-39-45. Verifique que tipo de risco esta substância apresenta e que tipo de providência deve ser tomada para manuseá-la com segurança.

Figura 1: Exemplo de rótulo de reagente químico.

3.2. LEGENDA DOS SÍMBOLOS DE RISCOS




	<p>Nocivo ao Meio Ambiente Substâncias que não podem ser lançadas diretamente no esgoto por causarem danos aos organismos aquáticos. Precaução: devem ser tratadas (destruídas) convenientemente antes de descartadas</p>
	<p>Risco Biológico Este símbolo é usado em laboratórios que trabalham com microorganismos e outros materiais de natureza biológica.</p>
	<p>C Corrosivo. Substâncias capazes de causar danos à pele e demais tecidos vivos. Algumas causam danos aos equipamentos do laboratório. Precaução: Evitar contato direto ou com o vestuário, e inalação dos vapores.</p>













	X	<p>Irritante (Xi). Nocivo (Xn) Substâncias que, além de causar danos à pele, causam danos aos olhos e mucosas. Precaução: Evitar contato direto, incluindo inalação dos vapores.</p>
	T	<p>Tóxico (T). Muito Tóxico (T+) Substâncias que, por inalação ou absorção pela pele, provocam danos à saúde ou mesmo a morte. Precaução: Evitar qualquer contato com o corpo humano e observar cuidados especiais com produtos cancerígenos, teratogênicos ou mutagênicos.</p>
	F	<p>Inflamável (F). Extremamente Inflamável (F+) Substâncias que se incendiam repentinamente e se queimam rapidamente. Precaução: Manter longe de chamas faíscas e fontes de calor.</p>
	O	<p>Oxidante. São substâncias que desprendem oxigênio e favorecem a combustão. Podem inflamar substâncias combustíveis ou acelerar a propagação de incêndio. Precaução: Evitar qualquer contato com substâncias combustíveis, pois o incêndio pode ser favorecido dificultando a sua extinção.</p>
	E	<p>Explosivo. São substâncias que pela ação de choque, percussão e fricção, produzem centelhas ou calor suficiente para iniciar um processo destrutivo através de violenta liberação de energia. Precaução: Evitar atrito, choque, fricção, formação de faísca e ação do calor.</p>

3.3. ELIMINAÇÃO E TRATAMENTO DE RESÍDUOS










Os resíduos obtidos nos procedimentos de laboratório deverão ser eliminados de acordo com as normas vigentes da UFOP. Em anexo se encontra as “NORMAS DE GERENCIAMENTO DOS RESÍDUOS QUÍMICOS DO INSTITUTO DE CIÊNCIAS EXATAS E BIOLÓGICAS (ICEB) DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO (UFOP).”

4. EQUIPAMENTOS BÁSICOS DE LABORATÓRIO

Materiais de Porcelana		
		
Funil de Büchner	Cadinho	Almofariz ou gral e pistilo

Vidrarias		
		
Tubo de ensaio	Béquer	Erlenmeyer
		
Kitazato	Balão de fundo chato	Balão de fundo redondo
		
Balão volumétrico	Bureta	Proveta
		
Funil simples	Funil Raiado	Funil de separação ou funil de decantação

		
Condensador reto	Condensador de bola	Condensador de serpentina
		
Pipetas graduadas	Pipetas volumétricas	Bastão de vidro
		
Vidro de relógio	Frasco conta-gotas	Dessecador

Material Metálico		
		
Espátula	Pinça para cadinho	Mufa
		
Anel com mufa	Garra com mufa	Garra sem mufa
		
Pinça Castaloy	Suporte universal	Suporte universal

 <p>Bico de Bunsen</p>	 <p>Tripé de ferro</p>	 <p>Tela de amianto</p>
---	---	--

Materiais diversos e equipamentos		
 <p>Pera insufladora</p>	 <p>Garrafa lavadeira ou Pisseta</p>	 <p>Pinça de madeira</p>
 <p>Estante para tubos de ensaio</p>	 <p>Suporte para funil</p>	 <p>Manta de aquecimento</p>
 <p>Balança analítica</p>	 <p>Balança de topo</p>	 <p>Chapa de aquecimento</p>
 <p>Bomba de Vácuo</p>	 <p>Estufa</p>	 <p>Capela de exaustão</p>

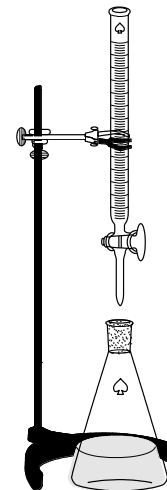
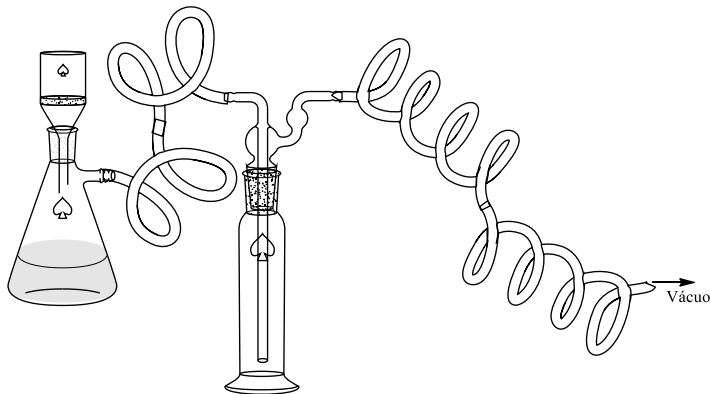
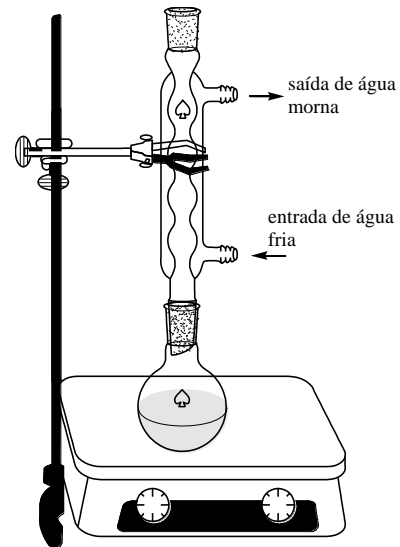
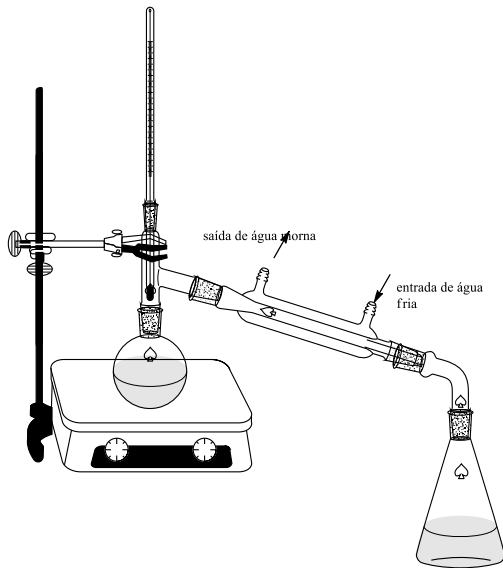
5. EXERCÍCIOS


1. Quais são os Equipamentos de Proteção Individual (EPI) de uso obrigatório em todas as aulas dentro de um laboratório de Química?
2. Para que servem os óculos de segurança? Eles protegem contra vapores ou gases danosos aos olhos? Os óculos corretivos podem substituí-los? Porque o uso de lentes de contato não é recomendado?
3. Grande parte dos acidentes de laboratório ocorrem quando:
 - a) Pessoas experientes em técnicas de laboratório tentam um novo experimento?
 - b) Pessoas inexperientes usam produtos químicos?
 - c) Regras de segurança e práticas seguras não são seguidas.
 - d) “Acidentes acontecem” além da vontade dos trabalhadores de laboratório
4. Durante uma emergência, você pessoalmente deveria ajudar uma pessoa ferida somente se:
 - a) Os ferimentos forem graves
 - b) Você pode ajudar sem por a si mesmo em risco
 - c) Você tem treinamento específico para ajudar a pessoa
 - d) Você tem certeza de como a vítima se feriu
5. O que fazer no caso de derramamento de uma substância química na pele? E se o derramamento ocorrer na roupa ou jaleco?
6. O que fazer caso uma substância química entre em contato com os olhos?
7. Substâncias químicas voláteis são:
 - a) Muito reativas
 - b) Possuem uma baixa pressão de vapor
 - c) São líquidos que se vaporizam facilmente a pressão e temperatura ambiente
 - d) São gases em temperaturas e pressão ambiente
8. Qual o termo que define que uma substância causa câncer em humanos?
 - a) Carcinogêneo
 - b) Embriotoxina
 - c) Lacrimogênio
 - d) Teratogênico
9. Qual o termo que define que uma substância causa defeitos físicos em embriões e fetos?
 - a) Carcinogêneo
 - b) Pirofórico
 - c) Lacrimogêneo
 - d) Teratogênico
10. Qual termo que descreve que uma substância induz a formação de lágrimas em uma pessoa?
 - a) Pirofórico
 - b) Embriotoxina
 - c) Lacrimogêneo
 - d) Mutagênico

11. Qual o termo que descreve um produto químico armazenado sob temperaturas extremamente baixas?

- a) Pirofórico
- b) Criogênico
- c) Lacrimogênio
- d) Gás comprimido

12. Identificar todos os materiais utilizados nas montagens dos sistemas abaixo:



<p>Nome Do Produto:</p> <p>N-Hexano ReagentLabPlus™ Número Do Produto: R-100903 NÚMERO DO CAS: 110-54-3 Fórmula: C₆H₁₄ Peso Molecular: 86,18 g/mol TL = 0,660 Kg</p> <p>Especificação/Specification</p> <p>Aparência (Cor) : Incolor</p> <p>Aparência (Forma) : Líquido</p> <p>Índice De Refração : N20/D 1,373 - 1,377</p> <p>Pureza (CG) : > 95 %</p> <p>A Air Clean Química garante que, no momento da liberação da qualidade ou da data posterior do reteste, este produto está de acordo com a Publicação. Para mais informações, entre em contato com o Serviço Técnico. O comprador deve determinar a adequação do produto para seu uso particular. Consulte o verso da fatura ou recibo de embalagem para obter termos adicionais e condições de venda.</p>	<h2>N-Hexano</h2> <h1>ReagentLabPlus™</h1> <p>Reagent for General Use</p> <p>R-10.09.03.0001</p> <p>HEXANO Hexane HEXANE Hexane HEXANO</p> <p>MADE IN BRAZIL</p> <p>ACQ@HEMISTRY® Air Clean Química Ltda. Avenida Pitágoras Nº1712 Chácara Rio. Petrópolis Duque de Caxias - RJ/Brasil Website: www.aircleanquimica.com.br E-mail: techserv@aircleanquimica.com</p>	<p>Palavra de advertência Perigo</p> <p>Frases de Perigo H225 Líquido e vapor facilmente inflamáveis. H304 Pode ser mortal por ingestão e penetração nas vias respiratórias. H315 Provoca irritação cutânea. H336 Pode provocar sonolência ou vertigens. H361 Suspeito de afetar a fertilidade ou o nascituro. H373 Pode afetar os órgãos (Sistema nervoso) após exposição prolongada ou repetida por ingestão. H411 Tóxico para os organismos aquáticos com efeitos duradouros.</p> <p>Prevenção P201 Leia instruções específicas antes da utilização. P210 Mantenha afastado do calor/fiável/chama aberta/superfícies quentes. Não fumar. P233 Mantenha o recipiente bem fechado. P260 Não respire as poeiras/ fumos/ gases/ névoas/ vapores/ aerossóis. P273 Evite a liberação para o ambiente. P280 Use luvas de proteção/ vestuário de proteção/ proteção ocular/ proteção facial.</p> <p>Resposta P301 + P310 EM CASO DE INGESTÃO: contate imediatamente um CENTRO DE INFORMAÇÃO ANTIVENENOS ou um médico. P331 NÃO provocar o vômito. P370 + P378 Em caso de incêndio: para extinguir utilize ar seco, um produto químico seco ou espuma resistente ao álcool.</p> <p>Armazenagem P403 + P233 Armazene em local bem ventilado. Mantenha o recipiente bem fechado.</p>  <p>Produto para uso exclusivo em Laboratório</p>
---	---	--

<p>Nome Do Produto:</p> <p>AquaTrial™ 5mg H2O ContentTitrant Número Do Produto: R-10.36.03.0001</p> <p>1 mL = ca. 5mg H₂O</p> <p>Especificação/Specification</p> <p>Aparência (Cor) : Marrom escuro</p> <p>Aparência (Forma) : Líquido</p> <p>Densidade a 20°C (g/ml) : ≥ 1,200</p> <p>Fator (mg H₂O por ml de produto) : ≥ 5,00</p> <p>A Air Clean Química garante que, no momento da liberação da qualidade ou da data posterior do reteste, este produto está de acordo com a Publicação. Para mais informações, entre em contato com o Serviço Técnico. O comprador deve determinar a adequação do produto para seu uso particular. Consulte o verso da fatura ou recibo de embalagem para obter termos adicionais e condições de venda.</p>	<h2>AquaTrial™ 5mg H₂O</h2> <h1>ContentTitrant</h1> <p>Karl Fischer Reagent</p> <p>R-10.36.03.0001</p> <p>Reagents for Volumetric Karl Fischer Titration. Free Pyridine, Free Methanol</p> <p>Volumetrisches Reagenz für die Karl-Fischer-Dosierungsmethode. Pyridinfrei, Methanolfrei</p> <p>Reactivo volumétrico para método de dosificación Karl Fischer. Exento de Piridina, Isento Metanol</p> <p>Reagente volumétrico para método de dosagem Karl Fischer. Isento de Piridina, Isento Metanol</p> <p>MADE IN BRAZIL</p> <p>ACQ@HEMISTRY® Air Clean Química Ltda. Avenida Pitágoras Nº1712 Chácara Rio. Petrópolis Duque de Caxias - RJ/Brasil Website: www.aircleanquimica.com.br E-mail: techserv@aircleanquimica.com</p>	<p>Palavra de advertência Perigo</p> <p>Frases de Perigo H225 Líquido e vapor inflamáveis. H303 Pode ser perigoso por ingestão. H304 Pode ser mortal por ingestão e penetração nas vias respiratórias. H315 Provoca irritação cutânea. H319 Provoca irritação ocular grave. H332 Nocivo por inalação. H335 Pode provocar irritação das vias respiratórias. H373 Pode afetar os órgãos após exposição prolongada ou repetida. H373 Pode afetar os órgãos (Sistema nervoso central, Fígado, Rins) após exposição prolongada ou repetida por inalação. H401 Tóxico para os organismos aquáticos. H412 Nocivo para os organismos aquáticos com efeitos duradouros.</p> <p>Prevenção P210 Mantenha afastado do calor/fiável/chama aberta/superfícies quentes. Não fumar. P260 Não respire as poeiras/ fumos/ gases/ névoas/ vapores/aerossóis. P273 Evite a liberação para o ambiente. P280 Use luvas de proteção/ proteção ocular/ proteção facial.</p> <p>Resposta P301 + P310 EM CASO DE INGESTÃO: contate imediatamente um CENTRO DE INFORMAÇÃO ANTIVENENOS ou um médico. P331 NÃO provocar o vômito.</p> <p>Armazenagem P403 + P233 Armazene em local bem ventilado. Mantenha o recipiente bem fechado.</p> <p>Destruição P501 Eliminar o conteúdo/ recipiente em instalação aprovada de destruição de resíduos.</p>  <p>Produto para uso exclusivo em Laboratório</p>
--	---	---

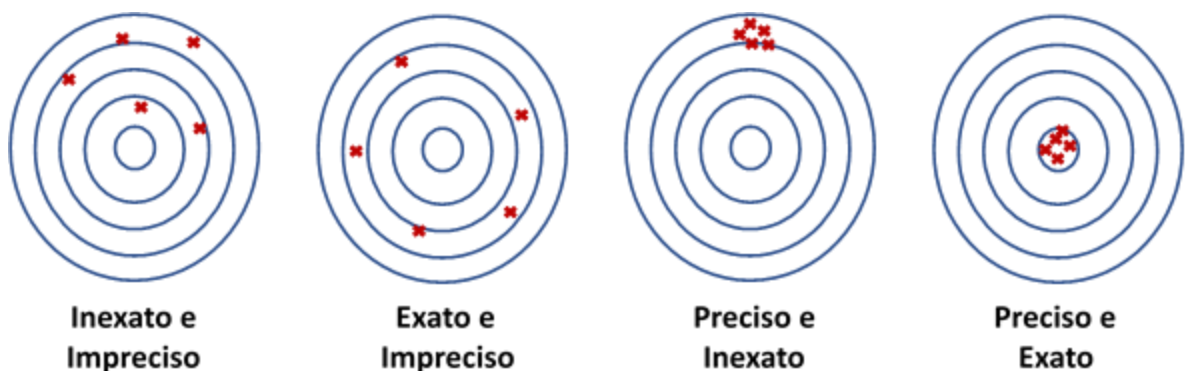
Pode-se avaliar a exatidão de uma única medida, mas mais comumente se faz uma série de medidas e determina-se a exatidão da média dos valores obtidos.

Precisão: A precisão de uma grandeza é a concordância entre várias medidas feitas sobre a grandeza. A precisão indica o grau de dispersão do resultado e está associada à repetitividade (baixa variação entre medidas consecutivas) e reprodutibilidade (concordância entre medidas da mesma grandeza realizadas em diferentes ocasiões) da medida. Somente se pode falar de precisão quando se faz diversas medidas (replicata) da grandeza.

É muito difícil obter exatidão sem precisão; porém, uma boa precisão não garante uma boa exatidão. Não obstante, o analista sempre procura resultados repetitíveis e reprodutíveis, pois quanto maior a precisão, maior é a chance de se obter boa exatidão.

A Figura 1 ilustra os conceitos de exatidão e precisão em uma medida cujo valor verdadeiro é igual a 3.

Figura 1. Conjuntos de medidas que ilustram os conceitos de precisão e exatidão:



2.1. TIPOS DE ERROS

Os dados obtidos através de medidas são sempre acompanhados de erros devidos ao sistema que está sendo medido, ao instrumento de medida e ao operador. O conhecimento destes erros permite a correta avaliação da confiabilidade dos dados e do seu real significado.

Dois classes de erros podem afetar a precisão e a exatidão de uma medida: os erros **determinados** (ou sistemáticos) e os erros **indeterminados** (ou aleatórios).

2.1.1. Erros determinados ou sistemáticos

Os erros determinados são aqueles que possuem causas definidas e são localizáveis, afetando principalmente a exatidão de uma medida. Podem ser minimizados, eliminados ou utilizados para corrigir a medida. Os erros determinados mais importantes são:

- **Erros instrumentais:** originários de imperfeições ou defeitos nos instrumentos e vidrarias utilizados para realizar a medida. Por exemplo: falta de calibração ou calibração incorreta, defeitos construtivos, desgaste, etc.;

- **Erros de reagentes e solventes:** devidos à impurezas ou ataque dos recipientes por reagentes, solventes ou soluções;
- **Erros do método:** estes erros têm suas origens no método ou metodologia utilizado, que podem promover amostragens incompletas, perdas por solubilidade, perdas em transferências, etc. São inerentes ao método e independem de quão bem o analista trabalhe.
- **Erros de operação:** erros físicos e associados à manipulação; são geralmente independentes dos instrumentos e utensílios utilizados e não tem qualquer relação com o sistema químico. Suas grandezas, geralmente desconhecidas, dependem mais do analista do que de outro fator. Por exemplo: uso de recipientes descobertos, a perda de material por efervescência, a lavagem malfeita da vidraria ou dos precipitados, o tempo insuficiente de aquecimento, erros de cálculo. Os iniciantes, por falta de habilidade e de compreensão do processo, podem cometer erros operacionais sérios sem deles se aperceberem, mas, ao ganharem experiência e conhecimentos, tais erros são reduzidos a proporções mínimas;
- **Erros pessoais:** estes erros são devidos a deficiências do analista. Alguns derivados da inabilidade do operador em fazer certas observações com exatidão, como o julgamento correto da mudança de cor nas titulações que usam indicadores visuais. Outros são erros de predisposição. Estes surgem quando a questão é decidir qual fração de uma escala deve ser registrada: o operador tende a escolher aquela que tornar o resultado mais próximo da medida anterior.

2.1.2. Erros indeterminados

A segunda classe de erros são os indeterminados ou aleatórios afetam a precisão, representando a INCERTEZA que ocorre em cada medida. Eles são resultantes de flutuações em sucessivas medidas feitas pelo mesmo operador nas melhores condições possíveis. Eles são derivados de pequenas variações nos instrumentos, no sistema ou no operador. Como estes erros são devidos ao acaso, não podem ser previstos, mas podem ser avaliados através de tratamento estatístico dos dados.

A influência dos erros indeterminados é indicada pela precisão da medida, que é descrita pelo **desvio padrão da média** de uma série de medidas feitas sob condições idênticas. A precisão da medida não dá informação de quão exata foi à medida, a menos que se disponha de um número muito grande delas. Porém é possível, com certo grau de confiança, avaliar o intervalo dentro do qual se encontra o melhor valor da grandeza; esse intervalo é denominado intervalo de confiança da medida. Obviamente, é impossível eliminar todos os erros devidos ao acaso. Entretanto, o analista deve procurar minimizá-los até atingir um nível de insignificância tolerável.

2.2. MINIMIZANDO OS ERROS

Embora seja impossível eliminar completamente todos os erros associados a uma operação ou medida, é importante tentar minimizá-los ao máximo. Existem diversas maneiras de reduzir os erros em uma operação, sendo alguns deles:

- **Medições em replicatas:** a realização de múltiplas medições de uma mesma grandeza ou amostra é o suficiente para aumentar a exatidão e, principalmente, precisão de uma operação. Nestes casos toma-se como valor a média aritmética simples (Equação 1) das medidas realizadas. Quanto maior o número de replicatas maior tende a ser a precisão da medida. Nas práticas cotidianas de laboratórios geralmente

se utiliza três ou cinco replicatas (triplicata e quintuplicata, respectivamente), mas em alguns casos podem ser necessários mais replicatas.

$$\bar{x} = \frac{x_1+x_2+x_3+\dots+x_i}{N} = \frac{\sum x_i}{N} \quad (1)$$

onde \bar{x} é a média; x_i é o valor da medida i e N é o número de medidas realizadas.

- **Calibração dos instrumentos:** para eliminar ou minimizar os erros instrumentais deve-se fazer calibrações dos instrumentos, equipamentos e vidrarias utilizadas em determinada operação.
- **Utilização de um branco:** tem como objetivo determinar erros devido a impurezas dos reagentes e contaminações dos instrumentos que podem afetar uma operação. Consiste em realizar exatamente os mesmos procedimentos utilizados na operação real, mas sem o uso do reagente ou analito cujo efeito se deseja observar/medir. O resultado obtido com o branco é subtraído dos resultados da medida real. Esse método é aplicável apenas em alguns casos.
- **Uso de um padrão para comparação:** tem como objetivo determinar especialmente erros sistemáticos. Consiste em analisar uma amostra padrão, com propriedades (massa, concentração, etc.) previamente determinadas, juntamente com as amostras real. Desta forma, qualquer diferença entre o valor real (padronizado) do padrão e o medido permite conhecer o erro envolvido, o qual pode então ser levado em consideração para as amostras reais.

2.3. AVALIAÇÃO E TRATAMENTO MATEMÁTICO DOS ERROS

Como dito anteriormente, ao realizar uma operação ou medida, deve-se ter o maior cuidado possível para minimizar os erros. Entretanto, é impossível eliminar completamente os erros. Desta forma, em qualquer medida se torna importante representar a certeza que se tem em relação a seu valor. Ou seja, é importante representar o erro ou incerteza da medida.

A primeira maneira de fazer isso é representar a medida com o número correto de algarismos significativos.

O número de algarismos significativos de uma medida expressa a precisão com a qual ela foi realizada. Por exemplo, se a medida do comprimento de uma mesa for expresso como sendo de 100 cm, isso significa que sua medida foi realizada com uma régua (ou outro método) com incerteza nessa medida está na casa do cent feita com uma régua de uma medida. Se dissermos que uma mesa mede 120cm, isto indica que a medimos até próximo ao centímetro, enquanto 102,4cm indica uma medida até o décimo de centímetro. No primeiro caso temos três algarismos significativos e no último caso temos quatro.

O número de algarismos significativos de uma medida expressa a precisão com a qual ela foi realizada. Por exemplo, se a medida do comprimento de uma mesa for expressa como sendo de 100 cm, isso significa que sua medida foi realizada com uma régua (ou outro método) com incerteza na casa do centímetro. Se a mesma medida for expressa como 100,0 cm, quer dizer que a incerteza nesse caso está na casa do milímetro (0,1 cm). No primeiro caso a medida foi expressa com três algarismos significativos, enquanto na segunda foram quatro. O último algarismo significativo é o chamada algarismo duvidoso.

O número zero é um algarismo significativo exceto quando está situado à esquerda do primeiro algarismo diferente de zero. Assim, no número 7,0026, os dois zeros são significativos enquanto que no número 0,00940 os três zeros a esquerda não são algarismos significativos, são apenas determinantes de ordem de grandeza, enquanto o da direita é significativo.

Para saber com quantos algarismos significativos uma medida deve ser representada deve-se observar a sensibilidade (erro absoluto) do instrumento utilizado (no caso de uma única medida) ou pelo desvio padrão (no caso de múltiplas medidas). Por exemplo, se a massa de um corpo de dois gramas é medida com uma balança que fornece uma precisão de $\pm 0,1\text{g}$, deve-se representa-la por $2,0\text{ g}$. Neste caso, o zero é significativo, pois é o resultado de uma medida. Entretanto, se fosse necessário expressar esta mesma massa em miligramas (mg) ou em microgramas (μg), poderíamos cometer um erro ao escrevermos, respectivamente, 2000 mg ou $2000000\ \mu\text{g}$. Em ambos os casos apenas o primeiro zero após o dígito 2 é significativo, uma vez que o instrumento em que foi realizada a medida confere apenas dois algarismos significativos à medida. Nestes casos, deve-se expressar o resultado utilizando-se a notação científica. Pelo exemplo acima citado, a notação adequada a ser adotada seria $2,0 \times 10^3\text{ mg}$ ou $2,0 \times 10^6\ \mu\text{g}$.

Tabela 2. Exemplos de algarismos significativos e notação exponencial

Medida	Notação Exponencial	Nº de algarismos significativos
0,0062g	$6,2 \times 10^{-3}\text{g}$	2
0,0602g	$6,02 \times 10^{-2}\text{g}$	3
0,6200g	$6,200 \times 10^{-1}\text{g}$	4
0,62g	$6,2 \times 10^{-1}\text{g}$	2
40,240g	$4,0240 \times 10^1\text{g}$	5
400,240g	$4,00240 \times 10^2\text{g}$	6

Erro absoluto: Quando se efetua uma medida com o auxílio de um instrumento (por exemplo, uma balança, régua, pipeta, bureta, etc), é importante especificar o erro correspondente. Este é o denominado erro absoluto.

As vidrarias utilizadas em um laboratório de química para medidas de volume dividem-se em graduadas e volumétricas. O erro absoluto dos equipamentos graduados é dado como a metade da menor divisão apresentada por ele. Já os instrumentos volumétricos têm erros fornecidos pelo fabricante que podem estar gravados na própria vidraria ou estar tabelado (Tabela 3).

Tabela 3. Erros típicos para vidraria volumétrica

Volume (mL)	Balão Volumétrico (desvio)	Bureta (desvio)	Pipeta (desvio)
0,5			$\pm 0,006$
1	$\pm 0,02$		$\pm 0,006$
2	$\pm 0,02$		$\pm 0,006$
3			$\pm 0,01$
4			$\pm 0,01$
5	$\pm 0,02$	$\pm 0,01$	$\pm 0,01$
10	$\pm 0,02$	$\pm 0,02$	$\pm 0,02$
15			$\pm 0,03$
20			$\pm 0,03$
25	$\pm 0,03$	$\pm 0,03$	$\pm 0,03$
50	$\pm 0,05$	$\pm 0,05$	$\pm 0,05$
100	$\pm 0,08$	$\pm 0,10$	$\pm 0,05$
200	$\pm 0,10$		
250	$\pm 0,12$		
500	$\pm 0,20$		
1000	$\pm 0,30$		
2000	$\pm 0,50$		

No caso de uma medida de massa, o erro é aquele indicado na balança utilizada ou, se não houver tal indicação, pelo número de casas depois da vírgula dado pela balança. Assim, para uma balança que permite ler até a segunda casa após a vírgula, o erro absoluto da medida é $\pm 0,01$ g. Por exemplo, suponha que uma substância foi pesada utilizando-se esta balança, a massa encontrada foi igual a 3,44g. O resultado expresso com o erro da medida será:

$$m = (3,44 \pm 0,01) \text{ g}$$

Erro relativo: É definido em termos de erro absoluto de acordo com a equação:

$$E_r = \frac{E_a}{V_m} \quad (2)$$

Onde: E_r = erro relativo; E_a = erro absoluto e V_m = medida

No caso da massa do exemplo anterior, o erro relativo é dado por:

$$E_r = \frac{E_a}{V_m} = \frac{0,01}{3,44} = 0,003$$

O erro relativo também pode ser expresso em termos percentuais:

$$E\% = E_r \times 100 \quad (3)$$

Neste caso, o erro do exemplo anterior tem o valor de 0,3%

Em muitos casos, especialmente em processos analíticos (como titulações) e quando se tem um número maior de medidas, é mais interessante trabalhar com o desvio padrão no lugar do erro absoluto de cada medida. O desvio padrão (s) é definido como:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_i (x_i - \bar{x})^2}{(N-1)}} \quad (4)$$

onde \bar{x} é a média; x_i é o valor da medida i e N é o número de medidas realizadas.

As calculadoras científicas permitem trabalhar com dados estatísticos e possuem a função de desvio padrão.

De forma similar aos erros relativos, também pode-se utilizar os conceitos de desvio padrão relativo (s_r) e o desvio padrão percentual ($s\%$), dados pelas equações a seguir.

$$s_r = \frac{s}{V_m} \quad s\% = s_r \times 100 \quad (5)$$

Como padrão, erros e desvios são representados com apenas um algarismo significativo.

2.4. OPERAÇÕES MATEMÁTICAS ENVOLVENDO ALGARISMOS SIGNIFICATIVOS

Em muitos casos é preciso realizar operações matemáticas utilizando valores com diferentes números de algarismos significativos, e é necessário determinar o número de algarismos significativos adequados para o resultado. Para fazer isso utiliza-se as seguintes regras:

- **Adição ou Subtração:** o resultado deve ser arredondado no sentido de conter o mesmo número de algarismos significativos posteriores à vírgula do que o fator com menor número de algarismos significativos após a mesma. Exemplos:

$$3,86 + 29,3 + 0,918 = 34,078 \quad \Rightarrow \quad \text{notação correta} = 34,1$$

$$29,3456 - 19,11 = 10,2356 \quad \Rightarrow \quad \text{notação correta} = 10,24$$

- **Multiplificação ou Divisão:** o resultado de ser arredondado no sentido de conter o mesmo número de algarismos significativos que o fator de menor número total de algarismos significativos. Exemplos:

$$3,356 \times 3,3 = 11,0748 \quad \Rightarrow \quad \text{notação correta} = 11$$

$$4,256 \div 3,11 = 1,3684 \quad \Rightarrow \quad \text{notação correta} = 1,37$$

OBS: números puros, que não são provenientes de uma medida, possuem número infinito de algarismos significativos, não sendo necessário representa-los ou leva-los em conta nas operações matemáticas. Por exemplo, considere que foram realizadas três medidas de volume com os resultados 10,1, 10,3 e 10,15 mililitros e deseja-se determinar o volume médio. Neste caso o cálculo seria:

$$\bar{x} = \frac{10,1 + 10,3 + 10,15}{3} = 10,1833 = 10,2$$

O número 3 no denominador é um número puro, portanto não deve ser utilizado para determinar o número de algarismos significativos

2.5. PROPAGAÇÃO DE ERROS

Muitas vezes também é necessário realizar operações matemáticas com medidas com diferentes erros e encontrar qual o erro do resultado. Esse procedimento é chamado de propagação de erros. É importante notar que um erro jamais diminui devido a operações matemáticas, não importa se trata-se de uma soma, subtração, multiplicação ou divisão.

- **Adição ou subtração:** o erro do resultado é a soma dos erros absolutos de cada medida. Para uma aplicação mais imediata e menos rigorosa pode-se considerar que

numa adição ou subtração, o termo com menor número de casas decimais determina o número de casas decimais do resultado. Considerando $Y = A + B - C$

$$E_a(Y) = E_A + E_B + E_C \quad (6)$$

Assim, na operação mostrada abaixo temos:

$$(43,7 \pm 0,1)\text{g} + (3,85 \pm 0,05)\text{g} - (0,923 \pm 0,002)\text{g} = (46,627 \pm 0,152)\text{g} \rightarrow 46,6 \pm 0,2$$

O resultado deve ter assim apenas uma casa decimal.

- **Multiplicação ou divisão:** o erro do resultado será a soma dos erros relativos de cada uma das medidas envolvidas. Considerando $Y=AxB/C$, temos:

$$\frac{E_Y}{Y} = \frac{E_A}{A} + \frac{E_B}{B} + \frac{E_C}{C} \quad (7)$$

Analisemos, por exemplo, o cálculo de densidade, onde a massa e o volume de uma substância são dados abaixo:

$$m = (43,297 \pm 0,0012)\text{g}$$

$$V = (25,00 \pm 0,05)\text{mL}$$

O erro relativo da massa é de 0,002% e do volume 0,2%. O erro da densidade deverá ser de 0,202%. Assim:

$$\rho = \frac{(43,297 \pm 0,002\%) \text{ g}}{(25,00 \pm 0,2\%) \text{ mL}} = 1,732 \text{ g mL}^{-1} \pm 0,202\% = (1,732 \pm 0,003) \text{ g mL}^{-1}$$

Também aqui é possível trabalhar de modo mais simplificado considerando que numa multiplicação ou divisão o termo com maior erro relativo determina a ordem de grandeza do erro relativo do resultado. Ou ainda, se aceita que numa multiplicação ou divisão o termo com menor número de algarismos significativos determina o número de algarismos significativos do resultado.

Mais corretamente, quando se está trabalhando com os desvios padrões, a propagação de erros é dada pelas equações:

$$- \text{ Soma ou subtração (Y=A+B-C): } s_Y = \sqrt{s_A^2 + s_B^2 + s_C^2} \quad (8)$$

$$- \text{ Multiplicação ou divisão (Y=AxB/C): } \frac{s_Y}{Y} = \sqrt{\left(\frac{s_A}{A}\right)^2 + \left(\frac{s_B}{B}\right)^2 + \left(\frac{s_C}{C}\right)^2} \quad (9)$$

3. OPERAÇÕES DE MEDIDAS

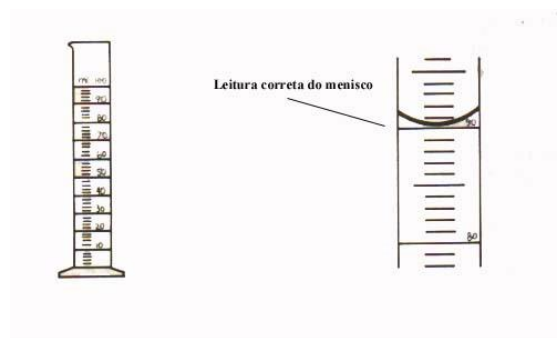
O resultado de um experimento depende muito das operações de medidas envolvidas. Para isso é necessário que se aprenda a utilizar os instrumentos corretamente.

3.1. MEDIDAS DE VOLUME

Em laboratório são utilizadas as vidrarias graduadas e volumétricas para fazer as medidas de volumes. De modo geral, para medidas aproximadas de volume (com precisão intermediária) são usadas provetas ou pipetas graduadas, enquanto que para medidas mais precisas são utilizadas buretas, pipetas volumétricas e balões volumétricos.

A medida do volume é feita comparando-se o nível do mesmo com a graduação marcada na parede do recipiente. A leitura do nível para líquidos transparentes deve ser feita na parte inferior do menisco e devemos posicionar o nível dos nossos olhos perpendicularmente à escala onde se encontra o menisco correspondente ao líquido a ser medido. Este procedimento evita o erro de paralaxe.

Figura 2. Leitura do menisco em uma proveta



Em alguns casos, quando utilizando líquidos orgânicos, o menisco pode aparecer invertido. Neste caso a leitura é feita na parte superior do menisco. Quando o líquido a ser medido é opaco, não permitindo a visualização do menisco, a leitura é feita pela posição da fronteira visível do líquido.

3.1.1. Uso da Pipeta

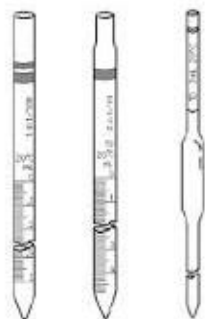
Para utilizar uma pipeta é necessário o uso de um acessório para realizar a sucção do líquido, sendo os mais comuns a pera e o pipetador (ou pró-pipeta). A pipeta a ser utilizada deve estar limpa e seca (ou ambientada). **Jamais se deve pipetar com a boca.**

As etapas a serem seguidas na utilização da pipeta:

1. Encher a pipeta com sucção. Nesta operação a ponta da pipeta deve estar sempre mergulhada no líquido;
2. Se necessário, fechar a extremidade superior da pipeta com o dedo indicador;
3. Ajustar o nível do menisco à marca de calibração (evitar erro de paralaxe);
4. Deixar escoar o líquido pipetado no recipiente destinado, tocando a ponta da pipeta nas paredes do recipiente. No caso de pipetas marcadas com dois traços na parte

superior deve-se apenas esperar alguns segundos para o completo escoamento do líquido, devendo o líquido residual ser desprezado (não deve ser ‘soprado’). Pipetas com apenas um traço devem ser sopradas.

Figura 3. Pipetas graduada e volumétrica.



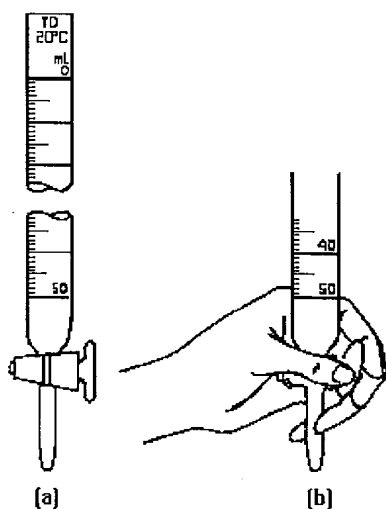
3.1.2. Uso da Bureta

As buretas são recipientes volumétricos, usados para escoar volumes variáveis de líquido e empregadas geralmente em titulações. Apesar de ser uma vidraria graduada, permitindo medida de volumes distintos, ela possui erro comparável ao de vidrarias volumétricas. Ao utilizar uma bureta as etapas abaixo descritas devem ser seguidas:

1. Verificar se a torneira, caso seja de vidro esmerilhado, está lubrificada;
2. Fazer ambiente na bureta, se não estiver seca;
3. Encher a bureta e verificar se nenhuma bolha de ar ficou retida no seu interior;
4. Fixar a bureta ao suporte, com o auxílio de uma garra, de forma a mantê-la na posição vertical;
5. Zerar a bureta (evitar erro de paralaxe);

A leitura do volume escoado de uma bureta é uma medida relativa. Assim, do mesmo modo que ela foi zerada deve-se ler o volume escoado (atenção para evitar erro de paralaxe).

Figura 4. Método correto de segurar a torneira de uma bureta.



3.1.3. *Uso do balão volumétrico*

Balões volumétricos medem um volume exato a uma determinada temperatura (geralmente 20°C), podendo ser usado sem erro apreciável em temperaturas de mais ou menos 8 °C acima ou abaixo da indicada. Usado principalmente para o preparo de soluções, quando se deseja uma concentração a mais exata possível. Seu uso será melhor detalhado em prática posterior.

3.2. *MEDIDAS DE MASSA*

As massas de substâncias são medidas com o uso de balanças com diferentes precisões. As mais comuns nos laboratórios de química são as chamadas balanças semi-analíticas (2-3 casas decimais) e analíticas (4-5 casas decimais). Alguns cuidados devem ser tomados ao se utilizar uma balança:

- As substâncias químicas não devem jamais ser pesadas diretamente nos pratos da balança e sim sobre papel apropriado ou num recipiente qualquer (como béquer, pesa-filtro, vidro relógio, cápsula de porcelana, etc.) previamente pesado.
- Toda balança tem um limite de massa que ela suporta. Jamais se deve colocar nela uma massa maior do que a indicada;
- Antes e após a pesagem deve-se se certificar que a balança esteja limpa.

A utilização da balança será explicada detalhadamente pelo(a) professor(a).

3.3. *MEDIDA DE TEMPERATURA*

Em laboratórios de química os termômetros mais utilizados são os de mercúrio, que contém em seu interior mercúrio líquido de cor prata, mas termômetros com outros tipos de líquidos (como álcool com corante) e digitais têm sido cada vez mais utilizados devido a toxicidade do mercúrio.

Ao medir a temperatura de um líquido, o bulbo do termômetro deve ser introduzido no líquido. Quando a altura de mercúrio (ou similar) no interior do termômetro estabilizar (2 a 3 minutos) pode-se fazer a leitura da temperatura, evitando-se erro de paralaxe.

4. OBJETIVOS

Realizar algumas medidas e expressar corretamente os resultados obtidos com os respectivos erros.

5. MATERIAIS E REAGENTES

5.1. MATERIAIS E EQUIPAMENTOS

- Balança analítica (x1);
- Pipeta volumétrica de 10,00 mL (x1);
- Balão volumétrico de 50,0 mL (x1);
- Pipeta graduada de 10,0 mL (x1);
- Proveta de vidro de 50,0 mL (x1);
- Proveta de plástico de 10,0 mL (x1);

5.2. SOLUÇÕES E REAGENTES

- Água destilada.

6. PROCEDIMENTO

6.1. ALGUMAS MEDIDAS DE VOLUMES

1. Anotar, com os respectivos erros, o volume máximo que pode ser medido através de cada um dos aparelhos disponíveis em sua bancada. Consulte a Tabela 2.1, quando necessário.

Instrumento	Capacidade/mL	Erro do instrumento/mL
Balão Volumétrico		
Bureta		
Pipeta Graduada		
Proveta de 50mL		
Proveta de 10mL		

2. Medir cinquenta mililitros de água destilada em uma proveta e transferir totalmente para um balão volumétrico. Note se houve alguma diferença, explique e anote corretamente o resultado. Tente explicar o resultado com base na exatidão dos instrumentos utilizados.

- Transferir seguidamente para uma proveta de cinquenta mililitros os seguintes volumes de água destilada usando os instrumentos indicados na tabela abaixo com os seus respectivos erros.

Volume/mL	Instrumento	Erro do instrumento/mL
5	Bureta	
5	Pipeta graduada	
10	Proveta	

- Ler e anotar corretamente o volume total de água destilada contido na proveta de cinquenta mililitros. Qual o valor teórico resultante da soma dos volumes adicionados? Qual o erro na medida do volume como feito acima? Qual o valor prático medido na proveta? Explique se houve alguma eventual diferença.

Volume teórico/mL
Volume prático/mL

6.2. DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE

- Pese em balança analítica uma proveta de 10,0 mL vazia, anotando o valor medido;
- Preencha a proveta com 10,0 mL de água (ou outro líquido indicado pelo professor);
- Pese novamente a proveta, agora cheia, e anote a massa. Pela diferença das massas da proveta vazia e cheia, determine a massa do líquido;
- Calcular a densidade do líquido, com o número adequado de algarismos significativos e com o erro.

Medida	Instrumento	Erro
Massa (g)		
Volume (mL)		
Densidade (g mL ⁻¹)	----	

7. EXERCÍCIOS

- Determine o número de algarismos significativos e reescreva-os utilizando notação exponencial:
 - 50,00g;
 - 0,00501m ;
 - 0,0100mm ;
 - 0,50L;
 - 250,0mL.
- Ordenar as seguintes medidas em ordem crescente de precisão:
 - $(1,0 \pm 0,1)\text{mL}$;
 - $(2,00 \pm 0,01)\text{mL}$;
 - $(200 \pm 1)\text{mL}$;
 - $(9,8 \pm 0,5)\text{cm}^3$.
- Converta $5,0\text{g/cm}^3$ em:
 - g/mL ;
 - g/L ;
 - g/m^3 ;
 - kg/mL ;
 - kg/L .
- Certo sólido tem uma densidade de $10,71\text{g/cm}^3$. Qual o volume ocupado por 155g deste sólido?
- Calcule a massa molecular de cada uma das substâncias abaixo, expressando o resultado corretamente (não se esqueça das unidades):
 - CaSO_4 ;
 - $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$;
 - MgCl_2 ;
 - KMnO_4 ;
 - FeCO_3
- Calcule, expressando corretamente o resultado (com o número apropriado de algarismos significativos), a concentração (em mol L^{-1}) de:
 - 10,00 g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ em 250,0 mL de solução;
 - 15,0 g de AgNO_3 em 500 mL de solução;
 - 25 g de $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ em 0,25 L de solução.

PRÁTICA 3

PROCESSOS DE SEPARAÇÃO E PURIFICAÇÃO

1. INTRODUÇÃO

Várias substâncias são encontradas na natureza sob forma de misturas de dois ou mais componentes. Da mesma forma, quando preparamos compostos no laboratório, frequentemente obtemos misturas nas quais as substâncias componentes retêm sua identidade e suas propriedades fundamentais. Estas misturas podem ser homogêneas ou heterogêneas, dependendo de elas apresentarem uma única fase ou mais de uma fase, respectivamente. Por exemplo, o álcool e a água formam uma mistura homogênea, mas água e gasolina são classificadas como uma mistura heterogênea.

Se um dos componentes de uma mistura estiver presente numa quantidade muito maior que os outros componentes, a mistura pode ser considerada como uma substância impura e os componentes em menores quantidades são considerados como impurezas. Um dos problemas frequentemente encontrados num laboratório de química é a separação dos componentes de uma mistura, incluindo a purificação de substâncias impuras.

Há basicamente dois tipos de processos de separação: os processos mecânicos e os processos físicos. Nos processos mecânicos de separação não ocorrem transformações físicas ou químicas das substâncias, e, geralmente, são utilizados para separar misturas heterogêneas. Alguns exemplos de processos mecânicos são a catação, a peneiração, a decantação, a centrifugação e a filtração. Por outro lado, nos processos físicos de separação ocorrem transformações físicas das substâncias, como por exemplo, a mudança de estado líquido para gasoso de uma determinada substância. Esses processos de separação são mais eficientes e, geralmente, são usados para separar misturas homogêneas e para purificar substâncias. Alguns exemplos são: dissolução fracionada, recristalização, fusão fracionada, sublimação, destilação simples e fracionada, etc.

Para saber mais, consulte:

1. CASSIDY, H. G. Methods of separation and tests for purity. **Journal of Chemical Education**, v. 23, n. 9, p. 427, 1946/09/01 1946. ISSN 0021-9584. Disponível em: < <https://doi.org/10.1021/ed023p427> >.
2. CASSIDY, H. G. The nature of separation processes. **Journal of Chemical Education**, v. 27, n. 5, p. 241, 1950/05/01 1950. ISSN 0021-9584. Disponível em: < <https://doi.org/10.1021/ed027p241> >.
3. VOGEL, A. I. **Química analítica qualitativa**. Ed. Mestre Jou, 1981. ISBN 9788587068019.
4. BURSTEN, B. E. **Química: a ciência central**. PRENTICE HALL BRASIL, 2005. ISBN 9788587918420.
5. ZUBRICK, J. W.; DA SILVA, E. C.; DE MELLO CARDOSO, M. J. E. **Manual de Sobrevivência No Laboratório de Química Orgânica: Guia de Técnicas Para O Aluno (6a. Ed.)**. Grupo Gen - LTC, 2000. ISBN 9788521627975
6. AHLUWALIA, V. K. **Laboratory Techniques in Organic Chemistry**. I.X. International Publishing House Pvt. Limited, 2010. ISBN 9788188237326
7. VOGEL, A. I.; FURNISS, B. S. **Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry, Including Qualitative Organic Analysis**. English Language Book Society Longman, 1980

2. OBJETIVOS

Realizar a separação dos componentes de algumas misturas utilizando diferentes processos de separação.

3. MATERIAIS E REAGENTES

3.1. MATERIAIS E EQUIPAMENTOS

- Béquer de vidro de 100 mL (x3);
- Tubos de ensaio (x2);
- Suporte para tubos de ensaio (x1);
- Papel de filtro (x3);
- Pisseta (x1);
- Kitasato de 250 ou 500 mL (x1);
- Funil de Buchner (x1);
- Funil raiado (x1);
- Balão de fundo redondo (x1);
- Condensador reto (x1);
- Erlenmeyer de 100 mL (x1)
- Termômetro (x1);
- Bico de Bunsen (x1);
- Bomba de vácuo (x1);
- Manta de aquecimento (x1);
- Tripé (x1);
- Placa de cerâmica (x1);
- Vidro de relógio (x1);
- Mangueiras de silicone.

3.2. SOLUÇÕES E REAGENTES

- Água destilada;
- Ácido benzóico;
- Sulfato de cobre II (sólido e em solução);
- Solução de hidróxido de sódio;
- Sílica.

4. PROCEDIMENTO

4.1. FILTRAÇÕES SIMPLES

A filtração é o processo utilizado para a separação de uma mistura heterogênea formada por sólidos suspensos em líquidos. Certas reações químicas que ocorrem em solução formam sólidos insolúveis chamados precipitados. No laboratório, estes precipitados são geralmente separados da mistura através de filtração com um papel de filtro. O líquido que passa pelo papel é chamado de filtrado e o sólido que permanece no filtro é o resíduo ou precipitado.

Experimento 1: No suporte para tubos de ensaio existem dois tubos de ensaio. Um deles contém uma solução de sulfato de cobre (II), enquanto o outro uma solução de hidróxido de sódio. Transferir as soluções para um béquer de 100 mL e em seguida agitar a solução resultante com um bastão de vidro e observar os resultados. Esperar alguns instantes para que o precipitado formado possa se decantar.

Preparar um papel de filtro dobrando-o pela metade e dobrando-o novamente pela metade. Abrir o cone de papel e encaixar no funil. Umedecer todo o papel de filtro com água destilada com o auxílio da garrafa lavadeira e de um bastão de vidro.

Agitar a mistura do béquer e transferir para o funil com a ajuda de um bastão de vidro, tomando o cuidado de não encher demais o cone do papel de filtro. Após a filtração ter se completado, retirar o papel de filtro e deixar secar em sua bancada.

4.2. FILTRAÇÕES A VÁCUO E PURIFICAÇÃO POR RECRISTALIZAÇÃO

Quando uma das substâncias que compõem uma mistura é menos solúvel que a outra e se encontra em maior quantidade, a substância mais solúvel pode, às vezes, ser separada simplesmente lavando-se a mistura. Entretanto, pelo fato de os cristais do produto desejado frequentemente apresentam impurezas em seu interior (inclusão), é melhor preparar uma solução da mistura dessa substância e precipitar novamente o componente desejado. Em muitos casos este componente é menos solúvel em uma solução fria do que em uma solução quente. Assim, pode-se preparar uma solução a quente da mistura, e rapidamente executar uma filtração de forma que a matéria insolúvel a quente seja retida no papel de filtro. Após resfriamento, as impurezas solúveis permanecerão em solução desde que estejam presentes em pequenas quantidades ou tenham solubilidades relativamente elevadas na solução fria. O precipitado desejado fica então retido no filtro.

Uma das maneiras de se acelerar o processo de filtração é reduzindo-se a pressão dos sistemas, o que pode ser feito através da aplicação de vácuo. Esta modalidade de filtração pode ser alcançada conectando-se o frasco de kitasato a uma trompa de água ou a uma bomba de vácuo.

Experimento 2: Um béquer de 100 mL contém uma certa quantidade da mistura de ácido benzoico/sulfato de cobre/sílica. Adicione a este béquer cerca de 30 mL de água e aqueça a suspensão tomando cuidado para que a mesma não entre em ebulição. Retirar do aquecimento, deixar a mistura em repouso por alguns instantes e efetuar a filtração à vácuo. Transferir o filtrado para um béquer e deixar em repouso em banho de gelo. Observar o que acontece. Separar novamente o precipitado por filtração a vácuo e deixar para secar em sua bancada.

4.3. PURIFICAÇÕES POR SUBLIMAÇÃO

Certas substâncias sólidas podem se volatilizar e voltar a condensar sob a forma sólida sem passar pelo estado líquido. Este ciclo é chamado de sublimação. Quando um dos componentes de uma mistura pode sublimar, esta propriedade pode ser utilizada para separá-lo da mistura.

Experimento 3: Um béquer de 100 mL contém uma mistura de ácido benzoico e sílica. Cobrir o béquer com um vidro de relógio. Aquecer em fogo bem baixo até que um dos componentes sublime. Identificar o sólido sublimado.

4.4. DESTILAÇÃO SIMPLES

A destilação é um processo físico de separação e purificação de uma mistura homogênea, que consiste em aquecer a mistura até o ponto de ebulição de uma das substâncias, condensa-la e recolhê-la. Para se separar uma mistura líquida, é necessário que seus componentes tenham temperaturas de ebulição diferentes. A água e o álcool, por exemplo, são completamente miscíveis e tão semelhantes na maioria de suas propriedades físicas que sua separação apresenta algumas dificuldades. O álcool ferve a 78°C e a água só o faz a 100°C, portanto é possível, separá-los, já que o álcool ferverá primeiro. Na verdade não se consegue uma separação completa por uma única destilação porque ambos os líquidos têm pressões de vapor consideráveis em todas as temperaturas no intervalo de 78 a 100°C, de forma que o álcool separado sempre contém um pouco de água. Uma melhor purificação pode ser obtida através de uma destilação fracionada.

Quando se tenta separar dois líquidos por destilação fracionada, surge às vezes a dificuldade de que ambos formem uma mistura de ponto de ebulição constante. Neste caso a mistura recebe o nome de azeótropo (ou mistura azeotrópica). Em tais casos, um dos líquidos que resultam da destilação fracionada será a mistura de ponto de ebulição constante.

De fato, este é o caso para a mistura de álcool e água, mas como a mistura azeotrópica contém 96% de álcool, a separação é satisfatória para muitas finalidades.

Experimento 4: Preparar uma montagem de destilação. Utilizando-se um balão de destilação de 500mL destilar cerca de 100mL da mistura homogênea que estiver em sua bancada. A destilação deve ser efetuada a uma velocidade tal que o destilado seja recolhido a uma taxa de duas a três gotas por segundo. Recolher o destilado.

4.5. PURIFICAÇÃO DE LÍQUIDOS IMISCÍVEIS COM DENSIDADES DIFERENTES

Quando dois ou mais líquidos são imiscíveis entre si e possuem densidades diferentes, esses podem ser separados uns dos outros devido a essas duas características. Uma mistura clássica e que ainda pode representar um grande problema ambiental é a mistura água/óleo. Frequentemente o óleo utilizado em fritura nas cozinhas é descartado juntamente com o esgoto de uso doméstico. Esse óleo, além de ter a capacidade de induzir ao entupimento do encanamento doméstico, quando chega aos mananciais pode representar um perigo ambiental, uma vez que altera sensivelmente as características dos rios e lagoas.

Experimento 5: Em um béquer (A) de 100mL meça cerca de 30 mL de água destilada. Em outro béquer (B) de 100mL meça 30mL de hexano. Misture o béquer (A) no béquer (B) e verta o conteúdo em um funil de separação. Tampe o funil e agite mistura. Vire o funil de cabeça para baixo ainda com a tampa bem fixada e libere aos poucos a pressão formada no interior abrindo aos poucos a torneira do funil. Deixe o funil descansando em um suporte

por cerca de 5 minutos. Retire a tampa do funil e libere o líquido de maior densidade pela parte de baixo do funil em um béquer adequado. O líquido de menor densidade deverá ser vertido em um béquer adequado pela parte superior do funil.

(TENTAR ADICIONAR CORANTES LIPOFILICOS E HIDROFILICOS NA MISTURA ARA FAZER A SEPARAÇÃO UTILIZANDO CORES; OU IODO NA ÁGUA PARA DEMONSTRAR O EFEITO DA EXTRAÇÃO POR SOLVENTE)

5. EXERCÍCIOS

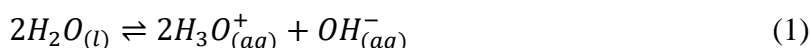
1. O que é mistura? E o que é uma substância pura?
2. Escrever a equação da reação efetuada na prática do item 2.1 e identificar o precipitado formado.
3. No processo de filtração a vácuo e purificação por recristalização, qual é o resíduo da primeira fração? Que substância permanece em solução? Qual propriedade do ácido benzoico permitiu a separação?
4. Com relação ao processo de purificação por sublimação, responda:
 - a) Qual foi a substância separada?
 - b) Qual a propriedade necessária de um componente para que se possa fazer esta separação?
 - c) Qual seria o procedimento adequado caso a substância separada fosse líquida?
 - d) Dê dois exemplos de outras substâncias que são capazes de sublimar.
5. No processo de purificação por destilação demonstrado na prática, qual é a substância recolhida no béquer/erlenmeyer?
6. Dê dois exemplos de outras misturas azeotrópicas, indicando a composição e a temperatura de ebulição.
7. Sugira métodos para separar os componentes das seguintes misturas:
 - a) Sal e areia
 - b) Ferro e enxofre
 - c) Ouro e areia
 - d) Sal e água
 - e) Gasolina e querosene
8. Cite todos os processos de separação que conseguir encontrar e explique a utilização de cada um deles.

PRÁTICA 4

MEDIDAS DE VALOR DE pH E SOLUÇÕES TAMPÃO

1. INTRODUÇÃO

Eletrólitos fracos dissociam-se parcialmente quando puros ou dissolvidos em líquidos de elevada constante dielétrica, como a água ($D = 80$). Água pura é um bom exemplo de eletrólito fraco e a equação química que representa a sua dissociação iônica está representada a seguir:



Cuja forma simplificada pode ser indicada como:



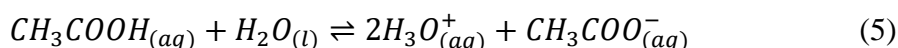
Na água pura e neutra, a 25°C tem-se que:

$$[H_3O^+]_{eq} = [OH^-]_{eq} = 1,0 \times 10^{-7} \text{ mol L}^{-1} \quad (3)$$

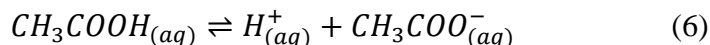
Sabendo-se que $pH = -\log[H_3O^+]$ e $pOH = -\log[OH^-]$, tem-se:

$$pH = pOH = 7 \quad (4)$$

Muitos ácidos e bases, além de outros compostos, classificam-se como eletrólitos fracos porque se dissociam parcialmente em íons, quando dissolvidos em água. Constitui exemplo o ácido acético,



Cuja equação simplificada de dissociação é:



A 25°C e para uma solução 1,0 mol L⁻¹ de ácido acético tem-se que:

$$[H^+]_{eq} = [CH_3COO^-]_{eq} = 4,18 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1} \quad (7)$$

Dois aspectos devem ser ressaltados no que diz respeito às concentrações dos íons na solução aquosa do exemplo considerado:

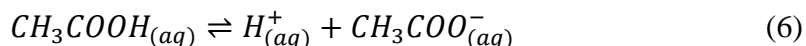
A concentração total do íon hidrônio, $[H_3O^+]$, soma das contribuições desse íon proveniente das duas reações de dissociação da água (equação 2) e do ácido acético (equação 5), é na prática determinada pelo equilíbrio que apresenta um maior valor de constante de equilíbrio (equação 7), exceto quando seus valores são da mesma ordem de grandeza.

O aumento da concentração do íon hidrônio, $[H_3O^+]$, provocado pela dissociação do ácido acético, CH_3COOH , produz um deslocamento no equilíbrio da água (equação 1), em

consequência a concentração no equilíbrio do íon hidroxila, $[OH^-]$ é menor que $1,0 \times 10^{-7}$ mol L^{-1} e o valor de pH da solução é menor que 7,0.

O deslocamento de equilíbrio e a consequente redução da concentração do íon acima mencionada constituem o chamado efeito do íon comum

O equilíbrio do ácido acético, dado por



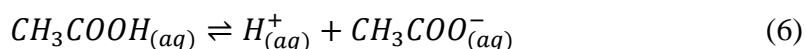
pode ser afetado:

- Pelo acréscimo de um ácido mais forte. Se à solução $1,0 \text{ mol } L^{-1}$ de ácido acético for acrescentada uma concentração equivalente de ácido clorídrico, o equilíbrio (equação 6) é afetado de maneira importante e a concentração do equilíbrio do íon H^+ é na prática determinada pelo eletrólito forte, HCl, e se verifica uma diminuição sensível no valor de pH do meio.
- Pelo aumento da concentração de íon acetato, CH_3COO^- , através do acréscimo de acetato de sódio à solução de ácido acético, por exemplo. Como o acetato de sódio é um sal solúvel, sua dissociação em água é total, e, portanto, teremos uma elevada concentração de íons acetato na solução. O equilíbrio (equação 6) é afetado de modo a ter um deslocamento no sentido da formação de CH_3COOH , e essa dissociação torna-se desprezível.

Soluções deste tipo, onde tem-se uma mistura de um ácido fraco e um sal de sua base conjugada (p.ex.: ácido acético e acetato de sódio), ou uma base fraca e um sal de seu ácido conjugado (p.ex.: hidróxido de amônio e cloreto de amônio), ambos com concentrações elevadas e de mesma grandeza, apresentam um determinado valor de pH e são denominadas soluções tampão. As soluções tampão apresentam uma propriedade notável, elas são capazes de neutralizar soluções alcalinas ou ácidas com bastante eficiência, de tal modo que o seu valor de pH praticamente não se altera.

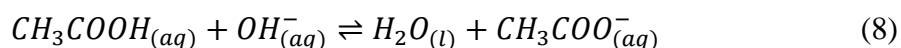
Por exemplo, se numa solução tampão (ácido acético – acetato de sódio), adicionarmos:

- íons H^+ , teremos a seguinte reação:



Os íons H^+ reagem com o íon acetato formando a molécula de ácido acético, anulando o possível efeito do íon H^+ .

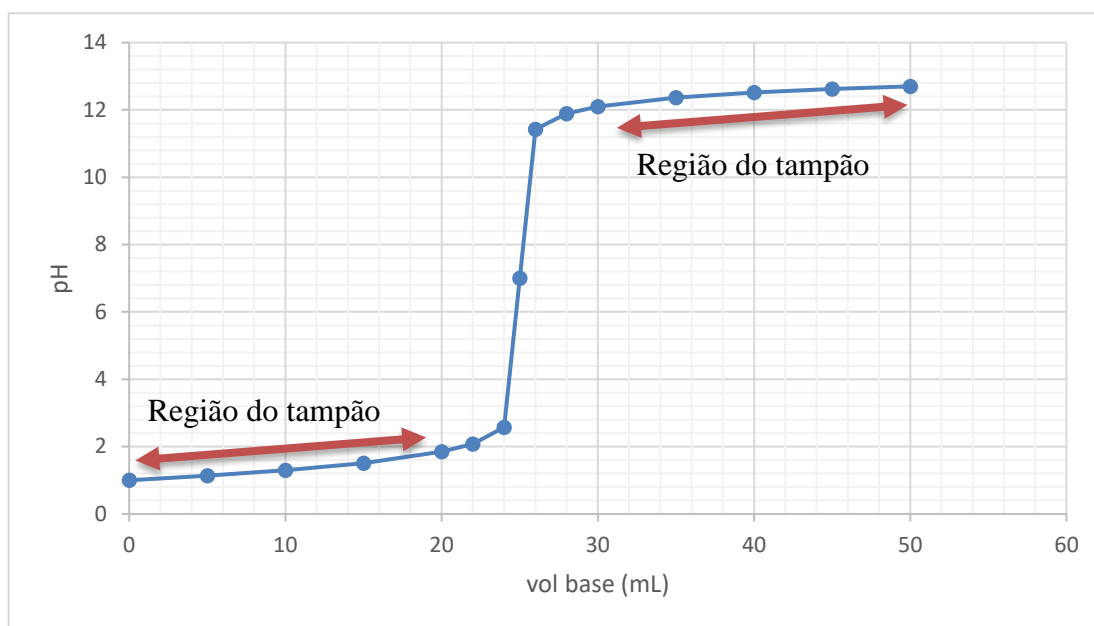
- íons OH^- , teremos a seguinte reação:



Os íons OH^- reagem com ácido acético formando a molécula de água e íon acetato, anulando o possível efeito do íon OH^- .

Esta dupla ação caracteriza o efeito tampão da solução.

Figura 1: Efeito da adição de base a uma solução tampão de um ácido fraco genérico e seu respectivo sal.



Na Tabela 1 encontram-se descritos alguns indicadores ácidos – bases com os respectivos intervalos de valores de pH onde ocorrem as mudanças da cor do indicador, e as cores característica em cada valor de pH. Observa-se que com apenas quatro indicadores é possível avaliar o valor pH de uma extensa faixa de concentração hidrogeniônica.

Tabela 1. Intervalos de valores de pH onde ocorrem as mudanças de cor e coloração das soluções com alguns indicadores ácido-base.

Indicador	Valores de pH										
Alaranjado de metila	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
	3,1 4,4 Vermelho ← ↑:..... :.....↑ ⇒ amarelo ⇒										
Vermelho de metila	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
	4,2 6,3 ← Vermelho ← ↑:.....:.....↑ ⇒ amarelo ⇒										
Azul de bromo timol	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
	6,0 7,6 ← amarelo ← ↑:.....:.....↑ ⇒ azul ⇒										
Fenolftaleína	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
	8,3 10,0 ← incolor ← ↑:..... :.....↑ ⇒ rosa										
Vermelho cresol	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
	7,2 8,8 ← amarelo ← ↑:.....:.....↑ ⇒ vermelho										
Azul de bromofenol	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
	3,0 4,5 amarelo ← ↑:..... :.....↑ ⇒ azul										
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11

Vermelho Congo	<p style="text-align: center;">3,0 5,0 azul ← ↑:.....:↑ ⇒ vermelho</p>										
Verde bromocresol	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
	<p style="text-align: center;">3,8 5,4 amarelo ← ↑:.....:↑ ⇒ azul</p>										
bromocresol púrpura	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
	<p style="text-align: center;">5,2 6,8 ← amarelo ← ↑:.....:↑ ⇒ púrpura</p>										
litmus	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
	<p style="text-align: center;">5,0 8,0 ← vermelho ← ↑:.....:↑ ⇒ azul</p>										
Vermelho fenol	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
	<p style="text-align: center;">6,8 8,4 ← amarelo ← ↑:.....:↑ ⇒ azul</p>										

2. OBJETIVO

Estimar o valor do pH da água destilada e de soluções aquosas usando indicadores ácido-base, bem como verificar o comportamento de uma solução tampão.

3. MATERIAIS E REAGENTES

3.1. MATERIAIS

- Tubos de ensaio (x4);
- Erlenmeyer de 125 mL (x1);
- Canudo ou pipeta (x1);
- Suporte para tubos de ensaio (x1)

3.2. SOLUÇÕES E REAGENTES

- Ácido acético diluído;
- Ácido clorídrico diluído;
- Hidróxido de sódio diluído;
- Fenolftaleína

4. PROCEDIMENTO

4.1. AVALIAÇÃO DO VALOR DE PH DA ÁGUA DESTILADA

1. Em um erlenmeyer de 125,0mL colocar 50,0mL de água destilada e adicionar 2 a 3 gotas do indicador azul de bromo timol. Agite e anote a cor da solução.

2. Em seguida adicionar gota a gota uma solução $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ de hidróxido de sódio, NaOH, até ocorrer mudança de cor. Agitar e anotar a cor da solução.
3. Colocar a ponta de um canudo ou uma pipeta no interior da solução e assoprar até verificar a mudança de cor. Agite e anote a cor da solução.

Tabela 2. Cor do indicador azul de bromo timol e valor do pH estimado da água destilada.

Condição	Cor	Valor do pH estimado
Antes da adição de NaOH		
Após adição de NaOH		
Após soprar		

4.2. AVALIAÇÃO DO VALOR DE PH E DO EFEITO TAMPONANTE EM SOLUÇÕES AQUOSAS

1. O suporte para tubos de ensaio contém 4 tubos numerados. Colocar em cada tubo os volumes indicados das soluções e 4 gotas de indicador, como descrito na Tabela 3.
2. Anote a cor de cada solução.

Tabela 3 - Efeito da adição de ácido ou base em água pura e em solução tampão.

Tubo	Volume/gotas			Indicador (4 gotas)	Condição	Cor da solução	Faixa de pH da solução final
	Ácido acético	Acetato de sódio	Água				
01	---	---	40 gotas	Alaranjado de metila	Inicial		
	Adicione 10 gotas de HCl $0,1 \text{ mol L}^{-1}$				Final		
02	20 gotas	20 gotas	---	Alaranjado de metila	Inicial		
	Adicione 10 gotas de HCl $0,1 \text{ mol L}^{-1}$				Final		
03	---	---	40 gotas	Fenolftaleína	Inicial		
	Adicione 10 gotas de NaOH $0,1 \text{ mol L}^{-1}$				Final		
04	20 gotas	20 gotas	---	Fenolftaleína	Inicial		
	Adicione 10 gotas de NaOH $0,1 \text{ mol L}^{-1}$				Final		

5. EXERCÍCIOS

1. Defina os conceitos de pH e pOH. Como eles são expressos matematicamente?
2. Calcule o pH de uma solução de ácido clorídrico de concentração $1,0 \times 10^{-2} \text{ mol L}^{-1}$ e para uma solução de concentração $1,0 \times 10^{-8} \text{ mol L}^{-1}$. Explique os resultados encontrados considerando-se que trata-se de um ácido forte. Qual a origem do erro?
3. O que é uma solução tampão? Explique seu funcionamento.

PRÁTICA 5

PREPARO DE SOLUÇÕES

1. INTRODUÇÃO

Uma solução é uma mistura de duas ou mais substâncias que formam um sistema unifásico. Ou seja, uma mistura homogênea. Uma solução pode ser sólida, líquida ou gasosa, podendo apresentar diferentes quantidades relativas de seus componentes.

Tabela 1. Tipos de soluções

Solução	Solvente	Soluto	Exemplos
Gasosa	Gasoso	Gasoso	Ar, GLP
Líquida	Líquido	Gasosos	Oxigênio na água, CO ₂ no refrigerante
Líquida	Líquido	Líquido	Álcool na gasolina
Líquida	Líquido	Sólido	Sal na água
Sólida	Sólido	Gasoso	Hidrogênio no paládio metálico
Sólida	Sólido	Líquido	Mercúrio na prata
Sólida	Sólido	Sólido	Prata no ouro, aço

Em uma solução um ou mais componentes são denominados solutos, sendo dissolvidos em outro componente da mistura denominado solvente. Não existe uma regra única para definir quem é o soluto e quem é o solvente em uma mistura. Em geral, o solvente é o componente que mantém seu estado físico após a mistura. Por exemplo, a mistura de cloreto de sódio (sólido) e água (líquida) é uma solução líquida, de forma que a água pode ser considerada o solvente e o sal o soluto. Outra maneira de definir o solvente é como aquele componente presente em maior quantidade, enquanto o soluto está presente em menor quantidade. Por outras vezes, a água em uma mistura é considerada o solvente, mesmo estando presente em menor quantidade.

1.1. CONCENTRAÇÃO DE SOLUÇÕES

As propriedades físico-químicas de uma solução dependem não apenas da natureza de seus constituintes, mas também da quantidade relativa de cada um deles. Desta forma, frequentemente é necessário saber as quantidades de soluto e solvente em uma solução. Entende-se, portanto, como concentração de uma solução, a quantidade de soluto contida em uma quantidade especificada do solvente na solução. Existem diversas formas de se expressar a concentração de uma mistura. Algumas das formas mais comuns de expressar a concentração de uma solução, frequentemente usadas em laboratórios e indústrias, são:

⇒ **Concentração em massa por volume ($g L^{-1}$):** definida como a massa do soluto, em gramas, por volume da solução, em litros.

$$C(g L^{-1}) = \frac{m(g)}{V(L)} \quad (1)$$

⇒ **Concentração em quantidade de matéria por volume (mol L^{-1}):** também conhecida como *molaridade*, é dada pela quantidade de soluto, em número de mols, pelo volume da solução, em litros.

$$C(\text{mol L}^{-1}) = \frac{n(\text{mol})}{V(\text{L})} \quad (2)$$

⇒ **Porcentagem em massa (%m ou %m/m):** definida como a porcentagem da massa de um dos componentes da mistura (geralmente o soluto) em relação a massa total da solução.

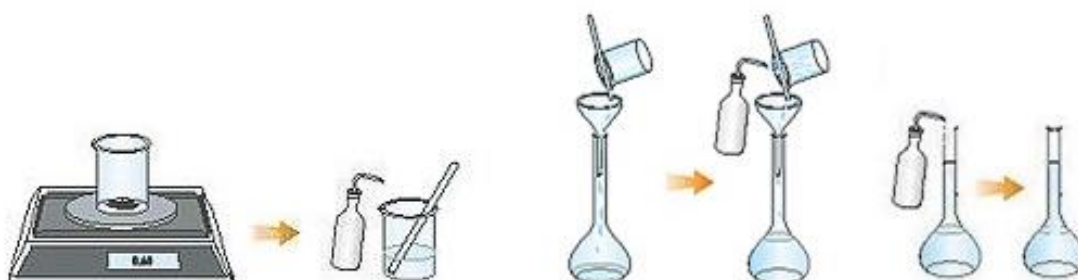
$$\%m = \frac{m(\text{soluto})}{m_T(\text{solução})} \times 100 \quad (3)$$

1.2. PREPARO DE SOLUÇÕES

Frequentemente é necessário preparar soluções em laboratórios. Os procedimentos podem variar dependendo dos componentes específicos da mistura em questão, mas podem ser geralmente resumidos nas seguintes etapas, considerando uma solução líquida:

- 1) Fazer os cálculos das quantidades de soluto e/ou solvente necessários para obter a solução com a concentração desejada, levando em consideração a pureza/concentração dos componentes individuais;
- 2) Pesar ou medir o volume do soluto;
- 3) Adicionar o solvente. No caso de soluções com concentração expressa com base no volume da solução, como concentração em massa por volume e em quantidade de matéria por volume, esse processo envolve o uso de balões volumétricos:
 - a) Dissolver o soluto em um béquer, usando pequena quantidade de solvente;
 - b) Transferir a mistura, quantitativamente, para um balão volumétrico adequado;
 - c) Completar o volume do balão com solvente até a marca de aferição;
 - d) Homogeneizar a solução.
- 4) Guardar a solução em recipiente adequado;
- 5) Rotular o recipiente.

Figura 1. Processo de preparação de soluções



1.2.1. Diluição

Muitas vezes o preparo de uma solução é realizado a partir de uma solução estoque mais concentrada. Este processo, denominado de diluição, é feito adicionando-se mais solvente à solução estoque. O volume de solução estoque que deve ser utilizado pode ser determinado considerando que a quantidade de soluto antes e após a diluição permanece a mesma. Assim, para concentrações em quantidade de matéria, temos:

$$n_{(inicial)} = n_{(final)} \quad (4)$$

$$c(\text{mol L}^{-1}) = \frac{n(\text{mol})}{V(\text{L})} \Rightarrow n(\text{mol}) = c(\text{mol L}^{-1}) \times V(\text{L}) \quad (5)$$

$$C_{(inicial)} V_{(inicial)} = C_{(final)} V_{(final)} \quad (6)$$

Desta forma, conhecendo-se a concentração da solução estoque e a concentração e o volume da solução que se deseja, é possível determinar o volume da solução concentrada que é preciso medir.

O mesmo raciocínio é aplicável quando as concentrações estão expressas em massa por volume.

$$m_{(inicial)} = m_{(final)} \quad (7)$$

$$C(\text{g L}^{-1}) = \frac{m(\text{g})}{V(\text{L})} \Rightarrow m(\text{g}) = C(\text{g L}^{-1}) \times V(\text{L}) \quad (8)$$

$$C_{(inicial)} V_{(inicial)} = C_{(final)} V_{(final)} \quad (9)$$

2. OBJETIVOS

Os objetivos desta prática são preparar soluções de concentrações aproximadas de 0,1 mol L⁻¹ de ácido clorídrico e hidróxido de sódio.

3. MATERIAIS E REAGENTES

3.1. MATERIAIS E EQUIPAMENTOS

- Balança de topo (x1);
- Pipeta volumétrica de 2,00 mL (x1);
- Balão volumétrico de 250,0 mL (x1);
- Balão volumétrico de 100,0 mL (x1);
- Béquer de plástico de 100 mL (x1);
- Béquer de vidro de 50 ou 100 mL (x2);
- Pêra ou seringa para pipetagem;

3.2. SOLUÇÕES E REAGENTES

- Água destilada;
- Hidróxido de sódio sólido;
- Solução de ácido clorídrico concentrado (P.A.).

4. PROCEDIMENTO

Nesta prática serão preparadas duas soluções. Uma de ácido clorídrico, a partir de uma solução concentrada deste ácido, e outra de hidróxido de sódio, a partir da base sólida ‘pura’.

As concentrações de ambas soluções serão apenas aproximadas ($0,1 \text{ mol L}^{-1}$, com apenas um algarismo significativo). Isso ocorre porque não se sabe ao certo a concentração do ácido concentrado, uma vez que o HCl é gasoso e a quantidade presente na solução estoque é variável, e a pureza da base, já que ela, em sua forma sólida, é higroscópica (absorve água ambiente) e reage com o dióxido de carbono atmosférico. Na prática seguinte as concentrações exatas serão determinadas pelo método da padronização.

4.1. PREPARO DE UMA SOLUÇÃO DE NaOH $0,1 \text{ mol l}^{-1}$

1. Calcular a massa de NaOH, em gramas, necessária para preparar 250,00 mL de uma solução $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ desta base (considerando sua pureza teórica);
2. Pesar o NaOH em um béquer seco e em seguida dissolvê-lo usando cerca de 30 mL de água destilada;
3. Transferir quantitativamente a mistura que está no béquer para um balão volumétrico. Utilizar um funil para auxiliar a transferência e lavar o béquer com um pouco de água destilada para garantir a total transferência da base;
4. Completar o volume com água destilada até a marca de aferição;
5. Transferir a solução que você preparou para um recipiente adequado;
6. Rotular adequadamente o recipiente e reserva-lo para posterior padronização.

4.2. PREPARO DE UMA SOLUÇÃO DE HCl $0,1 \text{ mol l}^{-1}$

1. Calcular o volume de HCl concentrado necessário para preparar 100,00mL de uma solução de concentração $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ deste ácido, considerando as especificações indicado no frasco (densidade, porcentagem em massa e massa molar fornecida pelo fabricante).
2. Colocar uma pequena quantidade de água destilada em um béquer de 50 mL e levá-lo para a capela.

3. Medir o volume de ácido clorídrico calculado com o auxílio de uma pipeta graduada, e transferindo-o para o béquer com água.
4. Transferir quantitativamente a solução que está no béquer para um balão volumétrico. Utilizar um funil para auxiliar a transferência e lavar o béquer com um pouco de água destilada para garantir a total transferência da base;
5. Completar o volume com água destilada até a marca de aferição;
6. Transferir a solução que você preparou para um recipiente adequado;
7. Rotular adequadamente o recipiente e reservá-lo para posterior padronização.

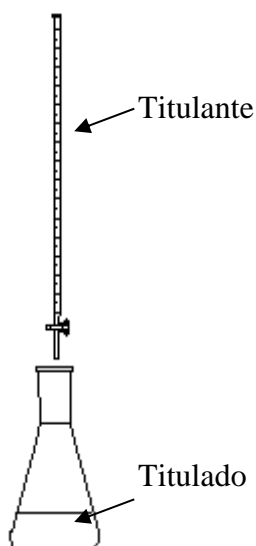
5. EXERCÍCIOS

1. Em uma solução, como pode ser definido qual é o solvente e quais são os solutos?
2. Durante a prática serão preparadas soluções de concentração $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ de HCl e NaOH. Quais as concentrações destas soluções expressas em massa/volume (g L^{-1}) e em porcentagem em massa (%m). Considere as densidades das soluções como $1,00 \text{ g mL}^{-1}$.
3. Cite alguns cuidados que devem ser tomados no preparo das soluções de ácidos e bases fortes.
4. Que cuidados deve-se observar ao lidar com vidrarias volumétricas, como pipetas volumétricas, balões volumétricos e buretas?
5. A densidade da solução de HNO_3 comercial é $0,84 \text{ g mL}^{-1}$. Esta solução contém 37% em massa de ácido. Qual o volume necessário para preparar 200,00 mL de uma solução de ácido nítrico de concentração $1,00 \text{ mol L}^{-1}$?
6. A densidade da solução aquosa de H_2SO_4 comercial é $1,84 \text{ g mL}^{-1}$ e contém 95% em massa de ácido. Qual o volume necessário, desta solução, para preparar-se 200,00 mL de uma solução de ácido sulfúrico de concentração $1,00 \text{ mol L}^{-1}$?
7. Qual a massa de cloreto de potássio seria necessária para preparar 500 mL de uma solução $0,250 \text{ mol L}^{-1}$ deste sal?
8. Em um béquer contendo água, dissolveu-se 2,8053 g de hidróxido de potássio. Após homogeneização, transferiu-se quanta solução para um balão volumétrico de 100,0 mL e completou-se o volume. Calcule a concentração (mol L^{-1}) da solução final.

PRÁTICA 6

PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES

1. INTRODUÇÃO



Análise volumétrica refere-se a todo procedimento no qual o volume de um reagente necessário para reagir com um constituinte em análise é medido. O principal método de análise volumétrico utilizado em laboratórios é a titulação.

Em uma titulação, incrementos da solução de um dos reagentes (titulante) são adicionados ao outro (titulado) até sua reação ser completa. Da quantidade de titulante requerida, podemos calcular a quantidade de constituinte do titulado presente, e vice-versa. O titulante normalmente é liberado de uma bureta, enquanto um volume fixo do titulado é colocado em um erlenmeyer, como mostra a figura ao lado.

Os principais requisitos para uma reação volumétrica são de que ela possua uma grande constante de equilíbrio e se processe rapidamente, isto é, cada incremento de titulante será completa e rapidamente consumido pelo titulado até que este acabe. As titulações mais comuns são baseadas em reações de ácido-base, oxidação-redução, formação de complexo e precipitação.

O chamado ponto de equivalência ocorre quando a quantidade de titulante adicionado é a quantidade exata necessária para uma reação estequiométrica com o titulado. O ponto de equivalência é o resultado ideal (teórico) que buscamos em uma titulação. O que realmente medimos é o ponto final (ou ponto de viragem), que é indicado pela súbita mudança em uma propriedade física da solução, tal como uma mudança de cor de uma substância indicadora, por exemplo. Um indicador é um composto com uma propriedade física (normalmente a cor) que muda abruptamente próximo ao ponto de equivalência. A mudança é causada pelo desaparecimento do titulado ou pelo aparecimento de excesso de titulante.

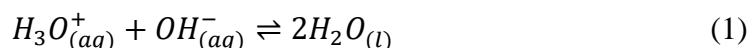
A validade de um resultado analítico depende do conhecimento o mais exato possível da quantidade de um dos reagentes usados. Algumas vezes é possível preparar a solução deste reagente já com concentração exata suficiente a partir da simples diluição de uma massa pesada do reagente puro. Nesse caso dizemos que o reagente é um **padrão primário**. Para ser considerado um padrão primário uma substância deve:

- possuir pureza elevada (>99,9% m);
- ser estável sob condições de estocagem normal (não se decompor ou reagir com componentes do ar ou com a umidade, por exemplo);
- ser estável quando secado por aquecimento ou vácuo (necessária para remover traços de água adsorvida da atmosfera);
- possuir massa molar elevada (para minimizar erros na pesagem).

Em muitos casos, o reagente a ser utilizado não é disponível como um padrão primário. Nestes casos, usa-se uma solução contendo aproximadamente a concentração desejada e mede-se sua concentração exata através de alguma outra técnica, como, por exemplo, titulação com um outro padrão. Este procedimento é chamado de padronização. Dizemos então que o reagente padronizado é agora um padrão secundário. Esse procedimento é muito

comum em laboratório quando buscamos saber a concentração exata de uma solução preparada com um constituinte (soluto) que é volátil, higroscópico (absorve água do ambiente) ou não é naturalmente encontrado ou sintetizado em alto grau de pureza.

Dentre as análises volumétricas, a volumetria ácido-base inclui todas as determinações volumétricas baseadas na reação de neutralização, representada pela seguinte equação química:



Por esse método, uma solução padrão ácida pode ser usada para padronizar uma solução de uma base e vice-versa.

2. OBJETIVOS

Essa prática tem como objetivos a utilização de técnicas titulométricas ácido-base para padronização das soluções de hidróxido de sódio e ácido clorídrico preparadas anteriormente.

3. MATERIAIS E REAGENTES

3.1. MATERIAIS

- Bureta de 25,00 mL (x1);
- Pipeta volumétrica de 10,00 mL (x2);
- Erlenmeyers de 125 ou 250 mL (x6);
- Béquer de plástico de 100 mL (x1);
- Béqueres de vidro de 100 mL (x2);
- Pêra ou seringa para pipetação.

3.2. SOLUÇÕES E REAGENTES

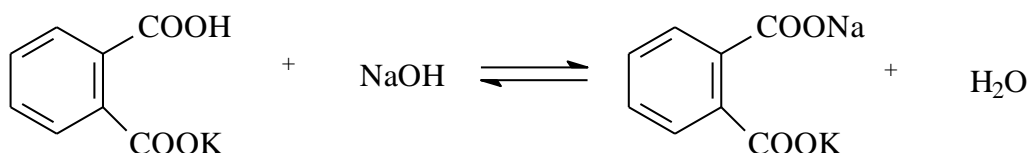
- Solução padrão de hidrogenoftalato de potássio 0,1000 mol L⁻¹.
- Solução indicadora de fenolftaleína;
- Soluções de hidróxido de sódio e ácido clorídrico a serem padronizadas.

4. PROCEDIMENTO

4.1. PADRONIZAÇÃO DA SOLUÇÃO DE HIDRÓXIDO DE SÓDIO

Para padronizar a solução de hidróxido de sódio será utilizada uma solução de concentração conhecida cujo constituinte (soluto) é uma substância padrão primária ácida. Especificamente, será usado o hidrogenoftalato de potássio (C₆H₄COOK.COOH), também chamado de biftalato de potássio ou ftalato ácido de potássio. Como indicador será utilizada a fenolftaleína.

1. Antes de iniciar a padronização propriamente dita, fazer ambiente nos béqueres, na pipeta volumétrica e na bureta com as soluções a serem utilizadas em cada uma delas. **NÃO SE DEVE AMBIENTAR OS ERLLENMEYERS!**
2. Utilizando-se de uma pipeta volumétrica, pipetar para um erlenmeyer 10,00 mL da solução padrão de hidrogenoftalato de potássio de concentração 0,1000 mol L⁻¹.
3. Acrescentar ao erlenmeyer 3-5 gotas da solução indicadora fenolftaleína.
4. Acrescentar ao erlenmeyer uma quantidade de água destilada suficiente para chegar a um volume de 30-50 mL.
5. Preencher e zerar a bureta com a solução de hidróxido de sódio, observando as técnicas adequadas (evitando formação de bolhas e atentando para o menisco e possíveis vazamentos).
6. Proceder à titulação, adicionando lentamente a solução de NaOH à solução do erlenmeyer, utilizando a técnica adequada, até o aparecimento de uma coloração rósea clara.
7. Anotar, cuidadosamente, o volume da solução titulante gasta.
8. Repetir mais duas vezes os procedimentos 1 a 7.
9. O volume final de titulante será a média aritmética obtida nas três titulações. Se houver diferença muito grande entre os volumes medidos (>5%), desprezar o(s) valor(es) discrepante(s) e realizar nova(s) replicata(s).
10. Faça os cálculos necessários e determine a concentração correta, com o número adequado de algarismos significativos, da solução de hidróxido de sódio que você preparou na aula prática anterior com base na equação abaixo.



Como a estequiometria da reação acima é 1:1, temos que, no ponto de equivalência:

$$n_{\text{NaOH}} = n_{\text{ftalato}} \quad (2)$$

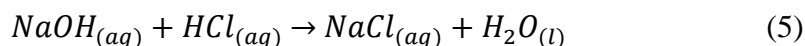
$$C_{\text{NaOH}}V_{\text{NaOH}} = C_{\text{ftalato}}V_{\text{ftalato}} \quad (3)$$

$$C_{\text{NaOH}} = \frac{C_{\text{ftalato}}V_{\text{ftalato}}}{V_{\text{NaOH}}} \quad (4)$$

4.2. PADRONIZAÇÃO DA SOLUÇÃO DE ÁCIDO CLORÍDRICO

Na padronização da solução de ácido clorídrico podemos fazer uso de uma massa conhecida da substância padrão primário básico (carbonato de sódio, por exemplo), de uma alíquota conhecida da solução desse mesmo padrão, ou utilizar a solução de hidróxido de sódio recém-padronizada (padrão secundário). Nesta prática será feito o uso da solução padronizada de hidróxido de sódio.

1. Antes de iniciar a padronização propriamente dita, fazer ambiente nos béqueres, na pipeta volumétrica e na bureta com as soluções a serem utilizadas em cada uma delas. **NÃO SE DEVE AMBIENTAR OS ERLLENMEYERS!**
2. Utilizando-se de uma pipeta volumétrica, pipetar para um erlenmeyer 10,00 mL da solução ácido clorídrico preparada anteriormente.
3. Acrescentar ao erlenmeyer 3-5 gotas da solução indicadora fenolftaleína.
4. Acrescentar ao erlenmeyer uma quantidade de água destilada suficiente para chegar a um volume de 30-50 mL.
5. Preencher e zerar a bureta com a solução de hidróxido de sódio padronizada, observando as técnicas adequadas (evitando formação de bolhas e atentando para o menisco e possíveis vazamentos).
6. Proceder à titulação, adicionando lentamente a solução de NaOH à solução do erlenmeyer, utilizando a técnica adequada, até o aparecimento de uma coloração rósea clara.
7. Anotar, cuidadosamente, o volume da solução titulante gasta.
8. Repetir mais duas vezes os procedimentos 1 a 7.
9. O volume final de titulante será a média aritmética obtida nas três titulações. Se houver diferença muito grande entre os volumes medidos (>5%), desprezar o(s) valor(es) discrepante(s) e realizar nova(s) replicata(s).
10. Faça os cálculos necessários e determine a concentração correta, com o número adequado de algarismos significativos, da solução de ácido clorídrico que você preparou na aula prática anterior com base na equação abaixo.



Como a estequiometria da reação acima é 1:1, temos que, no ponto de equivalência:

$$n_{\text{NaOH}} = n_{\text{HCl}} \quad (6)$$

$$C_{\text{NaOH}}V_{\text{NaOH}} = C_{\text{HCl}}V_{\text{HCl}} \quad (7)$$

$$C_{\text{HCl}} = \frac{C_{\text{NaOH}}V_{\text{NaOH}}}{V_{\text{HCl}}} \quad (8)$$

5. EXERCÍCIOS

1. Qual é a necessidade de se padronizar uma solução?
2. O que é um padrão primário? Cite suas características principais.
3. O que é uma substância indicadora?

4. O que é ponto de equivalência? É o mesmo que ponto final ou ponto de viragem? Se não, quais as diferenças entre eles?
5. O que significar fazer ambiente em uma vidraria? Por que em uma titulação é feito ambiente na bureta e nas pipetas volumétricas utilizadas, mas não nos erlenmeyers?
6. Qual é o volume de uma solução de $0,115 \text{ mol L}^{-1}$ de HClO_4 necessário para neutralizar $50,0 \text{ mL}$ de uma solução $0,0875 \text{ mol L}^{-1}$ de NaOH ?
7. Se forem necessários $45,3 \text{ mL}$ de uma solução de $0,108 \text{ mol}$ de HCl para neutralizar uma solução de KOH , quantos gramas de KOH devem estar presentes em 500 mL solução?
8. Qual o volume de $0,128 \text{ mol/L}$ de HCl necessários para neutralizar $2,87 \text{ g}$ de Mg(OH)_2 ?
9. Se $25,8 \text{ mL}$ de AgNO_3 são necessários para precipitar todos os íons Cl^- em 785 mg de uma amostra de KCl (formando AgCl), qual é a concentração em quantidade de matéria da solução de AgNO_3 ?
10. Em uma indústria alimentícia é gerado um resíduo contendo ácido sulfúrico. A fim de determinar a concentração de ácido presente neste resíduo, um químico coletou uma amostra de 20 mL , filtrou para remover particulados e diluiu para 100 mL utilizando um balão volumétrico. Desta solução, ele recolheu três alíquotas de 25 mL , transferiu para erlenmeyers de 250 mL , adicionou cerca de 25 mL de água destilada e algumas gotas de fenolftaleína. Em seguida ele titulou as alíquotas utilizando uma solução padronizada de NaOH de concentração $0,2088 \text{ mol L}^{-1}$, gastando volumes de $46,75$, $46,80$ e $46,65 \text{ mL}$ até a viragem do indicador. Qual a concentração de ácido sulfúrico no resíduo industrial, em quantidade de matéria e massa por volume?

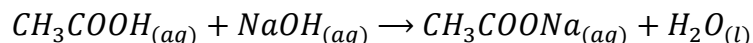
PRÁTICA 7

DETERMINAÇÃO DA ACIDEZ DO VINAGRE

1. INTRODUÇÃO

O vinagre é um condimento obtido por meio da fermentação alcoólica de matérias primas açucaradas ou amiláceas, seguida da fermentação acética. Além do ácido acético, o vinagre contém outras substâncias solúveis provenientes da matéria prima da qual é feito, bem como outros derivados de diversas reações que ocorrem durante a fermentação. O vinagre mais comum que encontramos no mercado é resultado da fermentação de vinho, mas também podem ser encontrados vinagres provenientes de sucos de frutas, de tubérculos, de cereais e de álcool.

O principal componente do vinagre comercial é o ácido acético (CH_3COOH). A Legislação Brasileira considera que o vinagre de vinho deve ter acidez equivalente a concentração de cerca de 40 gramas de ácido acético por litro de solução ($\sim 4\% \text{m/m}$ se considerarmos sua densidade como $1,00 \text{ g mL}^{-1}$). A determinação desta acidez pode ser realizada através de métodos volumétricos, como a titulação utilizando uma solução padronizada de hidróxido de sódio, conforme equação abaixo.



2. OBJETIVO

Determinar por meio de titulação o teor de ácido acético no vinagre, verificando se a amostra analisada possui acidez dentro da faixa definida pela legislação brasileira (3-4 %m).

3. MATERIAIS E REAGENTES

3.1. MATERIAIS E EQUIPAMENTOS

- Bureta de 25,00 mL (x1);
- Pipeta volumétrica de 10,00 mL (x1);
- Pipeta volumétrica de 25,00 mL (x1);
- Erlenmeyers de 125 ou 250 mL (x3);
- Béquer de plástico de 100 mL (x1);
- Béqueres de vidro de 100 mL (x2);
- Pêra ou seringa para pipetagem.

3.2. SOLUÇÕES E REAGENTES

- Solução padronizada de hidróxido de sódio de concentração exatamente cerca de $0,1000 \text{ mol L}^{-1}$.
- Solução indicadora de fenolftaleína;
- Amostra de vinagre comercial a ser analisada.

4. PROCEDIMENTO

4.1. PREPARAÇÃO DA SOLUÇÃO DA AMOSTRA DE VINAGRE

Para proceder a análise da acidez de uma amostra de vinagre comercial, essa deve ser diluída em 10 vezes para que a concentração esperada fique dentro de uma faixa que permita sua titulação com a solução de hidróxido de sódio a ser utilizada. Para tanto deve-se:

1. Pipetar 10,00 mL de vinagre para um balão volumétrico de 100,0 mL;
2. Completar o volume do balão com água destilada até a marca de aferição.

OBS.: Deve-se fazer ambiente no béquer e na pipeta utilizada, mas NÃO se deve fazer ambiente no balão volumétrico.

4.2. PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS DE VINAGRE PARA TITULAÇÃO

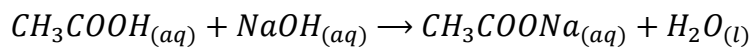
3. Utilizando-se de uma pipeta volumétrica de 25,00 mL, transferir para cada um dos três erlenmeyers uma alíquota de 25,00 mL da solução da amostra preparada no item anterior;
4. Acrescentar 3-4 gotas do indicador fenolftaleína;
5. Adicionar água destilada suficiente para a obtenção de um volume aproximado de 30-50 mL da mistura em cada erlenmeyer.

4.3. TITULAÇÃO DAS AMOSTRAS DE VINAGRE

6. Preencher uma bureta previamente ambientada com a solução de NaOH padronizada, zerando-a de forma apropriada. Atenção para a formação de bolhas e para o menisco.
7. Proceder à titulação da solução em cada erlenmeyer até a viragem do indicador (de incolor para rosa claro);
8. Repetir os procedimentos dos itens anteriores para os demais erlenmeyers, atentando para zerar a bureta antes de cada titulação;
9. Anotar cuidadosamente os volumes de titulante gastos. Caso haja uma discrepância muito grande entre os volumes de cada titulação, realizar uma nova replicata, descartando o valor discrepante;
10. Fazer os cálculos para a determinação do teor de ácido acético contido no vinagre comercial em análise, com o devido erro.

4.4. CÁLCULOS

Considerando que a estequiometria da reação do ácido acético com o hidróxido de sódio dada pela equação química da titulação é 1:1, no ponto de equivalência tem-se:



$$n_{\text{CH}_3\text{COOH}} = n_{\text{NaOH}} \quad (1)$$

$$n_{\text{CH}_3\text{COOH}} = C_{\text{NaOH}}V_{\text{NaOH}} \quad (2)$$

Convertendo para massa tem-se:

$$m_{\text{CH}_3\text{COOH}} = n_{\text{CH}_3\text{COOH}}MM_{\text{CH}_3\text{COOH}} = C_{\text{NaOH}}V_{\text{NaOH}}MM_{\text{CH}_3\text{COOH}} \quad (3)$$

Considerando que essa massa está presente na alíquota de 25,00 mL da solução diluída, para os 100,0 mL total desta solução contida no balão, tem-se:

$$m'_{\text{CH}_3\text{COOH}} = 4m_{\text{CH}_3\text{COOH}} = 4(C_{\text{NaOH}}V_{\text{NaOH}}MM_{\text{CH}_3\text{COOH}}) \quad (4)$$

E como a massa de ácido acético na solução diluída provem de 10,00 mL (V_{vinagre}) da amostra de vinagre original, pode-se escrever:

$$C_{\text{CH}_3\text{COOH}} = \frac{4(C_{\text{NaOH}}V_{\text{NaOH}}MM_{\text{CH}_3\text{COOH}})}{V_{\text{vinagre}}} \quad (5)$$

Então, considerando o volume da amostra inicialmente tomado ($V_{\text{vinagre}} = 10,00$ mL), e a aproximação da densidade do vinagre como igual a $1,00$ g mL⁻¹, o teor de ácido acético na amostra é dado por:

$$\%m_{\text{CH}_3\text{COOH}} = \frac{4(C_{\text{NaOH}}V_{\text{NaOH}}MM_{\text{CH}_3\text{COOH}})}{10 \times V_{\text{vinagre}}} \quad (6)$$

5. EXERCÍCIOS

1. Em um béquer contendo água, dissolveu-se 0,4058 g de hidróxido de sódio. Após homogeneização, transferiu-se a solução para um balão volumétrico de 100,0 mL e completou-se o volume. Calcule a concentração (mol L⁻¹) da solução final.
2. Em uma prática laboratorial, uma amostra de 15,00 mL de vinagre foi diluída em 100,0 mL de água destilada em um balão volumétrico. Alíquotas de 25,00 mL dessa amostra foram transferidas para 3 erlenmeyers e fez-se a titulação com a solução de NaOH preparada na questão anterior. Supondo que os volumes necessários foram 14,55, 13,90 e 14,15, determine o teor de acidez no vinagre em %m, concentração em massa por volume e concentração em quantidade de matéria.

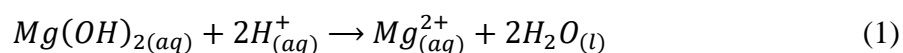
PRÁTICA 8

ANÁLISE DO “LEITE DE MAGNÉSIA”

1. INTRODUÇÃO

Para ilustrar uma titulação de retorno na volumetria ácido-base, um exemplo simples e interessante é a análise de uma amostra de leite de magnésia. Leite de magnésia é um medicamento com atuação antiácida e laxante, comumente utilizado no tratamento ocasional de constipação e azia. O principal componente e princípio ativo do leite de magnésia é o hidróxido de magnésio. Este se apresenta na forma de suspensão em água, com teor de 7,0 a 8,5 g de $Mg(OH)_2$ em 100 g de produto.

A titulação direta de uma alíquota é difícil, pois ela é uma suspensão branca opaca. Além disso, as partículas de $Mg(OH)_2$ podem aderir às paredes do erlenmeyer, ficando fora do contato com o titulante. Outra dificuldade que pode surgir como consequência da amostra ser opaca e então não permitir a percepção de mudança da cor do indicador no ponto final da titulação. Para contornar esses problemas, adiciona-se um excesso conhecido de uma solução padronizada de HCl para neutralizar todas as partículas suspensas resultando numa solução límpida. Em seguida, o ácido em excesso é titulado com uma solução padronizada de NaOH, conforme as equações químicas a seguir.



2. OBJETIVO

Determinar por meio de titulação de retorno o teor de hidróxido de magnésio presente em uma amostra de leite de magnésia comercial, verificando se este se encontra dentro dos limites estabelecidos (7,0-8,5 %m).

3. MATERIAIS E REAGENTES

3.1. MATERIAIS E EQUIPAMENTOS

- Bureta de 25,00 mL (x1);
- Bureta de 50,00 mL (x1)
- Erlenmeyers de 250 mL (x3);
- Béquer 100 mL (x3);
- Pêra ou seringa para pipetagem;
- Pesa-filtro ou vidro de relógio (x1);
- Balança analítica (x1)

3.2. SOLUÇÕES E REAGENTES

- Solução padronizada de ácido clorídrico de concentração exatamente cerca de 0,1000 mol L⁻¹.
- Solução padronizada de hidróxido de sódio de concentração exatamente cerca de 0,1000 mol L⁻¹.
- Solução indicadora de vermelho de metila;
- Amostra de leite de magnésia comercial a ser analisada.

4. PROCEDIMENTO

Antes de tomar uma quantidade representativa do leite de magnésia para análise, é necessário agitar bem o frasco já que ele é constituído de uma suspensão a qual, para ser analisada, precisa ser homogeneizada.

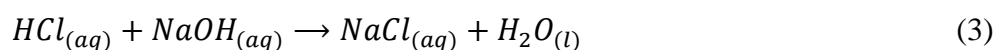
4.1. PREPARO DA AMOSTRA E TITULAÇÃO POR RETORNO

1. Agitar a amostra recebida e transferir rapidamente cerca de 1,000 g para um pesa-filtro. Fazer esta operação em triplicata;
2. Transferir cada amostra para um erlenmeyer de 250 mL, lavando com água destilada para garantir uma transferência quantitativa;
3. Utilizando uma bureta adicionar em cada um dos erlenmeyers cerca de 45,00 mL (rigorosamente medidos) da solução de HCl padronizada;
4. Agitar para assegurar uma reação completa. Se a solução ficar turva ou restar algum precipitado, adicionar mais solução de ácido, pois isto é um indicativo de que o ácido não foi colocado em quantidade suficiente;
5. Adicionar 2 gotas do indicador vermelho de metila e titular o excesso do HCl com solução padrão de NaOH até o aparecimento da cor amarela. Repetir para os demais erlenmeyers;
6. Anotar o volume gasto da base;
7. Calcular o teor percentual de Mg(OH)₂ presente na amostra.

OBS.: Deve-se fazer ambiente nos béqueres e buretas, mas NÃO se deve fazer ambiente nos erlenmeyers e pesa-filtro/vidro de relógio.

4.2. CÁLCULOS

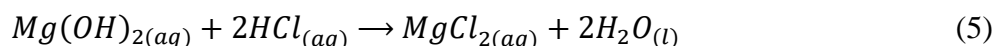
Considerando que a estequiometria da reação do ácido clorídrico com o hidróxido de sódio dada pela equação química da titulação é 1:1, no ponto de equivalência tem-se:



$$n_{\text{HCl restante}} = n_{\text{NaOH}} \quad (4)$$

O número de mols de HCl determinado pela titulação ($n_{\text{HCl restante}}$) corresponde à quantidade de matéria total de HCl ($n_{\text{HCl total}}$) adicionado menos a quantidade que reagiu com

o hidróxido de magnésio. Considerando ainda a proporção estequiométrica em mol de 1 $Mg(OH)_2$: 2 HCl, tem-se:



$$n_{Mg(OH)_2} = \frac{n_{HCl\ total} - n_{HCl\ restante}}{2} \quad (6)$$

$$n_{Mg(OH)_2} = \frac{n_{HCl\ total} - n_{NaOH}}{2} \quad (7)$$

$$n_{Mg(OH)_2} = \frac{C_{HCl\ total} V_{HCl\ total} - C_{NaOH} V_{NaOH}}{2} \quad (8)$$

Em termos de massa:

$$m_{Mg(OH)_2} = n_{Mg(OH)_2} MM_{Mg(OH)_2} \quad (9)$$

Desta forma, combinando as equações 8, 9 e 10, o teor de $Mg(OH)_2$ presente na amostra de leite de magnésio é:

$$\%m_{Mg(OH)_2} = \frac{m_{Mg(OH)_2}}{m_{amostra}} \times 100 \quad (10)$$

$$\%m_{Mg(OH)_2} = \frac{(C_{HCl\ total} V_{HCl\ total} - C_{NaOH} V_{NaOH}) \times MM_{Mg(OH)_2}}{2 \times m_{amostra}} \times 100 \quad (11)$$

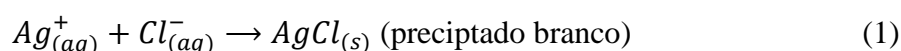
5. EXERCÍCIOS

1. Em laboratório de controle de qualidade de indústria farmacêutica foi analisada uma amostra de leite de magnésia através do método de titulação por retorno. Para isso um técnico tomou em triplicata amostras de 2,00 g de leite de magnésia, transferiu quantitativamente para erlenmeyers, adicionou a cada um 50,00 mL de ácido clorídrico 0,1000 mol L⁻¹ e tituló com NaOH 0,1250 mol L⁻¹, usando vermelho de metila como indicador. Como resultado ele gastou os volumes de 10,60, 10,50 e 10,40 mL. Considerando que o teor especificado de hidróxido de magnésio para este medicamento deve ficar entre 7,0 e 8,5 %m, o lote analisado pode ser liberado para a venda?
2. Preencha um laudo técnico (anexo) com os resultados obtidos na prática. A amostra analisada está dentro das especificações exigidas para o leite de magnésia?

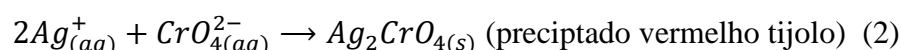
PRÁTICA 9
ANÁLISE DE CLORETO EM SORO FISIOLÓGICO
(MÉTODO DE MOHR)

1. INTRODUÇÃO

A volumetria de precipitação baseia-se em reações que levem a formação de um sal pouco solúvel. Apesar de ser uma das técnicas analíticas mais antigas, trata-se de um método limitado a alguns íons específicos. O cloreto (Cl^-), por exemplo, pode ser determinado através de uma titulação argentimétrica (utilizando solução padronizada de íons prata), no chamado método de Mohr.



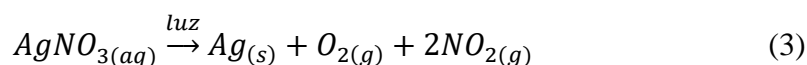
O AgCl é um precipitado branco. Como indicador utiliza-se uma solução de K_2CrO_4 . Quando todo o cloreto existente na amostra for consumido pelo nitrato de prata, o CrO_4^{2-} precipita-se na forma de Ag_2CrO_4 , um sal vermelho que, neste caso, funciona como indicador, determinando o fim da titulação.



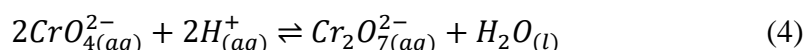
Como a constante de equilíbrio para a precipitação do AgCl ($K_{ps} = 1,1 \times 10^{-12}$) é consideravelmente menor que a do Ag_2CrO_4 ($K_{ps} = 1,8 \times 10^{-10}$), o sal contendo o cloreto irá precipitar primeiro. Apenas quando todo o cloreto for consumido irá ocorrer a precipitação do cromato vermelho.

As principais limitações do método de Mohr são a instabilidade do nitrato de prata usado como titulante e a necessidade de manter o pH do meio em uma faixa relativamente estreita.

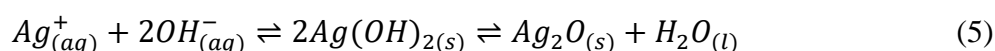
O AgNO_3 é foto e termossensível, degradando-se em presença de luz ou calor, conforme equação adiante. Desta forma, sua solução deve ser preparada e padronizada não muito antes da titulação, e ser armazenada em frasco escuro. Também se utiliza buretas âmbar para evitar a variação da concentração do titulante durante a titulação.



Ao mesmo tempo, este método funciona de forma eficiente apenas entre pH 6,5 e 10,5, de forma que pode ser necessário o ajuste do pH do meio ou o uso de tampão. Em pH < 6,5 o cromato de prata é muito solúvel, devido ao deslocamento do equilíbrio cromato-dicromato em meio ácido consumir o cromato.



Já em pH > 10,5 a prata precipita preferencialmente na forma de hidróxido e óxido de prata, não reagindo com o cloreto.



2. OBJETIVO

Determinar através do método de Mohr o teor de cloreto em uma amostra de soro fisiológico e comparando o resultado com os valores aceitos (~0,9 %m de NaCl; equivalente a ~0,55 %m de cloreto ou ainda ~5,5 g L⁻¹ deste ânion).

3. MATERIAIS E REAGENTES

3.1. MATERIAIS E EQUIPAMENTOS

- Bureta âmbar 25,00 mL (x1);
- Pipeta volumétrica de 10,00 mL (x1);
- Balança de topo (x1);
- Erlenmeyers de 125 ou 250 mL (x3);
- Béquer de 100 mL (x2);
- Pêra ou seringa para pipetagem.

3.2. SOLUÇÕES E REAGENTES

- Solução recém padronizada de nitrato de prata mol L⁻¹;
- Solução indicadora cromato de potássio 5%;
- Carbonato de cálcio
- Amostra de soro fisiológico a ser analisada.

4. PROCEDIMENTO

4.1. TITULAÇÃO

1. Transferir três alíquotas de 10,00 mL da amostra para três frascos erlenmeyer;
2. Adicionar a cada erlenmeyer cerca de 50 mL de água destilada, aproximadamente 0,2 g de CaCO₃ e 40 gotas da solução K₂CrO₄ 5%;
3. Titular cada erlenmeyer com solução de AgNO₃ padronizada;
4. Calcular os teores de NaCl e de Cl⁻ da amostra, expressando os resultados em termos de porcentagem em massa e massa por volume (g L⁻¹)

4.2. CÁLCULOS

Considerando que a estequiometria da reação do cloreto com a prata dada pela equação química da titulação é 1:1, no ponto de equivalência tem-se:



$$n_{Cl} = n_{Ag} = C_{Ag}V_{Ag} \quad (6)$$

Convertendo para massa tem-se:

$$m_{Cl} = n_{Cl}MM_{Cl} = C_{Ag}V_{Ag}MM_{Cl} \quad (7)$$

Considerando que essa massa está presente na alíquota de 10,00 mL do soro, tem-se:

$$C_{Cl} = \frac{m_{Cl}}{V_{soro}} = \frac{C_{Ag}V_{Ag}MM_{Cl}}{V_{soro}} \quad (8)$$

Em termos de porcentagem em massa, considerando a densidade da solução como sendo igual da água pura ($1,00 \text{ g mL}^{-1}$, a $25 \text{ }^{\circ}\text{C}$), tem-se:

$$\%m_{Cl} = \frac{m_{Cl} \text{ (em g)}}{V_{soro} \text{ (em mL)}} \times 100 \quad (9)$$

Calculos similares podem ser feitos para expressar o teor em termos de cloreto de sódio.

5. EXERCÍCIOS

1. Em um hospital suspeita-se que o soro fisiológico recentemente adquirido possa ter uma concentração de cloreto de sódio superior à recomendada (de $9,0 \text{ g L}^{-1}$ deste sal). Para verificar isso, uma farmacêutica utilizou o método de Mohr para medir o teor de NaCl em uma amostra. Em uma análise em triplicata utilizando alíquotas de 10,00 mL de soro foi gasto um volume médio de 12,50 mL de AgNO_3 $0,1500 \text{ mol L}^{-1}$. De acordo com este resultado, qual o teor, em g L^{-1} e %m, de NaCl no soro analisado? Este soro pode ser liberado para uso?
2. Na prática realizada, por que foi adicionado carbonato de cálcio (CaCO_3) à solução fisiológica antes da titulação?
3. Preencha um laudo técnico (anexo) com os resultados obtidos na prática. A amostra analisada está dentro das especificações exigidas para o soro fisiológico?

PRÁTICA 10

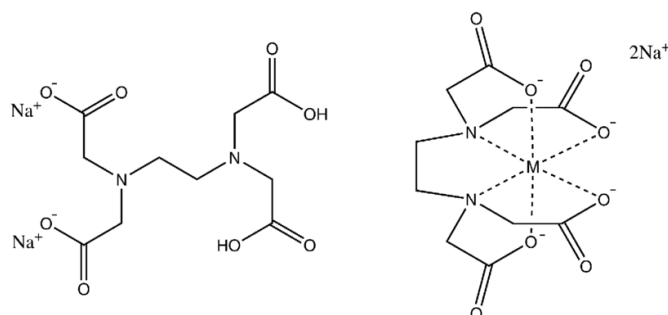
DETERMINAÇÃO DE Ca^{2+} EM LEITE

1. INTRODUÇÃO

Complexos são compostos químicos nos quais um metal está ligado covalentemente a outros grupos orgânicos ou inorgânicos (chamados de ligantes). Existe uma variedade muito grande de ligantes e, conseqüentemente, complexos, sendo que muitos deles apresentam grande estabilidade. Titulações complexométricas são extremamente úteis para a determinação de um grande número de metais. Esta técnica tem alcance de milimoles e, pelo uso de agentes auxiliares e controle do pH, a seletividade necessária pode ser alcançada.

O indicador eriocromo T não pode ser usado na titulação direta somente de cálcio com EDTA (ácido etilenodiaminotetracético, ou mais comumente seu sal dissódico), um dos ligantes/complexantes mais comuns. Isso ocorre uma vez que o eriocromo T forma um complexo muito fraco com íons cálcio, o que resulta numa mudança de cor pouco definida no ponto final da titulação. Para se evitar tal problema costuma-se adicionar uma pequena quantidade de íons Mg^{2+} à solução contendo Ca^{2+} . O complexo de cálcio com EDTA é mais estável do que o complexo de magnésio com este ligante e, portanto, o Ca^{2+} é titulado primeiro. Neste caso deve-se fazer uma correção para compensar a quantidade de EDTA usada para a titulação do Mg^{2+} adicionado.

Figura 1. Estrutura do sal dissódico do EDTA e do complexo entre um metal e o EDTA



Uma técnica mais elegante consiste em adicionar íons Mg^{2+} à solução de EDTA e não à solução que contém íons Ca^{2+} , como descrito acima. Desta forma, o Mg^{2+} reage rapidamente com o EDTA formando o complexo $[Mg(EDTA)]^{2-}$, causando uma redução na concentração em $mol L^{-1}$ da solução de EDTA, de tal modo que esta solução deve ser padronizada após a adição de Mg^{2+} . Esta padronização pode ser feita por meio de uma titulação com $CaCO_3$ dissolvido em HCl 1:1, ajustando o pH e adicionando-se o indicador à solução logo no início da titulação. O indicador eriocromo T complexa com o Mg^{2+} presente na solução de EDTA, uma vez que este íon é deslocado pelo íon Ca^{2+} . O complexo $[Mg(\text{eriocromo T})]$ torna a solução vermelha. No ponto final a cor volta para azul, já que o Ca^{2+} foi titulado pelo EDTA adicionado, deslocando o Mg^{2+} do indicador.

2. OBJETIVO

Determinar por meio de titulação complexométrica o teor de cálcio em uma amostra comercial de leite, verificando se este se encontra de acordo com o informado na embalagem.

3. MATERIAIS E REAGENTES

3.1. MATERIAIS

- Bureta de 25,00 mL (x1);
- Pipeta volumétrica de 10,00 mL (x1);
- Pipeta volumétrica de 5,00 mL ou pipeta graduada de 5,0 ou 10 mL (x1);
- Erlenmeyers de 250 mL (x3);
- Béquer de vidro de 100 mL (x3);
- Pêra ou seringa para pipetação.

3.2. SOLUÇÕES E REAGENTES

- Solução padronizada EDTA;
- Solução tampão para pH=10;
- Indicador eriocromo T;
- Amostra de leite comercial a ser analisada.

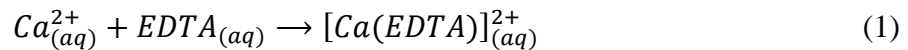
4. PROCEDIMENTO

4.1. PREPARAÇÃO DA E TITULAÇÃO

1. Pipetar em triplicata 10,00 mL de leite para erlenmeyers de 250 mL;
2. Diluir com água até volume de aproximadamente 30-50 mL;
3. Adicionar a cada erlenmeyer cerca de 5 mL de solução tampão de pH 10;
4. Adicionar a cada erlenmeyer um pouco do indicador eriocromo T;
5. Titular com solução padronizada de EDTA até aparecimento de uma coloração azul;
6. Anotar cuidadosamente os volumes de titulante gastos. Caso haja uma discrepância muito grande entre os volumes de cada titulação, realizar uma nova replicata, descartando o valor discrepante;
7. Fazer os cálculos para a determinação do teor de Ca^{2+} no leite, expressando a concentração em mg L^{-1} (ou ppm).

4.2. CÁLCULOS

Considerando que a estequiometria da reação do ácido acético com o hidróxido de sódio dada pela equação química da titulação é 1:1, no ponto de equivalência tem-se:



$$n_{Ca} = n_{EDTA} \quad (2)$$

$$n_{Ca} = C_{EDTA}V_{EDTA} \quad (3)$$

Convertendo para massa tem-se:

$$m_{EDTA} = n_{Ca}MM_{Ca} = C_{EDTA}V_{EDTA}MM_{Ca} \quad (4)$$

Por fim, tem-se:

$$C_{Ca} = \frac{m_{Ca}}{V_{leite}} = \frac{C_{EDTA}V_{EDTA}MM_{Ca}}{V_{leite}} \quad (5)$$

5. EXERCÍCIOS

1. Suspeitando-se que um lote de leite possa ter sido adulterado, a nutricionista de uma indústria decide fazer a determinação do teor de cálcio em uma amostra deste lote. Utilizando da técnica de complexometria com EDTA, verificou-se que para 10,00 mL de leite foram gastos, em triplicata, volumes de 17,90, 18,00 e 17,95 mL de solução de EDTA 0,1020 mol L⁻¹. Sabendo que o rótulo do leite sob suspeita diz que o teor de cálcio é de 240 mg para uma porção de 200 mL da bebida, e aceitando-se um erro de 5% na análise, o produto está ou não dentro das especificações.
2. Pesquise alguns rótulos de leite UHT integral e desnatado. Existe grande variação nos valores encontrados? Qual a faixa de teores de cálcio, em g L⁻¹, observada? Se considerarmos que a recomendação de dose diária para um adulto é de 1000 mg de cálcio, qual volume de leite precisaria ser ingerido para alcançar a recomendação? Quais outros alimentos são considerados fontes de cálcio e poderiam substituir, ao menos parcialmente, o leite na dieta?
3. Preencha um laudo técnico (anexo) com os resultados obtidos na prática. O resultado obtido está de acordo com o indicado no rótulo do leite? Considerando que o rótulo esteja correto, quais as possíveis fontes de erro na prática que possam ter contribuído para o resultado diferente do indicado?

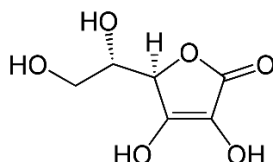
PRÁTICA 11

DETERMINAÇÃO DE ÁCIDO ASCÓRBICO (VITAMINA C)

1. INTRODUÇÃO

O ácido ascórbico (ou vitamina C) é uma vitamina hidrossolúvel e um nutriente essencial para o ser humano, tendo papel fundamental em diversos processos fisiológicos, em especial na produção de colágeno, sendo também um importante cofator enzimático, sendo importante para a produção de certos neurotransmissores e no funcionamento do sistema imunológico. Além disso, tem ainda um papel como antioxidante. Ao contrário da crença popular, entretanto, não há evidências que a vitamina C previna gripes e resfriados.

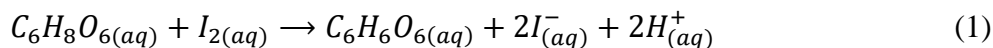
Figura 1. Estrutura do ácido ascórbico (vitamina C; $C_6H_8O_6$)



Como não é produzida pelo corpo humano, sua ingestão constante é necessária. A deficiência deste nutriente leva a sintomas como cansaço, perda de apetite, sonolência e baixa imunidade. Casos graves podem levar ao escorbuto, doença associada a perda de colágeno que leva a um enfraquecimento estrutural de tecidos, provocando, entre outras coisas, sangramentos, e pode levar a morte.

Para evitar o escorbuto uma dose mínima diária de ácido ascórbico deve ser 10-15 mg, mas são recomendadas doses maiores para um funcionamento ideal do corpo. A Organização Mundial da Saúde recomenda a ingestão de pelo menos 45 mg de vitamina C por dia. Essa recomendação é a adotada pela legislação brasileira, mas alguns países indicam doses maiores (90-200 mg). Doses diárias elevadas (mais 2000 mg), entretanto, podem levar a efeitos adversos leves, como náusea, diarreia e outros problemas gastrointestinais. Há ainda possibilidade de formação de cálculos renais quando doses altas são ingeridas por longos períodos.

O ácido ascórbico é um agente redutor moderadamente forte (daí sua atuação como antioxidante) e pode ser determinado por titulação de oxirredução, utilizando agentes oxidantes diversos. A titulação com solução de iodo, por exemplo, oxida o ácido ascórbico a ácido hidroascórbico. O iodo por sua vez se reduz a iodeto.



A vitamina C pode ser rapidamente oxidada pelo oxigênio dissolvido na solução. Essa reação é tão mais rápida quanto mais elevado o pH do meio. Assim as amostras devem ser analisadas o mais rápido possível depois de dissolvidas. O frasco de titulação deve ser fechado com papel de alumínio durante a titulação para evitar absorção de oxigênio adicional do ar. A pequena oxidação causada pelo oxigênio já dissolvido na solução não é significativa, mas a agitação contínua do erlenmeyer aberto pode absorver uma quantidade de oxigênio suficiente para causar erro. Como agente oxidante utiliza-se o iodo e este por sua vez é padronizado com solução de tiosulfato de sódio ($Na_2S_2O_3$). Portanto o preparo e a padronização de ambas a solução é uma etapa importante que antecede a determinação de ácido ascórbico.

2. OBJETIVO

Determinar por meio de titulação de oxirredução com iodo o teor de ácido ascórbico presente em comprimidos de suplementos de vitamina C (Cebion, Redoxon, etc.), comparando o valor obtido com a dose indicada no rótulo.

3. MATERIAIS E REAGENTES

3.1. MATERIAIS E EQUIPAMENTOS

- Bureta de 25,00 ou 50,00 mL (x1);
- Pipeta volumétrica de 25,00 mL (x1);
- Erlenmeyers de 250 mL (x3);
- Béquer de vidro de 100 mL (x2);
- Balão volumétrico de 100,0 mL (x1);
- Balança analítica
- Pêra ou seringa para pipetagem.

3.2. SOLUÇÕES E REAGENTES

- Solução padronizada de iodo;
- Dispersão (suspensão) de amido;
- Comprimido de vitamina C a ser analisado.

4. PROCEDIMENTO

4.1. DETERMINAÇÃO DO ÁCIDO ASCÓRBICO

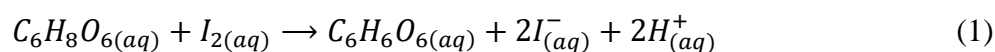
Nessa prática será utilizado como amostra comprimidos de vitamina C (Cebion, Redoxon). Dependendo do tipo de amostra recebida, um comprimido inteiro pode levar muito tempo para dissolver ou pode possuir uma massa de ácido ascórbico muito grande para essa titulação. Nesse caso, é recomendável que cada comprimido seja cortado ao meio e pesado novamente. Essa massa de amostra pesada deve possuir o equivalente a 400-500 mg de ácido ascórbico.

1. Pesar o comprimido de vitamina C (considerando a observação acima);
2. Dissolver a amostra em um balão volumétrico de 100,0 mL, adicionando cerca de 50 mL de água destilada;
3. Fechar o balão e agitar vigorosamente até dissolução do comprimido. Uma pequena quantidade de agente aglutinante, excipiente e outros adjuvantes nos comprimidos pode não se dissolver e ficarem visíveis como suspensão, mas essa não deve causar maiores interferências ou erros na análise;
4. Completar o volume do balão com água destilada até a marca de aferição;

- Utilizando-se de uma pipeta volumétrica de 25,00 mL, transferir para cada um dos três erlenmeyers uma alíquota de 25,00 mL da solução da amostra preparada no item anterior;
- Acrescentar 20 gotas de dispersão de amido (agitar o frasco da dispersão antes);
- Titular rapidamente com a solução previamente padronizada de I₂ até o aparecimento de uma coloração azul;
- Anotar os volumes gastos e calcular o teor de ácido ascórbico no comprimido, em termos de dose por comprimido e porcentagem em massa, comparando com o valor indicado no rótulo do produto.

4.2. CÁLCULOS

Considerando que a estequiometria da reação do ácido acético com o hidróxido de sódio dada pela equação química da titulação é 1:1, no ponto de equivalência tem-se:



$$n_{vit.C} = n_{I_2} = C_{I_2} V_{I_2} \quad (2)$$

Convertendo para massa tem-se:

$$m_{vit.C} = n_{vit.C} MM_{vit.C} = C_{I_2} V_{I_2} MM_{vit.C} \quad (3)$$

Considerando que essa massa está presente na alíquota de 25,00 mL da solução diluída, para os 100,0 mL total desta solução contida no balão, tem-se:

$$m_{vit.C(Total)} = 4(C_{I_2} V_{I_2} MM_{vit.C}) \quad (4)$$

E como toda a massa de ácido ascórbico presente na solução provem da massa de comprimido pesada, pode-se escrever:

$$\%m_{vit.C} = \frac{m_{vit.C(Total)}}{m_{pesada}} \times 100 \quad (5)$$

5. EXERCÍCIOS

- Considerando que determinado suplemento de vitamina C possui 1,000 g de ácido ascórbico, qual deve ser o volume de solução de iodo 0,1137 mol L⁻¹ necessário para sua titulação se todo o comprimido for usado? Supondo que a bureta disponível tenha capacidade de 50,00 mL, ela será adequada para essa análise? Caso não o seja, o que poderia ser feito para adequar o procedimento?
- Cite pelo menos cinco alimentos ricos em vitamina C, com seus respectivos teores aproximados de ácido ascórbico.
- Qual o papel da suspensão de amido utilizada nessa prática?
- Preencha um laudo técnico (anexo) com os resultados obtidos na prática. A amostra analisada está dentro das especificações indicadas no rótulo do produto?

ANEXOS

PÁGINA EM BRANDO

MODELO DE LAUDO TÉCNICO

Aluno: _____ Turma: _____ Data: ___ / ___ / ___

_____ Turma: _____

_____ Turma: _____

IDENTIFICAÇÃO DO CLIENTE

Nome (fabricante do produto): _____

Amostra: _____

Lote: _____

Data de validade: _____

RESULTADO DA ANÁLISE

INFORMAÇÃO SOBRE O MÉTODO ANALÍTICO

VALORES DE REFERÊNCIA

TRATAMENTO DE RESÍDUOS

Ouro Preto, _____ de _____ de 20____.

RESPONSABILIDADE TÉCNICA

Nome do técnico responsável: _____

Assinatura do responsável técnico:

NORMAS DE GERENCIAMENTO DOS RESÍDUOS QUÍMICOS DO INSTITUTO DE CIÊNCIAS EXATAS E BIOLÓGICAS (ICEB) DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO (UFOP)

**CAPÍTULO I
DAS CARACTERÍSTICAS**

Art. 1º O presente regulamento estabelece critérios de gerenciamento dos resíduos gerados nos laboratórios do ICEB/UFOP utilizados em atividades de ensino de graduação e pós-graduação, pesquisa, desenvolvimento tecnológico e inovação, bem como atividades de extensão e prestação de serviços; tendo como objetivos:

- I) orientar sobre a geração, tratamento e destinação dos resíduos químicos gerados pelos laboratórios;
- II) apresentar as competências e atribuições de cada um dos usuários dos laboratórios na gestão dos resíduos químicos gerados pelos laboratórios.

**CAPÍTULO II
DO FUNCIONAMENTO**

Art. 2º Cada laboratório gerador de resíduos químicos deve se fundamentar nas seguintes diretrizes: minimização, reciclagem/reutilização, substituição por reagentes menos tóxicos e destinação final adequada dos resíduos químicos.

Art. 3º É proibido o descarte de qualquer resíduo, sem tratamento adequado, na rede de esgoto ou qualquer ambiente dentro da UFOP.

Art. 4º É vedado o armazenamento inadequado dos resíduos, no ambiente do laboratório, salvo nas quantidades mínimas necessárias durante a realização das atividades e desde que devidamente acondicionados e identificados.

Art. 5º É obrigação do gerador do resíduo fornecer a devida destinação ao mesmo.

§ 1º O gerador do resíduo deve ser cadastrado na planilha “Cadastro do Gerador” e deve preencher a planilha “Inventário de Resíduos Químicos” conforme modelos apresentados no ANEXO 1.

§ 2º O gerador do resíduo deve, sempre que possível, prover tratamento adequado para o resíduo antes de descartá-lo, conforme orientações do ANEXO 2.

§ 3º Na impossibilidade de prover tratamento adequado do resíduo para descarte, o gerador deve prover tratamento preliminar ao mesmo, conforme orientações do ANEXO 2.

§ 4º Na impossibilidade de prover tratamento preliminar do resíduo, o gerador deve segregar os resíduos durante a sua geração, evitando misturar diferentes resíduos e encaminhar para a destinação final.

Art. 6º Os resíduos não tratados deverão ser armazenados em frasco de material apropriado, ocupando no máximo, 70% do volume total do frasco; e devidamente rotulados, conforme orientações do ANEXO 3 e do ANEXO 4.

Art. 7º Os resíduos deverão ser conduzidos em frasco adequado e devidamente rotulados para o entreposto de coleta de resíduos, local onde os resíduos ficarão armazenados até a coleta pela empresa responsável pela destinação dos resíduos.

Art. 8º Os resíduos caracterizados como fonte radioativas deverão ter destinação exclusiva conforme orientação do ANEXO 5.

**CAPÍTULO III
DAS COMPETÊNCIAS E ATRIBUIÇÕES**

Art. 9º É responsabilidade do usuário de laboratório, gerador do resíduo, dar a devida destinação ao resíduo, conforme **Art. 5º** dessa norma.

Art. 10º São atribuições do coordenador do laboratório ou usuário designado pelo mesmo:

- I) orientar os usuários do laboratório a fazer a correta segregação, identificação e armazenamento dos resíduos gerados no laboratório.
- II) conduzir os resíduos acondicionados em frasco adequado e devidamente rotulados para o entreposto de coleta de resíduos.

Art. 11º É atribuição específica do professor que utiliza o laboratório para aula prática orientar os alunos sobre a destinação final de resíduos produzidos durante a realização das aulas práticas, devendo encaminhá-los para catalogação e acondicionamento.

Art. 12º É atribuição específica dos técnicos dos laboratórios, auxiliar o professor e coordenador do laboratório no acondicionamento e destinação de resíduos.

CAPÍTULO IV DAS DISPOSIÇÕES FINAIS

Art. 13º Caberá ao coordenador ou usuário designado pelo mesmo supervisionar o cumprimento das normas de gerenciamento dos resíduos do seu laboratório.

Art. 14º Os casos omissos neste Regulamento serão encaminhados para Comissão Superior de Segurança Ocupacional Laboratorial da UFOP para deliberação e providências cabíveis, observadas as normas dos conselhos superiores da Instituição.

Art. 15º Este regulamento entrará em vigor na data de sua publicação, revogando-se as disposições em contrário.

ANEXO 1 - PLANILHAS PARA PREENCHIMENTO PELO GERADOR DE RESÍDUOS QUÍMICOS


Planilha 1: Modelo da Planilha “Cadastro de Geradores de Resíduos Químicos”

 UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO
INSTITUTO DE CIÊNCIAS EXATAS E BIOLÓGICAS
Programa de Gerenciamento de Resíduos Químicos

CADASTRO DE GERADORES DE RESÍDUOS QUÍMICOS PERIGOSOS NÃO REAPROVEITÁVEIS
Gerência de Resíduos Químicos do ICEB
Gerente de Resíduos:

Unidade Geradora	Departamento	Código do Departamento	Laboratório	Código do Laboratório	Coordenador do laboratório	Geradores Responsáveis	Telefone do Gerador	e-mail do Gerador


Planilha 2: Modelo da Planilha “Inventário de Resíduos Químicos, parte 1”

 UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO
INSTITUTO DE CIÊNCIAS EXATAS E BIOLÓGICAS
Programa de Gerenciamento de Resíduos Químicos

INVENTÁRIO DE RESÍDUOS QUÍMICOS PERIGOSOS NÃO REAPROVEITÁVEIS DAS UNIDADES GERADORAS
Gerência de Resíduos do ICEB
Gerente de Resíduos:

Código Resíduo	Unidade Geradora	Departamento	Laboratório	Gerador Responsável	Composição Química do Resíduo	Estado Físico	Condição Resíduo	Material Embalagem	Capacidade Embalagem (L)	Peso (kg)
2018/0_/QU/CÓDIGO LABORATÓRIO (3 LETRAS) + NÚMERO RESÍDUO (3 DÍGITOS)	Instituto de Ciências Exatas e Biológicas (ICEB)	DEQUI	Nome do Laboratório (CÓDIGO LABORATÓRIO)	Nome do Coordenador do Laboratório	Nome e concentração aproximada	Sólido, líquido ou gasoso	Produto químico comercial ou preparação química	vidro, plástico rígido, plástico flexível, papelão, metal ou tecido		massa embalagem + resíduo

Planilha 3: Modelo da Planilha “Inventário de Resíduos Químicos, parte 2”

 UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO
INSTITUTO DE CIÊNCIAS EXATAS E BIOLÓGICAS
Programa de Gerenciamento de Resíduos Químicos

INVENTÁRIO DE RESÍDUOS QUÍMICOS PERIGOSOS NÃO REAPROVEITÁVEIS DAS UNIDADES GERADORAS
Gerência de Resíduos do ICEB
Gerente de Resíduos:

Código Resíduo	N° ONU	Nome Adequado para Embarque	Classe Risco	Risco Subsidiário	Grupo Embalagem	Peso (kg)
2018/0_/CÓDIGO DO DEPARTAMENTO/CÓDIGO LABORATÓRIO (3 LETRAS) + NÚMERO RESÍDUO (3 DÍGITOS)	ANTT	RESIDUO XXXXX (pode ser obtido na ANNT)	ANTT ou FISPQ		III	massa embalagem + resíduo

ANEXO 2 - VIAS DE DESTINAÇÃO DOS RESÍDUOS QUÍMICOS

Os resíduos gerados nos laboratórios devem ser segregados considerando-se a compatibilidade das substâncias envolvidas. Informações sobre periculosidade, toxicidade, reatividade, inflamabilidade e compatibilidade de inúmeras substâncias químicas podem ser encontradas em MSDS (*Material Safety Data Sheets*) e FISPQ (Ficha de Identificação e de Segurança de Produtos Químicos). Para verificação de compatibilidade química sugere-se consultar uma matriz de compatibilidade química (*Hazardous Materials Compatibility Chart*) ou códigos de compatibilidade química de armazenamento (*Chemical Compatibility Storage Codes*).

1. Resíduos LÍQUIDOS que podem ser descartados diretamente na pia:
 - a) Resíduos ácidos ou básicos, desde que não contaminados com substâncias químicas perigosas, e após neutralização de tal maneira a apresentar pH entre 6 e 8. Resíduos ácidos deverão ser neutralizados com hidróxidos ou carbonatos, o pH deverá ser monitorado e estar entre 6 e 8, se necessário utilizar banho de gelo. Após a neutralização, descartar lentamente na pia. Resíduos básicos deverão ser neutralizados com ácido clorídrico ou ácido sulfúrico; o pH também deverá ser monitorado e estar entre 6 e 8, se necessário utilizar banho de gelo. Após a neutralização, descartar lentamente na pia. Recomenda-se o aproveitamento de soluções ácidas ou básicas antigas ou reagentes antigos para essa finalidade.
 - b) Resíduos contendo os cátions Al^{3+} , Ca^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mg^{2+} , Na^+ , NH_4^+ e/ou os ânions: CO_3^{2-} , Cl^- , HSO_3^- , NO_3^- , PO_4^{3-} , SO_4^{2-} , desde que não contaminados com substâncias químicas perigosas, e dentro das condições e padrões de lançamento de efluentes estabelecidos pela Resolução CONAMA N° 430, de 13 de maio de 2011, quando pertinente.
2. Resíduos SÓLIDOS que podem ser descartados diretamente em lixo comum:
 - a) Resíduos sólidos classe II - não perigosos (ABNT NBR 10004).
 - b) Papéis de filtro, luvas e outros materiais descartáveis desde que não contaminados com substâncias perigosas.
 - c) Materiais cromatográficos como sílica, alumina etc. desde que não contaminados com substâncias perigosas.

3. Resíduos contendo cátions metálicos

Resíduos contendo cátions metálicos devem ser tratados mediante precipitação com hidróxido ou sulfeto conforme o quadro a seguir.

Quadro 1. Faixas de pH para precipitação de cada cátion metálico

Cátion	Faixa de pH	Cátion	Faixa de pH
Ag(I)	9	Pb(II)	7-8
Al(III)	7-8	Pd(II)	7-8
As(III)	Precipita como sulfeto	Pd(IV)	7-8
As(V)	Precipita como sulfeto	Pt(II)	7-8
Au(III)	7-8	Re(III)	6
Be(II)	7-8	Re(VII)	Precipita como sulfeto
Bi(III)	7	Rh(III)	7-8
Cd(II)	7	Ru(III)	7
Co(II)	8	Sb(III)	7-8
Cr(III)	7	Sb(V)	7-8

Cu(I)	9	Sc(III)	8
Cu(II)	7	Se(IV)	Precipita como sulfeto
Fe(II)	7	Se(VI)	Precipita como sulfeto
Fe(III)	7	Sn(II)	7-8
Ga(III)	7-8	Sn(IV)	7-8
Ge(IV)	6-8	Ta(V)	1-10
Hf(IV)	6-7	Te(IV)	Precipita como sulfeto
Hg(I)	8	Te(VI)	Precipita como sulfeto
Hg(II)	8	Th(IV)	6
In(III)	6-13	Ti(III)	8
Ir(IV)	6-8	Ti(IV)	8
Mg(II)	9	Tl(III)	9
Mn(II)	8	V(IV)	7-8
Mn(IV)	7	V(V)	7-8
Mo(VI)	precipita como sal de cálcio	W(VI)	precipita como sal de cálcio
Nb(V)	1-10	Zn(II)	7-8
Ni(II)	8	Zr(IV)	6-7
Os(IV)	7-8		

Os resíduos contendo Cd, Hg e Pb devem ser segregados dos demais metais. Após a precipitação, o sobrenadante deve ser separado. Sempre que possível, proceda a centrifugação para evitar consumo de papel de filtro. Na impossibilidade de centrifugação, proceda a filtração ou separação por decantação/sifonação de resíduo, dependendo do volume de resíduo a ser tratado. Faça um teste para verificar se o sobrenadante está isento dos metais pesados. Separar o sólido em papel filtro. Colocar o papel filtro sobre folha de papel alumínio, em assadeira e secar em estufa em baixa temperatura. Embalar e rotular os resíduos e encaminhar para a destinação final.

4. Solventes Orgânicos

Sempre que possível, proceder a recuperação/reciclagem. Em caso contrário, encaminhar para a destinação final.

5. Aminas aromáticas

As aminas aromáticas devem ser oxidadas por permanganato de potássio (KMnO_4) em meio ácido na proporção de 0,2 mol KMnO_4 para 0,01 mol de amina, em ácido sulfúrico (H_2SO_4) 2 mol L^{-1} . Manter a mistura a temperatura ambiente por oito horas. A seguir adicione sulfato ácido de sódio (NaHSO_4) para destruir o excesso de permanganato. Neutralizar o produto com hidróxido de sódio (NaOH) e descartar na pia.

6. Outros resíduos

Existem diversos resíduos, contendo substâncias não descritas nesse anexo, que podem ser tratados em laboratório, se gerado em pequenos volumes, através de procedimentos descritos em literatura adequada. Nesses casos, se o produto gerado não for perigoso, poderá ser descartado na pia desde que em concentrações conformes as legislações pertinentes. Em caso contrário, o produto deverá ser encaminhado para a destinação final.

ANEXO 3 - ACONDICIONAMENTO DOS RESÍDUOS GERADOS

O recipiente para armazenamento do resíduo deve atender os seguintes requisitos: ser quimicamente compatível com a substância a ser acondicionada; ser estanque; ter resistência física a pequenos choques; ter durabilidade; ter compatibilidade, em termos de forma, volume e peso, com o equipamento de transporte.

O resíduo químico destinado ao reaproveitamento interno e o rejeito a ser tratado na fonte geradora devem ser armazenados no mesmo recipiente que continha a substância que o originou ou em novo recipiente de mesmo material, devidamente identificado. No caso de o resíduo químico destinado ao reaproveitamento interno ser uma mistura, o recipiente deve ser compatível com todos os componentes da mistura.

A acumulação de resíduos ou rejeitos em frascos coletores deve ser realizada, a princípio, no próprio laboratório e deve atender ao critério de compatibilidade química das substâncias. Sempre que possível, deve-se evitar acondicionar materiais em recipientes muito grandes, no próprio laboratório, no máximo, até 10 a 15 litros. As embalagens plásticas são preferíveis, exceto quando houve incompatibilidade com o resíduo. Nenhuma embalagem deve ser completamente cheia com o resíduo líquido, ela deve conter no máximo 70% de sua capacidade máxima.

Os resíduos enviados para destinação final devem ser acondicionados de acordo com as exigências das empresas contratadas para o tratamento externo e disposição final e, também, se enquadrar nas leis do Ministério dos Transportes que definem os critérios para transporte de materiais perigosos (ANEXO 4). Por exemplo, para o acondicionamento de solventes, são compatíveis com recipiente de polietileno: ácido acético, acetona, anilina, 2-butanona, benzeno, etanol, acetato de etila, etilenoglicol, gasolina, heptano, hexano, metanol, metil-isobutil-cetona, óleo combustível, pentano, querosene, tolueno, xileno. Não são compatíveis com recipiente de polietileno: butileno^{1,2}, ciclohexano¹, ciclohexanona², cloreto de metileno², clorofluorcarbonos², éter de petróleo^{1,2}, éter etílico^{1,2} e tricloroetileno².

¹ Armazenar em recipiente de aço.

² Armazenar em recipiente de aço inoxidável.

ANEXO 4 - IDENTIFICAÇÃO PARA ENCAMINHAMENTO À DESTINAÇÃO FINAL

Os recipientes contendo os resíduos encaminhados para a destinação final devem ser rotulados conforme a Norma ABNT NBR 7500 e os Regulamentos para o Transporte Rodoviário de Produtos Perigosos, segundo as seguintes resoluções da Agência Nacional de Transportes Terrestres (ANTT):

- Resolução ANTT nº 420 de 12/02/2004 que aprova as Instruções Complementares ao Regulamento do Transporte Terrestre de Produtos Perigosos
- Resolução ANTT nº 3665 de 04/05/2011 que atualiza o Regulamento para o Transporte Rodoviário de Produtos Perigosos.
- Resolução ANTT nº 3762 de 26/01/2012 que altera e revoga dispositivos da Resolução ANTT nº 3665, de 04/05/2011.
- Resolução ANTT nº 5232, de 14/12/2016 que aprova as Instruções Complementares ao Regulamento Terrestre do Transporte de Produtos Perigosos, e dá outras providências.
- Resolução ANTT nº 5377, de 29/06/17 que altera o caput do artigo 2º da Resolução ANTT nº 5232, de 14/12/2016.
- Resolução ANTT nº 5623, de 15/12/2017 que altera o anexo da Resolução ANTT nº 5232/16.
- Resolução ANTT nº 5581, de 22/11/2017 que altera a Resolução ANTT nº 5232/16.

A etiqueta para carga perigosa deve conter, conforme figura 1, entre outras informações:

- Identificação escrita “RESÍDUO PERIGOSO”;
- Forma de disposição final: incineração, co-processamento, aterro industrial;
- Composição química do material;
- Classificação da ABNT NBR 10004;
- Designação ONU e número de identificação ONU;
- Classe de risco e número de risco ONU;
- Frases R/S (risco e segurança);
- Dados de identificação da instituição geradora;
- Dados de identificação da instituição destinatária.

Figura 1. Exemplo de rótulo para identificação do resíduo químico a ser encaminhado à destinação final





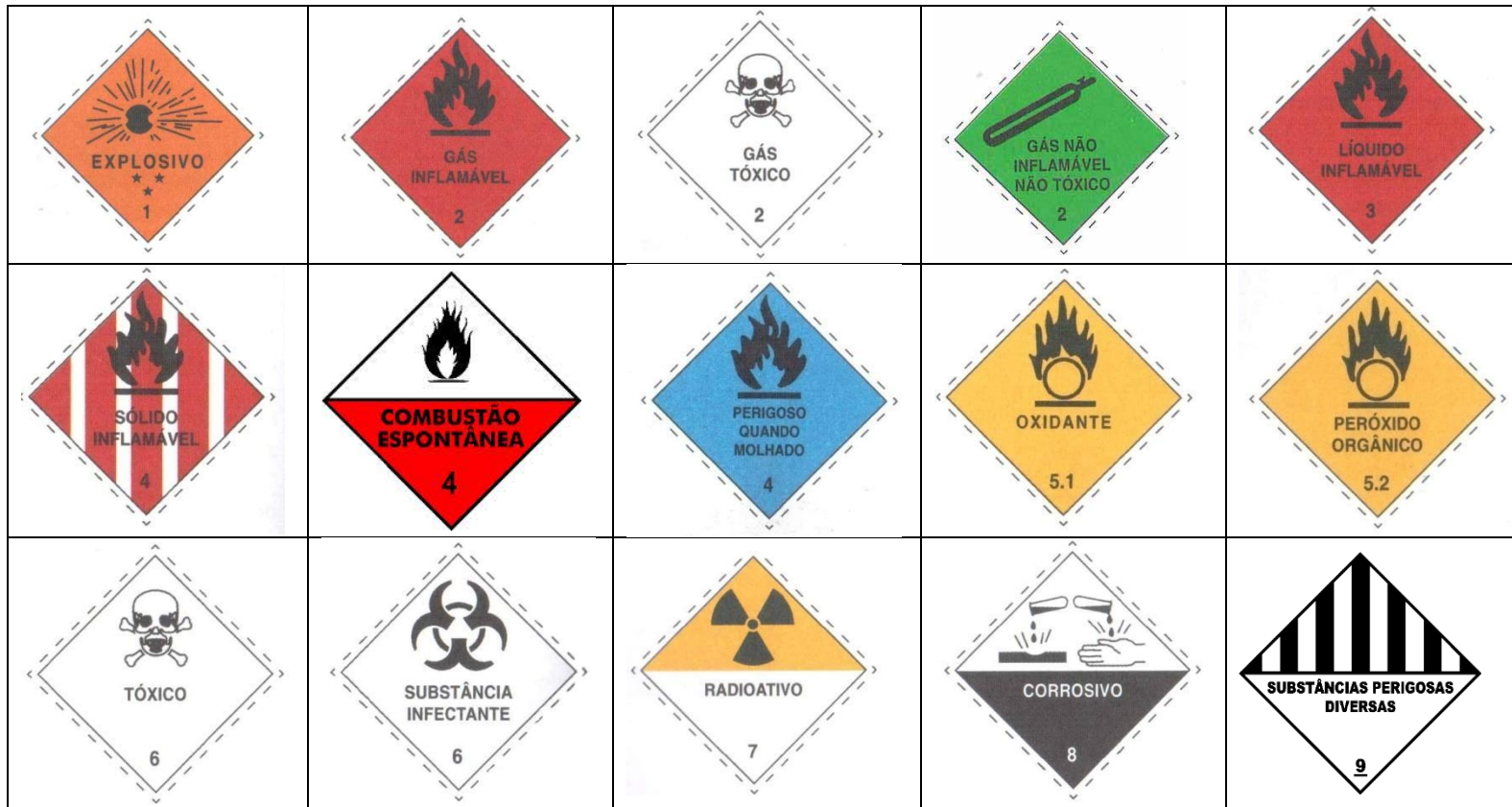
 UFOP		UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO - UFOP Instituto de Ciências Exatas e biológicas - ICEB Nome do Departamento NOME DO LABORATÓRIO (nº XX) Professor: Nome do coordenador		 ICEB	
RESÍDUO PERIGOSO PARA INCINERAÇÃO / ATERRO INDUSTRIAL CLASSE I					
Código Resíduo	Marcação do Resíduo	Classe de Risco	Risco Subsidiário		
2018/1/DEQUI/1 ab. XX/001	ONU 2922 RESÍDUO DE LÍQUIDO CORROSIVO, TÓXICO, N.E. MISTURA (nitrate de mercúrio (II), ácido nítrico)	8 LÍQUIDO CORROSIVO	6.1 SUBSTÂNCIA TÓXICA		
Peso (kg)		 CORROSIVO 8	 TÓXICO 6		

Figura 2. Modelos de rótulos de risco para transporte de produtos perigosos.



ANEXO 5 - PROCEDIMENTO PARA RECEBIMENTO DE FONTES RADIOATIVAS NO CENTRO DE DESENVOLVIMENTO DA TECNOLOGIA NUCLEAR (CDTN)

1. A empresa interessada em entregar fontes radioativas fora de uso deve solicitar uma “Proposta de Recebimento” ao Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear (CDTN), por email: vc@cdtn.br, seless@cdtn.br ou fax: (31)3069-3476. Na solicitação devem estar discriminados:

- a. CNPJ, inscrição estadual, endereço e CEP da empresa;
- b. nome e número de registro na CNEN do Supervisor de Radioproteção;
- c. nome, telefone, fax e email da pessoa de contato da empresa;
- d. para cada fonte a ser entregue à CNEN: número de série, radionuclídeo, atividade e respectiva data de referência, aplicação (uso anterior ao descarte).
- e. para cada blindagem: as dimensões da altura, comprimento e profundidade, sempre a medida maior. (O volume será considerado como o de um paralelepípedo em que a blindagem poderia ser inserida, ou seja, multiplicando as maiores medidas de altura, comprimento e profundidade.)

Este procedimento não se aplica a fontes de terapia. Nestes casos, contatar para orientação.

Caso a empresa proprietária da fonte seja uma instituição filantrópica, com certificado válido expedido pelo CNAS, é possível a isenção de pagamento, desde que a Instituição encaminhe cópia do Certificado.

2. O CDTN prepara uma “Proposta de Recebimento”, que é enviada para a empresa interessada. Caso a empresa não seja cadastrada como cliente do CDTN, uma “Ficha de Cadastro” é também encaminhada a ela.

3. O representante legal da empresa, após conferir os dados da “Proposta de Recebimento” com os dados da(s) fonte(s) a serem transferidas ao CDTN, dá o Aceite da Proposta, assinando a folha resumo constante na sua última página.

4. O Supervisor de Radioproteção da empresa preenche o formulário RTR "Solicitação de Transferência de Fonte Radioativa e/ou Equipamento Gerador de Radiação Ionizante diretamente no site da CNEN (www.cnen.gov.br, link Formulários). Após o preenchimento completo, o Supervisor deve fechar o formulário RTR no site, imprimir, assinar e encaminhá-lo por email ao CDTN, junto com o aceite e a “Ficha Cadastral”, se for o caso. Neste momento será gerada uma senha de acesso, de responsabilidade da empresa.

5. O Supervisor de Radioproteção do CDTN assina o formulário RTR. Ele é devolvido por email à empresa interessada, que deve incluí-lo no processo eletrônico, pelo site da CNEN, a fim de obter autorização para a transferência de fontes da Coordenação de Instalações Médicas e Industriais (CGMI/CNEN), no Rio de Janeiro.

6. Uma vez autorizada a transferência das fontes para o CDTN, pela CGMI/CNEN, a empresa e o Serviço de Rejeitos do CDTN combinam a data e o horário de entrega das fontes ao Centro, que deverá ser de segunda a sexta-feira, de 9:00 às 16:00h. A empresa condiciona as fontes e providencia o transporte até o CDTN, de acordo com a Norma CNEN-NE 5.01.

7. No ato do recebimento, o CDTN confere os dados do formulário RTR com as fontes recebidas e emite o Recibo correspondente.

8. O CDTN encaminha à empresa um boleto de cobrança para pagamento do serviço prestado.

OBS. Em caso de dúvidas, contatar o Serviço de Gerência de Rejeitos – SEGRE/CDTN/CNEN, através dos contatos citados no item 1 ou pelo telefone (31) 3069-3257.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). ABNT NBR 10004. Resíduos Sólidos – Classificação, 2004.

____ ABNT NBR 7500. Identificação para o transporte terrestre, manuseio, movimentação e armazenamento de produtos, 2004.

AGÊNCIA NACIONAL DE TRANSPORTES TERRESTRES (ANTT). Resolução ANTT N° 420 de 12/02/2004. Aprova as Instruções Complementares ao Regulamento do Transporte Terrestre de Produtos Perigosos (DOU em 12/02/2004).

____ Resolução ANTT n° 3665 de 04/05/2011. Atualiza o Regulamento para o Transporte Rodoviário de Produtos Perigosos (D.O.U. 13/05/2011).

____ Resolução ANTT n° 3762 de 26/01/2012. Altera e revoga dispositivos da Resolução ANTT n° 3665, de 04/05/2011 (D.O.U. 08/02/2012).

____ Resolução ANTT n° 5232, de 14/12/2016. Aprova as Instruções Complementares ao Regulamento Terrestre do Transporte de Produtos Perigosos, e dá outras providências (D.O.U. 16/12/2016).

____ Resolução ANTT n° 5377, de 29/06/17. Altera o caput do artigo 2° da Resolução ANTT n° 5232, de 14/12/2016 (D.O.U. 03/07/2017).

____ Resolução ANTT n° 5623, de 15/12/2017. Altera o anexo da Resolução ANTT n° 5232/16 (D.O.U. 18/12/2017).

____ Resolução ANTT n° 5581, de 22/11/2017. Altera a Resolução ANTT n° 5232/16 (D.O.U. 23/11/2017).

FIGUERÊDO, D. V. Manual para Gestão de Resíduos Químicos. Perigosos de Instituição de Ensino e de Pesquisa. Belo Horizonte: Conselho. Regional de Química de Minas Gerais, 2006.

UNIVERSIDADE DE CAMPINAS (UNICAMP). Normas de Gerenciamento de Resíduos Químicos do Instituto de Química da UNICAMP. Comissão de Segurança e Ética Ambiental, Instituto de Química, Gerenciamento de Resíduos, aprovadas na 224ª sessão da Congregação e Resolução da Congregação IQ 134/2005 em 23/11/2005. Campinas: UNICAMP, 2005.

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS (UFMG). Procedimento POP UFMG/PRA/DGA-PGRQ/DI 01/2014. “Descarte interno de resíduos químicos não perigosos ou de baixa periculosidade”. Belo Horizonte: UFMG, 2014.

<http://www.cdtm.br/en/recebimento-de-fontes-fora-de-uso>.