



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS

Instituto de química

Departamento de Físico-Química

Mestrado

Experimentos de Química Geral sob a Perspectiva da Diminuição de
Resíduos e Custos.

Aluna: Aline Eiras Duarte

Orientador: Prof. Dr. José de Alencar Simoni

Campinas - SP
Agosto – 2007

**FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA DO INSTITUTO DE
QUÍMICA DA UNICAMP**

D85e Duarte, Aline Eiras.
Experimentos de química geral sob a perspectiva de
redução de resíduos e custos / Aline Eiras Duarte. --
Campinas, SP: [s.n.], 2007.

Orientador: José de Alencar Simoni.

Dissertação - Universidade Estadual de Campinas,
Instituto de Química.

1. Redução de resíduos. 2. Experimentação.
3. Química geral. 4. Redução de custo. I. Simoni, José
de Alencar. II. Universidade Estadual de Campinas.
Instituto de Química. III. Título.

Título em inglês: General chemistry experiments regarding waste and cost reduction

Palavras-chaves em inglês: Waste reduction, Experiments, General chemistry, Cost reduction

Área de concentração: Físico-Química

Titulação: Mestre em Química na Área de Físico-Química

Banca examinadora: Prof. Dr. José de Alencar Simoni (orientador), Prof. Dr. Pedro da Cunha Pinto Neto (FE-UNICAMP), Profa. Dra. Adriana Vitorino Rossi (IQ-UNICAMP)

Data de defesa: 29/08/2007

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. José de Alencar Simoni, um agradecimento especial pelo tempo dedicado, incentivo e interesse demonstrado como orientador desta dissertação.

Aos meus pais, Paulo e Márcia, pela dedicação e apoio em todos os momentos de minha vida.

Às minhas irmãs, Alícia e Ariane, pela amizade, companheirismo e felicidade que sempre me proporcionam.

Ao meu marido, Daniel, pelo carinho, amor, amizade e incentivo para a conclusão deste trabalho.

Aos meus amigos da UNICAMP, Amanda C. C. Bertelli, Adriano de Souza Reis, Josivânia Dantas, Silvio Fiori Netto, Prof^º Pedro Faria dos Santos Filho, pela amizade, discussões e conversas que tanto contribuíram para minha formação.

À técnica Egle do Instituto de Química pela sua atenção e disposição.

Aos funcionários da Comissão de Pós-Graduação pela eficiência e prontidão, especialmente a Bel.

À todos que me incentivaram e, de alguma forma, contribuíram para a realização deste trabalho.

CURRICULUM VITAE

Formação Acadêmica

Graduação:

- Bacharelado em Química Tecnológica pela Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Campinas – SP, 1996-2000.
- Licenciatura em Química pela Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Campinas – SP, 1999-2002.

Participação em Atividades Acadêmicas:

XIII Encontro Nacional de Ensino de Química (ENEQ):

Mini curso – Atividades de Ensino de Química via softwares educativos e sítios da web (Miguel Medeiros);

Apresentação de trabalho científico (painel): “Experimentos de Química Geral – Desenvolvimento de uma Chapa de Aquecimento a partir de um Ferro Elétrico – Redução de Custo em Laboratórios de Ensino”.

Atuação Profissional:

- Técnica Química do Laboratório Químico de Controle de Qualidade da SIEMENS – Jundiaí em 1995.
- Diretora Administrativa da All Química Consultoria Júnior (Empresa Júnior do Instituto de Química): 1997 e 1998.
- Monitora do Laboratório de Química Geral do Instituto de Química da UNICAMP em 1997.
- Professora de Ciências no Ensino Fundamental II: desde 2001.
- Professora de Química no Ensino Médio: desde 1998.

RESUMO

Experimentos de Química Geral sob a Perspectiva da Diminuição de Resíduos e Custos

Este trabalho propõe possíveis alterações em procedimentos experimentais de química geral envolvendo mudanças de materiais, reagentes, quantidades e concentrações de soluções, para a redução de custos e resíduos produzidos em laboratórios de ensino. Os roteiros experimentais estudados fazem parte da disciplina de Química Geral Experimental (QG-102), ministrada no Instituto de Química da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), no 2º semestre de 2005 e 1º semestre de 2006. Durante esses dois semestres os alunos foram observados no desenvolvimento de suas aulas. Diante das observações, modificações foram propostas em cinco dos doze experimentos trabalhados e novos materiais foram criados, na intenção de preservar ou melhorar os aspectos didáticos dos experimentos, os resultados obtidos e o processo de aprendizagem. Alguns dos experimentos modificados reduzem em até vinte vezes a quantidade de reagentes, a quantidade de resíduos produzidos, o tempo de realização do experimento, energia elétrica e água para a limpeza dos materiais, sem comprometer os objetivos didáticos, e, em alguns casos, melhorando os resultados obtidos e a compreensão dos conceitos envolvidos no experimento. Os novos roteiros experimentais foram descritos neste trabalho e aplicados para alunos ingressantes no 1º semestre de 2007, na mesma disciplina, com sucesso. Embora não avaliadas sistematicamente, as modificações propostas agradaram aos alunos e demonstraram que a preocupação com a geração e tratamento de resíduos foi despertada nos mesmos.

ABSTRACT

General Chemistry Experiments Regarding Waste and Cost Reduction.

This work shows possible changes introduced in experiments procedures of general chemistry involving the modification of educational materials, reagents, and solutions amount and/or concentrations, in order to diminish cost and residues. The modified experimental procedures suggested for disciplines of Laboratory of General Chemistry at Campinas State University, were conceived by observing, during two semesters, the students' practical work at the laboratory. The aim of this project is to create new educational materials that present the same didactic performance of the conventional experimental procedures. In many respects the utilization of these new educational materials or procedures lead to the achievement of better experimental results and improved the students learning process. The new experimental procedures reduced by 20 times the amount of used reagents, and also reduced the amount of generated residues as well as the cleaning materials and energy. This work also describes new experimental procedures that were already effectively applied during experimental classes. Experiments procedures reducing by 20 times the reagent amounts, classified as micro scale, resulted in short times to carry on the experimental work, allowing free time for experimental reports and theoretical studies. The modifications proposed did not show any loss regarding the didactics purposes of the experiments. Even though not systematically evaluated, the students appreciated the modifications proposed and were concerned residue generations and managements.

Índice

Lista de Tabelas.....	10
Lista de Figuras.....	11
1- Introdução.....	12
1.1 – Contextualização.....	12
1.2 - Disciplina de Química Geral Experimental no Instituto de Química da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP).....	16
2 – Objetivo.....	23
3 - Desenvolvimento do Trabalho.....	24
4 - Experimentos modificados na disciplina de Química Geral Experimental.....	26
4.1 - Experimento: Medidas de pH e Solução-Tampão.....	26
4.1.1 - Conceitos Abordados.....	26
4.1.2 - Roteiro Experimental Proposto.....	27
4.1.3 - Mudanças Experimentais Efetuadas.....	35
4.1.4 - Resultados e Discussão.....	38
4.1.5 - Referências Bibliográficas.....	41
4.2 - Experimento: Solubilidades Relativas de Compostos de Íons Metálicos e o Teste de Chama.....	42
4.2.1 - Conceitos abordados.....	42
4.2.2 - Roteiro Experimental Proposto.....	44
4.2.3 - Mudanças Experimentais Efetuadas.....	48
4.2.4 - Resultados e Discussão.....	50
4.2.5 - Referências Bibliográficas.....	52
4.3 - Experimento: Preparação de um Sal e Determinação de Água de Cristalização.....	53
4.3.1 - Conceitos Abordados.....	53
4.3.2 - Roteiro Experimental Proposto.....	56
4.3.3 - Mudanças Experimentais Efetuadas.....	57
4.3.4 - Resultados e Discussão.....	58
4.3.5 - Referências Bibliográficas.....	60

4.4 - Experimento: Equilíbrio Químico.....	61
4.4.1 - Conceitos Abordados.....	61
4.4.2 - Roteiro Experimental Proposto.....	62
4.4.3 - Mudanças Experimentais Efetuadas.....	67
4.4.4 - Resultados e Discussão.....	67
4.4.5 - Referências Bibliográficas.....	69
4.5 - Experimento: Cinética Química.....	70
4.5.1 - Conceitos Abordados.....	70
4.5.2 - Roteiro Experimental Proposto.....	71
4.5.3 - Mudanças Experimentais Efetuadas.....	74
4.5.4 - Resultados e Discussão.....	75
4.5.5 - Referências Bibliográficas.....	76
5 – Conclusão.....	76
6 – Referências Bibliográficas.....	81
7 - Apêndices	
Apêndice 1.....	84
Apêndice 2.....	94

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Sugestão para as concentrações (mol dm^{-3}) dos diversos tampões para cada bancada.....	33
Tabela 2: Constantes dos Produtos de Solubilidade a 25°C.....	43
Tabela 3: Soluções reagentes para estudo das solubilidades relativas.....	46
Tabela 4: Resultados de diversas condições experimentais para a síntese do trioxalatoferro III de potássio tri-hidratado.....	58
Tabela 5: Temperatura máxima atingida pelo aquecimento da água na chapa de aquecimento convencional.....	86
Tabela 6: Temperatura máxima atingida pela água aquecida no ferro elétrico adaptado.....	87
Tabela 7: Medidas de temperaturas da água utilizando termômetros com e sem proteção.....	91

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Forma para “gotas de chocolate”: uma alternativa para reações em escala reduzida.....	37
Figura 2: Placa de acrílico com mini tubos de ensaio (Placa A)	37
Figura 3: Indicador em soluções de pHs distintos	39
Figura 4: Exemplos de estruturas de complexos	65
Figura 5: Ferro Elétrico adaptado como Chapa de Aquecimento.....	85
Figura 6: Ferro Elétrico adaptado como Chapa de Aquecimento visto de cima.....	85
Figura 7: Curvas de aquecimento da água, em temperaturas variadas selecionadas na chapa de aquecimento convencional.....	88
Figura 8: Curvas de aquecimento da água, em diferentes seleções de temperatura (lã, algodão e linho) no ferro elétrico adaptado.....	88
Figura 9: Proteção de silicone para termômetros.....	90
Figura 10: Aquecimento da água para medidas de temperaturas utilizando um termômetro sem proteção e outro com proteção de silicone.....	90

1. Introdução

1.1 Contextualização

A história da humanidade data de 5000 a 6000 anos atrás, aproximadamente, e ao longo deste tempo o homem construiu e acumulou conhecimentos para a realização do seu trabalho, garantindo a sua sobrevivência. A necessidade de conhecer os fenômenos naturais sempre foi intrínseca ao desenvolvimento do trabalho humano. A ciência então, nasce com a classificação e o uso do conhecimento para atender às necessidades dos homens, melhorar a relação entre os mesmos e otimizar a relação entre os homens e o meio ambiente onde vivem. A ciência sempre esteve presente no desenvolvimento da sociedade humana (Szabadvary, 1966).

Alguns conhecimentos e técnicas atualmente utilizados na química, em muitos aspectos, já eram conhecidos e aplicados antes mesmo desta ciência existir e denominar-se como tal. Como exemplo, podemos citar a obtenção de vidros (3400 anos a.C.) e metais (3400 anos a.C.), a confecção de cerâmicas, sabões, a utilização de pigmentos para pinturas (tintas) e o tingimento de tecidos (2000 anos a.C.), a fabricação do vinho, da cerveja, entre outros (Szabadvary, 1966; Moore, 1939; Partington, 1951).

A química teve sua origem na união da filosofia grega com o pensamento místico, típico das ciências secretas do Oriente. Mas o lento progresso da ciência, na Antiguidade, foi principalmente devido à separação entre teoria e prática. Quem trabalhava com a ciência e quem a pensava não mantinham, necessariamente, contato entre si. Na Idade Média esta dicotomia, ou dualidade científica entre o pensar e o fazer, desaparece e impulsiona a alquimia, a qual contribuiu em muito para o desenvolvimento de operações utilizadas na química, tais como as técnicas de filtração, fusão, destilação, cristalização, sublimação e evaporação (Moore, 1939; Szabadvary, 1966).

Após o século 15, com o avanço e o progresso do pensamento científico, inicia-se o declínio da alquimia e a ascensão da ciência química propriamente dita (Moore, 1939).

Foi no século 18 que a química surge como ciência, a partir da publicação do “La Traité Élémentaire de la Chimie”, em 1789, de Lavoisier.

O avanço da química foi acompanhado de experimentações, a partir das quais muitas substâncias e conceitos foram obtidos e junto deles toda a indagação da constituição da matéria e as transformações químicas.

Durante algum tempo, a química foi uma ciência restrita a ambientes (laboratórios) pessoais, ou seja, o cientista possuía seu espaço para descobertas, geralmente financiado por familiares ou instituições acadêmicas, e alguns alunos que se interessavam pela ciência, tornavam-se seus pupilos, seguindo os estudos de seu tutor. Nesta época o conhecimento sobre a toxicidade das substâncias era restrito e não havia cuidado algum com o descarte das mesmas. Estes descartes ocorriam em quantidades laboratoriais, já que ainda não havia produção em escala industrial, portanto seus efeitos não eram perceptíveis à população local.

Com o avanço da química e da produção em larga escala esses descartes, para além de tornarem-se perceptíveis à população local, tomam proporções desastrosas para o meio ambiente. Surge, então, a preocupação com o tratamento adequado de resíduos sólidos, líquidos ou gasosos no meio ambiente.

Nos últimos anos em todas as reuniões de Chefes de Estado as questões relacionadas com o meio ambiente, como redução de emissões e controle da degradação das reservas ambientais (desenvolvimento auto-sustentável) têm merecido algum destaque (Lenardão, 2003; Silva, 2005).

Embora outras atividades também exerçam papel importante na degradação e poluição ambiental, a atividade química destaca-se como fator preocupante na medida em que gera resíduos, muitas vezes tóxicos e prejudiciais ao ambiente, os quais devem ser tratados (Lenardão, 2003).

Esta preocupação ambiental com relação aos impactos do desenvolvimento da química é histórica e a criação de leis ambientais propiciou um controle maior sobre os prejuízos causados ao meio ambiente. O artigo 225 da Constituição de 1988 traz leis que dizem respeito à proteção ambiental. Os parágrafos IV e V deste mesmo artigo falam da necessidade de se exigir um estudo prévio para a realização de atividades potencialmente causadoras de poluição e do controle da produção,

comercialização, do emprego e técnicas e substâncias que possam acarretar riscos à qualidade de vida e ao meio ambiente (Jungstedt, 2002; Oliveira, 1988).

As leis ambientais são leis que, ao lado da Constituição Federal, regulamentam diferentes setores da vida moderna brasileira, como a lei de crimes ambientais (Lei 9.605, de 12/02/1998). O decreto 3.179 de 21 de setembro de 1999 prevê desde multas até a suspensão parcial ou total das atividades para as infrações ou crimes ambientais (Jungstedt, 2002; Oliveira, 1988). O CONAMA (Conselho Nacional do Meio Ambiente) contribuiu para que a Política Nacional do Meio Ambiente, regulamentada por leis, seja vigorada (Silva, 2005). Conhecer estes documentos e setores é um dos passos para que as leis se transformem efetivamente em direitos.

Mundialmente, verificamos no marco do desenvolvimento de políticas transnacionais, dos discursos científicos e de pautas de encontros, fóruns e outros afins entre as comunidades científicas, uma crescente preocupação com as questões ambientais.

Em 1991, a Environmental Protection Agency (EPA) lançou o programa “Rotas Sintéticas Alternativas para Prevenção de Poluição”, que visava o financiamento de projetos de pesquisa os quais incluíssem a prevenção da poluição. Este programa caracterizou o nascimento da chamada “química verde”. Em 1995, o governo dos EUA instituiu o programa de premiação “The Presidential Green Chemistry Challenge” com o objetivo de premiar inovações tecnológicas que possibilitassem a redução da produção de resíduo na fonte, em diferentes setores produtivos.

Prêmios similares foram instituídos em outros países. Em 1997 a International Union for Pure and Applied Chemistry (IUPAC) organizou sua primeira Conferência Internacional em Green Chemistry e o Workshop sobre Educação em Green Chemistry. O número de artigos abordando este assunto vem crescendo cada vez mais e esta tendência levou a Sociedade Real de Química Britânica a lançar um periódico bimestral “Green Chemistry” (Lenardão, 2003).

A Química Verde pode ser definida como o desenvolvimento e a implementação de produtos e processos químicos os quais reduzem e/ou eliminam o uso e/ou a geração de substâncias nocivas à saúde humana e ao ambiente. Esta

preocupação está sendo cada vez mais incorporada pelas indústrias e pelo meio acadêmico nas áreas de ensino e pesquisa (Lenardão, 2003; Cacciatore, 2006).

Um dos pilares, ou fundamentos, de todo este debate situa-se sob a égide da idéia de indissociabilidade entre o desenvolvimento da química e o desenvolvimento sustentável. Esta preocupação vem aumentando com o passar do tempo, já que a sociedade, de um modo geral, está mais atenta aos assuntos relacionados à conservação do meio ambiente.

Há doze tópicos que precisam ser seguidos quando se pretende implementar a química verde em uma indústria ou instituição de ensino e/ou pesquisa (Anastas, 1998):

1. Prevenir a produção de resíduos: evitar a produção do resíduo é melhor que tratá-lo.
2. Economia de átomos: incorporação de todos os materiais de partida no produto final.
3. Síntese de produtos menos perigosos.
4. Usar produtos químicos seguros, que tenham baixa ou nenhuma toxicidade.
5. Usar solventes e condições de reações seguras.
6. Busca pela eficiência de energia.
7. Uso de fontes renováveis de matéria-prima.
8. Evitar a formação de derivados.
9. Minimizar os resíduos com reações catalíticas.
10. Propor substâncias que possam se degradar após o seu uso.
11. Análise em tempo real para a prevenção da poluição.
12. Minimizar o potencial de acidentes.

Investindo em tecnologias mais limpas de produção evita-se o investimento pesado no tratamento de resíduos, que nem sempre resolve satisfatoriamente o problema (Lenardão, 2003).

O grande desafio da química, e de qualquer outra área da ciência, é a continuidade do desenvolvimento aliada à diminuição dos danos causados ao meio ambiente.

Este pensamento deve permear a formação dos alunos de graduação, principalmente daqueles recém ingressos nas universidades, pois eles serão os futuros profissionais do mercado de trabalho e estarão à frente de decisões no campo da produção e desenvolvimento. Há uma emergência na adoção da química verde na educação e na pesquisa no âmbito de diferentes instituições (Prado, 2003; Hjeresen, 2000), sendo a universidade um espaço privilegiado para a difusão e implementação dos fundamentos desta nova corrente da química, uma vez que se apresenta enquanto instituição ímpar na formação dos recursos humanos e no desenvolvimento das principais atividades de pesquisa de um país.

1.2 Disciplina de Química Geral Experimental no Instituto de Química da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP).

Fundada em 1966, a UNICAMP conta formalmente com o Instituto de Química desde 1968. A disciplina de Química Geral Experimental é ministrada para alunos do Instituto de Química e alunos de diversos cursos de graduação da Unicamp. Ao longo destes mais de trinta anos, diversas modificações ocorreram no perfil desta disciplina.

Até 1979, todos os alunos (de química e outras áreas) cursavam a disciplina de Química Geral, que se estendia por dois semestres, dividida em Química Geral Experimental I (Q-102) e Química Geral Experimental II (Q-202), dentro do que se denominava “ciclo básico” para formação dos alunos de graduação. Com a extinção do ciclo básico e a criação das Comissões de Graduação dos Institutos e Faculdades, as unidades de ensino tornaram-se mais independentes para escolher o que consideravam mais importante para seus graduandos.

No Instituto de Química foi criada, entre 1980 e 1982, uma única disciplina de Química Geral com duração de 8 horas semanais denominada Q-106; a partir de 1983 esta mesma disciplina recebeu outra sigla QG-103, englobando quatro horas semanais de teoria e quatro horas semanais de prática experimental. Posteriormente uma nova modificação criou as atuais QG-108 (teoria) e QG-109 (experimental), sendo ministradas para os alunos do curso de Química e Farmácia (Lena, 2006).

Ao longo dos anos, as disciplinas de QG foram evoluindo e utilizando experimentos mais adequados às necessidades de cada curso. Atualmente os alunos da área de exatas como Engenharia Química, Engenharia Agrícola, Engenharia Civil e Física têm a disciplina de QG-102. Foi também criada a disciplina QG-107, que é oferecida para os alunos do curso de Biologia e a QG-100 para Engenharias da Computação, Elétrica e Mecânica. Todas estas disciplinas são denominadas disciplinas de serviço, nomeadas Química Geral Experimental (Lena, 2006).

A Química Geral é uma parte da Química que trata de assuntos comuns às outras quatro áreas da Química. Entende-se esta divisão apenas como um critério sistemático de divisão relacionado ao Ensino de Química, não fazendo qualquer sentido em termos da Ciência Química, como observamos nos laboratórios químicos e na natureza. A Química Geral Experimental propõe um conjunto de atividades teórico-práticas que possa preparar o aluno de modo a fazê-lo compreender com maior profundidade o significado e o “modo de fazer” da pesquisa (Luz Júnior, 2004; Santos Filho, 2000).

Dentro deste contexto, as disciplinas de Química Geral correspondem, aproximadamente: a uma breve introdução dos tópicos mais relevantes da Química, sem, no entanto, dar uma profundidade excessiva no tratamento dos mesmos; a capacitação do aluno em algumas técnicas experimentais; a demonstração da forma de pensar do químico; a apresentação de alguns princípios e conceitos fundamentais no entendimento de vários fenômenos naturais e a elaboração de um relatório no qual estão presentes os resultados e as discussões pertinentes aos mesmos (Santos Filho, 2000).

As disciplinas de química geral experimental (QG-100, QG-102 e QG-107) apresentam experimentos diferenciados em termos de: tempo de execução, material e reagentes utilizados, de acordo com o curso trabalhado. Ao longo dos semestres são feitas modificações e/ou substituições dos roteiros experimentais propostos aos alunos, pois há diferentes opiniões dos docentes envolvidos com as disciplinas sobre a melhor estratégia a ser adotada (Montes, 2002).

Um projeto realizado em 2003, pela bolsista de iniciação científica do programa de Serviço de Apoio ao Estudante (SAE), Débora de Alencar Simoni, intitulado A Disciplina de Química Geral sob uma Perspectiva Histórica, estudou as seguintes questões:

1. Quais alterações ocorreram nas ementas destas disciplinas experimentais introdutórias?

2. Que critérios foram utilizados pelos professores para atender as alterações discutidas e propostas pelas respectivas Comissões de Graduação, para estas disciplinas?

3. Que conteúdos ficaram inalterados ao longo do tempo e por quê?

4. O que foi alterado no formato dos experimentos?

5. Quais os objetivos das disciplinas?

6. Qual o formato desejável e o que se espera dessas disciplinas no futuro?

A partir do trabalho que agora se apresenta, algumas modificações foram realizadas nas disciplinas para que o material e a abordagem estivessem de acordo com os fatos observados. Algumas dessas mudanças poderão ser observadas no decorrer dos procedimentos experimentais apresentados aos alunos na disciplina de QG-102, uma vez que esta foi a disciplina acompanhada para a realização da presente dissertação. Foram incluídas questões no decorrer da descrição dos experimentos para que os alunos refletissem durante a prática dos mesmos e não somente durante a confecção dos relatórios finais.

Muitos experimentos geram, desnecessariamente, grandes quantidades de resíduos que devem ser adequadamente manuseados, tratados e descartados. No Instituto de Química da Unicamp, apesar da grande conscientização do corpo docente e do eficiente trabalho desenvolvido pela Comissão de Segurança, ainda há muito a fazer neste sentido.

Um dos aspectos importantes desta dissertação é a ênfase na prevenção da poluição. O que implica na eliminação ou redução de resíduos através do aumento da eficiência do uso dos reagentes iniciais, da redução do gasto energético, de água ou de outras fontes. Esta prevenção resultará necessariamente na redução de custos operacionais e danos ambientais.

A estratégia central na prevenção da poluição, que se constitui como recorte central da presente pesquisa, é a redução da quantidade de resíduos gerados alcançada através da redução de reagentes utilizados. Uma das técnicas mais utilizadas para esse fim é a micro escala.

Neste caso, quantidades extremamente pequenas de reagentes são utilizadas, materiais de laboratório devem ter suas dimensões reduzidas e o laboratório deve investir em micropipetas automáticas, balanças eletrônicas de seis dígitos e outros aparelhos eletrônicos (Singh, 1999).

Trabalhar com quantidades extremamente pequenas em um laboratório de ensino não é uma estratégia recomendada, pois os alunos não possuem habilidades necessárias para as técnicas empregadas durante a realização dos experimentos, podendo comprometer o rendimento das reações ao final dos mesmos; o laboratório de ensino não possui micropipetas automáticas e outros materiais necessários.

Neste sentido, no presente trabalho, foi desenvolvida uma placa de acrílico onde são encaixados mini tubos de ensaio, para serem utilizados com quantidades reduzidas de reagentes em determinados experimentos e adequá-los à idéia dos experimentos em micro escala.

Experimentos em escalas reduzidas foram inicialmente desenvolvidos nos EUA, onde as leis ambientais são severas e aplicadas. Sua importância reside no fato de oferecerem maior segurança no manuseio pelos alunos, diminuir o custo operacional dos laboratórios e gerarem menor quantidade de lixo químico, além de permitirem que mais experiências sejam realizadas durante o ano letivo.

As vantagens destes experimentos são: economia de equipamentos, reagentes e espaço; maior segurança; melhor aprendizado (já que o aluno realiza a experiência); menos resíduos químicos. As desvantagens residem no fato de que muitas técnicas de laboratório são seculares, gerando a necessidade de adaptação do corpo docente a essas novas técnicas.

Se a micro escala ainda não se apresenta como realidade didática e metodológica plausível no todo de seus procedimentos, existe a possibilidade de redução da escala em duas ou três vezes. Didaticamente, podemos alcançar ganhos e perdas, sendo necessário avaliar a questão pedagógica ao optarmos por um ou

outro procedimento, pela adoção ou não da micro escala. Atualmente contamos com uma quantidade considerável de trabalhos que abordam esta questão (Arnáiz, 1999; Mahamulkar, 2000; Montana, 2000; Ahmad, 2000).

Quando a estratégia de redução não é possível, a segunda opção seria a reciclagem ou recuperação do produto para a reutilização¹. A terceira alternativa seria tratar os subprodutos gerados, tornando-os menos perigosos ao meio ambiente, podendo, assim, serem descartados. Quando nenhuma das alternativas revela-se possível, é preciso consultar normas mais específicas de tratamento e disposição conforme as leis municipais, estaduais e federais. Uma quarta estratégia seria a eliminação completa de resíduos em laboratórios, o que só é possível quando da utilização de vídeos, demonstrações pelo instrutor ou mesmo programas de simulação em computadores².

É importante verificar o uso da água comum na limpeza dos materiais e equipamentos, atentando principalmente para aqueles que fazem uso de detergentes, para o formato dos frascos e para os dispositivos de limpeza. A utilização indevida de água destilada produz altos gastos de água e/ou energia, dependendo do método utilizado para sua obtenção.

Um outro aspecto importante do consumo é a questão do uso de materiais de vidro, específicos de laboratório. Tem sido uma norma geral nos laboratórios de pesquisa e ensino, a construção de bancadas em granito, aço inox ou alvenaria. Em termos de manutenção e durabilidade, estas opções têm-se mostrado satisfatórias quando comparadas com bancadas de madeira. Entretanto, o choque mecânico devido ao impacto da vidraria com estes materiais contribui significativamente para

¹ Quanto à reciclagem, um exemplo seria a adoção das embalagens de alumínio; com relação à reutilização podemos exemplificá-la com a utilização de garrafas retornáveis de policarbonato ou de vidro. Estas estratégias minimizam o uso de recursos não renováveis (como os minerais e o petróleo) e o uso de água e energia.

² Alguns exemplos destes tipos de estratégias podem ser verificados em literatura específica (Creary, 1999, Jonhson, 2000, Nash, 1996, Francisco, 2006).

um maior número de danificações. Estas vidrarias possuem elevado custo e uma alternativa seria sua substituição por materiais, como frascos comuns de vidro ou plástico.

Por outro lado, temos a utilização de alguns dispositivos, como os termômetros de mercúrio, que necessitam de tratamento mais cuidadoso. É um material que, quando danificado, pode gerar resíduos insalubres. Neste trabalho foi testada uma proteção de silicone para este dispositivo, pois reduzindo a quebra reduz-se também o gasto com novas aquisições.

As disciplinas de Química Geral Experimental ministradas nos laboratórios de ensino do Instituto de Química atendem anualmente cerca de mil alunos, já que são oferecidas para os cursos de Química, Física, Farmácia, Biologia, Engenharias Agrícola, Civil, Computação, Química, Mecânica e Elétrica.

É importante que os alunos ingressantes tenham contato com procedimentos experimentais adequados à proposta de redução da quantidade de reagentes utilizados (química verde); para além da preocupação ambiental existe no presente projeto um outro objetivo, o qual seja a diminuição dos custos para a Universidade. A utilização de grandes quantidades de reagentes produz um volume grande de resíduos ao final dos experimentos, os quais precisam ser tratados ou armazenados de acordo com as legislações vigentes. A opção menos onerosa e de fácil aplicabilidade seria a não geração de resíduos, ao invés de seu tratamento, resgatando um dos princípios da química verde (Collins, 1995).

Os procedimentos experimentais foram analisados e alterados, quando possível, para que atendessem às propostas e objetivos desta dissertação, sem prejuízos à qualidade do aprendizado e ao objetivo final dos experimentos.

Além das modificações dos roteiros experimentais propõe-se uma análise dos materiais, vidrarias e equipamentos utilizados, pois muitas vezes estes podem ser substituídos por materiais alternativos que nos ajudam no desenvolvimento das atividades propostas aos alunos.

Os roteiros experimentais possuem um formato e uma seqüência, e muitas vezes abordam mais de um conceito químico. Cabe ao professor direcionar o aprendizado para atingir o objetivo do experimento, lembrando que, geralmente, a

maneira como um professor apresenta um assunto influencia o aluno em gostar e aceitar ou não o que está sendo apresentado. Os alunos e professores têm valores e atitudes que influenciam suas ações nas atividades experimentais. Neste sentido, a preocupação com o manuseio dos materiais, quantidade de reagente utilizada, quantidade de resíduo produzido e qualidade da aprendizagem é importante, uma vez que os alunos estão atentos a tudo que lhes é ensinado (Galiazzi, 2004; Montes, 2002).

O roteiro experimental a ser seguido pelos alunos deve ser claro e bem escrito, por ser este o registro didaticamente mais importante da aula. Lembretes de última hora, feitos no momento anterior à experiência, não são anotados por muitos alunos, o que pode acarretar em erros e discrepâncias em relação ao procedimento pretendido. As indicações de descarte também são necessárias nos roteiros, pois a maioria dos alunos desconhece a maneira como os resíduos gerados em uma aula de laboratório são posteriormente encaminhados e descartados. Diante destes fatos percebe-se a importância desta fase na elaboração das aulas de laboratório, a qual seja, a elaboração do roteiro experimental.

Nos últimos anos, a sociedade tem-se mostrado mais preocupada com a correta utilização dos recursos naturais e com o fim adequado dos resíduos gerados pelas atividades humanas. E nesse contexto a Unicamp enquanto instituição de ponta na área de ensino e pesquisa se encontra mais atenta ao impacto ambiental causado por suas atividades. Os institutos e faculdades correspondentes não fogem ao contexto e apresentam certa tendência ao desenvolvimento de inúmeros projetos de pesquisa que objetivam gerenciar as atividades de ensino e pesquisa de forma a minimizar a periculosidade e quantidade dos resíduos gerados, da mesma forma o Instituto de Química.

Sendo assim, as disciplinas oferecidas pelo Instituto de Química (IQ-UNICAMP) estão constantemente atravessando processos de melhorias, visando a adequação a uma nova realidade de conscientização ambiental e dos impactos destrutivos da ação humana, sempre mantendo no horizonte da pesquisa a

preocupação com os aspectos didáticos e a boa formação dos alunos, futuros profissionais.

O presente trabalho, portanto, faz parte de uma série de ações e iniciativas desenvolvidas no Instituto de Química da Unicamp que objetivam a melhoria do ensino de química (Micaroni, 2002; Terra, 2004).

Foi identificado e considerado um grande substrato de informações sobre alternativas de modificações ou trocas dos roteiros experimentais da disciplina de Química Geral Experimental (QG-102), visando à redução de resíduos gerados e diminuição de custos.

Para alcançar tais objetivos foram realizadas pesquisas bibliográficas e feito um acompanhamento destas aulas junto aos professores, monitores e alunos da disciplina durante o segundo semestre de 2005 e primeiro semestre de 2006.

Também foram realizadas análises documentais sobre os tratamentos e destino de certos resíduos utilizados no Instituto de Química da UNICAMP e entrevistas com a própria comissão de segurança do Instituto, técnicos de laboratórios e professores, para a obtenção de informações relevantes para a realização deste trabalho.

Em um momento subsequente da pesquisa as mudanças sugeridas foram testadas e os resultados avaliados à luz dos objetivos deste projeto.

2. Objetivos

Propor alterações nos roteiros experimentais que contribuam para a redução de resíduos e custos no laboratório de ensino, e proporcionem uma aprendizagem significativa de conceitos, técnicas, habilidades e competências aos alunos ingressantes.

As modificações foram propostas para cinco roteiros experimentais, aplicados em dois semestres consecutivos dos anos de 2005 e 2006, no Instituto de Química da UNICAMP, além de apresentar alguns materiais alternativos para utilização em laboratórios de ensino.

3. Desenvolvimento do Trabalho

Este trabalho surgiu a partir de observações feitas durante os dois semestres de acompanhamento da disciplina Química Geral Experimental (QG-102), disciplina esta oferecida para alunos de diversos cursos da UNICAMP, onde se realizam doze experimentos ao longo do semestre, como citado anteriormente. Diante das observações e análise, alguns problemas foram detectados em relação às quantidades de resíduos produzidos ao longo do experimento, muitas vezes armazenados de maneira pouco racional (ácidos, bases, metais alcalinos), já que muitos deles podem ser tratados imediatamente após o término das aulas, ou ainda descartados na pia. Outro aspecto relevante, que foi observado, diz respeito à lavagem das vidrarias e materiais utilizados durante os experimentos, observamos que os alunos não possuem as habilidades necessárias para tal. Além disso, o uso indiscriminado e pouco controlado de detergente, associado à não adequação da forma dos recipientes ao jato de água utilizado, leva a um uso exagerado e desnecessário de água. Isso origina, não só um desperdício de recursos como também de tempo por parte dos alunos e dos técnicos.

Para a realização do presente trabalho, no intuito de alicerçar a melhoria dos experimentos e propor alterações, fez-se a leitura, entre outros materiais, de publicações (artigos) relacionadas aos problemas observados. Muitas destas publicações abordam de maneira crítica a questão da produção de resíduos nos laboratórios e apontam como possível solução a redução dos mesmos através da diminuição da quantidade de reagentes utilizados. Algumas vezes é preciso fazer uma leitura atenta desses artigos, pois é freqüente a “troca de seis por meia dúzia”, ou seja, propõem-se mudanças de reagentes, numa suposta diminuição de problemas com resíduos, mas o resultado final é nulo.

Com base nessa consulta à literatura e nas observações das atividades dos alunos durante dois semestres (2005 e 2006) em suas aulas experimentais, foram estudadas possíveis mudanças nos procedimentos experimentais, de modo a atender e solucionar os problemas observados. Feitas as propostas de mudanças nos roteiros experimentais, estas foram reescritas e testadas em laboratório, sempre

levando-se em conta os resultados, adequações de tempo e habilidades dos alunos, sem modificar o objetivo pedagógico dos experimentos. Estes novos roteiros foram aplicados para alunos ingressantes na disciplina de QG-102 no primeiro semestre de 2007.

A possibilidade de utilização de materiais alternativos também pode contribuir para o ensino de química, na medida em que amplia as possibilidades de trabalho para alunos das mais diversas instituições de ensino, pois parte das mudanças resulta na utilização de material mais barato, robusto e menos específico num laboratório convencional, sem perder o rigor científico e os propósitos didáticos da experimentação.

Dentre alguns dos produtos ou resultados finais do projeto, resultantes das observações, análises e esforços na elaboração de medidas alternativas ou de outros instrumentos para o ensino da química, poder-se-ia citar a sugestão de uma proteção de silicone para termômetros, que se mostrou eficiente, pois diminui a possibilidade de sua quebra, e o uso de seringas no lugar de buretas.

A aplicação destas novas propostas experimentais traz benefícios para todos os segmentos. Aos alunos, professores e instituição de ensino, estão postas questões como: a interação e participação em propostas que se preocupam com a produção, estocagem, tratamento e descarte de resíduos; a atenção ao tempo de realização dos procedimentos experimentais; a redução das quantidades de reagentes utilizados, gerando economia no custo de um laboratório de ensino, e, acima de tudo, o aprendizado dos alunos.

Durante as aulas práticas, concomitante às preocupações com a quantidade, destino e tratamento dos resíduos gerados, devem-se preservar os aspectos didáticos da experimentação. Há que se compreender que os propósitos da experimentação vão muito além do entendimento de conceitos, fundamentos e técnicas; aspectos como a capacidade de trabalhar em grupo, compartilhar resultados, ser colaborativo e comunicar-se com os pares e também com outros segmentos, são de fundamental importância na formação do cidadão e do profissional e devem ser percebidas por todos (professores e alunos).

4. Experimentos modificados na disciplina de Química Geral Experimental

Obs: Os procedimentos experimentais analisados na disciplina estão no Apêndice 2.

4.1 Experimento: Medidas de pH e Solução-Tampão.

4.1.1 Conceitos Abordados.

Este experimento envolve muitos conceitos importantes, como: equilíbrio químico, indicadores e faixas de viragem, acidez e basicidade, escala de pH, propriedades de solução tampão, volumetria de neutralização (titulação), utilização de peagâmetro. É um experimento muito interessante, pois utiliza soluções coloridas e conceitos bem presentes no cotidiano dos alunos. Esses dois fatores contribuem para um aumento do interesse dos mesmos em realizar as etapas do roteiro experimental. O contato com um peagâmetro, por exemplo, também é de muito valor, pois até o momento do experimento os alunos sabem da possibilidade de calcular valores de pH e compará-los, mas a maioria nunca utilizou este instrumento.

O experimento permite analisar e controlar concentrações de íons H_3O^+ em solução, o que é de grande valia, não só nas atividades humanas, como também na natureza, como por exemplo, nos mecanismos de ajuste do pH sangüíneo e da água do mar na fixação do CO_2 e de outras soluções importantes para a manutenção da vida (Atkins, 2006).

A escala de pH expressa quantitativamente a atividade dos íons H_3O^+ e está relacionada com a concentração das substâncias do meio considerado que apresentam características ácido-base. A concentração de H_3O^+ pode variar em muitas ordens de grandeza, geralmente mais significativas entre 1×10^{-1} e 1×10^{-11} mol L^{-1} , e o uso dessa escala facilita o entendimento da quantificação da acidez do meio e também da expressão escrita dessa propriedade. (Kotz, 2005).

O método amplamente utilizado em laboratórios para a determinação do pH é o emprego de um medidor de pH (peagâmetro), um instrumento que, simplificada, utiliza eletrodos sensíveis à atividade dos íons H_3O^+ .

Outra forma, muito comum de se avaliar essa propriedade, é a utilização de indicadores crômicos, que são substâncias solúveis em água e cuja cor depende do pH. Um indicador ácido-base muda de cor com o pH porque suas moléculas podem ganhar ou perder íons H^+ , dependendo do pH do meio, mudando de cor de acordo com esse ganho ou perda. Geralmente esse indicador apresenta uma cor na forma protonada e outra cor na forma desprotonada. Analogamente a um ácido ou base qualquer, um indicador pode também apresentar mais que um hidrogênio ionizável e ter várias cores. (Atkins, 2006).

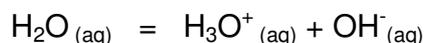
Neste experimento também se estuda a capacidade tamponante de soluções tampão. Essa propriedade é quantitativamente expressa pela derivada de uma curva de pH da solução estudada em função do volume de ácido ou base adicionado(a) (Skoog, 2006; Atkins, 2006). O roteiro experimental, apresentado a seguir, apresenta as modificações pertinentes à proposta deste trabalho.

4.1.2 Roteiro Experimental Proposto

Introdução:

Uma maneira prática de se expressar a quantidade de íons hidrogênio em solução é o pH. **Qual é a definição de pH?**

A água é fracamente ionizada de acordo com o equilíbrio:



ou simplesmente $\text{H}_2\text{O}_{(aq)} = \text{H}^+_{(aq)} + \text{OH}^-_{(aq)}$ (1)

A este equilíbrio associa-se uma constante de equilíbrio denominada K_w :

$$K_w = [\text{H}^+] \times [\text{OH}^-] \quad (2)$$

Como toda constante de equilíbrio, K_w depende da temperatura.

Busque na literatura o valor de K_w a 25°C . K_w tem unidade?

Quais as concentrações de H^+ e OH^- da água nesta temperatura? Qual o pH da água nesta temperatura? E o valor de pOH?

Considera-se uma solução ácida se $[H^+] > [OH^-]$ e $pH < 7$.

Uma solução alcalina tem $pH > 7$, pois $[H^+] < [OH^-]$.

O que dizer de uma solução neutra com relação às concentrações destes íons e os valores de pH?

Valores de pH podem ser determinados de várias formas, usando-se reagentes ou equipamentos. Para cada caso a precisão das medidas é diferente e a escolha da forma de determinação do pH deve levar em conta os objetivos da medida.

Reagentes que indicam o valor do pH de uma solução são chamados indicadores de pH. Alguns indicam apenas largas faixas de pH e por isso são chamados de indicadores ácido/base. Outros reagentes permitem diferenciar faixas mais estreitas de pH e são chamados de indicadores de pH. Estes reagentes podem ser naturais ou sintéticos.

Alguns indicadores ácido-base, naturais, são as antocianinas, que conferem coloração de vermelho a azul a diversos vegetais e mudam de cor conforme o pH. Algumas fontes de antocianinas são: uva, jabuticaba, açaí, amora e repolho roxo. Uma curiosidade: beterraba NÃO contém antocianina.

Estes indicadores podem ser usados diretamente na forma de soluções que podem ser misturadas à solução que se deseja avaliar o pH, ou como substâncias suportadas em algum material sólido como papel. No caso dos indicadores suportados, as tiras de papel impregnado podem ter sua cor modificada quando em contato com a solução sob estudo.

Outra forma de se avaliar o pH seria a utilização de instrumentos eletrônicos, cujo o princípio de funcionamento é baseado numa medida eletroquímica. Eletrodos de vidro combinado, associados a um potenciômetro, formam o que comumente se conhece por peagômetros, que são equipamentos comerciais que servem para medidas de pH.

Neste experimento, todas estas formas de avaliação de pH serão testadas.

Parte 1: Medidas de pH

A – Obtenção de solução de antocianinas.

Num béquer de 100 mL coloque cerca de 50 g de uma mistura de água com cascas de uva (ou outra fonte de antocianina disponível) na proporção 3:1 e aqueça até cerca de 60 °C durante 15 minutos. Deixe esfriar e filtre. A solução obtida é um extrato de antocianina que, embora contenha outros compostos, funciona adequadamente como indicador de pH. Deixe o papel de filtro utilizado secar e reserve-o para outros testes.

B - Determinação de valores de pH utilizando indicadores em solução

Numere 9 mini tubos de ensaio de 3 a 11 e adicione a cada um deles, individualmente, 7 gotas das respectivas soluções de pH correspondentes. A seguir, adicione 2 gotas da solução do indicador. Este procedimento deve ser feito com os indicadores A, B, C e a solução de antocianina. Organize os resultados obtidos em uma tabela.

Reserve a escala de cores obtida com o extrato de antocianinas para ser usada na continuação do experimento.

C - Determinação de valores de pH utilizando papel indicador com antocianinas

Recorte em quadrados de 1 X 1 cm o papel de filtro utilizado na filtração do extrato de antocianina.

Utilizando uma pinça, coloque pedaços dos papéis indicadores fornecidos e do papel da filtração das antocianinas sobre um vidro de relógio grande. Goteje cada solução de pH conhecido num pedaço do papel indicador e observe sua coloração. Organize os resultados obtidos em uma tabela.

D - Determinação de valores de pH utilizando um instrumento

Como a grande maioria dos instrumentos, o peagâmetro precisa ser calibrado toda vez que é ligado para ser utilizado. Acompanhe a calibração que

será demonstrada no laboratório para aprender a manuseá-lo. Para soluções ácidas são usadas soluções tampão de pH conhecido, geralmente pHs 4,0 e 7,0.

Em béqueres de 50 mL, adicione cerca de 20 mL das soluções disponíveis no laboratório e realize a medida de pH no peagâmetro, que já terá sido calibrado pelo pessoal técnico. Procure realizar as medições conforme procedimento efetuado na calibração do aparelho. Repare que as lavagens e secagens do eletrodo devem ser sempre repetidas, inclusive após sua última medida.

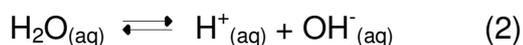
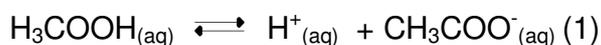
E – Comparação de medidas de pH

Determine o pH das soluções testadas no item D usando os indicadores testados anteriormente. Compare e discuta os resultados obtidos em D e E.

Parte 2: Avaliação da capacidade tamponante de soluções-tampão.

O que é solução tampão?

No tampão acetato/ácido acético, há os seguintes equilíbrios em meio aquoso:



Se a este tampão for adicionada uma pequena quantidade de ácido, o que ocorre com o sistema representado pelas equações acima? De modo semelhante, se uma pequena quantidade de íons OH^- (base) for adicionado, o que ocorre? Nestes casos, os valores de pH sofrem mudanças significativas ou não? O valor do pH desta solução tampão é dado, aproximadamente, pela equação de Henderson-Hasselbach, onde C representa a concentração analítica, dada em mol L^{-1} :

$$\text{pH} = \text{p}K_a + \log \frac{C_{\text{sal}}}{C_{\text{ácido}}} \quad (3)$$

A equação 3 indica que é possível preparar tampões com diferentes valores de pH pela adequada escolha do ácido e seu sal e pelos respectivos valores de suas concentrações. **Aumentado-se a concentração do sal em relação à do ácido no tampão, o que ocorre com o valor de pH?**

Raciocínio análogo pode ser feito quando se prepara um tampão para pH > 7, em geral, obtido com uma base e seu respectivo sal. A equação (3) torna-se:

$$\text{pOH} = \text{pK}_b + \log \frac{C_{\text{sal}}}{C_{\text{base}}} \quad (4)$$

Tampões são muito importantes para os organismos vivos por controlarem o pH de fluídos celulares, por exemplo. Qual é o principal tampão intracelular nos seres humanos? E qual o principal tampão extracelular no sangue e no fluido intersticial dos vertebrados? Qual é o seu valor? Além disso, soluções tampão são também fundamentais em muitos processos químicos industriais.

A resistência de uma solução tampão em manter seu pH após a adição de ácidos ou bases não é infinita, tem limites que são dados pela sua capacidade tamponante.

Experimental

Prepare 25 mL da solução que o seu professor indicou, respeitando o valor da relação $[\text{NH}_3] / [\text{NH}_4^+]$ e também da concentração total $[\text{NH}_3] + [\text{NH}_4^+]$, entre 0,12 e 0,40 mol. L⁻¹. Utilize a equação básica e simplificada para o cálculo de pH esperado para a solução tampão (eq. 4). A solução é preparada a partir da diluição de soluções estoques de amônia ($\text{NH}_3(\text{aq})$ ou NH_4OH) e cloreto de amônio (NH_4Cl), fornecidas. Verifique os valores de concentração nos respectivos rótulos. Titule uma alíquota de 5,0 mL desta solução, na presença de 4 gotas do extrato (ou do indicador misto de Yamada), utilizando uma solução de HCl de concentração conhecida, conforme indica a tabela fornecida pelo professor. Preencha a seringa com a solução de HCl e coloque a agulha. Zere a balança semi-analítica e coloque a seringa no prato. Proceda sempre da mesma forma. A cada mudança de cor, conforme bateria de comparação, pese a seringa

novamente. Se a intensidade da cor da solução ficar menor, em comparação com a sua bateria de cores durante a titulação, adicione mais gotas do indicador para acertá-la. Repita o processo de titulação com mais duas alíquotas da mesma solução tampão.

Resultados e Discussão

Depois de terminada as titulações, total de três, compartilhe seus dados com outros grupos que estão na sua bancada. No relatório faça um único gráfico das curvas de pH (momento em que ocorrem mudanças na cor da solução) em função do volume médio de solução de HCl gasto para cada solução. Lembre-se, o gráfico deve conter quatro curvas, uma de cada grupo, e cada curva representa uma média de três experimentos. Repare que as soluções de HCl de cada grupo podem ter concentrações diferentes, de modo a se adequarem às condições de análise. Para construir o gráfico único, tome como base no eixo X os valores de volume da solução de HCl mais diluída. Para as outras soluções, multiplique os valores de volume experimentais pelo fator de correção [concentrada] / [diluída], para que os resultados tenham sempre a mesma base de representação.

Construa o gráfico utilizando o programa origin, diferenciando o traçado de cada curva e aplicando o ***βspline*** em todas elas. Apresente a figura impressa em computador. Discuta sobre os fatores que regulam a capacidade tamponante destas soluções tampões do gráfico. Procure em outras bancadas, resultados que possam ratificar as observações já feitas. **Como os fatores pK_b , relações entre concentrações e valores absolutos de concentrações se correlacionam com o efeito tamponante de uma solução-tampão qualquer?** Discuta e justifique com base nas suas observações experimentais.

A capacidade tamponante é uma indicação da quantidade de ácido ou base que pode ser adicionada antes do tampão perder sua habilidade de resistir à mudança de pH. Ela pode ser calculada matematicamente pela expressão 5, introduzida por Van Slyke:

$$\beta = \frac{\Delta C_b}{\Delta \text{pH}} = - \frac{\Delta C_a}{\Delta \text{pH}} \quad (5)$$

onde ΔC_a e ΔC_b são, respectivamente, as quantidades (mols) de ácido ou base forte adicionados por litro de solução tampão. Em ambos os casos, o valor de β é sempre positivo. Calcule os valores da capacidade tamponante (β) para cada intervalo de pH (ΔpH), para as diversas curvas obtidas. Lembre-se que neste caso, os valores de volume de ácido adicionado deverão ser computados no cálculo do volume de solução que está sendo titulada, a cada mudança de uma unidade de pH. Considere que as densidades de todas as soluções do experimento sejam iguais a 1 g cm^{-3} .

Tabela 1: Sugestão para as concentrações (mol dm^{-3}) dos diversos tampões para cada bancada.

$(\text{NH}_3)/(\text{NH}_4^+)$	$(\text{NH}_3)+(\text{NH}_4^+)$	$[\text{HCl}] / \text{mol L}^{-1}$
1 / 1	0,40	0,20
1 / 1	0,20	0,10
3 / 7	0,20	0,10
7 / 3	0,20	0,15

$(\text{NH}_3)/(\text{NH}_4^+)$	$(\text{NH}_3)+(\text{NH}_4^+)$	$[\text{HCl}] / \text{mol L}^{-1}$
1 / 1	0,15	0,10
1 / 1	0,30	0,15
3 / 7	0,30	0,05
7 / 3	0,30	0,20

$(\text{NH}_3)/(\text{NH}_4^+)$	$(\text{NH}_3)+(\text{NH}_4^+)$	$[\text{HCl}] / \text{mol L}^{-1}$
1 / 1	0,30	0,15
1 / 1	0,15	0,10
3 / 7	0,15	0,05
7/3	0,15	0,10

$(\text{NH}_3)/(\text{NH}_4^+)$	$(\text{NH}_3)+(\text{NH}_4^+)$	$[\text{HCl}] / \text{mol L}^{-1}$
1 / 1	0,16	0,10
1 / 1	0,32	0,15
3 / 7	0,32	0,10
7/3	0,32	0,20

$(\text{NH}_3)/(\text{NH}_4^+)$	$(\text{NH}_3)+(\text{NH}_4^+)$	$[\text{HCl}] / \text{mol L}^{-1}$
1 / 1	0,28	0,15
1 / 1	0,14	0,10
3 / 7	0,14	0,05
7/3	0,14	0,10

$(\text{NH}_3)/(\text{NH}_4^+)$	$(\text{NH}_3)+(\text{NH}_4^+)$	$[\text{HCl}] / \text{mol L}^{-1}$
1 / 1	0,26	0,15
1 / 1	0,13	0,10
3 / 7	0,13	0,05
7/3	0,13	0,10

$(\text{NH}_3)/(\text{NH}_4^+)$	$(\text{NH}_3)+(\text{NH}_4^+)$	$[\text{HCl}] / \text{mol L}^{-1}$
1 / 1	0,36	0,20
1 / 1	0,18	0,10
3 / 7	0,18	0,05
7/3	0,18	0,15

$(\text{NH}_3)/(\text{NH}_4^+)$	$(\text{NH}_3)+(\text{NH}_4^+)$	$[\text{HCl}] / \text{mol L}^{-1}$
1 / 1	0,24	0,15
1 / 1	0,12	0,10
3 / 7	0,12	0,05
7/3	0,12	0,10

$(\text{NH}_3)/(\text{NH}_4^+)$	$(\text{NH}_3)+(\text{NH}_4^+)$	$[\text{HCl}] / \text{mol L}^{-1}$
1 / 1	0,28	0,15
1 / 1	0,14	0,10
3 / 7	0,14	0,05
7/3	0,14	0,10

$(\text{NH}_3)/(\text{NH}_4^+)$	$(\text{NH}_3)+(\text{NH}_4^+)$	$[\text{HCl}] / \text{mol L}^{-1}$
1 / 1	0,16	0,10
1 / 1	0,32	0,20
3 / 7	0,32	0,10
7/3	0,32	0,20

$(\text{NH}_3)/(\text{NH}_4^+)$	$(\text{NH}_3)+(\text{NH}_4^+)$	$[\text{HCl}] / \text{mol L}^{-1}$
1 / 1	0,12	0,10
1 / 1	0,24	0,15
3 / 7	0,24	0,10
7/3	0,24	0,15

4.1.3 Mudanças Experimentais Efetuadas.

A primeira parte do experimento (parte 1) envolve o preparo de um indicador a partir de fontes naturais, a análise das variações das colorações de

diferentes indicadores em presença de diferentes soluções e a utilização do peagâmetro.

Para o preparo da solução de antocianina (parte A) são necessários somente 50 g de uma mistura de água com cascas de uva na proporção de 3:1 (45 mL de água e 15 g de casca de uva).

Os testes dos indicadores (parte B) são qualitativos e podem ser realizados em uma placa, projetada no desenvolvimento desse trabalho para que experimentos em micro escala possam ser realizados e assim, apresentar aos alunos novas idéias e materiais que possibilitem a redução de resíduos gerados ao final dos experimentos.

A adoção desse procedimento permite alertar os alunos ingressantes sobre a preocupação com a geração de resíduos e gastos com reagentes, preocupação esta que deve estar presente nas suas atividades futuras como profissional.

A placa projetada é feita de acrílico, e nela são encaixados seis mini tubos de ensaios de vidro (denominada placa A). Eles foram confeccionados no Instituto de Química da Unicamp. Essa placa mede 100 mm x 66 mm x 16 mm e possui seis espaços para encaixes dos mini tubos de ensaio (1,3 cm de altura x 1,0 cm de diâmetro). Seu custo aproximado é de R\$ 8,00 (oito reais).

Existem outros materiais semelhantes no mercado, como as placas para cultura de tecidos. Essas apresentam doze furos com capacidade de 6,2 mL e diâmetro interno de 2,22 cm e são confeccionadas em poliestireno tendo um custo de R\$ 6,20 (seis reais e vinte centavos) cada placa. A desvantagem dessa placa é que os compartimentos para a realização das reações em micro escala estão fixos. Para a análise da coloração dos indicadores em presença das soluções de pHs distintos ela é tão eficiente quanto a placa A, mas no momento do descarte todo o conteúdo dos compartimentos vertem de uma única vez, necessitando de um recipiente de boca larga para descarte das soluções testadas. Na placa A os tubos são individuais facilitando o manuseio dos mesmos.

Outra desvantagem dessa placa comercial é que os compartimentos (furos) são muito próximos, aumentando, assim, a possibilidade de contaminação ou erros durante a realização do experimento.

Uma outra possibilidade seria a utilização de uma forma de polietileno para a confecção de “gotas de chocolates” vendida em lojas especializadas nesse segmento. A mesma possui furos similares aos furos efetuados na placa de acrílico desenvolvida, o que possibilita a sua utilização para a determinação da coloração das soluções de diferentes pHs em presença de diferentes indicadores, ou mesmo como suporte para mini tubos de ensaio. O custo desta placa é de R\$ 0,50. A desvantagem desta alternativa é que o material não é resistente, podendo ocorrer o derramamento das soluções adicionadas.

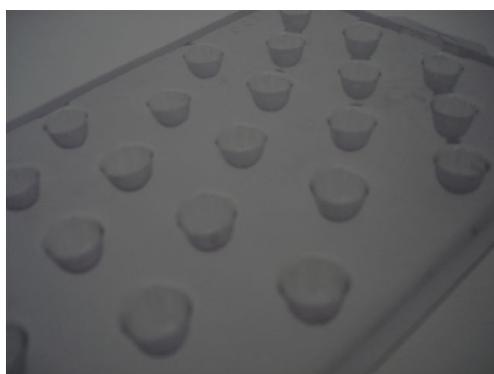


Figura 1: Forma para “gotas de chocolate”: uma alternativa para reações em escala reduzida.

O primeiro teste com a placa A foi realizado para o presente experimento, conseguindo-se uma diminuição dos 5 mL anteriormente utilizados, para apenas 7 gotas.



Figura 2: Placa de acrílico com mini tubos de ensaio (Placa A).

Na segunda parte do experimento realizava-se um procedimento que consiste em se adicionar uma solução ácida a um volume de 50 mL de um tampão

$\text{NH}_3/\text{NH}_4^+$ na presença do indicador misto de Yamada. Esse procedimento proporciona aos alunos uma excelente capacitação de manuseio de vidrarias, adições controladas de volume e percepção do processo químico que está ocorrendo, entre outras coisas. Existem outros experimentos na disciplina de QG-102 que utilizam essa técnica, por exemplo, o experimento para a determinação da quantidade de ácido ascórbico (vitamina C) presente em sucos de frutas e/ou comprimidos efervescentes, por iodometria direta.

O estudo do comportamento de soluções tampão, por outro lado é muito interessante, pois permite saber, por exemplo, como se prepara uma solução tampão, até quando essa solução permite um “certo controle do pH do meio”, sob que condições ela é mais eficiente, entre outros.

Nessa parte do experimento diminuíram-se as quantidades de reagentes utilizados. Foram utilizados 5 mL da solução tampão (no roteiro original utilizavam-se 50 mL) em um tubo de ensaio de dois centímetros de diâmetro contendo 4 gotas do indicador misto de Yamada. Utilizaram-se soluções de ácido clorídrico em concentrações variando entre 0,05 e 0,20 mol L⁻¹, contidas em seringa hipodérmica de 5 mL. A quantidade adicionada de ácido clorídrico, neste caso, é medida por diferença de massa, utilizando-se uma balança semi-analítica. Pesa-se a seringa antes e depois de adicionado o volume de ácido na solução tampão.

4.1.4 Resultados e Discussão

A parte B do experimento foi testada na placa A e foram obtidos resultados semelhantes ao procedimento usual, não comprometendo o objetivo didático a que se presta o experimento, qual seja, observar a coloração dos indicadores em soluções de pHs distintos. A figura 1 mostra alguns resultados do obtidos com a redução do volume das soluções.



Figura 3: Indicador em soluções de pHs distintos.

Na prática experimental usual os alunos utilizam 5 mL das soluções de pHs entre 3 e 11 (9 tubos) e as colocam em presença de cinco diferentes indicadores crômicos. Esta combinação gera um total de 225 mL de resíduos (soluções) por equipe de alunos e sujam-se 45 tubos de ensaio. Com a utilização da placa A o volume total utilizado não ultrapassa 20 mL por equipe.

Da mesma forma que o volume de resíduos foi diminuído, o tempo de realização também o foi. A tomada de menores volumes de solução faz o tempo de experimentação diminuir. Um fato interessante é que com a diminuição dos volumes, há uma facilidade adicional para o aluno entender que a tomada de volume não é um aspecto relevante nessa parte do experimento, pelo menos no que diz respeito aos resultados observados. Quando se utilizam volumes maiores que 1 ml, a contagem de gotas fica prejudicada (muitas gotas) e os alunos se vêm na necessidade de usar uma proveta o que os torna susceptíveis a pensar que as quantidades são importantes. Assim, a lavagem da vidraria passa a ser obrigatória e com isso o tempo de realização do experimento, assim como o objetivo pedagógico, ficam prejudicados.

Após o término da análise qualitativa (parte 1) realizada na placa A, os alunos precisam limpar o material utilizado, como em todas as práticas. A lavagem dos mini tubos de ensaio pode ser feita de uma só vez, colocando-se todos os mini tubos em um recipiente para lavagem e em um outro para enxágüe, dessa maneira a quantidade de água gasta para a lavagem individual dos tubos é muito reduzida. É importante citar que durante a fase de observações do trabalho dos

alunos, no início dessa pesquisa, principalmente no enxágüe, o gasto de água era muito grande. Os tubos de ensaio, utilizados pelos alunos, possuem um diâmetro de aproximadamente 1 cm, o que dificulta a circulação da água para a lavagem e enxágüe do tubo. Este procedimento gera um gasto excessivo de água.

Além da lavagem dos materiais ao final do experimento existe a preocupação com os resíduos produzidos ao longo da aula. No caso do experimento em questão esses problemas são minimizados, pois as soluções descartadas são de ácidos e bases que se neutralizam e formam íons com baixa toxicidade.

Nesse experimento propõe-se que os próprios alunos façam a neutralização do resíduo gerado, o que é, também, uma forma pedagógica de se ensinar o procedimento correto a ser adotado futuramente. Isso leva os alunos a entenderem o importante papel que o tratamento de resíduos desempenha no laboratório químico. Os diversos tratamentos dados a diferentes tipos de resíduos envolvem aprendizados e desafiam os alunos a pensar no melhor procedimento a ser adotado para tratar os resíduos. A proposta aqui apresentada não se aplica a todos os experimentos, pois é sabido que existem resíduos cujo tratamento é muito complexo, e, muitas vezes, o tempo de aula não é suficiente para tal. Entretanto a adoção desse procedimento já foi verificado ser um aspecto importante na formação dos profissionais. (Adams, 1999; Mihok, 2006; Nash, 1996)

Outra modificação testada foi a redução das quantidades utilizadas na avaliação da capacidade tamponante da solução tampão. O roteiro experimental usual utiliza vidrarias clássicas: bureta e erlenmeyer. Na nova proposta, os alunos realizam este procedimento em um tubo de ensaio de 2 cm de diâmetro, tendo em seu interior uma pequena barra para agitação magnética. O conjunto é fixado em um suporte universal e agitação magnética é utilizada. Como se vê no procedimento sugerido, uma seringa hipodérmica é utilizada para a adição da solução de HCl.

Esse experimento foi testado com os alunos de QG-107 e os resultados foram semelhantes aos obtidos no procedimento anteriormente utilizado. Esta

comprovação foi feita graças à observação feita durante a aula experimental e análise dos relatórios. O uso de pequenos volumes de solução tampão, da agitação magnética e da seringa no lugar da bureta, faz diminuir o tempo do experimento.

Essa nova forma de realizar essa parte do experimento permite também mostrar que uma titulação pode ser conduzida de uma forma diferente da convencional, com resultados até melhores, pois a balança tem maior precisão que uma bureta de 50 mL e os conceitos envolvidos são os mesmos.

Para uma análise feita somente na adoção do procedimento apresentado, poder-se-ia imaginar que o uso de apenas uma balança analítica para cerca de 20 grupos de alunos poderia implicar em um tempo maior para o experimento de titulação. Na verdade, o que se observou foi o contrário. A balança semi-analítica tem precisão e estabilidade suficientes para uma operação simples e rápida. Embora o roteiro enfatiza zerar a balança, esse procedimento torna-se rotineiro, pois os alunos estão usando a balança, quase que em seqüência uns aos outros. Observou-se que as pesagens são mais rápidas e seguras do que a leitura do menisco da bureta.

Outro aspecto relevante é a facilidade de operação da seringa em relação ao uso da bureta. Nessa fase de aprendizagem esse procedimento é um dos mais difíceis para o aluno, isso demanda tempo e preparo, ao contrário da seringa. Poder-se-ia questionar: e os resultados? Podemos garantir que eles são tão precisos e exatos quanto o uso da bureta. Uma bureta tem precisão de 0,05 mL e uma balança semi-analítica de 0,001 g, embora as maiores fontes de erro se devam à distinção entre cores.

4.1.5 Referências Bibliográficas.

Adams, D.L. Issues-Directed Chemistry: Teaching Chemical Reactions Using Waste Treatment. J. Chem. Educ. 1999, 76, 1088-1091.

Atkins, P. Jones, L. "Princípios de Química". Trad: Ricardo Bicca de Alencastro. 3ª ed. Ed. Bookman. Porto Alegre, 2006.

Kotz, J.C., Treichel Jr., P.M. “Química Geral e Reações Químicas”. Trad: Flávio Maron Vichi. 5ª ed. Ed. Thomson, São Paulo, 2005

Mihok, M.; Keiser, J.T.; Bortiatynski, J.M.; Mallouk, T.E. An Environmentally Focused General Chemistry Laboratory. J. Chem. Educ. 2006, 83, 250-252.

Nash, J.J.; Meyer, J.A.R.; Nurrenbern, S.C. Waste Treatment in the Undergraduate Laboratory: Let the Students do it! J. Chem. Educ. 1996, 73, 1183-1185.

Silva, C.R.; Simoni, J.A. Avaliação da Capacidade Tamponante – Um Experimento Participativo. Quim. Nova. 2000, 23, 405-409.

Skoog, D.A.; West, D.M.; Holler, F.J.; Crouch, S.R. “Fundamentos de Química Analítica”. Trad: Marco Tadeu Grassi. 8ª ed. Ed. Thomson, São Paulo, 2006.

Terci, D.B.L.; Rossi, A.V. Indicadores Naturais de pH: Usar papel ou soluções? Quim. Nova. 2002, 25, 684-688.

4.2 Experimento: Solubilidades Relativas de Compostos de Íons Metálicos e o Teste de Chama

4.2.1 Conceitos abordados

A primeira parte do experimento propõe o estudo das reações químicas entre alguns ânions (carbonato, oxalato, cromato, sulfato e hidróxido), e cátions dos metais da segunda coluna da tabela periódica (alcalino-terrosos) em meio aquoso. Os aspectos fundamentais a serem observados dizem respeito à formação de precipitados e sua quantidade relativa. Esses dados possibilitam ao aluno, a elaboração de uma marcha analítica teórica e bem simplificada para uma mistura dos cátions e também possibilitam a verificação de identidade de uma solução, em relação ao tipo de cátion presente. Essa última constatação é a segunda parte do experimento.

Este experimento é bastante simples do ponto de vista dos materiais e reagentes utilizados. Requer alguns tubos de ensaio, béquer e conta-gotas. Todos

o reagentes utilizados podem ser encontrados facilmente em laboratórios de ensino e têm associada a geração de resíduos indesejáveis. (Solomon, 1991)

A segunda parte do experimento propõe o teste de chama para sais que contêm cátions da família 1A e 2A. Esse teste é um dos mais simples métodos analíticos baseados na emissão atômica. A amostra, geralmente um cloreto do cátion de interesse, é inserida em uma chama, onde emite uma radiação característica. Os átomos metálicos originados na chama formam espécies excitadas que, ao retornarem ao estado fundamental, emitem parte da energia recebida na forma de radiação, em comprimento de onda característico (Dantas, 2006).

Este experimento envolve conceitos de solubilidade e seus aspectos correlatos, evidências fenomenológicas de reações químicas, modelo atômico e a estratégia de uma análise química qualitativa. No entanto, o aspecto mais relevante desse experimento é o estudo de equilíbrio químico de solubilidade de substâncias iônicas em água.

Os conceitos explorados são muito importantes nas aplicações práticas como tratamento de água, de esgoto, extração de minerais da água do mar, na formação e perda de ossos e dentes, no ciclo natural do carbono e do nitrogênio na natureza, entre outros (Atkins, 2006).

No experimento são trabalhadas as solubilidades dos sais que constam da tabela 2, a seguir:

Tabela 2: Constantes dos Produtos de Solubilidade a 25 °C (Skoog, 2006)

<i>Sais</i>	<i>K_{ps}</i>
Carbonato de Magnésio	$3,5 \times 10^{-8}$
Cromato de Magnésio	Solúvel
Oxalato de Magnésio	$8,6 \times 10^{-5}$
Sulfato de Magnésio	Solúvel
Hidróxido de Magnésio	$7,1 \times 10^{-12}$
Carbonato de Cálcio	$4,5 \times 10^{-9}$

Cromato de Cálcio	Solúvel
Oxalato de Cálcio	$1,7 \times 10^{-9}$
Sulfato de Cálcio	$2,4 \times 10^{-5}$
Hidróxido de Cálcio	$6,5 \times 10^{-6}$
<i>Sais</i>	<i>Kps</i>
Carbonato de Estrôncio	$9,3 \times 10^{-10}$
Cromato de Estrôncio	$2,7 \times 10^{-5}$
Oxalato de Estrôncio	$5,0 \times 10^{-8}$
Sulfato de Estrôncio	$3,2 \times 10^{-7}$
Hidróxido de Estrôncio	Solúvel
Carbonato de Bário	$5,0 \times 10^{-9}$
Cromato de Bário	$2,1 \times 10^{-10}$
Oxalato de Bário	$1,0 \times 10^{-6}$
Sulfato de Bário	$1,1 \times 10^{-10}$
Hidróxido de Bário	$3,0 \times 10^{-4}$

4.2.2 Roteiro Experimental Proposto

Parte 1: Solubilidades Relativas de Compostos dos Íons metálicos da família 2A.

Introdução

Os elementos da família 2A da tabela periódica possuem somente dois estados comuns de oxidação: **Quais são eles?** As propriedades químicas dos íons desses elementos são muito semelhantes. A sua carga $2+$ e seus raios iônicos parecidos, exceto para o Mg^{2+} , fazem com que seja muito difícil separá-los em uma solução aquosa. Muitos dos seus compostos são pouco solúveis, mas é possível, pela escolha do ânion apropriado, encontrar diferenças na solubilidade, permitindo separar os cátions desses metais, quando em solução conjuntamente.

Nesse experimento, será estudado o efeito da adição de soluções reagentes contendo ânions selecionados, a soluções que contendo os cátions dos metais da família 2A. **Procure na tabela periódica os nomes e símbolos destes elementos.** Depois de um estudo sistemático das solubilidades relativas de seus carbonatos, cromatos, sulfatos, oxalatos, hidróxidos e hidrogenofosfato, será possível determinar qualitativamente a identidade de uma solução problema contendo um ou mais desses cátions.

Há uma seqüência sistemática, já bem estabelecida na literatura, para se identificar todos os cátions que podem ser encontrados em solução aquosa. Neste esquema, normalmente conhecido como marcha analítica, os testes para os cátions da família 2A são aplicados depois que todos os outros cátions, exceto os de metais alcalinos, já foram separados.

Procedimento

Solubilidades de alguns compostos dos metais alcalinos terrosos

Observe cada uma das soluções que serão utilizadas no experimento e anote suas propriedades (cor, aspecto) em uma tabela.

Use os tubos de ensaio limpos. Teste 1 mL (cerca de 20 gotas) de cada uma das soluções dos nitratos dos íons (Mg^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} e Ba^{2+}), ($0,05 \text{ mol L}^{-1}$), com até 10 gotas de cada solução dos ânions. Adicione uma gota, agite por cerca de cinco segundos e observe. Vá adicionando gotas do reagente (ânion) até que seja possível observar a primeira turvação (é como colocar uma gota de leite em água). Se após colocar dez gotas da solução reagente, ainda não foi observada a turvação, interrompa a adição e anote a não formação do sólido. Para cada combinação anote o número de gotas usadas até ocorrer a turvação da solução.

Nos casos onde a turvação ocorre com o mesmo número de gotas, compare as turvações (quantidade de sólido formado) e atribua escalas para essas quantidades.

Organize uma tabela na qual possa anotar os resultados obtidos quando cada solução que contém um cátion da família 2A (são quatro no total) é testada com cada uma das soluções reagentes abaixo:

Tabela 3: Soluções reagentes (Procure as respectivas fórmulas para as substâncias e os ânions) para estudo das solubilidades relativas.

<i>Reagente</i>	<i>Ânion de interesse</i>
Carbonato de amônio	Carbonato
Cromato de potássio	Cromato
Oxalato de amônio	Oxalato
Sulfato de amônio	Sulfato
Hidróxido de amônio	Hidróxido
Hidrogenofosfato de sódio	Hidrogenofosfato

Descarte de Resíduos

Descarte as soluções contendo bário, estrôncio, oxalato e cromato em recipientes devidamente identificados. As outras soluções restantes podem ser descartadas na pia.

Identificação dos Cátions da Solução Desconhecida

Há, sobre a bancada, uma solução problema contendo um ou mais cátions. Anote seu número. Estude cuidadosamente a tabela de dados dos experimentos da etapa anterior e estabeleça um esquema para identificar os possíveis cátions presentes na mesma. Use as soluções reagentes fornecidas.

Parte 2: A cor da chama na presença de átomos metálicos

Introdução

Quando certa quantidade de energia é fornecida a um determinado átomo, elétrons da camada de valência absorvem esta energia passando para um nível de energia mais elevado. Nessa condição diz-se que o átomo se encontra no estado excitado. Quando estes elétrons no estado de maior energia retornam ao seu estado fundamental, uma quantidade de energia, igual à absorvida, é emitida na forma de radiação. A radiação emitida é característica do elemento químico e da mudança do nível eletrônico envolvida. **Qual é a relação matemática entre a frequência da radiação emitida e a diferença de energia?**

A radiação emitida pode estar na região visível ao ser humano. **Qual a faixa de comprimento de onda visível ao olho humano?** Nestes casos, a cor da radiação emitida pode ser usada para identificar a espécie emissora, como será feito neste experimento.

A temperatura da chama do bico de Bunsen, que atinge até 1500 °C utilizando GLP, é suficiente para vaporizar sais voláteis tais como cloretos de sódio, potássio, cálcio, bário e estrôncio.

Na chama, os átomos provenientes da redução dos cátions que passam para os estados excitados através de colisões, ao retornarem ao estado fundamental emitem luz visível com intensidade apropriada para observação a olho nu. Quando se quer uma análise de uma amostra com vários elementos, usa-se um espectrógrafo com detecção sensível a regiões ultravioleta, visível ou infravermelho. Para determinações quantitativas usa-se a técnica de absorção ou emissão atômica. Esta técnica é muito seletiva, sensível e simples, sendo muito utilizada para análises de amostras industriais, clínicas, biológicas e ambientais.

Procedimento

Acenda o bico de Bunsen e regule a chama para combustão completa. A cor da chama deve ser ligeiramente violeta (**mais quente ou mais fria?**) na parte externa, azul na parte intermediária e incolor na parte interna.

Limpe o fio de níquel-cromo, aquecendo-o ao rubro na chama, mergulhe-o na solução de HCl concentrado e volte à chama. Repita várias vezes este procedimento até não observar nenhuma coloração na chama, o que indica que o fio está limpo. Troque a solução de HCl quando observar o amarelamento da solução.

Coloque alguns cristais dos sais a serem testados nos mini-tubos de ensaio da placa A. Molhe a ponta do fio em HCl e encoste no sólido (para reter uma pequena quantidade) a ser testado. Em seguida, leve-o à chama. Observe a cor. Repita todo o procedimento de limpeza do fio e teste para cada sólido.

Identificação dos cátions da uma amostra desconhecida

Como no caso do procedimento 1, há uma amostra sólida sobre a bancada para ser identificada pelo teste de chama. Anote seu número e faça o teste de chama.

4.2.3 Mudanças Experimentais Efetuadas

Na primeira parte do experimento do roteiro original apresentado aos alunos, pede-se que se combinem duas a duas as soluções de cátions e ânions usando-se 1 mL de cada e que seja observada a quantidade e o aspecto do precipitado formado, para todas as combinações.

Acompanhando os alunos na realização do experimento verificou-se que os mesmos apresentam muita dificuldade para discernir diferenças de quantidades de sólido formado e comparar suas solubilidades, visto que a maioria dos precipitados formados é branca e tem aspectos diferentes. Isso provoca uma dificuldade a mais e, para uma parcela dos alunos, gera um aprendizado não significativo. A observação e análise dos procedimentos de misturas de diferentes soluções, algumas com formação ou não de precipitado, realizados pelos alunos, permite afirmar que os mesmos percebiam a relação entre a solubilidade e a formação de precipitados, mas tinham dificuldade em quantificar os precipitados

formados, dificultando a análise de quais sais seriam menos solúveis e quais seriam mais solúveis.

Nesse sentido propõe-se uma alteração para aclarar os conceitos de solubilidade e produto de solubilidade introduzindo-se uma atividade um pouco mais quantitativa na mistura das soluções.

Para que esses objetivos sejam alcançados propõe-se que um volume fixo de 1 mL de soluções dos nitratos dos íons Mg^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} e Ba^{2+} , na concentração de $0,05 \text{ mol L}^{-1}$, sejam utilizados, e a elas sejam adicionados, gota a gota (com máximo de dez gotas), os ânions carbonato, cromato, oxalato, sulfato, hidróxido e hidrogenofosfato. A concentração das soluções reagentes (ânions) utilizadas é de $0,05 \text{ mol L}^{-1}$, exceto para OH^- , que é de $1,0 \text{ mol L}^{-1}$ e a de carbonato que é de $0,1 \text{ mol L}^{-1}$. Para cada combinação pede-se que o aluno anote o número de gotas usadas até ocorrer a turvação da solução. Para os casos em que ocorre a turvação com os mesmos números e gotas, pede-se que seja feita a comparação entre as turvações.

As soluções reagentes (ânions) utilizadas anteriormente, que tinham concentração de $0,1 \text{ mol L}^{-1}$, foram alteradas para $0,05$, exceto para o carbonato. A solução de amônia ficou na mesma concentração.

Por outro lado, as soluções dos cátions, que tinham concentração de $1,0 \text{ mol L}^{-1}$, foram reduzidas para $0,05 \text{ mol L}^{-1}$.

Essas alterações foram testadas com os alunos de Química Geral Experimental (QG-107) no primeiro semestre de 2007, dando excelentes resultados.

Para a realização do teste de chama, utilizava-se no procedimento anterior uma placa de porcelana como suporte dos sais analisados. Observou-se que os alunos adicionavam uma quantidade relativamente grande de sal na placa de porcelana, causando desperdício e contaminação dos mesmos. Para que o teste seja realizado são necessários apenas alguns cristais. A utilização da placa A elimina estes problemas já que os espaços entre os tubos de vidro eliminam o problema de uma possível contaminação e restringe a quantidade de sal utilizada. A placa de polietileno (forma para confecção de chocolate) apresentada

anteriormente também pode ser utilizada nesta parte do experimento para armazenar os sais do teste de chama, já que seus reservatórios estão bem mais distantes que no caso da placa de toque.

Outro aspecto a ser contemplado é a questão do descarte dos resíduos deste experimento. Será que todas as soluções utilizadas têm que ser descartadas em recipientes próprios para posterior tratamento?

Sabe-se que existem soluções neste experimento que não são prejudiciais quando lançadas em água corrente. Podem-se trabalhar estas questões com os alunos e induzi-los, já que muitos terão dúvidas sobre os íons em questão, a um pensamento sobre o tratamento dos resíduos gerados durante a aula, agregando conhecimentos importantes e interessantes do ponto de vista de formação de cidadãos conscientes dentro da universidade.

4.2.4 Resultados e Discussão

A grande vantagem dessa proposta está na quantidade de resíduos produzidos e na redução na concentração dos reagentes. Esta nova proposta foi testada com os alunos de Química Geral Experimental (QG-107) e se mostrou bastante eficiente, pois reduziu o tempo de experimento, reduziu a quantidade de resíduos e aumentou a compreensão dos conceitos envolvidos.

Através da análise dos resultados contidos nos relatórios feitos pelos alunos constatou-se que a percepção dos conceitos envolvidos no experimento estava presente no momento da aula como: evidências de ocorrência de reações químicas, equações químicas, análise da solubilidade mesmo não se conhecendo a constante de produto de solubilidade, análise e observação dos diferentes precipitados obtidos, a idéia de que a turvação são partículas sólidas em suspensão, entre outros.

Com a introdução dessa nova proposta foi possível introduzir cálculos envolvendo a constante do produto de solubilidade e da solubilidade, na primeira parte do experimento, já que o procedimento experimental permite isso. Para alguns casos onde ocorreram turvações, a determinação quantitativa das

concentrações envolvidas, usando-se volumes aproximados de gotas (repare que não são resultados de grande confiabilidade), foi possível estimarem-se valores aproximados de K_{ps} e de solubilidade. O uso de recursos adicionais na observação da formação de precipitados, no futuro, poderá permitir uma determinação mais segura de valores de K_{ps} e de solubilidade. Esses recursos adicionais poderão ser, por exemplo, a utilização de luz indireta e o uso de seu espalhamento.

O teste de chama pode ser utilizado para se entender a estrutura de uma chama do bico de Bunsen, para conceitos iniciais de espectroscopia, e cálculos usando-se equações de energia do fóton.

Mesmo sendo um teste bastante simples, muitos conceitos estão envolvidos, o que o torna importante. No caso específico do laboratório de química geral, o foco principal deste experimento é, sem dúvida, a identificação dos íons, mas o teste de chama envolve conceitos de vaporização, energia de dissociação, atomização, excitação, regra de seleção e transições eletrônicas, que podem ser explorados, dependendo do foco que é dado ao experimento. Como foi discutido anteriormente, um roteiro experimental pode ser explorado de diversas maneiras, cabendo ao professor direcioná-lo, de acordo com os objetivos didáticos do experimento.

Sobre este experimento podemos levantar uma importante discussão de quais seriam as soluções que poderiam ser descartadas na pia e quais precisariam de tratamento prévio para serem, então, descartadas. E, ainda, quais os sólidos (precipitados) poderiam ser descartados no lixo comum? A discussão pode levar em conta a presença de íons na água potável (torneira) e no próprio solo dos aterros onde o lixo comum é descartado. Esta é uma problematização importante para alunos de química geral, pois o tratamento dos resíduos produzidos no laboratório tem que ser de responsabilidade das pessoas envolvidas no processo. Normalmente esta atividade é atribuída ao técnico do laboratório, mas seria muito interessante se os alunos preparassem as soluções e ao mesmo tempo se preocupassem com o seu descarte. Isso é feito quando nos preocupamos, por exemplo, em separar o lixo orgânico do lixo reciclável em

residências que possuem esse hábito e preocupação. Diariamente damos o destino adequado ao lixo que produzimos e o fazemos por hábitos de higiene que nos foram ensinados ao longo da vida. Levar os alunos a pensar no resíduo produzido em uma aula de laboratório e só uma questão de estímulo e hábito, como se essa atividade fizesse parte do roteiro experimental a eles proposto.

Os sais de bário não podem ser descartados na pia, pois os íons bário são extremamente tóxicos ao organismo humano. O LD₅₀ dos compostos solúveis de bário varia desde 118 até 800 mg/kg (Cunha, 2006). Os sintomas do envenenamento por bário são dores abdominais, diarreia, vômitos, náuseas, agitação, ansiedade, astenia, lipotimia (desmaio), sudorese, tremores, fibrilação (tremor) muscular, hipertonia (aumento da tensão) dos músculos da face e pescoço, dispnéia (dificuldade respiratória), arritmia cardíaca, parestesias (desordens nervosas caracterizadas por sensações anormais e alucinações sensoriais) de membros inferiores e superiores, crises convulsivas, coma (Tubino, 2007).

Os íons cromatos também não podem ser descartados na pia, uma vez que os íons cromo VI são classificados como carcinogênicos e mutagênico em animais. Os íons de estrôncio podem ser absorvidos pelo organismo humano como se fosse cálcio (Mspc, 2007).

Todas as outras soluções de íons podem ser descartadas diretamente na pia ou no lixo comum (sólidos), pois as concentrações utilizadas são muito baixas e parecidas com as destes íons nos solos e águas.

4.2.5 Referências Bibliográficas

Alexéev, V. "Análise Qualitativa". Edições Lopes da Silva, Porto, 1982, cap III.

Atkins, P.; Jones, L. "Chemistry - Molecules, Matter and Change". 3a Edição, W.H. Freeman & Co., New York, 1997.

Atkins, P.; Jones, L. "Princípios de Química". Trad: Ricardo Bicca de Alecastro. 3ª ed. Ed. Bookman, Porto Alegre, 2006.

Baccan, N. "Introdução à Semi-microanálise Qualitativa". Editora da UNICAMP, Campinas, 1990.

Clark, R.W.; Bonicamp, J.M. The K_{sp} – Solubility Conundrum. J. Chem. Educ. 1998, 75, 1182-1185.

Cunha, L.C. et al. Contrastes Baritados : A Toxicologia Experimental como Ferramenta no Estabelecimento de Nexo Causal de Intoxicação Maciça por Bário. Rev. Elet. De Farmácia. 2006, 3, 68-74.

Dantas, J.M. Uma Interpretação Microscópica para a Análise Sistemática de Cátions. Grau: Doutorado. Universidade Estadual de Campinas, Campinas 2006.

Hawkes, S.J. What Should We Teach Beginners About Solubility and Solubility Products. J. Chem. Educ. 1998, 75, 1179-1181.

Mspc. Estrôncio-Sr. Disponível em: http://www.mspc.eng.br/quim1_038.asp, consultado em 11/07/2007 às 15 h.

Skoog, D. A.; Holler, F.J.; Nieman, T.A. "Principles of Instrumental Analysis". 5th edition, Harcourt Brace College Publishers, Orlando, 1998.

Skoog, D. A.; West, D.M.; Holler, F.J.; Crouch, S.R. "Fundamentos de Química Analítica". Trad: Marco Grassi. 8ª ed. Ed Thomson, São Paulo, 2006.

Solomon, S.; Fulep-Poszmik, A.; Lee, A. Qualitative Analysis of Eleven Household Compounds. J. Chem. Educ. 1991, 68, 328-329.

Swift, E.H; Schaefer, W.P. "Qualitative Elemental Analysis". W.H. Freeman & Co., San Francisco, 1992.

Tubino, M.; Simoni, J.A. Refletindo sobre o caso celobar®. Quim. Nova. 2007, 30, 505-506.

Vogel, A. I. "Química Analítica Qualitativa". Editora Mestre Jou, São Paulo, 1981.

4.3 Experimento: Preparação de um Sal e Determinação de Água de Cristalização.

4.3.1 Conceitos Abordados.

O número de elementos químicos que constituem nosso mundo material é pequeno, se comparado ao número de substâncias e materiais que se formam pela combinação entre esses elementos. Olhar o ambiente natural e aquilo que nos cerca criado pela mão do Homem, usando a óptica da Química, levará a verificar a maravilhosa variedade do mundo material. Esse mundo material, no entanto não se apresenta, na maioria das vezes, formado por substâncias simples ou com estequiometria definida. O conhecimento dessa composição, muitas vezes, exige o ataque e decomposição desses materiais, ou então, uma simples purificação. (Atkins, 2006).

Por outro lado, muitas vezes a natureza ou o Homem produzem substâncias ou materiais que podem ser utilizados nas mais diversas aplicações. Entretanto, nem sempre esses materiais podem ser aplicados diretamente como são obtidos, assim, a purificação desse material é um procedimento muito comum. Para tal, utilizam-se técnicas diversas como: sublimações, fusões controladas (purificação por zona), cristalizações, recristalizações, as quais permitem obter materiais de composição melhor definida ou de substâncias puras.

Essas técnicas são partes da rotina de um laboratório. A cristalização foi um dos primeiros métodos utilizados pelos químicos orgânicos para purificar compostos em seqüências de reação ou de síntese. Na maior parte dos casos, se as condições são escolhidas cuidadosamente, pode-se isolar com alta pureza um material cristalino a partir de soluções que contém muitos outros componentes.

A precipitação, predominantemente de espécies inorgânicas, por adição de solventes seletivos permite ao analista a identificação e mesmo a quantificação de materiais existentes em concentrações muito pequenas em várias matrizes.

Infelizmente, o ensino da marcha analítica e o uso de técnicas simples de análise quantitativa estão sendo substituídos por técnicas mais sofisticadas e caras, o que prejudica a formação inicial do profissional químico e também o de áreas correlatas como o engenheiro químico, de alimentos, o biólogo entre outros... (Vogel, 1981).

No experimento aqui proposto, os alunos têm a oportunidade de sintetizar, purificar (precipitação) e determinar a porcentagem de água de cristalização do sal

sintetizado $K_3[Fe(C_2O_4)_3].3H_2O$ (trioxalatoferro(III) de potássio tri-hidratado). Assim, o aluno ingressante tem contato e/ou aperfeiçoa técnicas de aquecimento, resfriamento, pesagem, dissolução, filtração e lavagem do precipitado e preparo de soluções. (Skoog, 2006).

O interesse em experimentos de síntese aumenta quando os estudantes produzem compostos que tenham relevância no mundo real e simultaneamente aplica as técnicas envolvidas (Aktoudianakis, 2006)

O composto sintetizado é um sal complexo hidratado, o trioxalatoferro(III) de potássio tri-hidratado, também conhecido como o sal do Actinômetro de Parker. Os actinômetros são instrumentos que medem a intensidade da radiação eletromagnética e os mais recentes fundamentam-se no efeito fotoelétrico. Os mais antigos baseiam-se na fluorescência produzida pela radiação em um alvo ou no grau de alterações químicas induzidas pela radiação em uma substância adequada. Essa substância, em última análise, serve como referência na calibração desses actinômetros (Daintith, 1995).

Numa síntese, a primeira questão que surge é sobre a quantidade de substância que se deseja obter. Um outro aspecto importante é o uso das quantidades mais apropriadas de reagentes, de modo a obter a quantidade desejada de produto(s), a adequação do tempo de reação e produção de resíduos (preocupação ambiental), seja a síntese feita em pequena escala (laboratorial ou piloto) ou em grande escala (industrial) (Kushner, 2006).

Num laboratório de ensino deve-se tomar cuidado com a quantidade a ser preparada, pois esta não pode ser nem muito pequena, a ponto de impedir a obtenção apreciável do produto, já que alguns erros inerentes à habilidade prática dos alunos serão cometidos, e nem muito grande que depois dificulte seu uso apropriado ou o seu descarte. Projetos de laboratórios de ensino que envolvem síntese de substâncias são os que mais produzem resultados ruins, podendo comprometer os objetivos pedagógicos ou mesmo desmotivar o aluno na sua profissão. (Denby, 1998).

4.3.2 Roteiro Experimental Proposto

Preparação

Adicione cerca de 4,0 mL de uma solução de cloreto de ferro (III), na concentração 0,4 g/mL, a uma solução contendo 6 gramas de oxalato de potássio em 10 mL de água. Essas duas soluções devem ser preparadas com água quente, previamente aquecida pelos técnicos. Deixe a mistura esfriar até à temperatura ambiente e depois, com o auxílio de um banho de gelo, resfrie-a até 0°C e mantenha a temperatura até a **cristalização** do sal se completar. Utilize trompa de vácuo e funil de Büchner para filtrar o sólido obtido.

Dissolva o sólido obtido em 10 mL de água quente e **recristalize-o**, resfriando novamente a 0°C por cerca de 20 minutos. Filtre o sólido como anteriormente e lave-o com uma pequena quantidade de água. **Quente ou fria? Por quê?** Lave o sólido, ainda no funil, com duas porções de etanol gelado, para remover o excesso de água. Triture todo o sólido até obter um sólido de granulação mais fina.

Determinação da porcentagem de água

Lave adequadamente dois frascos com tampa, identifique-os e coloque-os na estufa por cerca de 30 minutos. Retire-os **sem tocá-los diretamente com os dedos** e deixe-os esfriarem até à temperatura ambiente. Pese-os e adicione a cada um deles aproximadamente metade do sólido sintetizado e pese novamente. **É preciso determinar estas massas com bastante precisão? Por quê?** Coloque as duas amostras novamente na estufa por cerca de 90 minutos, retire-as e deixe esfriar por um minuto sobre a bancada, tampe os frascos e deixe esfriar à temperatura ambiente. Pese os vidros com as amostras e determine a nova massa de sólido após a eliminação da água de cristalização. **É preciso determinar esta massa com bastante precisão? Por quê?** Guarde o sólido obtido em um frasco de vidro, envolto por papel alumínio, para evitar a exposição à luz (Simoni, 2002).

Resultados, cálculos e discussão

Você deve apresentar nos seus resultados a massa de sólido obtido e calcular a porcentagem de água neste sólido. Como você ainda não conhece a fórmula da substância, estes são os resultados possíveis até o momento. Apresente no relatório as respostas para todas as questões levantadas e no caso de utensílios de laboratório, faça o desenho de cada um deles (Simoni, 2002).

4.3.3 Mudanças Experimentais Efetuadas

No início do experimento os alunos necessitam de aproximadamente 40 mL de água quente para o preparo das soluções de cloreto de ferro (III) e oxalato de potássio. Observou-se durante o acompanhamento da aula que cada grupo (2 alunos) ligava a chapa de aquecimento para aquecer um béquer de 50 ou 100 mL contendo os 40 mL de água necessários para o preparo das soluções. Esse procedimento requer tempo para o aquecimento da água e gasto de energia elétrica desnecessários, pois uma quantidade desse solvente (água), suficiente para todas as equipes, pode ser aquecida previamente pelo técnico de laboratório, utilizando uma única chapa de aquecimento ou um bico de Bunsen.

Para a lavagem dos cristais sintetizados, o procedimento experimental indicava a utilização do metanol. Propõe-se que o mesmo seja substituído por etanol que é menos tóxico. A toxicidade do metanol em si é baixa, porém, no seu processo metabólico, é produzido aldeído fórmico e ácido fórmico. Esses compostos podem provocar acidose metabólica, lesões oculares, degeneração do fígado, rins e coração; alterações epiteliais, enfisema e disfunção cerebral progressiva, além de necrose pancreática (Badolato, 2000).

Para reduzir os resíduos gerados, estudou-se a possibilidade de diminuir a quantidade dos reagentes utilizados nesse experimento à metade. Dessa forma foram realizados experimentos que pudessem analisar a viabilidade destas mudanças no roteiro experimental. Os resultados obtidos e a discussão sobre os mesmos estão apresentados abaixo.

4.3.4 Resultados e Discussão

O experimento foi realizado com as quantidades descritas no roteiro experimental apresentado aos alunos (experimento 1), e também reduzindo-se à metade somente as massas dos reagentes (oxalato de potássio e cloreto de ferro III), mantendo as quantidades de solvente iguais (experimento2)). Já nos experimentos de 3 a 7 todas as quantidades foram reduzidas à metade (triplicata para os experimentos de 3 a 5 e duplicata nos experimentos 6 e 7). Os experimentos de números 6 e 7 foram realizados por uma aluna sem habilidades em laboratórios na intenção de simular a atividade de alunos ingressantes.

Tabela 4: Resultados de diversas condições experimentais para a síntese do trioxalatoferro III de potássio tri-hidratado.

Experimento nº	Volume de H ₂ O (mL)	Massa de K ₂ C ₂ O ₄ (g)	Massa de FeCl ₃ .6H ₂ O (g)	Massa de K ₃ Fe(C ₂ O ₄) ₃ .3H ₂ O (g)	Rendimento (%)	H ₂ O de cristalização (% em massa)
1	28	11,9721	5,4371	7,2885	75	6
2	28	6,173	2,7076	0,2043	4	8
3	14	6,0793	2,6997	2,7183	55	7
4	14	6,0046	2,7012	2,9353	60	9
5	14	6,0703	2,7289	2,7377	55	9
6	14	6,0057	2,7366	2,1544	43	-
7	14	6,0114	2,6534	1,9732	41	-

Esses resultados mostram que quando as massas dos reagentes são reduzidas à metade sem se reduzir também o solvente utilizado, nesse caso a água, o rendimento da reação foi prejudicado. Mantendo-se a temperatura, o dobro de solvente acaba por duplicar a solubilidade do produto obtido. Um rendimento muito baixo prejudica a visualização da reação e a manipulação do

produto formado, sendo estes aspectos didáticos imprescindíveis neste experimento. O rendimento das reações foi medido através da quantidade de sólido obtido, considerando-se o reagente limitante e o sólido hidratado.

Reduzindo à metade as quantidades de reagentes (experimentos 3, 4 e 5) foi possível reproduzir o experimento sem interferir nos objetivos didáticos, visto que o rendimento da reação e porcentagem de água de cristalização do produto final não apresentaram alterações significativas em relação ao procedimento experimental sugerido pela apostila de QG-102 (2º semestre de 2005), o que representa uma diminuição de custos e de resíduos ao final do experimento.

Esta redução foi testada nos experimentos 6 e 7 com uma aluna da 3ª série do Ensino Médio, sem experiência em técnicas de laboratório, e os resultados foram suficientes para que a compreensão dos conceitos e cálculos envolvidos não fossem afetados. O rendimento experimental mostrou-se menor, mas não muito preocupante, já que foi possível o manuseio do sólido mesmo em menor quantidade.

Um outro aspecto relevante foi a troca do vidro-relógio por pequenos frascos âmbar, de custo muito reduzido (R\$ 0,40). Esses frascos ocupam um espaço muito pequeno, o que possibilita o uso de uma única estufa por 20 grupos de alunos, além de dispensar os dessecadores no resfriamento das amostras. Isso é possível já que os frascos possuem tampas que podem ser usadas ainda quando o sólido e o vidro se encontram a 70 °C, quando ainda não há uma hidratação significativa do composto.

Finalmente, conclui-se que a adoção dessas pequenas medidas, não só faz diminuir reagentes e resíduos gerados, como também simplificam o roteiro experimental, sem perder a qualidade de informação, verificou-se a redução no gasto de energia elétrica e no tempo de realização do experimento, aspectos relevantes no mesmo. Atualmente, há muitos experimentos que abordam as sínteses em micro escala ou escala reduzida, demonstrando uma tendência mundial para tais alterações (Aktoudianakis, 2006; Saucedo, 2005; Pandita, 2004; Pelter, 2004)

4.3.5 Referências Bibliográficas

Aktoudianakis, E. et al. Keeping Your Students Awake: Facile Microscale Synthesis of Modafinil, a Modern Anti-Narcoleptic Drug. *J. Chem Educ.* 2006, 83, 1832-1834.

Aktoudianakis, E.; Dicks, A.P. Convenient Microscale Synthesis of a Coumarin Laser Dye Analog. *J. Chem. Educ.* 2006, 83, 287-289.

Atkins, P.; Jones, L. "Princípios de Química: questionando a vida moderna e o meio ambiente". 3 ed. Trad. Ricardo Bicca de Alencastro. Bookman. Porto Alegre, 2006.

Badolato, E. S. G.; Duran, M. C. Risco de Intoxicação por Metanol pela Ingestão de Bebidas Alcoólicas. *Rev. Psiquiatria Clínica.* 2000, 27 (2).

Daintith, J. "Dicionário Breve de Química". Trad. Ana Cristina Domingues e Lucinda Domingues. Editorial Presença, Lisboa, 1995.

Denby, D. What makes a good investigation? *Education in Chemistry.* 1998, 17-18.

Kushner, K.; Spangler, R.E.; Salazar Junior, R.A.; Lagowski, J.J. The Synthesis of Cooper (II) Carboxylates Revisited. *J. Chem. Educ.* 2006, 83, 1042-1045.

Pandita, S.; Goyal, S. ; Arif, N. ; Passey, S. An Efficient Procedure for Microscale Synthesis of Semicarbazones. *J. Chem. Educ.* 2004, 81, 108.

Pelter, M.W.; Pelter, L.S.W.; Colovic, D.; Strug, R. Microscale Synthesis of 1-bromo-3-chloro-5-iodobenzene: An Improved Deamination of 4-bromo-2-chloro-6-iodoaniline. *J. Chem. Educ.* 2004, 81, 111-112.

Saucedo, L. Mink, L.M. Microscale Synthesis and ^1H NMR Analysis of Zn and Ni Tetraphenylporphyrins. *J. Chem. Educ.* 2005, 82, 790.

Simoni, D. A.; Andrade, J.C.; Faigle, J.F.G. ; Simoni, J.A. Um Experimento com Propostas Múltiplas para um Laboratório de Química Geral. *Quím. Nova.* 2002, 25, 1034-11039.

Skoog, D. A.; et al." Fundamentos de Química Analítica". Trad. Marco Tadeu Grassi. Thomson Learning, São Paulo, 2006.

Vogel, A. I. "Análise Química Quantitativa". 6 ed. Trad. Julio Carlos Afonso. LTC Editora, Rio de Janeiro, 2000.

Vogel, A. I. "Química Analítica Qualitativa". 5 ed. Trad. Antonio Gimeno. Mestre Jou, São Paulo, 1981.

4.4 Experimento: Equilíbrio Químico

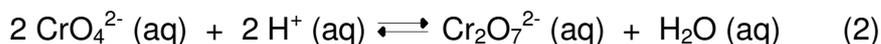
4.4.1 Conceitos Abordados

Este experimento é dividido em duas partes. Na primeira, se estuda o equilíbrio químico entre o íon cromato (CrO_4^{2-}), cuja solução aquosa possui coloração amarela, e o íon dicromato $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, cuja solução aquosa possui coloração alaranjada. Este estudo é realizado através da observação da mudança de coloração da solução com a adição de ácido ou base. Também se estuda esse equilíbrio, acoplado ao equilíbrio de solubilidade do cromato de cálcio, envolvendo a mudança de coloração e a formação ou não do precipitado.

Por outro lado, o íon cromato em solução aquosa apresenta uma reação de hidrólise e, se seu contra íon não apresenta hidrólise, o pH do meio se torna alcalino:



Dessa forma, como esse último equilíbrio é excluído da discussão dos alunos, os equilíbrios que se estudam são dois:



Na segunda parte do experimento, o equilíbrio químico envolve a formação de complexos em solução aquosa. Os complexos merecem um destaque, pois são

compostos nos quais moléculas ou íons formam ligações coordenadas com um átomo ou íon de um metal. A formação destes complexos de coordenação é um comportamento típico dos metais de transição. (Atkins, 2006).

Embora não seja o foco dessa tese, há que se discutir a conveniência ou não de se estudar esses equilíbrios com formação de íons complexos. Via de regra, os estudantes não conhecem o fenômeno da coordenação e nem vão ver na disciplina teórica e apresentam grandes dificuldades para entender a explicação relativa ao fenômeno. Como se tratam de equilíbrios múltiplos e em passos subseqüentes envolvendo reações consecutivas, o argumento de que a adição de um reagente em maior quantidade, mais produto irá se formar, não se sustenta. Há que se pensar bem nesse fato, já que aos olhos do professor e do aluno, o fenômeno é muito bonito e intrigante, mas o seu entendimento não é tão trivial quanto parece ser aos olhos do professor.

4.4.2 Roteiro Experimental Proposto

Introdução

Em um dicionário, a palavra equilíbrio pode ter vários significados, dependendo do qualificativo que o acompanha, como por exemplo: físico, mental, psicológico etc... No caso específico das ciências naturais, destacam-se os equilíbrios físicos (mecânico, hidrostático, elétrico), os equilíbrios biológicos e ambientais e em química os equilíbrios físicos e químicos.

No caso do equilíbrio químico, isso é entendido como o fato de que as espécies químicas ali presentes mantém suas concentrações invariáveis no tempo. Há muitos outros requisitos para se definir um sistema em equilíbrio químico, no entanto, para os nossos propósitos atuais, essa definição basta.

Por exemplo, entre muitos fatores que podem influenciar na mortalidade de peixes em um sistema natural, está o aumento da temperatura da água, pois assim a quantidade de oxigênio dissolvido na água diminui. Esse fato é muito bem

estudado e equacionado pelo estudo do equilíbrio químico de solubilidade de gases na água.

Quando o mel cristaliza, por exemplo, isso é atribuído à diminuição da temperatura e a conseqüentemente à diminuição da solubilidade do açúcar na água.

Quando precisamos ingerir algum medicamento para controle da acidez estomacal, o fazemos pelo fato de que as substâncias presentes no remédio irão diminuir a concentração de íons H^+ e com isso “equilibrar a acidez”. Estes são apenas alguns fatos corriqueiros que podem evidenciar a importância de se estudar o equilíbrio químico.

Parte 1: Equilíbrio Cromato/Dicromato

Muitas vezes, reações em equilíbrio podem ser estudadas quanto à predominância do(s) reagente(s) ou do(s) produto(s), observando-se mudanças de cor ou aparecimento de um precipitado. Veja o caso que será estudado agora. Quando se dissolve o sólido K_2CrO_4 em água, obtém-se uma solução de cor característica. Se a essa solução adicionamos uma solução ácida, a cor da solução resultante é alterada. **Como se explica esse fato?**

Por outro lado, se dissolvemos $K_2Cr_2O_7$ em água, observa-se uma outra cor. No caso do cromato a cor é amarela e no caso do dicromato ela é alaranjada. O que se pode perguntar nesse momento é: E daí? São duas substâncias diferentes e, portanto, podem ter cores diferentes em solução.

O intrigante é o fato de que as cores de cada solução podem se modificar, dependendo da acidez da solução. O que é, ainda, mais intrigante é o fato de que... Bom vamos aos fatos experimentais para nos intrigar ainda mais.

A- Adicione a um tubo de ensaio 10 gotas de solução de K_2CrO_4 1 mol / L. Observe sua cor e aspecto. Junte 3 gotas de solução de HCl 6 mol / L. Agite e anote as eventuais mudanças observadas. À solução resultante, adicione gotas de

solução de NaOH 6 mol / L, com agitação, até se observar alguma alteração de cor. Adicione novamente, gotas da solução de HCl 6 mol / L, até se observar alguma mudança.

B- Adicione a um tubo de ensaio, 10 gotas de solução de K_2CrO_4 1 mol / L e 4 gotas de solução $BaCl_2$ 1 mol/L, agite, observe e anote as mudanças. A seguir, adicione, sob agitação, gota a gota solução de HCl 6 mol / L e continue observando as mudanças. Quando essas mudanças cessarem, pare essa adição e comece a adicionar solução de NaOH 6 mol / L gota a gota. O observe e anote o que ocorreu. Explique as observações realizadas, utilizando os conceitos de equilíbrio químico e equações químicas apropriadas (procure essas equações na literatura)

Parte 2: Equilíbrio de Precipitação e Formação de Complexos.

Uma das propriedades químicas dos elementos de transição é a sua capacidade de formar complexos. Um complexo pode ser entendido como um composto formado por vários agregados que podem existir independentemente em solução. Trata-se de um átomo central, que é um ácido de Lewis, rodeado por várias bases de Lewis como NH_3 , OH^- , CN^- , $C_2O_4^{2-}$, etc., chamados ligantes. Na figura 4 estão ilustradas algumas estruturas que representam complexos.

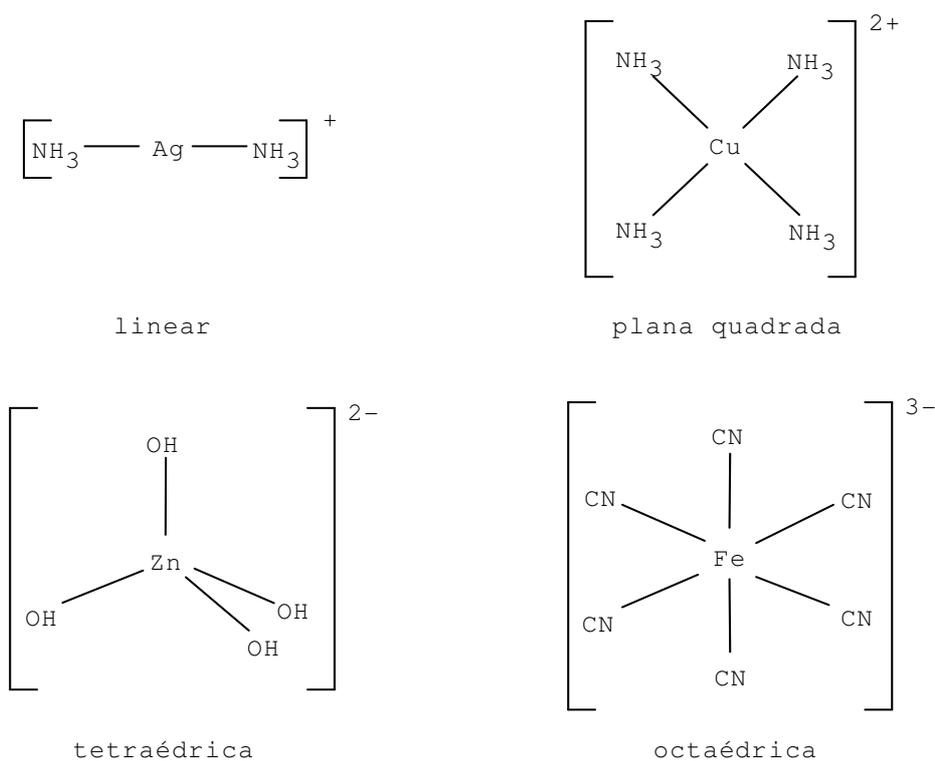


Figura 4: Exemplos de estruturas de complexos

Geralmente, hidróxidos de metais de transição são pouco solúveis em água. Quando se adiciona NaOH a uma solução contendo Zn^{2+} um precipitado branco de hidróxido de zinco é formado. Isso nada mais é que uma reação que ocorre entre um ácido (Zn^{2+}) e uma base (OH^-)

Pelo princípio de Le Chatelier, um aumento da concentração de íons hidróxido deveria favorecer a formação cada vez maior de hidróxido de zinco. **Na prática, seria isso verdadeiro?**

Vamos supor a mesma solução contendo íons Zn^{2+} , o que ocorrerá se a ela adicionarmos uma solução aquosa de amônia (NH_3)? Essa solução aquosa de amônia contém as bases OH^- e NH_3 hidratada. **Nesse caso, qual seria a preferência do íons Zn^{2+} por essas bases?**

Veja que essas mesmas perguntas poderiam ser feitas para uma grande quantidade de íons a serem combinados. Poderíamos combinar uma grande quantidade de bases com uma outra grande quantidade de ácidos. Entretanto, o

estudo de algumas combinações pode ser suficiente para entendermos como esses equilíbrios podem ser explicados.

Experimental

A - Equilíbrio entre íons Cu^{2+} e uma solução aquosa de NH_3 .

- Num tubo de ensaio, coloque 10 gotas de uma solução de Cu^{2+} . Observe e anote seu aspecto. Adicione uma gota de solução de NH_3 6 mol/L. Agite e observe se houve mudança na coloração da solução ou formação de um precipitado. Continue a adição de solução de NH_3 , gota a gota, até observar algo distinto. Anote seus resultados.

Para determinar que espécies presentes na solução de amônia (NH_4^+ , OH^- ou NH_3) são responsáveis pelas mudanças observadas, faça os 3 testes a seguir:

- **NH_4^+** : Num tubo de ensaio contendo 10 gotas de solução de Cu^{2+} , adicione 10 gotas de solução de NH_4Cl , agite, observe e anote .

- **OH^-** : Num tubo de ensaio contendo 10 gotas de solução de Cu^{2+} , adicione 10 gotas de solução de NaOH , agite, observe e anote .

- **NH_3** : Realize este experimento na capela. Coloque alguns cristais de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. Umedeça um pedaço de papel filtro com solução de NH_3 , pendure-o no interior do béquer, evitando que o mesmo toque os cristais. Feche o béquer com vidro de relógio, observe e anote.

B- Equilíbrio entre íons Cu^{2+} e uma solução aquosa de NH_3 .

- Num tubo de ensaio, coloque 10 gotas de uma solução de Zn^{2+} . Observe e anote seu aspecto. Adicione uma gota de solução de NaOH . Agite e observe se houve mudança na coloração da solução ou formação de um precipitado. Continue a adição de solução de NaOH , evitando um grande excesso. Anote as observações, não se esquecendo do número de gotas para cada evento. Agora

adicione solução de HCl 6 mol / L, gota a gota e anote o resultado. Continue adicionando mais HCl.

4.4.3 Mudanças Experimentais Efetuadas

As mudanças propostas para este procedimento experimental se baseiam na redução das quantidades dos reagentes utilizados e, conseqüentemente, na redução do resíduo gerado ao término da aula prática. Esta diminuição é muito importante porque esse experimento produz resíduos contendo íons de Cr^{6+} , Zn^{2+} e Cu^{2+} (metais pesados), bastante tóxicos.

No equilíbrio cromato/dicromato, no roteiro original usavam-se 2 mL das soluções de dicromato de potássio. Uma maior quantidade desse reagente requer a utilização de maiores quantidades de ácido, base e cloreto de bário para a observação de suas ações. Com essa redução inicial do cromato, essas quantidades foram também reduzidas para dez gotas sem prejudicar o objetivo didático do experimento, ou seja, sem comprometer as observações experimentais, o entendimento sobre o tema proposto.

A mesma redução foi proposta para a formação dos hidróxidos e complexos de zinco e cobre, onde foram utilizados 10 gotas das soluções dos respectivos metais ao invés de 2 mL.

4.4.4 Resultados e Discussão

A redução nas quantidades de reagentes foi testada no laboratório no segundo semestre de 2006, paralelamente ao experimento realizado pelos alunos. Por ser uma observação qualitativa, a nova proposta não prejudica o objetivo do experimento e, ainda, reduz o tempo de execução para o mesmo, já que as quantidades de reagentes foram reduzidas a gotas. Os alunos que trabalharam com as modificações efetuadas obtiveram os mesmos resultados dos outros, estes comprovados através da observação das aulas práticas e na análise dos

relatórios. Mesmo em quantidades reduzidas, as reações envolvem cores e são de fácil visualização. Propõe-se realizar estas reações nos tubos de ensaio já que ao longo da experiência adicionam-se mais reagentes para a visualização dos vários fenômenos, o que impossibilita a utilização dos mini tubos de ensaio e a placa A ou a forma de chocolates proposta anteriormente.

A parte 1 do roteiro experimental mostra o equilíbrio cromato/dicromato. Por serem extremamente tóxicos, os mesmos precisam de tratamento adequado. O cromo é um metal pesado que pode formar uma grande variedade de compostos altamente tóxicos. O grau de toxicidade do cromo pode variar conforme seu estado de oxidação. Os compostos de cromo (VI) são mais nocivos que os compostos de cromo (III) (Kalbus,1991).

Os sais de cromo (VI) são, em geral, solúveis no pH biológico, possuindo uma fácil penetração. Por outro lado, os sais de cromo (III) são pouco solúveis, dificultando sua passagem para o interior da célula. Esses compostos são irritantes e corrosivos, e as partes mais atingidas são a pele e o sistema respiratório, podendo causar ulcerações e até perfuração do septo nasal. A intoxicação torna-se mais séria quando há absorção pelo trato intestinal (Bueno, 2003)

O cromo também é tóxico para a vida aquática, dependendo das espécies atingidas, tempo de exposição e fatores ambientais como temperatura, pH, oxigênio dissolvido e dureza. Acumula-se em muitas espécies aquáticas, principalmente nos peixes. Os sintomas de toxicidade visíveis causados às plantas por níveis excessivos de cromo são: a diminuição de crescimento, atrofia no desenvolvimento radicular, enrolamento e descoloração das folhas e em algumas culturas, folhas com manchas vermelho-amarronzadas contendo áreas de necrose. Caso descartes de cromo sejam lançados para o solo e água, o mesmo será absorvido pelas plantas, fazendo com que esse metal seja introduzido na cadeia alimentar(Bueno, 2003).

O cobre é um micro-nutriente essencial aos organismos, mas em alta concentração é tóxico para organismos aquáticos. Trabalhos recentes têm

avaliado o papel da transferência trófica como via de acumulação e toxicidade dos metais, de um modo geral, em animais marinhos (Lima, 2007).

Existem algumas fontes de cobre para o meio ambiente como corrosão de tubulações de latão, resíduos agrícolas, fontes industriais, entre outros. No homem a ingestão de doses extremamente altas pode acarretar irritação e corrosão da mucosa, danos capilares generalizados, problemas hepáticos e renais. A intoxicação por cobre é muito rara (Cetesb, 2007).

A intoxicação por zinco também é muito rara, pois o mesmo precisa ser ingerido em concentrações muito altas. Suas fontes podem ser a incineração de produtos, produções de ferro e aço, processos naturais, consumo de alimentos ácidos ou bebidas acondicionadas em latas com revestimento de zinco (galvanizadas), efluentes, entre outros (Cetesb, 2007).

No Instituto de Química estes metais pesados são precipitados na forma de hidróxidos. O material é filtrado e colocado em estufa. Após a secagem é embalado, rotulado e encaminhado para a Comissão de Segurança e Ética Ambiental do Instituto de Química (Comissão de Segurança e Ética Ambiental, 2007).

Para facilitar o tratamento dos resíduos deste experimento, seria interessante ter como descarte três recipientes contendo um funil com papel de filtro. Um para zinco, cobre e outro para o cromo. Assim o sólido já estaria separado da solução, facilitando os próximos passos para o tratamento adequado destes resíduos.

4.4.5 Referências Bibliográficas

Atkins, P. Jones, L. "Princípios de Química". Trad: Ricardo Bicca de Alencastro. 3ª ed. Ed. Bookman. Porto Alegre, 2006.

Bueno, B.Y.M. Aspectos Cinéticos da Remoção de Cromo (III) por Flotação de Precipitados. Grau: Dissertação de Mestrado, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2003. Disponível em: <http://www.maxwell.lambda.ele.puc-rio.br/cgi->

bin/PRG_0599.EXE/4325_4.PDF?NrOcoSis=9813&CdLinPrg=pt, consultado em 15/05/2007 às 15h.

Cetesb. Companhia de Tecnologia e Saneamento Ambiental. Disponível em: <http://www.cetesb.sp.gov.br>, consultado em 21/05/2007 às 14h.

Comissão de Segurança e Ética Ambiental. Normas para Gerenciamento de Resíduos Químicos. Disponível em: <http://www.iqm.unicamp.br/csea/docs/normas/normasResiduos.pdf>, consultado em 09/11/2007 às 15h.

Kalbus, L.H.; Petrucci, R.H.; Forman, J.E.; Kalbus G.E. Titration of Chromate-Dichromate Mixtures. J. Chem. Educ. 1991, 68, 677-678.

Kotz, J.C.; Treichel Jr., P.; "Chemistry and Chemical Reactivity". 3rd edition; Saunders College Publishing, London, 1996.

Lima, A.F.A.; Bianchini, A. Acumulação e Toxicidade do cobre em Mesodesma mactroides Deshayes. Grau: Dissertação de Mestrado, Fundação Universidade Federal do Rio Grande, Rio Grande, 2007

Rayner-Canham, G.; Overton, T. "Descriptive Inorganic Chemistry". 3rd ed. W.H.Freeman and Company, New York, 2002.

4.5 Experimento: Cinética Química

4.5.1 Conceitos Abordados

A cinética química nos oferece ferramentas para estudar as velocidades das reações químicas em nível macroscópico e atômico. Neste último, a cinética química permite a compreensão da natureza e dos mecanismos das reações. Em nível macroscópico, as informações permitem a modelagem de sistemas complexos, como o corpo humano e a atmosfera, e o entendimento da natureza. O desenvolvimento de catalisadores, substâncias que aceleram as reações químicas, é um estudo muito importante para a indústria química, na solução de muitos problemas e no desenvolvimento de novos combustíveis, remédios, tintas, resinas, e em todos os processos químicos e biológicos (Atkins, 2006).

Cinética das reações químicas é um assunto interessante e importante na ementa curricular de um curso de química. Os objetivos experimentais associados a este assunto remetem a interpretações, hipóteses e previsões que auxiliam o aluno no processo ensino-aprendizagem, objetivos estes, didáticos importantes para alunos ingressantes (Papageorgiou, 1994).

Experimentos que abordam a questão cinética podem ser simples, mas capazes de ilustrar conceitos e fatores básicos necessários neste curso (Cooper, 1998).

O experimento trabalhado é conhecido por reação relógio (clock reaction) aplicado em cursos introdutórios. Ele preza a observação e a formulação de hipóteses, contemplando a cinética, número de oxidação, oxidação e redução (Hanson, 1981).

4.5.2 Roteiro Experimental Proposto

A- Como funciona o sistema químico

A-1. Pegue cinco tubos de ensaio bem lavados, inclusive com água destilada. Adicione a cada um deles, separadamente, 5 gotas das soluções: iodeto de potássio, cloreto de potássio, persulfato de sódio, tiosulfato de sódio e iodo. Observe e anote a cor de cada solução. A cada um delas adicione uma gota de solução de amido e anote as mudanças.

A-2. Combine duas a duas as soluções anteriores, cerca de 5 gotas de cada solução e uma gota de solução de amido. Anote os resultados

A-3. Em tubos de ensaio coloque, separadamente; (a) 10 gotas de solução de iodeto de potássio (b) 10 gotas de iodeto de potássio mais 2 gotas de tiosulfato de sódio (c) 10 gotas de cloreto de potássio. Adicione a cada um 5 gotas de solução de amido. Agora adicione 10 gotas de solução de persulfato de sódio a cada um deles. Anote os resultados.

Qual é o papel do tiosulfato de sódio nesse fenômeno? Verifique seu efeito, colocando 10 gotas deste reagente no tubo (a) contendo o iodeto de potássio e persulfato. Neste ponto tente fazer um resumo de quais são os papéis de cada substância. Mostre seus resultados ao professor com suas observações e com suas hipóteses ou conclusões.

B- Como se faz o estudo do tempo de uma reação

O estudo cinético de uma reação se faz pela determinação da concentração de uma determinada substância da reação química (reagentes ou produtos) em função do tempo. Nesse sentido, a cinética química é uma das áreas que mais dispõe de recursos. No caso específico do sistema químico estudado nesse experimento, o aparecimento ou desaparecimento de uma característica do sistema será usado como ferramenta para se fazer o estudo cinético.

Prepare duas soluções, medindo os volumes cuidadosamente e não se esquecendo de lavar com água destilada os frascos a cada experimento.

Solução 1- Coloque em um tubo de ensaio 2 mL de iodeto de potássio, 1 mL de tiosulfato de sódio e 5 gotas de solução de amido.

Solução 2- No outro tubo de ensaio coloque 2 mL da solução de persulfato de sódio.

Verifique e anote o valor da temperatura ambiente. Adicione a solução 2 à solução 1 e depois retorne o conteúdo ao tubo que continha a solução 2, enquanto marca o tempo a partir do momento da mistura. Fique com um olho no relógio e outro no frasco. Quando algo repentino acontecer, anote o tempo transcorrido.

Repita o experimento e compartilhe os dados com os outros colegas da mesma bancada. O tempo médio neste caso é mais confiável do que um único tempo.

Observação: A cada experimento os tubos de ensaio devem ser lavados com água da torneira e depois com água destilada. Escorra bem os tubos para evitar diluições das soluções.

C - Efeito da concentração

A chamada “lei da ação das massas” sugere que a velocidade de uma reação química varia com a concentração dos reagentes. Para a situação experimental do procedimento B, imagine o que pode ocorrer se for diminuída pela metade a concentração de iodeto, ou de persulfato, ou de tiosulfato. Agora teste essas hipóteses.

Atenção: Só se pode alterar uma concentração por vez.

- Se, por exemplo, for colocado 1 mL de solução de iodeto (ao invés de 2 mL), não altere as outras concentrações. Isto se faz, mantendo-se o volume total da solução final (1 + 2) igual ao do item B. Isso poderia ser feito adicionando-se 1 mL de água à solução 1, em substituição a 1 mL de um dos reagentes, antes de misturá-la à solução 2. Entretanto, a troca de uma solução por água faz diminuir a concentração total de íons na solução final e como este fator é importante, usa-se, nesse caso, 1 mL de uma solução de cloreto de potássio de concentração igual à do iodeto, já que o cloreto não interfere na reação sob estudo.

- Como a solução de tiosulfato é muito diluída, basta substituir o seu volume retirado, por água.

- Para o persulfato deve-se substituir o volume retirado por igual volume de solução de sulfato de sódio.

Nesse procedimento, não se tratam de substituições completas dos reagentes, mas sim da manutenção de volumes, de modo a manter a chamada “força iônica” constante enquanto são diminuídas as concentrações da substância de interesse. Não é necessário que cada grupo estude todas as mudanças de concentração, combine com seus colegas de bancada, cada grupo estuda uma

condição diferente e depois, trocam-se os dados. É importante que cada grupo repita o **seu experimento duas vezes, pelo menos**. Lembre-se que está sendo feito um estudo científico de um evento e é necessário ter confiança nos resultados.

D- Efeito da temperatura

Sabe-se que a temperatura tem influência na velocidade de uma reação. Para verificar como isto funciona, divida essa tarefa com seus companheiros de bancada. Utilize béqueres com água quente ou banho de água e gelo, controle a temperatura da reação. Anote o tempo de reação e a respectiva temperatura. Utilize as condições experimentais do item B. Compartilhe os dados com seus colegas. Observe que as temperaturas dos reagentes devem ser iguais, portanto pense na estratégia de trabalho para garantir esta condição.

Resultados e Discussão: Discuta os resultados da parte A, justificando suas observações a partir dos dados experimentais. Discuta os resultados obtidos no item B, em função das observações anteriores. Mostre claramente seu raciocínio, mostre os dados obtidos de maneira clara objetiva. Discuta o efeito da concentração de cada um dos reagentes na velocidade da reação, construa tabelas com os dados e mostre seu raciocínio com base nos números obtidos. Discuta quantitativamente o efeito da temperatura na velocidade da reação. Construa os seguintes gráficos: tempo versus temperatura em °C, inverso do tempo versus temperatura em °C e $\ln(\text{tempo})$ versus o inverso da temperatura em K. Comente os resultados.

4.5.3 Mudanças Experimentais Efetuadas

Este experimento permite estudar aspectos cinéticos quantitativos que envolvem reações de oxidação e redução da reação entre iodeto e persulfato. Para as análises e conclusões a respeito do experimento, observam-se

inicialmente as combinações possíveis de soluções de iodeto de potássio (KI), cloreto de potássio (KCl), persulfato de sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$), tiosulfato de sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) e solução de iodo (I_2), em presença de amido. Posteriormente estudam a influência da concentração e da temperatura na rapidez da reação.

Na parte A do roteiro original utilizava-se um volume de 5 mL das soluções citadas. Na nova proposta um volume de 10 gotas são suficientes para a obtenção dos mesmos resultados e conclusões sobre o experimento. Na parte B do experimento era utilizado um volume de 20 mL das soluções para o estudo cinético e o mesmo resultado foi obtido utilizando-se apenas 2 mL das soluções.

Desta maneira, obteve-se uma redução dos resíduos e gastos com reagentes, cerca de oito vezes em relação ao roteiro que se aplica normalmente para esse experimento.

Em relação à vidraria, a principal mudança é a utilização de tubos de ensaio no lugar de erlenmeyer. Há que se acrescentar que o uso de tubos de diâmetro de 2 cm, ao invés de se utilizar os tubos com 1 cm de diâmetro, favorece a homogeneização das várias misturas e a respectiva limpeza exige um volume menor de água na lavagem.

4.5.4 Resultados e Discussão

As propostas aqui sugeridas foram testadas com os alunos de Química Geral Experimental (QG-107) no primeiro semestre de 2007, e os resultados obtidos foram os mesmos dos alunos observados nas aulas práticas nos dois semestres anteriormente acompanhados.

Em relação ao roteiro original, portanto, as quantidades de reagentes foram reduzidas para atender ao objetivo deste projeto. As reduções dos volumes foram da ordem de 8 vezes em relação ao roteiro inicial. Em um laboratório de ensino esta redução reflete imediatamente no gasto com reagentes e na redução de resíduos ao término das aulas, já que, ao longo do ano, cerca de quinhentas vezes esse procedimento é repetido.

4.5.5 Referências Bibliográficas

Atkins, P. Jones, L. "Princípios de Química". Trad: Ricardo Bicca de Alencastro. 3ª ed. Ed. Bookman. Porto Alegre, 2006.

Cooper, C.L.; Koubek, E. A Kinetics Experiment to Demonstrate the Role of a Catalyst in a Chemical Reaction. J. Chem Educ. 1998, 75, 87-89.

Creary, X.; Morris, K. A New Twist on the Iodine Clock Reaction: Determining the Order of a Reaction. J. Chem. Educ. 1999, 76, 530-531.

Hanson, A.L. "Scientific Method" Through Laboratory Experience. J. Chem. Educ. 1981, 58, 434-435.

Papageorgiou, G.; Ouzounis, K.; Xenos, J. Kinetics of Chemical Reactions. J. Chem. Educ. 1994, 71, 647-650.

5. Conclusão

Cerca de doze experimentos da disciplina de Química Geral Experimental (QG-102) foram investigados, além do acompanhamento do trabalho de várias turmas durante dois semestres, para se verificar possíveis modificações em roteiros e atitudes, de modo a contribuir para a diminuição de custos e riscos pessoais e ambientais e também na geração de menor quantidade de resíduos. Ao final desse trabalho o que se pode concluir é:

Foram possíveis modificações em cinco experimentos avaliados, sem comprometer os objetivos pedagógicos dos mesmos.

A estratégia preferida para a redução de resíduos gerados foi a diminuição na quantidade de reagentes utilizados nos experimentos. Os resultados mostram que essa estratégia foi muito eficiente. Em alguns experimentos a redução de reagentes, e conseqüentemente dos resíduos, chegou a até 20 vezes em relação ao procedimento originalmente aplicado.

O desenvolvimento da placa de acrílico com os mini tubos de ensaio possibilitou a realização das reações em micro escala. Quando usa-se esse dispositivo, há economia de reagentes e diminuição de resíduos, associando-se a uma drástica redução de detergente, água comum e também água destilada. Como exemplo, na lavagem de seis tubos de ensaio, lavados dois a dois, um aluno gasta cerca de 1300 mL de água. Para a lavagem de seis mini tubos foram gastos 400 mL, tomando-se o mesmo procedimento: a lavagem foi feita na pia do laboratório e a torneira fechada ao limpar os tubos com o sepilho e detergente. Ressalte-se que o fechamento da torneira não é um procedimento rotineiramente aplicado pelos alunos ou salientado pelo professor. O uso dos mini tubos e um procedimento de lavagem realizado de uma só vez, em batelada, podem significar reduções de até dez vezes no consumo de água e detergente. É para se pensar!

A proteção de silicone adaptada a termômetros de líquidos mostrou-se adequada e pode ser eficiente na diminuição de quebras desses dispositivos. Embora avaliada, ela não foi efetivamente utilizada para avaliação de sua eficiência.

Os experimentos em escala reduzida, utilizando materiais alternativos e quantidades menores de reagentes, embora não tenham sido adequadamente investigados do ponto de vista científico, despertaram a curiosidade dos alunos quanto ao seu propósito. Através de opiniões coletadas junto aos alunos, percebeu-se que a redução de escala prende mais a atenção do aluno, já que o procedimento envolve muitas operações mais “delicadas”.

A redução de escala mostrou-se muito eficiente, também, na redução do tempo de execução dos experimentos. Muitas vezes, a redução ocorre em procedimentos com medidas por gotas. Como é preciso contar essas gotas, o procedimento fica facilitado. Num único experimento, só para citar como exemplo, a adição de 1 mL (cerca de 20 gotas) pode ser reduzida, em vários momentos a 1 gota. A redução do tempo de execução da parte experimental possibilita o uso de

maior tempo no tratamento dos dados, resolução de possíveis dúvidas na confecção do relatório e uma maior reflexão sobre os dados e informações experimentais.

Verificou-se que lembretes de última hora, feitos no momento anterior ao trabalho experimental, não são anotados por muitos alunos, o que pode acarretar em erros e discrepâncias em relação ao procedimento pretendido.

Uma indicação de descarte dos resíduos também se faz necessário em cada roteiro, pois a maioria dos alunos não tem noção do que é feito com os resíduos gerados em uma aula de laboratório. Diante destes fatos, percebe-se a importância do roteiro experimental.

O professor deve deixar bem claro, no seu contato diário com seu aluno, qual é o papel e o objetivo dessas disciplinas na formação do estudante, já que esse é recém ingresso e não percebe claramente isso. (Impressões colhidas no contato com os alunos, mas que não foram objetos desse trabalho).

A Química Verde propõe doze tópicos a serem seguidos para que o desenvolvimento da química esteja de acordo com um desenvolvimento sustentável. As modificações propostas neste trabalho contemplam sete itens, sendo eles: Prevenção na produção de resíduos (não gerar resíduos é melhor do que tratá-los), Preocupação com o rendimento (incorporação de todos os materiais de partida no produto final), Síntese de produtos menos perigosos, Utilização de solventes e condições de reações seguras, Busca pela eficiência de energia, Análise em tempo real para a prevenção da poluição e minimização do risco potencial de acidentes.

Gerais

A disciplina QG-102, e suas correlatas, ministrada no Instituto de Química atende anualmente cerca de mil alunos. É importante que esses alunos tenham

contato com procedimentos experimentais que se preocupam com a quantidade de reagentes utilizados, pois isso acarreta em custos elevados para a Universidade e colabora para um ambiente menos ou mais insalubre. Além disso, a utilização de grandes quantidades de reagentes produz um volume grande de resíduos ao final dos experimentos, que precisam ser tratados ou armazenados de acordo com a legislação vigente. Mais fácil e barato do que tratar resíduos é não gerá-los, como propõe a química verde. (Lenardão,2003)

Os alunos se orientam pelos roteiros experimentais que possuem um formato e uma seqüência e, muitas vezes, abordam mais do que um conceito químico. Cabe ao professor direcionar o aprendizado para atingir o objetivo do experimento. Assim, a preocupação com o manuseio dos materiais e equipamentos, com a quantidade de reagente utilizada, com a quantidade de resíduo produzido, com a qualidade da aprendizagem, é muito importante, visto que os alunos estão atentos e aprendendo tudo que lhes for passado. (Collins)

O roteiro experimental deve ser claro no que se espera do aluno e bem escrito, já que este é o registro da aula que o aluno seguirá. Isso, no entanto, não quer dizer que o mesmo deva ser um livro de receitas, muito pelo contrário, ele deve estimular a criatividade do aluno e deve, na medida do possível, remetê-lo à literatura mais específica que se encontra disponível. Há uma certa crença de que a utilização de roteiros experimentais detalhados para alunos ingressantes é garantia de sucesso na realização dos experimentos (Monteyne, 2004), mas o que pudemos verificar é que isso não é sempre verdadeiro, já que em um laboratório de ensino muitas são as variáveis “independentes”.

Um roteiro experimental é um documento muito importante, pois é nele que o aluno deve se orientar para executar seu trabalho experimental. No entanto, o desejável é que informações adicionais sejam exigidas desse aluno na execução de sua tarefa. Para isso ele deve ser estimulado a ir à literatura freqüentemente.

Há que se lembrar que, com o intuito de integrar o trabalho dos professores, técnicos e funcionários do Instituto, a Comissão de Segurança e Ética Ambiental do Instituto de Química ministra um curso de “Gerenciamento de Resíduos Químicos”, visando à reciclagem e a atualização das informações necessárias

para o adequado tratamento dos resíduos gerados (Comissão de Segurança, 2006).

As propostas, aqui sugeridas, nos remete a reforçar o papel do educador, no caso o professor da disciplina, nas modificações e alterações na maneira de trabalhar e como elas podem contribuir com os ideais de toda instituição de ensino, privada ou pública, para a manutenção ou melhora da qualidade de ensino, associada à redução de custos financeiros e operacionais dentro da própria instituição. Dessa forma, vemos a necessidade da adequação dos experimentos de acordo com os resultados desse trabalho, em relação aos interesses das disciplinas experimentais introdutórias, entendendo que essa deve ser uma preocupação de todos os envolvidos. Essa mudança de atitude pode levar à formação de um futuro profissional muito mais atento ao seu papel na sociedade e um melhor desempenho de suas atividades.

Esse tipo de intervenção feita nos roteiros experimentais aplicados aos alunos da disciplina estudada pode ser feita em qualquer roteiro experimental de qualquer disciplina, desde que estas alterações não modifiquem os objetivos pedagógicos do experimento e estejam de acordo com as necessidades dos envolvidos na prática experimental (laboratório de ensino). Essas modificações devem levar em conta, também, a disposição e/ou possibilidade de tratamento dos resíduos produzidos, os recursos da instituição e a possibilidade de adequação de materiais para alcançar os objetivos desejados, que no caso deste trabalho, é a redução de resíduos e custos.

Muitas disciplinas semelhantes a essa são desenvolvidas no país. O que esperamos, é que esta proposta possa ser aplicada e aproveitada no IQ e servir de estímulo para outras instituições. Somente assim, entendemos o papel desse trabalho.

Os benefícios a serem atingidos com a adoção de procedimentos semelhantes aos aqui sugeridos, atendem muitos setores, inclusive o corpo discente que inicia seu contato com um ambiente acadêmico com ideais muito próximos aos interesses de grandes, médias ou pequenas empresas onde futuramente muitos deles trabalharão.

6. Referências Bibliográficas

Ahmad, J. Turbulent Motion in Ethyl Acetate-Water System. *J. Chem. Educ.* 2000, 77, 1182.

Anastas, P.T.; Warner, J.C. "Green Chemistry: Theory and Practice". Oxford University Press, Oxford, 1998.

Arnáiz, F.J., Pedrosa, M.R. Microscale Transformations of Some Lead Compounds: A Cycle for Minimizing the Production of Wastes. *J. Chem. Educ.* 1999, 76, 1687-1688.

Cacciatore, K.L.; Sevian, H. Teaching Lab Report Writing through Inquiry: A Green Chemistry Stoichiometry Experiment for General Chemistry. *J. Chem. Educ.* 2006, 83, 1039-1041.

Collins, T. Introducing Green Chemistry in Teaching and Research. *J. Chem. Educ.* 1995, 72, 965-966.

Creary, X. Morris, M.K. A New Twist on the Iodine Clock Reaction: Determining the Order of a Reaction. *J. Chem. Educ.* 1999, 76, 530-531.

Francisco, M.H. Vídeos Experimentais para o Ensino de Química. Grau: Mestrado. Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2006.

Galiazzi, M.C.; Gonçalves, F.P. A natureza pedagógica da experimentação: uma pesquisa na licenciatura em química. *Quím. Nova.* 2004, 27, 326-331.

Hjeresen, D.L.; Schutt, D.L.; Boese, J.M. Green Chemistry and Education. *J. Chem. Educ.* 2000, 77, 1543.

Hudson, J. "The History of Chemistry". Macmillan Press, London, 1992.

Johnson, K.A. Deese, W.C. A Simple Method for Demonstrating Enzyme Kinetics Using Catalase from Beef Liver Extract. *J. Chem. Educ.* 2000, 77, 1451-1452.

Jungstedt, L.O.C. "Direito Ambiental – Legislação". 2 ed. Thex Editora Ltda, Rio de Janeiro, 2002.

Lena, Denise de Cássia. Histórico da disciplinas de QG [mensagem pessoal]. Mensagem recebida por < dac_deny@unicamp.br > em 21 de setembro de 2006.

Lenardão, E.J. Green Chemistry – Os 12 Princípios da Química Verde e sua Inserção nas Atividades de Ensino e Pesquisa. *Quím. Nova*. 2003, 26, 123-129.

Luz Júnior, G.E.; Sousa, S.A.A.; Moita, G.C.; Moita Neto, J.M. Química Geral Experimental: uma nova abordagem didática. *Quím. Nova*. 2004, 27, 164-168.

Mahamulkar, B.G.; Dhavale, D.D. ; Kelkar, S.L. Organic Chemistry in Capillaries. *J. Chem. Educ.* 2000, 77, 387-388.

Micaroni, R.C.C.M. Gestão de Resíduos em Laboratórios do Instituto de Química da UNICAMP. Grau: Mestrado. Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2002.

Montana, A.M. Grima, P.M. Effective, Safe, and Inexpensive Microescale Ultrasonic Setup for Teaching and Research Laboratories. *J. Chem. Educ.* 2000, 77, 754-756.

Montes, L.D.; Rockley, M.G. Teacher Perceptions in the Selection of Experiments. *J. Chem. Educ.* 2002, 79, 244-247.

Monteyne, K.; Cracolice, M.S. What's wrong with cookbooks? *J. Chem. Educ.* 2004, 81, 1559-1560.

Moore, F.J. "A History of Chemistry". Third Edition. New York and London, 1939, p. 1-103.

Nash, J.J.; Meyer, J.A.R.; Nurrenbern, S.C. Waste Treatment in the Undergraduate Laboratory: Let the Students do it! *J. Chem. Educ.* 1996, 73, 1183-1185.

Oliveira, J. "Constituição da República Federativa do Brasil: Promulgada em 5 de outubro de 1988". Saraiva, São Paulo, 1988.

Partington, J.R. "A Short History of Chemistry". Macmillan Press, London, 1951, p. 1-11.

Prado, A.G.S. Química Verde, os Desafios da Química do Novo Milênio. *Quím. Nova*. 2003, 26, 738-744.

Santos Filho, P.F. Uma Disciplina Teórica de Química para os Alunos Ingressantes no Curso de Graduação em Química. *Quím. Nova.* 2000, 23, 699-702.

Silva, F.M.; Lacerda, P.S.B.; Jones Junior, J. Desenvolvimento Sustentável e Química Verde. *Quím. Nova.* 2005, 28, 103-110.

Singh, M.M.; Szafran, Z.; Pike, R.M. Microscale Chemistry and Green Chemistry: Complementary Pedagogies. *J. Chem. Educ.* 1999, 76, 1684-1685.

Szabadváry, F. "History of Analytical Chemistry". Pergamon Press, London, 1966, p. 1-10.

Terra, J. Histórico, Usos Oficiais e Avaliação da Redução da Escala da Análise Volumétrica para Fins Didáticos. Grau: Mestrado. Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2004.

Apêndice 1

Sugestão de Equipamentos Alternativos Visando a Redução de Custos

1. Criação de um equipamento alternativo: Ferro elétrico como chapa de aquecimento?

Muitos roteiros experimentais exigem, em alguma etapa, a utilização de aquecimento. Alguns deles sem necessidade de agitação magnética, como é o caso de experimentos de Química Geral Experimental (QG-102), que foram objetos de observação e mudanças nesse trabalho.

O experimento de oxidação e redução entre íons e metais, por exemplo, apresenta algumas reações lentas à temperatura ambiente e que necessitam de aquecimento em torno de 60 °C. O roteiro sugere o aquecimento, em banho-maria, para acelerar esse processo. O experimento de preparação do tris-oxalato de ferro III de potássio tri-hidratado, também faz uso de aquecimento na síntese e também na purificação do composto por recristalização.

Raros são os aquecimentos efetuados no laboratório de química geral, que fazem uso de gás. Nos laboratórios de pesquisa, então, esse procedimento está, praticamente, abolido no IQ.

Tendo em vista o custo relativamente elevado de uma chapa de aquecimento, podendo chegar a até três mil reais dependendo do modelo, estudou-se a possibilidade da utilização de um ferro elétrico doméstico convencional, para substituir a chapa de aquecimento.

Construiu-se na marcenaria do Instituto de Química da UNICAMP, um suporte de madeira para um ferro elétrico, que permite seu uso como chapa de aquecimento. As figuras 5 e mostram fotografias do conjunto, ferro elétrico e suporte.



Figura 5: Ferro Elétrico adaptado como Chapa de Aquecimento.

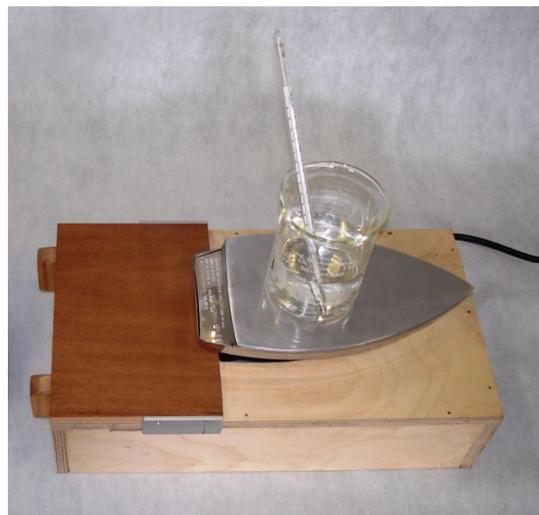


Figura 6: Ferro elétrico adaptado como chapa de aquecimento visto de cima.

O desempenho deste dispositivo, quanto ao aquecimento foi realizado aquecendo-se 200 mL de água em um béquer de 400 mL, comparando-o ao de uma chapa de aquecimento convencional (900 W e 230 V, Black&Decker) e os resultados indicam que este dispositivo pode substituir a chapa, para aquecimento de soluções até à temperatura de 90 °C.

As chapas de aquecimento possuem seleções de temperaturas que variam entre 100 e 350 °C. A seleção de temperatura na chapa de aquecimento convencional não corresponde à medida real de temperatura de soluções nela aquecida. Para que a água, por exemplo, entre em ebulição, a temperatura selecionada precisa ser superior a 300 °C. Se o volume de água for bem elevado, algo como 1 litro, algumas chapas de menor potência, como a aqui usada como comparação, não conseguem, inclusive, levar a água à ebulição.

Como se vê, o leque de informações é muito elevado quando se deseja efetuar algum aquecimento. Dessa forma, estudos comparativos podem ser realizados de muitas formas diferentes, dependendo do que se deseja saber. Aqui adotamos comparar o ferro com uma chapa das mais simples e de baixa potência, também a de menor custo, já que o objetivo era desenvolver um dispositivo de preço acessível.

Isso se justifica pelo fato de que o uso de aquecimento com gás tem sido uma prática em desuso em laboratórios de ensino em muitas instituições, devido aos constantes vazamentos e princípios de incêndio a que estão sujeitos e os acidentes pessoais.

Tabela 5: Temperatura máxima atingida pelo aquecimento da água na chapa de aquecimento convencional.

Temperatura selecionada na chapa de aquecimento /°C	Temperatura atingida pela água /°C
100	54,0
150	64,0
200	85,0
250	91,0
300	97,5
350	97,5

No ferro elétrico utilizado, as escalas de seleções de temperaturas são diferentes. Ali, não há referências às temperaturas e a escala aparece como: 1, 2, 3, lã, algodão e linho, o que significa ir de uma temperatura mais baixa (1) até a mais elevada (linho).

A tabela 6 mostra os valores máximos de temperatura alcançados pela água para as diferentes seleções de temperatura.

Tabela 6: Temperatura máxima atingida pela água aquecida no ferro elétrico adaptado.

Temperatura Seleccionada no Ferro Elétrico /°C	Temperatura Atingida pela Água /°C
1	74,0
2	73,0
3	72,0
Lã	82,0
Algodão	88,0
Linho	91,0

As figuras 7 e 8 mostram a variação da temperatura da água em função do tempo de aquecimento, para as diversas seleções de temperatura. As temperaturas máximas nos diversos aquecimentos, para os dois dispositivos, se mantêm estáveis em ± 3 °C por cerca de uma hora seguida.

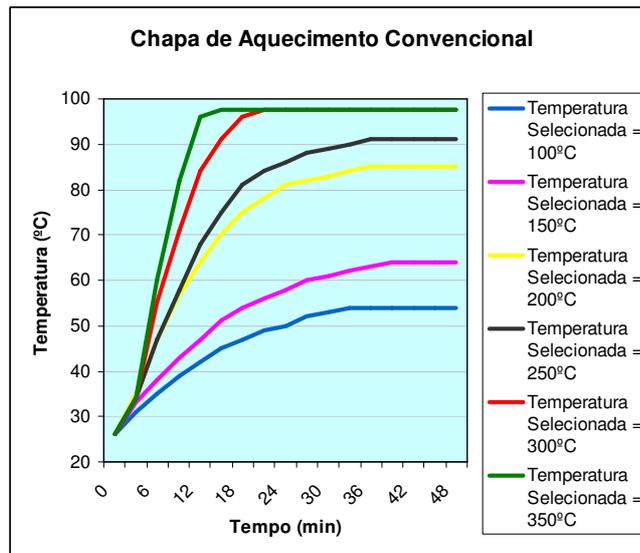


Figura 7: Curvas de aquecimento da água, em temperaturas variadas selecionadas na chapa de aquecimento convencional.

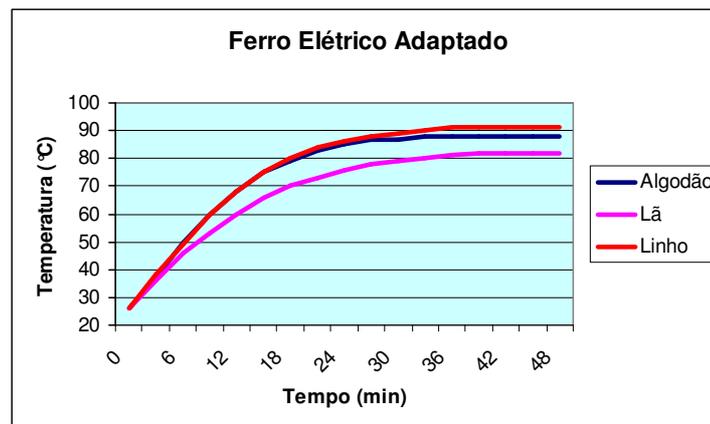


Figura 8: Curvas de aquecimento da água, em diferentes seleções de temperatura (lã, algodão e linho) no ferro elétrico adaptado.

A grande vantagem da utilização deste novo dispositivo está no custo: inferior ao de uma chapa de aquecimento convencional. Como dito anteriormente, o objetivo foi possibilitar que instituições de ensino que não disponibilizam de capital suficiente para a aquisição de muitas chapas e que desejem eliminar o aquecimento por gases, possam fazer uso de um substituto mais barato.

No mercado, a chapa convencional utilizada é vendida por cerca de R\$ 500,00 (preço avaliado no 2º semestre de 2005. Fonte: Merse), enquanto a nova proposta utilizando um ferro elétrico teve um custo de 10% deste valor, R\$ 50,00 (Preço avaliado no 2º semestre de 2005. Fonte: Lojas Americanas).

2. Proteção de Silicone para Termômetros

Outro dispositivo, objeto de observação neste projeto, foi o termômetro de dilatação térmica. Esse instrumento é muito empregado nos laboratórios, principalmente no controle da temperatura de banhos no aquecimento de sistemas reacionais, muito raramente para medidas diretas do sistema reacional.

Estes modelos de termômetros são frágeis mecanicamente, pois são construídos com um vidro muito fino, principalmente o seu bulbo, para ter resposta mais rápida. O índice de quebra dos mesmos durante as aulas de Química Geral é alto. Para se ter uma idéia, no segundo semestre de 2006, foram quebrados vinte e dois termômetros no laboratório de ensino de Química Geral.

As conseqüências de quebras de termômetros de mercúrio incluem: risco de acidentes pessoais com cortes, exposição ao vapor de mercúrio derramado e não recolhido, contaminação ambiental e laboratorial (Foster, 2005), já que o mercúrio espalhado pode depositar-se em frestas, ralos, ranhuras, canaletas, superfícies porosas, constituindo-se um foco permanente de poluição (Carreira, 2004). Além desses problemas, a reposição destes termômetros gera um custo adicional para a instituição, na medida em que sua reposição requer investimentos contínuos e urgentes.

Em vista desses fatos, e devido ao alto custo de termômetros digitais, desenvolveu-se uma estratégia que permite diminuir a quebra de termômetros de mercúrio e álcool. Essa proteção foi confeccionada com um pequeno tubo de mangueira de silicone com diâmetro interno similar ao diâmetro do termômetro. O termômetro foi introduzido nesse pequeno tubo, como mostra a figura 9, e três pequenas janelas foram abertas no sentido longitudinal do tubo, de modo a

permitir um melhor contato térmico do bulbo do termômetro com o meio onde se quer medir a temperatura.

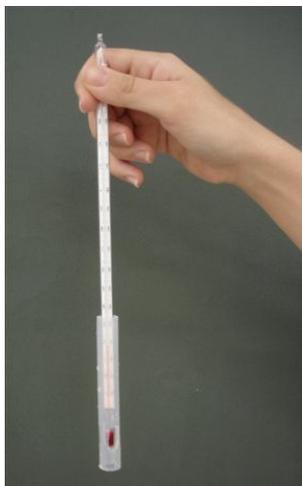


Figura 9: Proteção de silicone para termômetros.

A proteção se mostrou altamente eficiente no controle de quebras, entretanto a eficiência de medida de temperatura também foi verificada. Para tal, seguiu-se a temperatura no aquecimento de 200 mL de água em um béquer, utilizando-se uma chapa de aquecimento (Fisatom, modelo 503, 1000 W) numa temperatura selecionada em 300 °C. A figura 10 mostra o arranjo experimental utilizado.



Figura 10: Aquecimento da água para medidas de temperaturas utilizando um termômetro sem proteção e outro com proteção de silicone.

Nesse procedimento foram utilizados dois termômetros (Mercúrio, Sensibilidade 1°C), um deles sem a proteção e o outro com a devida proteção. Há que se ressaltar que, antes desse experimento, os dois termômetros foram testados em um aquecimento semelhante, porém sem proteção, e os resultados mostraram respostas idênticas.

Tabela 7: Medidas de temperaturas da água utilizando termômetros com e sem proteção.

Tempo / min	Temperatura, sem proteção / °C	Temperatura, com proteção / °C
0	26,0	26,0
3	38,0	38,0
6	55,0	55,0
9	70,0	69,0
12	84,0	83,0
15	90,0	89,0
18	95,0	94,0
21	96,5	96,0
24	96,5	96,5
27	96,5	96,5
30	96,5	96,5

Pequenas e insignificantes diferenças de temperatura ocorrem entre 70 e 95 °C, sendo que a proteção retarda o equilíbrio térmico banho-termômetro. Considerando a sensibilidade dos termômetros utilizados (1 °C), o os propósitos da proteção utilizada, essas diferenças não seriam significativas.

Entretanto o uso dessa proteção deve ser explicado aos alunos, para que não pensem que todos os termômetros possuem tal proteção, e nos casos onde ela não é usada os cuidados devem ser redobrados. Pode parecer exagerado esse comentário, no entanto o conhecimento dos alunos ingressantes, em relação a termômetros é tão pequeno que, muito frequentemente, vêem-se alunos agitando termômetros comuns como se fossem termômetros clínicos.

Uma proposta interessante, como tem sido feito ultimamente nos roteiros de QG-102, seria colocar em negrito, no roteiro experimental, uma questão sobre esta proteção de silicone, para que os alunos pensem no motivo de seu uso.

É importante ter conhecimento da reatividade da borracha de silicone com potenciais sistemas químicos onde essa proteção poderá estar sendo usada. Mangueiras de silicone são resistentes a temperaturas de até 300 °C, são estáveis a até - 60°C, possui boa resistência química a ácidos, bases, é anti-aderente, possui baixa deformação permanente e alta resistência mecânica (TRVWeb, 2007).

Alguns fatores devem ser levados em conta quando se opta pela eliminação dos termômetros de mercúrio dos laboratórios de ensino: custo, segurança, temperatura máxima medida, precisão, tempo de resposta, inércia química a ambientes reacionais e facilidade de utilização pelos estudantes (Everett, 1997).

A reposição dos termômetros de mercúrio quebrados ou danificados nos laboratórios de ensino pode ser feita substituindo-se por termômetros de álcool ou termômetros digitais. Utilizando-se termômetros de álcool elimina-se o problema da insalubridade do mercúrio, mas mantêm-se os outros fatores, com certo prejuízo na exatidão. O termômetro digital, mesmo sendo um equipamento mais caro, possibilitaria aos alunos o contato com um equipamento de fácil manuseio e leitura, com sensibilidade adequada e menos perturbação térmica do sistema sob medida (Nezlin, 2001). No entanto, esses termômetros são mais caros, podem sofrer ataques químicos com mais facilidade (são encapsulados em metal) e com certa frequência necessitam calibração (Everett, 1997). Seu sistema de medida se baseia em princípios que podem ser explorados em eletroquímica, ao contrário dos termômetros de líquidos que podem ser explorados em outras áreas da termodinâmica, quando conveniente (Atkinson, 1998).

Referências Bibliográficas

Atkinson, G.F. The Thermometer as a Simple Instrument. J. Chem. Educ. 1998, 75, 849-850.

Everett, T. S. Eliminating Mercury Thermometers from the Lab. J. Chem. Educ. 1997, 74, 1204.

Foster, B. Mercury Thermometer Replacements in Chemistry Laboratories. J. Chem. Educ. 2005, 82, 269-270.

Nezlin, A. Na Alternative to Mercury Thermometers. J. Chem. Educ. 2001, 78, 342.

Carreira, W.; Bezerra, I.L. Manuseio de Mercúrio: Implicações na Saúde, Segurança e Responsabilidade Social nos Laboratórios de Metrologia. 2004. Trabalho apresentado no ENQUALAB (Encontro para a Qualidade de Laboratórios, realizado dias 1 a 3 de Junho de 2004, São Paulo, Brasil). Disponível em <http://www.grupocalibracao.com/downloads-files/manuseiodemercurio.pdf>, consultado em 14/09/2007.

TRVWeb, Hipper Química. Disponível em <http://www.hipperquimica.com.br>, consultado em 19/06/2007.

Apêndice 2

Roteiros Experimentais Apresentados aos Alunos Observados Durante o 2º Semestre de 2005 e 1º Semestre de 2006.

1. Experimento: Medidas de pH e Solução-Tampão.

Introdução:

Uma maneira prática de se expressar a quantidade de íons hidrogênio em solução é em termos de *pH*. **Qual é a definição de *pH*?**

A água é fracamente ionizada de acordo com o equilíbrio:



ou simplesmente $\text{H}_2\text{O}_{(l)} = \text{H}^+_{(aq)} + \text{OH}^-_{(aq)}$ (1)

A este equilíbrio associa-se uma constante conhecida por K_w :

$$K_w = [\text{H}^+] \times [\text{OH}^-] \quad (2)$$

Como toda constante de equilíbrio, K_w depende da temperatura.

Busque na literatura o valor de K_w a 25°C. **K_w tem unidade?**

Quais as concentrações de H^+ e OH^- da água nesta temperatura? Qual o pH da água nesta temperatura? E o valor de pOH?

Considera-se uma solução ácida se $[\text{H}^+] > [\text{OH}^-]$ e $\text{pH} < 7$.

Uma solução alcalina tem $\text{pH} > 7$, pois $[\text{H}^+] < [\text{OH}^-]$.

O que dizer de uma solução neutra com relação às concentrações destes íons e os valores de pH?

Valores de *pH* podem ser determinados de várias formas, usando reagentes ou equipamentos. A precisão das medidas é diferente e a escolha da forma de determinação do pH deve levar em conta os objetivos da medida.

Reagentes que indicam o valor do pH de uma solução são chamados indicadores de pH. Alguns indicam apenas largas faixas de pH e por isso são chamados de indicadores ácido/base. Outros reagentes permitem diferenciar

faixas mais estreitas de pH são chamados de indicadores de pH. Estes reagentes podem ser naturais ou sintéticos.

Indicadores naturais ácido-base ou de pH muito comuns são as antocianinas, que são corantes naturais que conferem coloração de vermelho a azul a diversos vegetais e mudam de cor com o pH. Algumas fontes são: uva, jabuticaba, açaí, amora e repolho roxo. (Curiosidade: beterraba NÃO contém antocianina)

Estes indicadores podem ser usados diretamente na forma de soluções que mudam de cor quando misturadas com soluções de diversos pHs. Neste caso, são usadas soluções indicadoras de pH. Outra opção é usar os indicadores impregnados em suportes como papel e, neste caso, tiras de papel podem ter sua cor modificada quando em contato com soluções de diferentes pHs. Este é o princípio dos papéis indicadores de pH.

Outra forma de medir o pH é usando instrumentos eletrônicos cujo princípio de funcionamento é baseado numa cela eletroquímica. Eletrodos de vidro combinado, associados a um potenciômetro formam o que comumente se conhece por pHmetros, que são equipamentos comerciais que servem para medidas de pH.

Neste experimento, todas estas formas de medidas de pH serão testadas.

Parte 1: Medidas de pH

A – Obtenção de solução de antocianinas.

Num béquer de 250 mL Coloque cerca de 100 g de uma mistura de água com cascas de uva (ou outra fonte de antocianina disponível) na proporção 3:1 e aqueça até no máximo 60 °C por cerca de 15 minutos. Deixe esfriar e filtre. A solução obtida é um extrato de antocianina que, embora ainda contenha outros compostos, funciona adequadamente como indicador de pH. Deixe o papel de filtro utilizado secar e reserve para outros testes.

B - Determinação de valores de pH utilizando indicadores em solução

Numere 9 tubos de ensaio de 3 a 11 e adicione a cada um deles, individualmente, 5 mL das respectivas soluções de valores de pH correspondentes. A seguir, adicione 3 gotas da solução de indicador. Este procedimento deve ser feito com os indicadores A, B, C e a solução de antocianina. Organize os resultados obtidos em uma tabela.

Reserve a escala de cores obtida com o extrato de antocianinas para ser usada na continuação do experimento.

C - Determinação de valores de pH utilizando papel indicador

Recorte em quadrados de 1 cm o papel de filtro utilizado na filtração do extrato de antocianina.

Utilizando uma pinça, coloque pedaços dos papéis indicadores disponíveis e do papel da filtração das antocianinas sobre um vidro de relógio grande. Goteje cada solução de pH conhecido num pedaço do papel indicador e observe sua coloração. Organize os resultados obtidos em uma tabela.

D - Determinação de valores de pH utilizando um instrumento:

Verifique o funcionamento de um pHmetro que é um instrumento que precisa ser calibrado antes de ser usado. Acompanhe a calibração que será demonstrada no laboratório. Para isto são usadas soluções tampão de pH com conhecido.

Em béqueres de 50 mL, adicione cerca de 20 mL das soluções disponíveis no laboratório e realize a medida de pH no pHmetro que já terá sido calibrado pelo pessoal técnico. Lembre-se que o usuário só deve usar o pHmetro calibrado e isso deve ser feito freqüentemente.

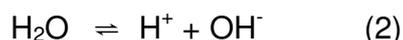
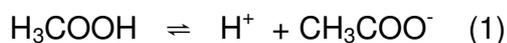
E – Comparação de medidas de pH

Determine o pH das soluções testadas no item D usando os indicadores testados anteriormente. Compare os resultados e discuta.

Parte 2: Avaliação da capacidade tamponante de soluções-tampão.

O que é solução tampão?

No tampão acetato / ácido acético, há os seguintes equilíbrios em meio aquoso:



Se a este tampão for adicionada uma pequena quantidade de ácido, **o que ocorre com o sistema representado pelas equações acima?** De modo semelhante, se uma pequena quantidade de íons OH^- (base) for adicionada, **o que ocorre? Nestes casos, os valores de pH sofrem mudanças significativas ou não?** O valor do pH desta solução tampão é dado, simplificada, pela equação de Henderson-Hasselbach, onde C representa a concentração analítica, dada em mol/L:

$$\text{pH} = \text{pK}_a + \log \frac{C_{\text{sal}}}{C_{\text{ácido}}} \quad (3)$$

A equação 3 indica que é possível preparar tampões com diferentes valores de pH pela adequada escolha do ácido e seu sal e pelos respectivos valores de suas concentrações. **Aumentado a concentração do sal em relação à do ácido no tampão, o que ocorre com o valor de pH?**

Raciocínio análogo pode ser feito quando se prepara um tampão para pH > 7, em geral, obtido com uma base e seu respectivo sal. A equação torna-se:

$$\text{pOH} = \text{pK}_b + \log \frac{C_{\text{sal}}}{C_{\text{base}}} \quad (4)$$

Tampões são muito importantes para os organismos vivos, pois, por exemplo, controlam o pH de fluídos celulares. Qual é o principal tampão intracelular nos seres humanos? E qual o principal tampão extracelular no sangue e no fluido intersticial dos vertebrados? Qual é o seu valor? Além disso, soluções tampão são também fundamentais para inúmeros processos químicos.

A resistência de uma solução tampão a manter seu pH após a adição de ácidos ou bases não é infinita, tem limites que são dados pela capacidade tamponante.

Experimental:

Prepare 250 mL da solução indicada, a partir da mistura e/ou diluição adequada de soluções disponíveis na aula.

Titule uma amostra de 50 mL desta solução, na presença da mistura de indicadores, utilizando uma solução de HCl 0,1 mol/L. A cada mudança de cor anote o volume adicionado de ácido e, por comparação com a escala montada com a bateria de soluções com extrato de antocianina, determine o valor de pH. Se a cor observada for menos intensa em comparação com a escala durante a titulação, adicione mais algumas gotas do indicador. Repita o processo de titulação com outra alíquota de tampão.

Resultados e Discussão

Faça tabelas com os resultados observados. Compartilhe os dados com aqueles obtidos pelos outros grupos da bancada.

Num único gráfico, trace as curvas de pH \times volume de HCl gasto com os dados de todas as titulações. Discuta os fatores que regulam a capacidade tamponante destas soluções, buscando dados para fundamentar as hipóteses formuladas.

Como os parâmetros pK_b , concentrações e relações de concentração influenciam a capacidade tamponante? Esta discussão deve ser justificada com dados experimentais.

A capacidade tamponante (β) indica a quantidade de ácido forte ou base forte que pode ser adicionada sem que haja mudança de pH da solução tampão. O β é sempre positivo e pode ser calculado pela expressão de Van Slyke:

$$\beta = \frac{\Delta C_b}{\Delta \text{pH}} = - \frac{\Delta C_a}{\Delta \text{pH}} \quad (5)$$

onde ΔC_a e ΔC_b são, respectivamente, as quantidades (em mol por litro) de ácido forte ou base forte adicionados.

Calcule os valores da capacidade tamponante (β) em cada intervalo de pH (ΔpH) nas diversas curvas obtidas. Os valores de volume de ácido adicionado devem ser convertidos para litro e deve-se considerar o volume final da solução em litros em cada valor de pH.

Tabela: Sugestão para as concentrações (mol dm^{-3}) dos diversos tampões para cada bancada.

$(\text{NH}_3) / (\text{NH}_4^+)$	$(\text{NH}_3) + (\text{NH}_4^+)$	Bancada	$(\text{NH}_3) / (\text{NH}_4^+)$	$(\text{NH}_3) + (\text{NH}_4^+)$	Bancada
1:1	0,10	1	1:1	0,36	4
1:1	0,20	1	1:1	0,18	4
1:10	0,20	1	1:10	0,18	4
10:1	0,20	1	10:1	0,18	4
$(\text{NH}_3) / (\text{NH}_4^+)$	$(\text{NH}_3) + (\text{NH}_4^+)$	Bancada	$(\text{NH}_3) / (\text{NH}_4^+)$	$(\text{NH}_3) + (\text{NH}_4^+)$	Bancada
1:1	0,15	2	1:1	0,26	5
1:1	0,30	2	1:1	0,13	5
1:10	0,30	2	1:10	0,13	5
10:1	0,30	2	10:1	0,13	5
$(\text{NH}_3) / (\text{NH}_4^+)$	$(\text{NH}_3) + (\text{NH}_4^+)$	Bancada	$(\text{NH}_3) / (\text{NH}_4^+)$	$(\text{NH}_3) + (\text{NH}_4^+)$	Bancada
1:1	0,30	3	1:1	0,32	6
1:1	0,15	3	1:1	0,16	6
1:10	0,15	3	1:10	0,16	6
10:1	0,15	3	10:1	0,16	6

2. Experimento: Solubilidades Relativas de Compostos dos Íons Metálicos da Segunda Coluna da Tabela Periódica e o Teste de Chama

Parte 1: Solubilidades Relativas de Compostos dos Íons metálicos da Segunda Coluna

Introdução:

Os elementos da segunda coluna da tabela periódica possuem somente dois estados comuns de oxidação: **Quais são eles?** A química desses elementos é tão semelhante, como era de se esperar, que é difícil separá-los. Muitos dos seus compostos são pouco solúveis, mas é possível, pela escolha do ânion apropriado, encontrar diferenças na solubilidade, permitindo separar os cátions desses metais.

Nesta experiência, você estudará o efeito da adição de reagentes que contêm ânions selecionados, a soluções que contêm os cátions dos metais da segunda coluna. **Procure na tabela periódica os nomes e símbolos destes elementos.** Depois de um estudo sistemático das solubilidades relativas de seus carbonatos, cromatos, sulfatos, oxalatos e hidróxidos, deverá ser possível realizar a análise qualitativa de uma solução desconhecida contendo um ou mais desses cátions.

Há uma seqüência sistemática para identificar todos os cátions que podem ser encontrados em solução aquosa. Neste esquema, normalmente conhecido como marcha analítica, os testes para os cátions do segundo grupo são aplicados depois que todos os outros cátions, exceto os de metais alcalinos, foram precipitados e separados.

Procedimento:

Solubilidades de alguns sais dos metais alcalinos terrosos

Organize uma tabela na qual possa anotar os resultados obtidos quando cada solução que contém um cátion da segunda coluna (são quatro no total) é testada com cada uma das soluções dos reagentes abaixo:

Soluções dos reagentes (Procure as respectivas fórmulas para as substâncias e os ânions) para estudo das solubilidades relativas:

Reagente	Ânion de interesse
Carbonato de amônio	Carbonato
Cromato de potássio	Cromato
Oxalato de amônio	Oxalato
Sulfato de amônio	Sulfato
Hidróxido de amônio	Hidróxido

Use tubos de ensaio limpos de 13 x 100 mm. Teste 1 mL (cerca de 20 gotas) de cada uma das soluções dos nitratos metálicos com 1 mL de cada reagente. Em cada caso, verifique a quantidade de sólido formado, compare e anote em sua tabela. Organize uma tabela de resultados e compare com aquela esperada pela literatura, utilizando os respectivos valores de K_{ps} . Veja se é possível identificar as soluções usadas.

Identificação dos Cátions da Solução Desconhecida

Você receberá uma solução desconhecida contendo um ou mais cátions da segunda coluna. Anote seu número. Estude cuidadosamente a tabela de dados dos experimentos na etapa anterior e estabeleça um esquema para identificar os possíveis cátions presentes na mesma. Use as soluções (A, B, etc.) fornecidas.

Parte 2: A cor da chama na presença de átomos metálicos

Objetivo:

Relacionar a cor emitida por átomos de alguns metais quando submetidos ao calor da chama com o espectro eletromagnético e os aspectos analíticos destas emissões.

Introdução:

Quando certa quantidade de energia é fornecida a um determinado átomo, elétrons da camada de valência absorvem esta energia passando para um nível de energia mais elevado, que chamamos de estado excitado. Quando estes elétrons no estado excitado retornam ao estado fundamental, emitem uma quantidade de energia igual à absorvida, na forma de radiação. A radiação emitida é característica do elemento químico e da mudança do nível eletrônico envolvida. **Qual é a relação matemática entre a frequência da radiação emitida e a diferença de energia?**

A radiação emitida pode estar na região visível ao ser humano. **Qual a faixa de comprimento de onda visível ao olho humano?** Nestes casos, a cor da radiação emitida pode ser usada para identificar a espécie emissora, como será feito neste experimento.

A temperatura da chama do bico de Bunsen (atinge até 1500 °C, utilizando GLP) é suficiente para vaporizar sais voláteis tais como cloretos de sódio, potássio, cálcio, bário e estrôncio. Na chama, os átomos, provenientes da redução dos cátions que passam para os estados excitados através de colisões não elásticas, ao retornarem ao estado fundamental emitem luz visível com intensidade apropriada para observação a olho nu. Quando se quer uma análise de uma amostra com vários elementos, usa-se um espectrógrafo com detecção sensível a regiões ultravioleta, visível ou infravermelho. A técnica de Absorção Atômica é normalmente usada para análises quantitativas envolvendo a introdução contínua de uma solução contendo sais de metais numa chama, usando um nebulizador. Uma lâmpada produz um feixe de luz que atravessa a chama com um comprimento de onda característico do átomo. A quantidade de átomos na chama é determinada pela intensidade da absorção de luz. Esta

técnica é muito seletiva, sensível, simples e relativamente barata, sendo muito utilizada para análises de amostras industriais, clínicas, biológicas e ambientais.

Procedimento:

Acenda o bico de Bunsen e regule a chama para combustão completa. A cor da chama deve ser ligeiramente violeta (**mais quente ou mais fria?**) na parte externa da chama, azul na parte intermediária e incolor na parte interna.

Limpe o fio de níquel-cromo. Aqueça-o ao rubro na chama, mergulhe-o na solução de HCl concentrado e volte à chama. Repita várias vezes este procedimento até que não se observe nenhuma coloração na chama, o que indica que o fio está limpo. Troque a solução de HCl quando se observar contaminação indicada pelo amarelamento da solução.

Coloque alguns poucos cristais dos sais a serem testados em vidros de relógio. Molhe o fio em HCl e junte um cristal do sal a ser testado. Em seguida, leve à chama. Observe a cor. Repita este procedimento para cada sal. Se a cor do sódio interferir, use um vidro de cobalto que absorve a cor emitida pelo sódio. Anote seus resultados.

Identificação dos cátions da uma amostra desconhecida

Repita o procedimento com a amostra sólida recebida para identificar o(s) cátion(s) presente(s), comparando a coloração da chama com aquela dos testes iniciais.

3. Experimento: Preparação de um Sal e Determinação de Água de Cristalização.

Procedimento

Adicione, a quente, cerca de 8,0 mL de uma solução de cloreto de ferro (III), na concentração 0,4 g/mL, a uma solução, também a quente, contendo 12 gramas de oxalato de potássio em 20 mL de água. Deixe a mistura esfriar até à temperatura ambiente e depois, com o auxílio de um banho de gelo, resfrie-a até 0°C e mantenha a temperatura até a **crystalização** do sal se completar. **Decante a água mãe** para **recristalizar** o produto. Dissolva novamente o sólido em 20 mL de água quente e **precipite** o produto, resfriando novamente a 0°C. Filtre o sólido em funil e lave com uma pequena quantidade de água. **Quente ou fria? Por quê?** Lave o sólido, ainda no funil, com duas porções de metanol gelado, para remover o excesso de água. Triture todo o sólido até obter um sólido de granulação mais fina. (Simoni, 2002)

Determinação da porcentagem de água

Lave adequadamente, use detergente e água, dois **vidros de relógio**, coloque-os na estufa por cerca de 30 minutos, retire-os **sem tocar diretamente com os dedos** e deixe-os esfriarem até à temperatura ambiente. Pese-os e adicione a cada um deles aproximadamente metade do sólido anterior e pese novamente. **É preciso determinar estas massas com bastante precisão? Por quê?** Coloque os dois vidrinhos novamente na estufa por cerca de 90 minutos, retire as amostras e deixe esfriar no **dessecador**, até a temperatura ambiente. Pese os vidros com as amostras e determine a nova massa de sólido após a eliminação da água de cristalização. **É preciso determinar esta massa com bastante precisão? Por quê?** Guarde o sólido obtido em um frasco de vidro, envolto por papel alumínio, para evitar a exposição à luz. (Simoni, 2002)

Resultados, cálculos e discussão.

Você deve apresentar nos seus resultados a massa de sólido obtido e calcular a porcentagem de água neste sólido. Como você ainda não conhece a fórmula da

substância, estes são os resultados possíveis até o momento. Apresente no relatório as respostas para todas as questões levantadas e no caso de utensílios de laboratório, faça o desenho de cada um deles. (Simoni, 2002)

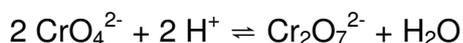
4. Experimento: Equilíbrio Químico

Objetivo:

Neste experimento, várias reações serão estudadas para verificar o equilíbrio químico.

Parte 1: Equilíbrio Cromato/Dicromato

Muitas vezes, reações em equilíbrio podem ser estudadas quanto à predominância do(s) reagente(s) ou do(s) produto(s), observando-se mudanças de cor ou aparecimento de um precipitado. Por exemplo, em solução aquosa, os íons cromato CrO_4^{2-} podem ser convertidos em íons dicromato $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ou vice-versa, variando o pH da solução, pois a extensão em que esta reação ocorre depende da concentração de íons H^+ .



Adicionando ou removendo íons H^+ , o equilíbrio se desloca para a direita ou para a esquerda, respectivamente. Isto pode ser constatado através de mudanças de coloração. A equação acima também permite explicar o efeito do pH sobre o equilíbrio do cromato de bário com uma solução saturada de íons.



Experimental

a) Adicione a um tubo de ensaio 2 mL de solução de K_2CrO_4 1 mol/L. Junte 5 gotas de solução de HCl 6 mol/L. Agite e anote as eventuais mudanças observadas. Em seguida, adicione gotas de solução de NaOH 6 mol/L, com agitação, até ocorrer alguma alteração. Posteriormente adicione outra vez solução de HCl 6 mol/L, cerca de 10 gotas, ou até ocorrer alguma alteração.

b) Num tubo de ensaio, adicione 2 mL de solução de K_2CrO_4 1 mol/L e 10 gotas de solução $BaCl_2$ 1 mol/L. Agite e observe. Observe e anote as eventuais mudanças observadas. A seguir, adicione sob agitação gota a gota solução de HCl 6 mol/L e continue observando as alterações no meio. Quando nada mais ocorrer, comece a adicionar solução de $NaOH$ 6 mol/L gota a gota e observe o que ocorre. Explique as observações realizadas, utilizando os conceitos de equilíbrio químico e equações químicas.

Parte 2: Equilíbrio de Precipitação e Formação de Complexos.

Uma das propriedades químicas dos elementos de transição é a capacidade de formarem complexos. Um complexo pode ser entendido como um composto formado de vários agregados que podem existir independentemente em solução. Trata-se de um átomo central que é um ácido de Lewis, rodeado por várias bases de Lewis como NH_3 , OH^- , CN^- , $C_2O_4^{2-}$, etc., chamados ligantes. Na figura 1 estão ilustradas algumas estruturas que representam complexos.

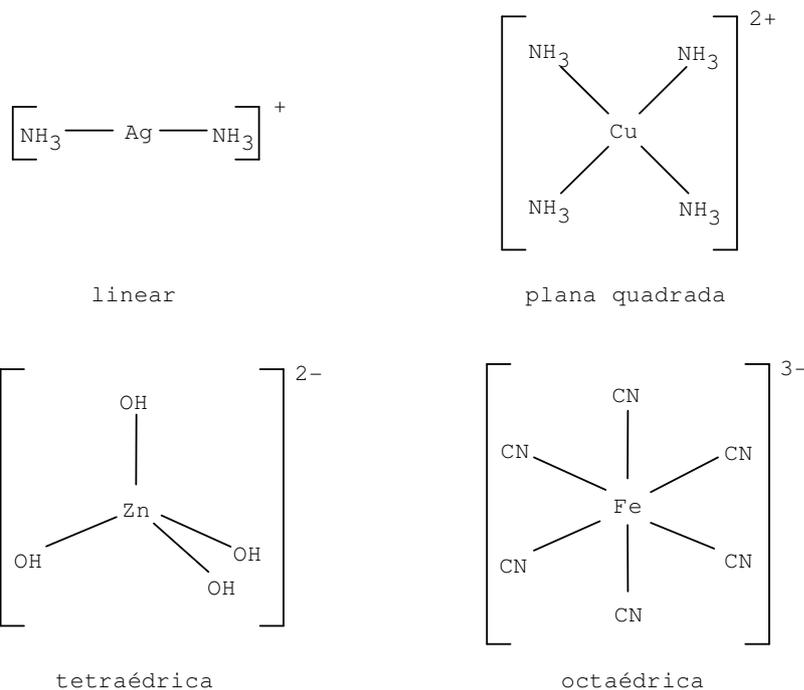
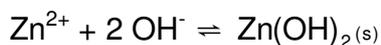
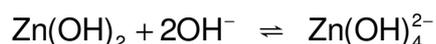


Figura 1: Exemplos de estruturas de complexos

Geralmente, hidróxidos de metais de transição são pouco solúveis em água. Quando se adiciona NaOH a uma solução contendo Zn (II) um precipitado é formado:



Pelo princípio de Le Chatelier, um excesso de íons hidróxido deveria deslocar o equilíbrio para a direita, favorecendo a precipitação. Porém no caso do zinco, um excesso de NaOH dissolve o precipitado. Isto pode ser explicado pela tendência do íon zinco formar um hidroxocomplexo, conforme descreve a equação abaixo.



Isto também pode ocorrer com outros ligantes e será estudado neste experimento.

Experimental:

1. Formação de Hidróxido de Cobre e do Complexo $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_2]^{2+}$

Num tubo de ensaio, contendo 2 mL de uma solução de Cu (II) 0,1 mol L⁻¹, adicione uma gota de solução de NH₃ 6 mol/L. Agite e observe se houve mudança na coloração da solução ou formação de um precipitado. Continue a adição de solução de NH₃, gota a gota, até observar algo distinto. Anote seus resultados.

Para determinar quais espécies presentes na solução de amônia (NH₄⁺, OH⁻ ou NH₃) são responsáveis pelas mudanças observadas, faça os 3 testes a seguir:

NH₄⁺: Adicione 1 mL de NH₄Cl 1 mol/L a 1 mL da solução de Cu (II) 0,1 mol/L.

OH⁻: Adicione 1 mL de NaOH 6 mol/L a 2 mL de solução Cu (II) 0,1 mol/L.

NH₃: Realize este experimento na capela. Coloque alguns cristais de CuSO₄.5H₂O num béquer onde deve ser pendurado um pedaço de papel filtro umedecido com solução de NH₃, sem que o papel toque os cristais. Feche o béquer com vidro de relógio e observe.

2. Formação de Hidróxido de Zinco e do Complexo [Zn(OH)₄]²⁻

A 2 mL de solução de Zn(NO₃)₂ 0,1 mol/L adicione 1 gota de NaOH 6 mol/L, sob agitação e observe. Continue adicionando NaOH até outra mudança de destaque. Evite um grande excesso. Agora adicione HCl 6 mol/L, gota a gota e anote o resultado. Continue adicionando mais HCl. Interprete todas as mudanças em termos do Princípio de Le Chatelier.

5. Experimento: Cinética Química

Introdução

Este experimento envolve uma breve demonstração do modo científico de obter dados e resultados, fazer e verificar hipóteses e finalmente elaborar uma teoria para explicar determinado fenômeno a partir do estudo de uma reação química conhecida.

Nesta reação, substâncias são misturadas e, surpreendentemente, após certo tempo, algo inesperado acontece e indica que a observação do fenômeno pode ser interrompida. Inicialmente, é feita uma série de combinações simples entre soluções cujas observações servirão de base para a explicação para do processo químico de interesse. Todas as observações são importantes, entretanto, não basta observá-las, é preciso anotá-las e depois confrontá-las entre si para tentar explicar o fenômeno. Lembre-se: para o cientista não basta apenas explicar o fenômeno, ele precisa provar, com resultados adequados e confiáveis a sua explicação e é exatamente isto, que você irá fazer hoje.

Experimental

Como funciona o sistema químico

Pegue 5 tubos de ensaio bem lavados, inclusive com água destilada. Adicione a cada um deles, separadamente, cerca de 5 mL das soluções: KI, KCl, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ (persulfato de sódio), $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (tiosulfato de sódio) e I_2 . Posteriormente, junte em todos os tubos algumas gotas de solução de amido. Anote as eventuais mudanças observadas.

Combine 2 a 2 as soluções anteriores, cerca de 2 mL de cada e depois algumas gotas da solução amido. Anote as eventuais mudanças observadas.

Em tubos de ensaio separados coloque:

(a) 5 mL de KI (b) 5 mL de KI + 1 mL de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (c) 5 mL de KCl.

Adicione a cada um deles algumas gotas de amido. Junte 2 gotas de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ a cada tubo e anote as eventuais mudanças observadas. Como saber se houve reação? Qual é o efeito do $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$? Verifique isso colocando 5 mL deste reagente no tubo (a). Faça um resumo sobre os efeitos de cada substância. Mostre seus resultados ao professor com suas observações e com suas hipóteses ou conclusões.

Agora será feita a reação completa entre os reagentes. Prepare 2 soluções, medindo os volumes cuidadosamente e lavando o recipiente entre cada medida.

Solução 1- Num erlenmeyer, coloque 20,0 mL de solução de KI; 10,0 mL de solução de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ e 5 gotas solução de amido.

Solução 2- coloque 20,0 mL da solução de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ na proveta.

Meça a temperatura da solução **1** e adicione a solução **2** sobre a solução **1**. Agite vigorosamente enquanto marca o tempo no momento da mistura. Monitore o relógio e o erlenmeyer. Quando ocorrer alguma mudança repentina, anote o tempo transcorrido. Compartilhe o tempo obtido pelo seu grupo com os

outros da mesma bancada. A partir de todos os dados, calcule o tempo médio que é mais confiável que uma única medida.

Compare esta última observação com aquelas do item 4 e também com suas hipóteses. Em caso de dúvida, repita o que julgar necessário.

Efeito da Concentração

5. A chamada “Lei da Ação das Massas” sugere que a velocidade de uma reação química varia com a concentração dos reagentes. Considerando isso, o que aconteceria se a quantidade de iodeto, persulfato, ou tiosulfato fossem diminuídas pela metade? Teste suas hipóteses alterando a concentração de uma espécie por vez.

Por exemplo, se forem colocados 10 mL de KI, não altere as outras concentrações. O volume total da solução final (1 + 2) deve ser mantido igual ao item 4. Isto pode ser feito adicionando 10 mL de água à solução 1. Entretanto, trocar uma solução por água diminui a concentração total de íons (força iônica) na solução final. Como este fator é importante, neste experimento, as seguintes substituições devem ser feitas.

Ao reduzir o volume de KI a 10 mL, o volume total deve ser mantido constante com 10 mL de KCl.

Para solução de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, basta substituir o volume retirado por água.

Para a solução de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$, substitua o volume retirado por solução de Na_2SO_4 .

Não se trata de substituições completas dos reagentes. Ocorre uma troca de volumes que mantém a chamada “força iônica” constante e diminui a concentração da substância de interesse. Não é necessário fazer todas as mudanças de concentração, isto pode ser dividido entre os grupos da bancada. **É importante que cada grupo repita o experimento pelo menos 2 vezes para que os resultados sejam mais confiáveis.**

Efeito da temperatura

6. A temperatura tem influência na velocidade de uma reação, portanto verifique como isto funciona. Esta tarefa também deve ser dividida entre os grupos da mesma bancada. Utilize béqueres com água quente ou banho de água e gelo, controle a temperatura da reação. Anote o tempo de reação e a temperatura. **Utilize as condições experimentais do item 4.** As temperaturas dos reagentes devem ser iguais, **portanto use uma estratégia de trabalho adequada para garantir esta condição.**

Resultados e Discussão

Discuta os resultados obtidos no item quatro, em função das observações anteriores. Mostre claramente seu raciocínio, mostre os dados obtidos de maneira clara objetiva. Discuta o efeito da concentração de cada um dos reagentes na velocidade da reação, construa tabelas com os dados e mostre seu raciocínio com base nos números obtidos. Discuta quantitativamente o efeito da temperatura na velocidade da reação. Construa os seguintes gráficos envolvendo o tempo (t) e a temperatura (T):

1) $t \times T$ (°C), 2) $t^{-1} \times T$ (°C) e 3) $\ln(t) \times T(K)^{-1}$.

Comente sobre estes resultados.