



UAIG

UNIVERSIDADE DO ALGARVE

Maria da Conceição D. Amado Mateus
Carolina Maria Apolinário do Rio

INTRODUÇÃO À QUÍMICA LABORATORIAL NO ENSINO SUPERIOR

Guia de laboratório dirigido ao ensino da química
nas áreas das CIÊNCIAS BIOLÓGICAS e CIÊNCIAS DA SAÚDE

INTRODUÇÃO À QUÍMICA LABORATORIAL NO ENSINO SUPERIOR

Guia de laboratório dirigido ao ensino da química
nas áreas das CIÊNCIAS BIOLÓGICAS
e CIÊNCIAS DA SAÚDE

INTRODUÇÃO À QUÍMICA LABORATORIAL NO ENSINO SUPERIOR

**Guia de laboratório dirigido ao ensino da química
nas áreas das CIÊNCIAS BIOLÓGICAS
e CIÊNCIAS DA SAÚDE**

Maria da Conceição Domingues Amado Mateus

Carolina Maria Apolinário do Rio

2021

Título: Introdução à química laboratorial no ensino superior: guia de laboratório dirigido ao ensino da química nas áreas das ciências biológicas e ciências da saúde

Autores: Maria da Conceição Domingues Amado Mateus e Carolina Maria Apolinário do Rio

Revisores Científicos:

Maria do Amparo Ferreira Faustino, *Universidade de Aveiro*

Diana Cláudia Gouveia Alves Pinto, *Universidade de Aveiro*

João António Baptista Pereira de Oliveira, *Universidade de Aveiro*

Edição: Universidade do Algarve Editora

1ª Edição

Local de Edição: Faro

Data de Edição: 2021

Design Gráfico e Paginação: João Correia

Impressão: Secção de Reprodução Documental da Universidade do Algarve

ISBN: 978-989-9023-42-0 (versão impressa)

978-989-9023-43-7 (versão eletrónica)

Depósito Legal: 480072/21

DOI: <http://dx.doi.org/10.34623/d9x8-0r18>

Disponível em: <http://hdl.handle.net/10400.1/15263>



© Universidade do Algarve
Campus de Gambelas
8005-139 Faro
Portugal

Reservados todos os direitos

Edição sem distribuição comercial, dedicada exclusivamente a fins didáticos e de educação

1. Segurança nos laboratórios de química.....	7
1.1. Perigos químicos.....	7
1.2. Sistema mundial harmonizado de classificação e rotulagem de produtos químicos (GHS)	10
1.3. Meios de intervenção e proteção individual e coletiva.....	13
1.3.1. Equipamentos e condutas de proteção pessoal (EPP).....	13
1.3.2. Equipamentos de segurança e resposta de emergência	16
1.4. Separação/eliminação de resíduos químicos	17
2. Medições e instrumentos de medida.....	31
2.1. Instrumentos volumétricos e medição de volumes.....	31
2.2. Instrumentos de determinação de massa.....	34
a) Trabalho com instrumentos de medição mássica	35
b) Cuidados a ter durante as pesagens com a balança analítica.....	36
2.3. Medição de pH.....	36
a) Calibração do medidor de pH.....	38
b) Análise do pH de uma amostra.....	38
c) Manutenção dos elétrodos de pH.....	38
2.4. Medição de temperatura	39
2.4.1. Escalas de temperatura.....	40
3. Análise e tratamento de dados.....	43
3.1. Escrita de números e valores numéricos	43
3.1.1. Regras de escrita: grandezas, unidades, símbolos e sinais	43
a) Exemplos de grandezas, respetivas unidades e sua forma de escrita	44
b) Grandezas, unidades e símbolos em Físico-Química	46
3.1.2. Algarismos significativos.....	50
3.1.3. Arredondamentos	51
a) Adição e subtração	51
b) Multiplicação e divisão	51
c) Logaritmo.....	52

3.2. Tipos de desvios.....	52
3.2.1. Precisão e exatidão	52
a) Avaliação da precisão e da exatidão	54
b) Qual a confiança na média estimada?.....	55
3.2.2. Propagação de erros.....	57
3.2.3. Regressão linear e o método dos mínimos quadrados.....	57
4. Atividades laboratoriais	63
4.1. Preparação de soluções	64
4.2. Determinação de cloreto de sódio por fotometria de chama em amostras ambientais e biológicas.....	75
Determinação da velocidade da luz (Atividade complementar à atividade laboratorial 4.2.).....	86
4.3. Caracterização de propriedades físico-químicas de substâncias com uso quotidiano.....	92
4.4. Aromas e moléculas	104
4.5. Transição de fase (líquido/gasoso) de uma substância pura e de uma mistura	119
4.6. Estudo da cinética de uma reação química que serve de base à medida do nível de alcoolemia.....	130
4.7. Quantificação volumétrica do HCO_3^- em solução por titulação ácido-base.....	139
4.8. Preparação de soluções tampão e comparação da capacidade tampão ..	149
4.9. Estudo qualitativo da atividade antioxidante de alguns alimentos	159
4.10. Determinação da eficiência de remoção de tiocianatos, numa estação de tratamento, por análise espectrofotométrica.....	170
4.11. Quimiluminescência vs. Bioluminescência	183
Tabela Periódica dos Elementos Químicos	194

1. Segurança nos laboratórios de química¹

Trabalhar em laboratórios implica conhecer os 4 princípios da segurança em laboratório (**RAMP**):

Reconhecimento de perigos

Avaliação dos principais riscos de perigo

Minimização dos riscos de perigo

Preparação para resolução de emergências

Aprender o porquê dos perigos, os seus riscos, bem como os procedimentos e processos estabelecidos para proteger os utilizadores do laboratório é a base das regras de segurança. Se percebermos o porquê mais facilmente seguimos os procedimentos de segurança e as respetivas regras.

Um **perigo** é uma fonte potencial de dano. Se os perigos químicos não forem reconhecidos, eventos inesperados, que resultam em ferimentos pessoais e/ou danos à propriedade, podem ocorrer (e ocorrem).

Um **risco** é uma combinação da probabilidade de ocorrência de um incidente indesejado, da gravidade das consequências, se ocorrer, e da frequência de exposição ao perigo.

1.1. Perigos químicos

Todos os produtos químicos representam perigos inerentes que podem causar danos se não forem manuseados adequadamente. Os químicos usam muitos métodos para minimizar ou controlar os riscos associados ao trabalho com produtos químicos. Para aprender a lidar com produtos químicos corretamente, devemos primeiro ser capazes de identificar e entender os perigos presentes.



¹ A informação apresentada neste capítulo é fundamentalmente adaptada de *Safety in Academic Chemistry Laboratories; Best Practices For First-and Second-Year University Students*, 8th Ed., American Chemical Society Joint Board–Council Committee on Chemical Safety, 2017.

É da responsabilidade do fabricante ou importador identificar e comunicar os perigos de cada produto químico que produz ou vende. Cabe ao utilizador entender as informações fornecidas de acordo com o Sistema Mundial Harmonizado de Classificação e Rotulagem de Produtos Químicos (GHS).

Pergunta: Como podemos conhecer as características perigosas de tantos produtos químicos diferentes?

Resposta: Através da sua classificação. As características perigosas de todos os produtos químicos podem ser classificadas em apenas algumas classes de perigosidade, designadamente: **toxicidade**, **inflamabilidade**, **corrosividade** e **reatividade** (ver Tabela 1.1). Alguns produtos químicos são perigosos em apenas uma classe, e outros são perigosos em mais de uma classe de perigosidade.

Tabela 1.1 – Classes de perigosidade.

Toxicidade	
	<p>Uma substância tóxica, ou tóxico, é um produto químico que pode causar lesões a um organismo vivo. Frequentemente, as substâncias tóxicas também são chamadas de venenos, mas esse termo tem significados diferentes para pessoas diferentes e pode ser mal compreendido (por exemplo, um químico pode definir um veneno como um produto químico que altera a atividade de um catalisador usado numa reação).</p> <p>As substâncias tóxicas que são derivados de fontes biológicas são conhecidas como toxinas.</p> <p>Há muitos fatores que determinam a forma como cada organismo vivo vai reagir quando uma substância química entra no corpo. Nomeadamente: a forma como o produto químico penetra no corpo (chamada de via de entrada), a quantidade de substância (a dose) e o período de tempo de exposição (a duração), o estado físico do produto tóxico (a forma), e muitos outros fatores, tais como o sexo da pessoa exposta, a fase do ciclo reprodutivo, idade, estilo de vida, sensibilização prévia, que órgão é afetado, os fatores alérgicos, e predisposição genética do indivíduo – para citar apenas alguns. Todos estes fatores afetam a gravidade de uma exposição.</p>
Inflamabilidade	
	<p>São classificados como inflamáveis ou substâncias inflamáveis toda e qualquer substância que se enquadre nas seguintes características:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Substâncias que ao ar e à temperatura ambiente possam aquecer e acabar por incendiar-se, sem fonte de aquecimento ativa; • Sólidos que possam entrar em combustão através de faísca ou atuação ligeira de fonte de ignição, e que continuam a queimar ou formam braseiro por si próprios; • Líquido cujo ponto de inflamação se situa entre 21 °C e 55 °C; • Substâncias que em contato com água ou humidade do ar possam produzir gases altamente inflamáveis (mínimo 1L/kg/h).

Um líquido inflamável não pode arder; é o vapor (a forma gasosa do produto químico) do líquido que arde. A velocidade à qual um líquido produz vapores inflamáveis depende da sua velocidade de vaporização, que aumenta com a temperatura. Por conseguinte, um líquido inflamável é mais perigoso a temperaturas elevadas do que a temperaturas mais baixas.

Muitos solventes orgânicos apresentam riscos significativos de inflamabilidade.

Todos os líquidos e sólidos inflamáveis devem ser mantidos afastados de oxidantes e do contacto inadvertido com fontes de ignição, como placas quentes em câmaras de exaustão.

Os solventes orgânicos inflamáveis devem ser armazenados à temperatura ambiente em armários antifogo, a menos que outras condições de armazenamento sejam indicadas na etiqueta do fabricante.

Corrosividade



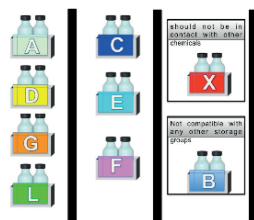
Corrosão é a destruição gradual, resultante da ação de um produto químico, em metais ou tecidos vivos.

Todos os ácidos fortes, todas as bases fortes, alguns ácidos fracos (ex: ácido acético, ácido carbónico e ácido fosfórico), algumas bases fracas (ex: hidróxido de amónio) e algumas bases levemente solúveis (ex: hidróxido de cálcio) são corrosivas.

Quanto mais concentrado o ácido ou a base e/ou quanto maior o contato, maior a destruição. Alguns ácidos e bases provocam danos dentro de 15 segundos após o contato. Por esse motivo, devemos usar sempre luvas e óculos de proteção contra salpicos do produto químico ao manusear substâncias corrosivas.

Ao diluir soluções concentradas de ácidos, lembre-se sempre de adicionar lentamente o ácido à água enquanto agita a mistura, porque o calor de reação libertado aumentará bastante a temperatura da solução.

Reatividade/Incompatibilidade



A maioria das experiências em laboratórios de química usa produtos químicos que reagem entre si. Essas reações quando controladas são úteis, mas, às vezes podem ser perigosas. Ácidos reagem com bases; agentes oxidantes reagem com agentes redutores. Quando essas reações apresentam riscos específicos, geralmente referimo-nos aos dois reagentes como "incompatíveis". Dependendo do grau de incompatibilidade, a reação pode ser lenta ou violenta.

O conceito de incompatibilidade também desempenha um papel importante na maneira como os produtos químicos são armazenados num laboratório de investigação ou num depósito de reagentes. A primeira tendência é armazenar produtos químicos por ordem alfabética, mas isso pode traduzir-se no armazenamento de produtos químicos incompatíveis um ao lado do outro, o que pode resultar numa situação potencialmente perigosa, se os recipientes verterem ou partirem e os produtos químicos se misturarem e reagirem. Os sistemas de armazenamento de produtos químicos identificam categorias de produtos químicos para manter as substâncias incompatíveis bem separadas umas das outras.

Ver anexo I

1.2. Sistema mundial harmonizado de classificação e rotulagem de produtos químicos (GHS)

O GHS tem por função ser uma linguagem de comunicação dos perigos aos utilizadores de produtos químicos; lembre-se do R e do A do conceito RAMP: reconhecer os perigos e avaliar os seus riscos.

O uso do GHS para reconhecimento dos perigos requer que o utilizador tenha um entendimento básico dos elementos (código) do sistema.

No GHS, existem 17 classes de perigos físicos, 10 classes de perigos para a saúde e 2 classes de perigos ambientais. Dentro de cada classe, o perigo é colocado numa categoria com base em vários critérios específicos para essa classificação. Cada categoria recebe um número ou uma letra, por exemplo, 1 a 5 ou A a E. **No GHS, quanto menor o valor da categoria dentro de cada classificação para um produto químico, maior o perigo.**

As categorias de perigo são comunicadas ao utilizador por meio de **pictogramas, declarações de perigo, precauções e palavras de sinalização**. As categorias de perigo são especialmente úteis na avaliação dos riscos relativos dos perigos. Por exemplo, o acetonitrilo é classificado no GHS como um líquido inflamável (categoria 2) com o pictograma de chama e a palavra de sinalização "Perigo".

Pictogramas são imagens que representam um conceito. O GHS usa nove pictogramas para alertar visualmente os utilizadores sobre a classe de perigo do produto químico. Os pictogramas do GHS, juntamente com as classes de perigo que cobrem, são apresentados na Tabela 1.2.

Tabela 1.2 – Pictogramas, de acordo com o sistema GHS. (Adaptada de *Safety in Academic Chemistry Laboratories; Best Practices For First- and Second-Year University Students*, 8th Ed., American Chemical Society Joint Board–Council Committee on Chemical Safety, 2017.)

 <p>GHS01 Perigo Explosivo instável (Risco de explosão sob ação do calor. Auto-reativos. Peróxidos orgânicos.)</p>	 <p>GHS02 Perigo, Atenção Inflamável (Risco de incêndio sob ação do calor. Pirofóricos. Auto- aquecimento. Emite gás inflamável. Auto-reativos. Peróxidos orgânicos.)</p>	 <p>GHS03 Perigo, Atenção Oxidante (Pode provocar ou agravar incêndios; comburente. Gases, líquidos e sólidos oxidantes.)</p>
--	---	---

 <p>GHS04 Atenção Gás comprimido (Risco de explosão sob a ação do calor.)</p>	 <p>GHS05 Perigo, Atenção Corrosivo cat. 1 (Provoca queimaduras na pele e lesões oculares graves. Corrosivo para metais.)</p>	 <p>GHS06 Perigo Mortal – Tóxico, cat. 1 – 3 (Mortal – Tóxico por Ingestão; Mortal – Tóxico em contato com a pele; Mortal – Tóxico por inalação.)</p>
 <p>GHS07 Atenção Tóxico cat. 4; Irritante cat. 2 ou 3 Baixo risco para a saúde (Irritante [pele, olhos e vias respiratórias]. Toxicidade Aguda. Efeito narcótico. Perigoso para a camada de ozono [não obrigatório].)</p>	 <p>GHS08 Perigo ou Atenção Perigo para a saúde (Quando inalado, pode provocar sintomas de alergia ou de asma ou dificuldades respiratórias. Pode afetar a fertilidade ou o nascituro, provocar anomalias genéticas e cancro. Pode ser mortal por ingestão e penetração nas vias respiratórias. Toxicidade para órgãos-alvo.)</p>	 <p>GHS09 Atenção (para cat. 1) (para cat. 2 sem palavra no sinal) Meio ambiente (Tóxico para os sistemas aquáticos.)</p>

Não existe um número mínimo ou máximo de pictogramas que uma substância possa justificar. No entanto, embora um produto químico possa representar vários perigos que justifiquem a respetiva sinalização, apenas o maior nível de perigo será representado no rótulo.

Informações dadas pelo rótulo: Os rótulos em qualquer embalagem ou recipiente devem conter informações, que permitam a perfeita caracterização da substância ou preparação, tal como é representado na Figura 1.1.

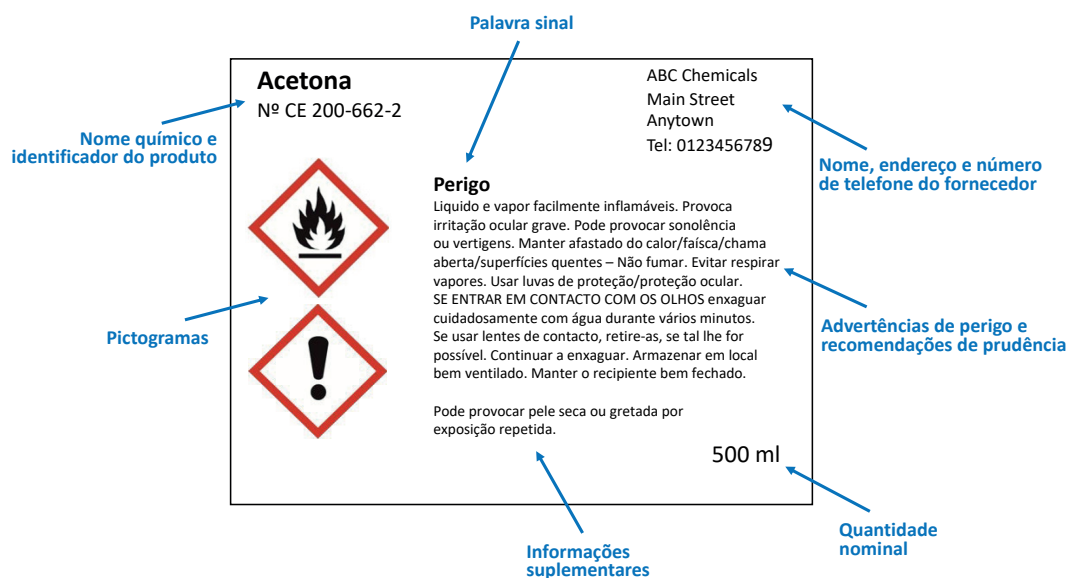


Figura 1.1 – Exemplo de rotulagem de um produto químico de acordo com o sistema GHS. (Fonte: [https://www.act.gov.pt/\(pt-PT\)/crc/PublicacoesElectronicas/Documents/Folheto_rotulos_produtos_quimicos.pdf](https://www.act.gov.pt/(pt-PT)/crc/PublicacoesElectronicas/Documents/Folheto_rotulos_produtos_quimicos.pdf), acedido em janeiro de 2021.)

- Nome da substância ou preparação.
- Composição.
- Menções específicas de perigo e/ou símbolos que lhes correspondam:
 - Frases que mencionam os riscos (frases do tipo R – Risk Phrases) ou **Advertência de perigos (código – H)**.
 - Frases que mencionam as precauções a tomar (frases do tipo S – Safety Phrases), destinadas a atenuar os riscos e informar os utilizadores sobre as precauções de manipulação ou de armazenamento e conduta necessária em caso de acidente ou **Recomendações de prudência (código – P)**.

É importante ter a consciência de que, o estudante que está a iniciar a sua formação superior em química apresenta limitações no seu conhecimento sobre perigos e riscos químicos. Nesta fase o aluno ainda está a aprender um assunto em que desconhece o que não sabe. Para se proteger a si, e a outras pessoas, faça perguntas se não tiver a certeza e leia todas as informações de segurança fornecidas, para poder começar a aprender a reconhecer os perigos e riscos associados aos produtos químicos que usa.

1.3. Meios de intervenção e proteção individual e coletiva

Os acidentes no laboratório resultam frequentemente de:

- Atitude indiferente relativamente às regras de segurança
- Falha no reconhecimento dos perigos ou situações de perigo
- Falha na avaliação dos riscos envolvidos no trabalho que está a ser realizado
- Falha na atitude de alerta em relação ao meio envolvente
- Falha no seguimento das instruções ou medidas de minimização de riscos
- Falha no reconhecimento das limitações do próprio conhecimento e experiência.

Assim, antes de entrarmos num laboratório de química necessitamos de aprender alguns princípios básicos sobre medidas de segurança e equipamentos de segurança.

1.3.1. Equipamentos e condutas de proteção pessoal (EPP)

O equipamento de proteção pessoal (Figura 1.2) é uma das principais vias para nos protegermos dos perigos quando trabalhamos no laboratório.

Bata: É sempre prudente minimizar a área de pele exposta ao ambiente do laboratório. A bata deve ser feita de fibras naturais como o algodão (queima mais devagar, reage com ácidos e bases) e deve ser usada sempre fechada. A bata deve ser despida quando sair do laboratório.

Calçado: Não deve expor os pés e deve oferecer estabilidade para estar de pé e andar. O uso de objeto de adorno (colares, pulseiras, anéis, etc.) deve ser evitado.

Óculos de proteção: Todas as pessoas, incluindo visitantes, devem usar óculos de proteção, sempre que estão no laboratório. Os quadros técnicos dos laboratórios de química da sua Instituição determinarão o tipo de óculos protetores mais adequados para os trabalhos desenvolvidos nos laboratórios de aulas (os óculos de prescrição normal para deficiência de visão não oferecem proteção suficiente para os salpicos de um produto químico perigoso, por exemplo).

Luvas: O professor avaliará os riscos de perigo e exigirá o uso de luvas protetoras providenciando o tipo apropriado que deverá depender das substâncias químicas que serão manipuladas (ver Tabela 1.3). Nenhum material protege contra todos os produtos químicos. Se um produto químico difunde através da luva ficará em contacto com a pele, conseqüentemente o operador poderá sofrer uma maior exposição do que se não estivesse a usar luvas.

Tabela 1.3 – Tipos de luvas mais comuns em laboratórios de iniciação à química.

Tipo	Uso
Latex	Bom para ácidos e bases diluídas, péssimo para solventes orgânicos.
PVC	Bom para ácidos e bases, mau para a maioria dos solventes orgânicos.
Neopreno	Bom para ácidos e bases, mau para a maioria dos solventes orgânicos.
Nitrilo	Bom para uma grande variedade de solventes orgânicos e ácidos e bases.

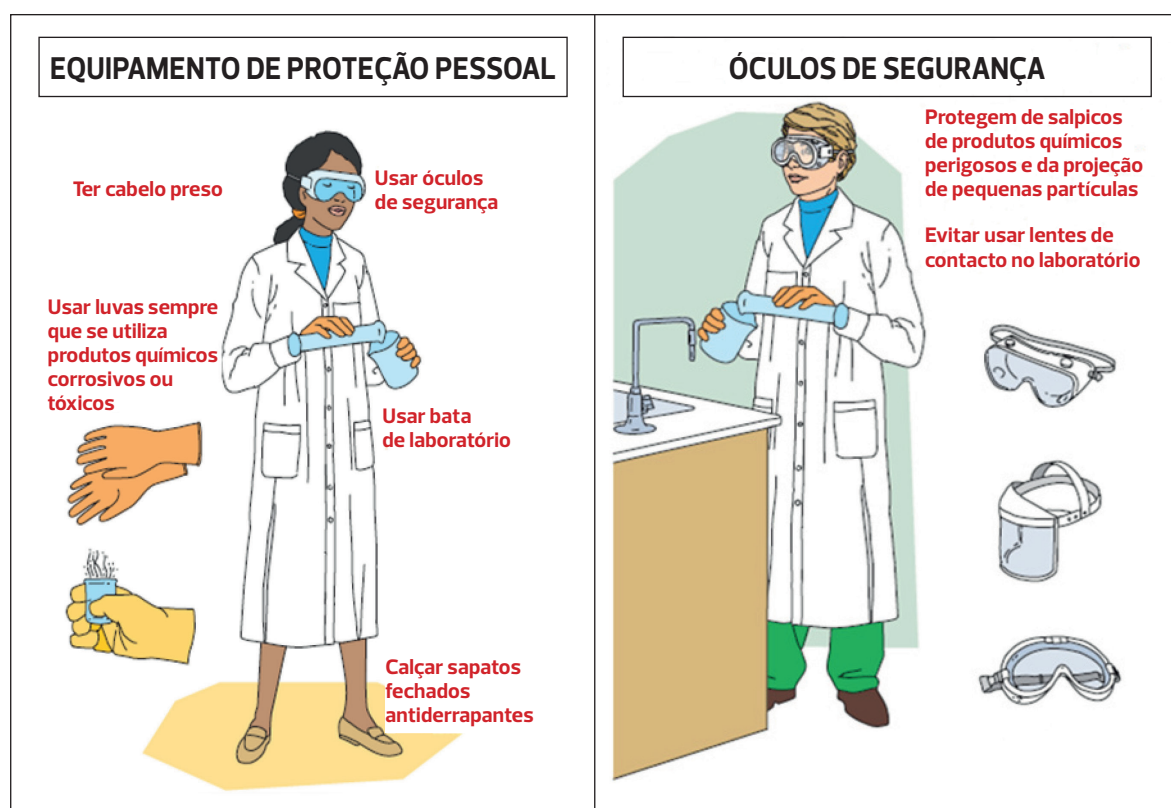


Figura 1.2 – Equipamento de proteção pessoal.

(Fonte: http://laboratorioscolares.net/sites/default/files/equipamento_activo_seguranca.pdf, acedido em janeiro de 2021.)

As situações de emergência mais prováveis que podem surgir num laboratório de introdução à química são: a ignição de um solvente inflamável, a exposição química na pele ou nos olhos, cortes com vidros quebrados e derramamentos de produtos químicos.

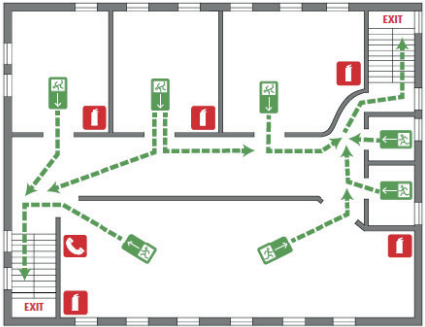
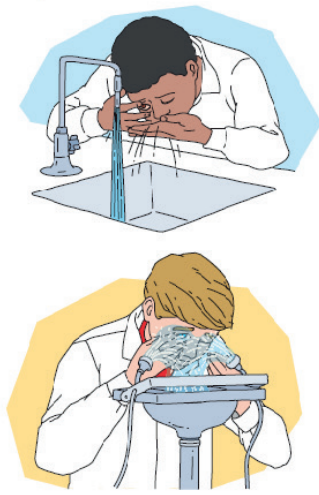


A lista sumarizada na Tabela 1.4 descreve as linhas básicas para minimizar os riscos inerentes à utilização de produtos químicos, sempre que estiver no laboratório de química.

Tabela 1.4 – Regras de conduta para minimizar riscos químicos.

Conduta adequada
<ul style="list-style-type: none"> • Não trabalhe sozinho no laboratório. • Não realize experiências não autorizadas ou altere procedimentos sem autorização. • Mantenha uma consciência do que o rodeia e mova-se de forma apropriada em torno de outras pessoas. • Não remova produtos químicos do laboratório sem prévia autorização. • Nunca jogue ou brinque com material eletrônico, ou outro, no laboratório. • Avise o seu professor/orientador se observou a violação de alguma das regras de segurança do seu laboratório.
Manuseio seguro de produtos químicos
<ul style="list-style-type: none"> • Leia o protocolo da aula com antecedência, ouça atentamente as instruções do professor e anote todos os requisitos de segurança relativos à experiência nas suas notas de pré-laboratório. • Nunca cheire diretamente um produto químico. Quando instruído a cheirar algo, use a mão para lançar vapores em direção ao rosto e cheirar suavemente. • Nunca devolva os reagentes para o recipiente original depois de removidos.
Manuseio seguro de equipamentos
<ul style="list-style-type: none"> • Nunca pipete com a boca. Use sempre um dispositivo auxiliar para pipetar (ex: pompete). • Não use placas de aquecimento com fios expostos ou cabos danificados. • Garanta sempre o carregamento equilibrado dos tubos de ensaio nas centrífugas.
Controlo de equipamento de proteção individual
<ul style="list-style-type: none"> • Use sempre o tipo correto de proteção para os olhos ao trabalhar no laboratório. O seu professor informará sobre o nível de proteção ocular necessário. • Use bata ou avental de laboratório quimicamente resistente, se instruído a fazê-lo. • Trabalhe nas câmaras de exaustão (<i>hottes</i>) de laboratório conforme as instruções.
Condutas adequadas
<ul style="list-style-type: none"> • Minimize os riscos de tropeçar, mantendo os corredores livres de mochilas de livros, bancos e outros riscos de tropeçar. • Evite derramamentos, mantendo os produtos químicos e aparelhos bem afastados das bordas da bancada do laboratório ou de outro espaço de trabalho. • Descarte os resíduos químicos perigosos conforme as instruções e peça sempre orientação se não tiver a certeza. • Limpe a sua área de trabalho para o próximo utilizador. • Limpe derramamentos nas balanças conforme as instruções do seu professor.
Higiene adequada
<ul style="list-style-type: none"> • Não prepare ou armazene (mesmo que temporariamente) alimentos ou bebidas no laboratório de química. • Nunca consuma alimentos ou bebidas quando estiver no laboratório de química. • Nunca use ou leve a bata de laboratório para áreas onde os alimentos são consumidos. • Não mastigue chiclete, fume ou aplique cosméticos ou protetor labial em laboratório. Esteja ciente de que os cosméticos, alimentos e produtos de tabaco em embalagens abertas podem absorver vapores químicos. • Nunca leve as mãos ou a caneta ao rosto ou à boca enquanto trabalha no laboratório. • Não manuseie as lentes de contato no laboratório, exceto para removê-las quando uma emergência exigir o uso do lava-olhos ou do chuveiro de segurança. • Para evitar inadvertidamente contaminações, deve remover as luvas antes de deixar a área de trabalho, ou antes de manipular outros materiais como por exemplo telemóveis. • Lave sempre as mãos e os braços com água e sabão antes de sair do laboratório, mesmo que use luvas.
Preparação para situações de emergência
<ul style="list-style-type: none"> • Familiarize-se com a localização e o uso dos equipamentos e instalações de segurança, como saídas, rotas de evacuação, chuveiros de segurança, lava-olhos, extintores de incêndio e caixas de areia.

1.3.2. Equipamentos de segurança e resposta de emergência

Para poder responder a uma emergência, reserve um momento para examinar o laboratório ao entrar e identificar os equipamentos de segurança, sinais, alarmes de incêndio e saídas. Alguns dos itens que pode localizar incluem **extintor de incêndio**, **chuveiro de segurança**, **lava-olhos**, **sinalização de evacuação**, **torneira de segurança de gás (se acessível)**, **kit de primeiros socorros** e **manta de incêndio** (ver Figura 1.3).

<p style="text-align: center;">PLANTA DE EMERGÊNCIA</p> 	<p style="text-align: center;">LAVA-OLHOS</p> <p>Produtos químicos nos olhos: lavar imediatamente com uma grande quantidade de água durante cerca de 15 minutos e consultar o médico.</p> 
<p style="text-align: center;">CHUVEIRO</p> <p>Usar o chuveiro quando ocorre derrame de produtos químicos ou incêndio num utilizador do laboratório.</p> 	<p style="text-align: center;">CÂMARA DE EXAUSTÃO</p> <p>Se puder ocorrer libertação de gases e/ou vapores tóxicos a experiência deve ser obrigatoriamente efetuada numa câmara de exaustão (hotte).</p> 

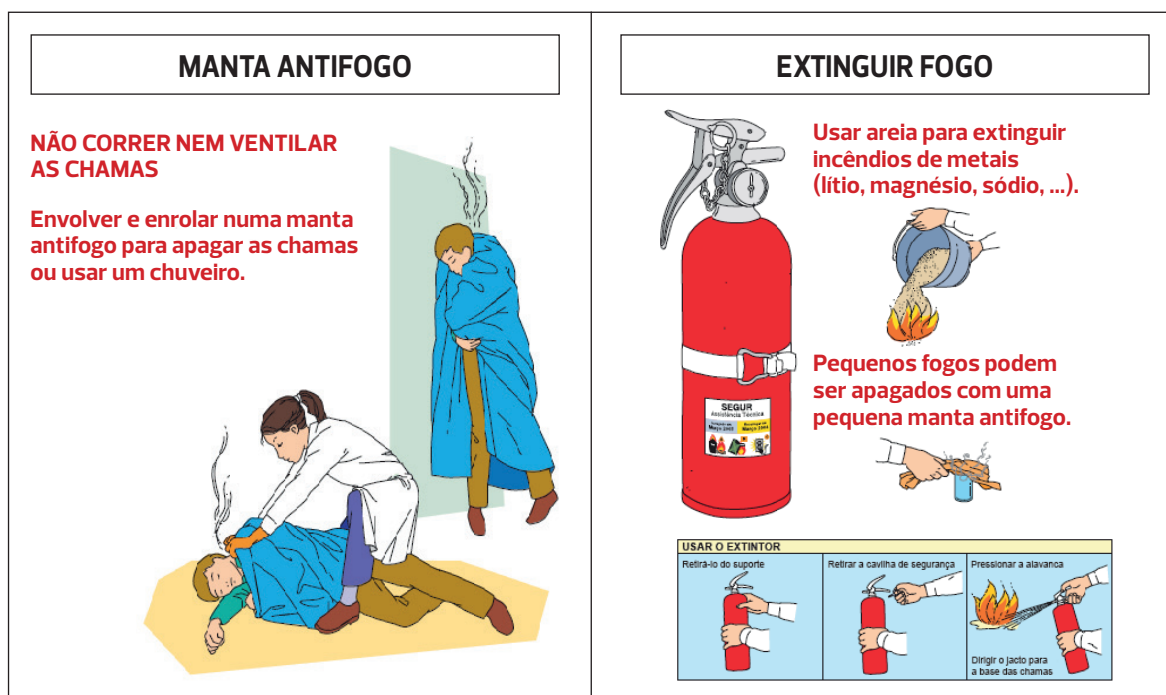


Figura 1.3 – Equipamentos e resposta de emergência.

(Fonte: http://laboratorioscolares.net/sites/default/files/equipamento_activo_seguranca.pdf, acessado em janeiro de 2021.)

Enquanto se prepara para responder a uma emergência, lembre-se de que o objetivo principal é proteger a vida humana e minimizar os ferimentos. Nunca se coloque em perigo. O segundo objetivo é minimizar os danos às estruturas ou equipamentos. Siga os procedimentos de emergência estabelecidos pela sua instituição sob a direção do seu professor.

1.4. Separação/eliminação de resíduos químicos

O manuseio adequado de subprodutos de reação, excedentes, resíduos de produtos químicos e materiais contaminados constitui uma componente importante na prevenção de incidentes e existem regras muito rigorosas para a eliminação de produtos químicos, ver Figura 1.4. Cada aluno é responsável por garantir que esses resíduos sejam tratados de maneira a minimizar os riscos pessoais e reconhecer o respetivo potencial de contaminação ambiental.

Geralmente, os subprodutos de reação e excedentes de produtos químicos serão despejados em recipientes apropriados para resíduos ou recipientes de resíduos perigosos para descarte adequado. O seu professor dar-lhe-á as indicações necessárias para usar os recipientes de resíduos devidamente rotulados. *Deitar resíduos no recipiente errado pode resultar em reações adversas inesperadas, levando a incêndios ou explosões (exemplo: “Contém ácido nítrico – NÃO ADICIONE SOLVENTES ORGÂNICOS”)*. Lembre-se de prestar atenção e siga as instruções.

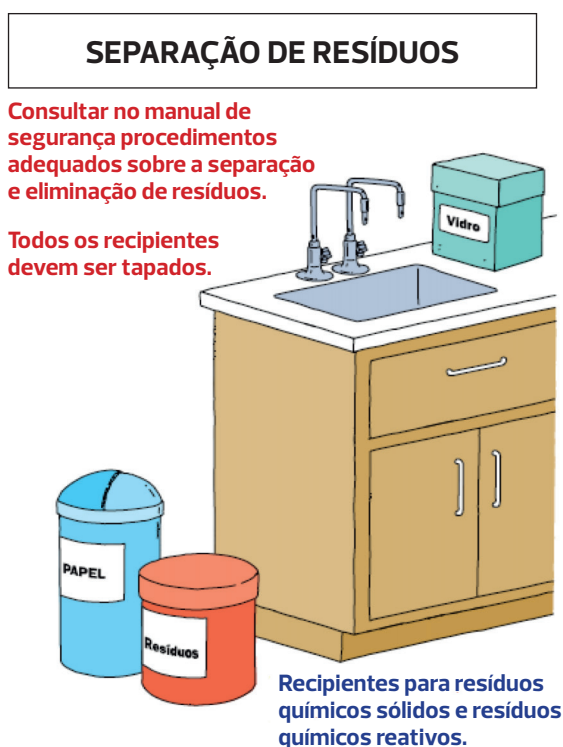


Figura 1.4 – Cuidados gerais na separação de resíduos.

(Fonte: http://laboratorioscolares.net/sites/default/files/equipamento_activo_seguranca.pdf, acedido em janeiro de 2021.)

Algumas regras gerais para remoção de resíduos:

- ✓ Ao descartar produtos químicos, coloque cada classe de resíduo químico no respectivo recipiente de descarte, rotulado especificamente. Leia atentamente a etiqueta do conteúdo e recoloque a tampa após utilização.
- ✓ Nunca coloque produtos químicos numa pia ou no ralo, a menos que seu professor tenha informado que os regulamentos locais permitem que essas substâncias sejam colocadas no sistema de esgoto da rede municipal. Por exemplo, água e soluções aquosas diluídas de cloreto de sódio, açúcar e sabão de um laboratório de química podem ser descartadas na pia.
- ✓ O vidro quebrado deve ser colocado no recipiente próprio de resíduos marcado para tal e não deve ser colocado no ecoponto. Se estiver a usar um termómetro de mercúrio e ele quebrar, informe imediatamente o seu professor. O mercúrio derramado requer procedimentos especiais de limpeza e não deve ser ignorado, porque o mercúrio é tóxico.
- ✓ Os materiais contaminados com produtos químicos, como toalhas de papel usadas para limpar um derramamento, podem precisar de ser colocados num recipiente especial marcado para este uso. O seu professor informará se os materiais de limpeza precisam de ser recolhidos para resíduos perigosos ou colocados nos caixotes de lixo gerais para aterro sanitário.

Por vezes, os subprodutos de reação podem ser neutralizados ou desativados como parte do procedimento experimental, e isso pode ajudar a reduzir o manuseio de resíduos, o que reduz o custo da respetiva remoção.

Anexo I – Produtos químicos incompatíveis.

Reagente	Substâncias incompatíveis
Acetileno	Cloro, bromo, flúor, prata, cobre, mercúrio e seus derivados
Acetona	Misturas de ácido nítrico e ácido sulfúrico concentrado
Ácido acético	Ácido crômico, ácido nítrico, compostos hidroxilados, etileno glicol, ácido perclórico, peróxidos, permanganatos
Ácido cianídrico	Ácido nítrico, bases
Ácido crômico e trióxido de crômio	Ácido acético, cânfora, glicerol, álcoois, outros líquidos inflamáveis
Ácido nítrico (concentrado)	Ácido acético, acetona, álcoois, anilina, ácido crômico, ácido cianídrico, sulfureto de hidrogénio, líquidos inflamáveis, gases inflamáveis, cobre, latão, metais pesados
Ácido oxálico	Prata, mercúrio
Ácido perclórico	Anidrido acético, bismuto e ligas de bismuto, álcoois, papel, madeira, gorduras, óleos
Ácido sulfúrico	Água, cloratos, percloratos, permanganatos, carbonatos
Amoníaco	Mercúrio, cloro, hipocloritos, iodo, bromo, fluoreto de hidrogénio, sais de prata
Anilina	Ácido nítrico, peróxidos
Azidas	Ácidos
Bromo	Amoníaco, acetileno, butadieno, butano, metano, propano (ou outros hidrocarbonetos gasosos), hidrogénio, benzeno, metais finamente divididos
Carvão ativado	Hipocloritos, todos os agentes oxidantes
Cianeto de hidrogénio	Ácido nítrico, bases
Cloratos	Sais de amónio, ácidos, metais finamente divididos, enxofre, substâncias orgânicas finamente divididas ou combustíveis
Cloro	Amoníaco, acetileno, butadieno, butano, metano, propano (ou outros gases de petróleo), hidrogénio, benzeno, metais finamente divididos
Cobre	Acetileno, peróxido de hidrogénio
Compostos de arsénio	Qualquer agente redutor
Flúor	Isolar de todas as substâncias
Fluoreto de hidrogénio	Amoníaco e amónia
Fósforo (branco)	Ar, oxigénio, bases, agentes redutores

Hidrazina	Peróxidos, ácido nítrico, todos os outros agentes oxidantes
Hidrocarbonetos	Flúor, cloro, bromo, ácido crómico, peróxidos
Hidróxido de sódio e potássio	Água, ácidos
Hipocloritos	Ácidos, carvão ativado
Iodo	Acetileno, amoníaco, amónia, hidrogénio
Líquidos inflamáveis	Nitrato de amónio, ácido crómico, peróxido de hidrogénio, ácido nítrico, peróxido de sódio, compostos halogenados
Mercúrio	Acetileno, amoníaco
Nitrato de amónio	Ácidos, metais finamente divididos, líquidos inflamáveis, nitritos, enxofre, substâncias orgânicas finamente divididas ou combustíveis
Metais alcalinos	Água, dióxido de carbono, tetracloreto de carbono, hidrocarbonetos clorados, hidrogénio
Nitrito de sódio	Nitrato de amónio, outros sais de amónio, ácidos
Óxido de cálcio	Água
Oxigénio	Óleos, gorduras, hidrogénio, materiais inflamáveis
Percloratos	Anidrido acético, bismuto e ligas de bismuto, álcoois, papel, madeira, gorduras, óleos, ácidos, materiais combustíveis
Permanganato de potássio	Glicerol, etileno glicol, benzaldeído, ácido sulfúrico
Peróxido de hidrogénio	Cobre, crómio, ferro, a maior parte dos metais e seus sais, álcoois, matéria orgânica, anilina, nitrometano, líquidos inflamáveis, substâncias combustíveis
Peróxido de sódio	Todas as substâncias oxidáveis como etanol, metanol, ácido acético glacial, anidrido acético, benzaldeído, sulfureto de carbono, glicerol, etileno glicol, acetato de etilo, acetato de metilo, furfural
Pentóxido de fósforo	Água
Potássio	Tetracloreto de carbono, dióxido de carbono, água
Prata	Acetileno, ácido oxálico, ácido tartárico, compostos de amónio
Sódio	Tetracloreto de carbono, dióxido de carbono, água
Sulfureto de hidrogénio	Ácido nítrico fumante, ácido crómico, gases oxidantes, óxidos de metais

(Fonte: <http://nshs.tecnico.ulisboa.pt/files/sites/10/manual-de-seguranca-para-laboratorios.pdf>,
acedido em janeiro de 2021.)

Anexo II – Acidentes que podem ocorrer no laboratório e procedimentos a adotar.

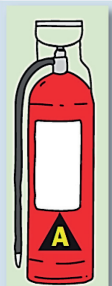



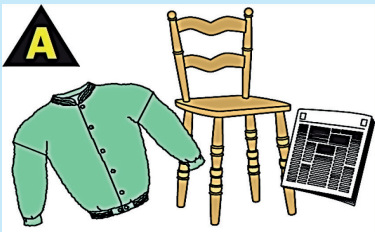
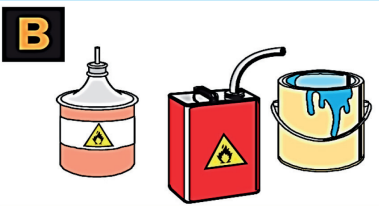
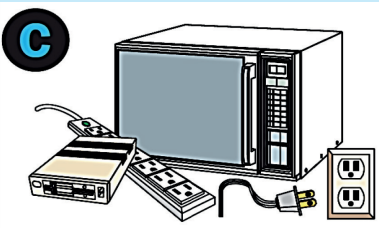
Tipo de Acidente	Procedimento
Feridas	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Se o ferimento não for muito profundo, deixar sangrar alguns segundos; ✓ Remover corpos estranhos pequenos. Objetos cravados profundamente não devem ser removidos; ✓ Lavar a ferida com uma gaze embebida com soro fisiológico; ✓ Desinfetar com antisséptico; ✓ Proteger com uma compressa esterilizada. Cobrir com adesivo ou ligadura ou colocar um penso rápido.
Golpe profundo	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Pedir ajuda; ✓ Parar ou diminuir a hemorragia, aplicando pressão sobre a ferida. Se a ferida for muito grande ou contiver corpos estranhos aplique pressão acima do corte, nunca mais de 5 min; ✓ Encaminhar para assistência médica urgente.
Pequenas queimaduras	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Lavar abundantemente com água; ✓ Aplicar gaze gorda existente na caixa de primeiros socorros.
Grandes queimaduras	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Solicitar ajuda; ✓ Lavar abundantemente a área afetada com água; ✓ Encaminhar para assistência médica urgente.
Queimaduras químicas (via ocular)	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Identificar o produto que causou a lesão; ✓ Lavar os olhos com as pálpebras abertas com soro fisiológico ou no lava-olhos; ✓ Cobrir o olho sem pressionar e encaminhar para assistência médica urgente.
Queimaduras químicas (via cutânea)	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Identificar o produto que causou a lesão; ✓ Lavar abundantemente a área afetada com água; ✓ Aplicar gaze gorda existente na caixa de primeiros socorros. <p>Nota: Existem exceções a estas regras. Com alguns ácidos ou bases convém lavar com soluções básicas ou ácidas conforme o caso. Verificar na preparação do trabalho através das FDS.</p> <p>Queimadura de ácidos: lavar com Na_2CO_3 a 5 %.</p> <p>Queimadura de bases: lavar com ácido acético a 5 %.</p>

<p>Inalação de substâncias tóxicas</p>	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Identificar o produto que causou a intoxicação; ✓ Afastar o acidentado do local contaminado; ✓ Se ocorrer inconsciência colocar o acidentado em posição lateral de segurança (face virada para baixo); ✓ Contactar o Centro Antivenenos para obter informação específica sobre como proceder.
<p>Desmaio</p>	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Se achar que vai desmaiar solicitar ajuda imediatamente, de forma a evitar lesões decorrentes da queda; ✓ Encaminhar para assistência médica urgente.
<p>Projeção de produtos químicos no corpo ou vestuário</p>	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Pedir ajuda; ✓ Afastar-se da área onde ocorreu o acidente; ✓ Retirar a roupa; ✓ Lavar abundantemente o corpo com água durante 10 min a 15 min (chuveiro de emergência).
<p>Projeção de produtos químicos nos olhos</p>	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Solicitar ajuda; ✓ Caso tenha óculos não os retire. Lavar imediatamente a cara e os olhos no lava-olhos. Retirar os óculos. Lavar novamente a cara.
<p>Vidro partido</p>	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Nunca tocar no vidro com os dedos; ✓ Varrer para um recipiente próprio com a ajuda de pá ou de toalhas de papel.
<p>Pequeno derrame de produto químico</p>	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Limpar os salpicos com toalhas de papel e colocar em recipiente próprio; ✓ Lavar a área onde ocorreu o derrame, assegurando-se que todo o produto químico foi removido.
<p>Grande derrame de produto químico</p>	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Avisar todos os presentes; ✓ Caso seja possível utilizar <i>kits</i> de absorção para derrames; ✓ Colocar os absorventes em recipiente próprio e identificar; ✓ Lavar a área onde ocorreu o derrame; ✓ Caso não seja possível controlar o derrame, solicitar ajuda especializada (p.e.: Bombeiros).

<p>Pequeno foco de incêndio confinado</p>	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Caso se trate de um fogo num recipiente; ✓ Pedir ajuda; ✓ Procurar algo que possa ser utilizado como tampa, ou usar a manta apaga-fogos.
<p>Pequeno foco de incêndio não confinado</p>	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Solicitar ajuda; ✓ Utilizar o extintor de incêndios ou manta apaga-fogos.
<p>Grande foco de incêndio</p>	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Pedir ajuda; ✓ Se não for possível controlar o incêndio com extintores, dar o alarme no edifício (partir botão de incêndio) e/ou contactar a central de segurança (portaria); ✓ Evacuar o edifício.
<p>Roupa em chamas</p>	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Não correr, isso apenas aumenta o fogo; ✓ Pedir ajuda; ✓ Parar, atirar-se ao chão e rolar sobre si mesmo; ✓ Caso exista ajuda: extinguir eventuais chamas sobre o sinistrado com manta apaga-fogo, ou usar o chuveiro de emergência.
<p>Choque elétrico</p>	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Cortar ou desligar a fonte de energia, mas não tocar na vítima; ✓ Afastar a vítima da fonte elétrica que estava a provocar o choque, usando materiais não condutores e secos como a madeira (cabo de vassoura), o plástico, panos grossos ou borracha; ✓ Chamar o 112.

(Fonte: <http://nshs.tecnico.ulisboa.pt/files/sites/10/manual-de-seguranca-para-laboratorios.pdf>,
acedido em janeiro de 2021.)

ANEXO III – Tipos de extintores.

	Espuma	Pó químico	Dióxido de carbono	Pó químico (várias utilizações)
				
 <p>Combustíveis vulgares: madeira, papéis, têxteis, ...</p>	SIM	NÃO	NÃO	SIM
 <p>Líquidos inflamáveis, solventes, óleos, ceras, ...</p>	SIM	SIM	SIM	SIM
 <p>Gases e equipamentos elétricos.</p>	NÃO	SIM ¹	SIM	SIM ²

¹ Deixam um grande depósito de pó na área de incêndio, pelo que deve ser evitado o seu uso em equipamento eletrónico. O peso do pó derruba com facilidade montagens delicadas.






² Usando dióxido de carbono, os incêndios com solventes podem reacender-se depois de extintos.

(Fonte: http://laboratorioscolares.net/sites/defaultfiles/equipamento activo_seguranca.pdf,
acedido em janeiro de 2021.)

ANEXO IV – Tabela comparativa da simbologia dos pictogramas atualmente em vigor com a convenção anterior.

Saúde		
Nome	Pictograma atual	Símbolo antigo
Irritante ou nocivo		
Corrosivo		
Tóxico		
Mutagénico ou carcinogénico		--
Meio ambiente		
Nome	Pictograma atual	Símbolo antigo
Prejudicial para o meio ambiente		

Medidas preventivas	Exemplos de produtos
<ul style="list-style-type: none"> – Cuidados de higiene: lavar as mãos e não comer ou fumar quando utiliza estes produtos; – Utilizar equipamentos de proteção pessoal (EPP's): luvas, bata ou fato de macaco, viseira, máscara. 	Detergentes, produtos de limpeza de sanitários, fluido refrigerante.
<ul style="list-style-type: none"> – Cuidados de higiene: lavar as mãos e não comer ou fumar quando utiliza estes produtos; – Conservar os produtos nas embalagens de origem; – Utilizar EPP's: luvas (próprias para cada produto) e óculos de proteção. 	Limpa canalizações, ácido acético, ácido clorídrico, amoníaco.
<ul style="list-style-type: none"> – Trabalhar em locais arejados ou no exterior; – Utilizar EPP's: luvas, bata ou fato de macaco, viseira, máscara. 	Pesticidas, produtos biocidas, metanol.
<ul style="list-style-type: none"> – Cuidados de higiene: lavar as mãos e não comer ou fumar quando utiliza estes produtos; – Utilizar EPP's: luvas, bata ou fato de macaco, viseira, máscara. 	Terebintina, gasolina, petróleo para iluminação.
Medidas preventivas	Exemplos de produtos
<ul style="list-style-type: none"> – Não deitar em lixeiras, efluentes industriais ou qualquer sistema de recolha de lixo urbano ou industrial; – Deverão ser destruídas em estações de tratamento ou por processos adequados a cada substância, ou depositadas em locais preparados para o efeito. 	Pesticidas, produtos biocidas, terebintina, gasolina.

Explosivos e inflamáveis		
Nome	Pictograma atual	Símbolo antigo
Inflamável		
Comburente		
Gás sob pressão		--

(Fonte: <https://sea-solucoes.com/site/produtos-quimicos-novos-pictogramas/>,
acedido em janeiro de 2021.)

Medidas preventivas	Exemplos de produtos
<ul style="list-style-type: none">– Nunca se deve proceder à sua utilização junto de fontes de calor ou superfícies quentes;– Não fumar;– Ter extintores adequados na proximidade dos locais de utilização;– Armazenamento em locais bem arejados;– Os produtos inflamáveis devem estar afastados dos produtos comburentes.	Petróleo de iluminação, gasolina, solvente de verniz de unhas.
<ul style="list-style-type: none">– Nunca se deve proceder à sua utilização junto de fontes de calor ou superfícies quentes;– Não fumar;– Ter extintores adequados na proximidade dos locais de utilização;– Armazenamento em locais bem arejados;– Os produtos inflamáveis devem estar afastados dos produtos comburentes;– Usar luvas de proteção/proteção facial/proteção ocular/vestuário de proteção.	Agentes de branqueamento (lixívia), oxigénio para fins clínicos.
<ul style="list-style-type: none">– Não fumar;– Proteger da radiação solar;– Proteger do calor, radiadores, lâmpadas, lareiras,...– Usar luvas de proteção contra o frio/proteção facial/proteção ocular.	Garrafas para gases.

Leituras Seleccionadas

Safety in Academic Chemistry Laboratories; Best Practices For First-and Second-Year University Students, 8th Ed., American Chemical Society Joint Board – Council Committee on Chemical Safety, 2017.

Guidelines for Chemical Laboratory Safety in Academic Institutions, American Chemical Society, 2016.

Manual de Segurança para Laboratórios, Núcleo de Segurança, Higiene e Saúde, Instituto Superior Técnico, 2016.

Globally Harmonized System of Classification and Labelling of Chemicals (GHS), 5th revised edition, ST/SG/AC.10/30/Rev.5; New York and Geneva, 2013.

http://laboratorioscolares.net/sites/default/files/equipamento_activo_seguranca.pdf
(Acedido em janeiro de 2021).

Olga Mayan Gonçalves, *Produtos Químicos – Guia para a Implementação do Normativo REACH e GHS*, Verlog Dashöfer Edições Profissionais, Lisboa, 2010.

2. Medições e instrumentos de medida

2.1. Instrumentos volumétricos e medição de volumes

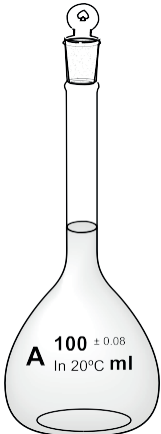
A medição volumétrica de líquidos é uma operação de rotina no laboratório. Balões volumétricos, pipetas volumétricas, pipetas graduadas, provetas e buretas são instrumentos volumétricos de uso comum nos laboratórios.

Os instrumentos volumétricos tais como balões volumétricos, pipetas, buretas e provetas podem ser de dois tipos: classe A ou classe B. A diferença entre ambos os tipos, reside no erro de exatidão máximo que lhes está associado e que é designado por **tolerância**. Na Tabela 2.1 são apresentadas as tolerâncias dos diversos instrumentos de classe A. O material de classe B apresenta valores de tolerância duas vezes superiores aos de classe A.

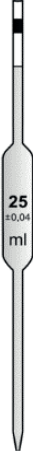
Tabela 2.1 – Tolerâncias dos diversos instrumentos de classe A, de acordo com ASTM E-288-94.

Capacidade volumétrica mL	Provetas	Balões volumétricos	Buretas	Pipetas	
				volumétricas	graduadas
Tolerância \pm mL					
1				0,006	0,01
2				0,006	0,01
3				0,01	
4				0,01	
5	0,05	0,02	0,01	0,01	0,02
10	0,08	0,02	0,02	0,02	0,03
15				0,03	
20				0,03	
25	0,14	0,03	0,03	0,03	0,05
50	0,20	0,05	0,05	0,05	
100	0,35	0,08		0,08	
200	0,65	0,10		0,10	
250	0,65	0,12			
500	1,1	0,20			
1000	2,0	0,30			
2000	3,5	0,50			

Instrumentos de volume fixo



Balão volumétrico




Pipeta volumétrica


Balões volumétricos: Instrumentos calibrados para conter um determinado volume de líquido, a uma dada temperatura. São utilizados para preparar diluições exatas e soluções padrão. Não devem ser usados para transferir líquidos nem armazenar soluções.

Pipetas volumétricas (ou de volume único): São calibradas para transferir um determinado volume de líquido, a uma dada temperatura. O modelo mais comum é o modelo com uma marca (escoamento total). Menos comum é o modelo de duas marcas (escoamento parcial).


Instrumentos de volume variável




Bureta



Pipeta graduada



Micro-pipeta



Proveta

Buretas: São calibradas para transferir volumes variáveis e controlados por válvula de regulação de fluxo, até ao valor de capacidade nominal. Usadas para titulação em análises volumétricas

Pipetas graduadas: Apresentam uma escala de volumes calibrada para transferir volumes variáveis, até ao valor de capacidade nominal. Existem modelos com escoamento total para volumes parciais, escoamento parcial para todos os volumes e ainda escoamento total apenas para o volume nominal.

Micropipetas: Funcionam pelo princípio de interface de ar e são calibradas para transferir volumes variáveis na faixa de microlitro a mililitro. O instrumento não é molhado, o líquido entra somente em contacto com a ponteira descartável.

Provetas: São instrumentos de medição calibrados para conter um volume variável de líquido até uma capacidade máxima nominal.



Gobelé



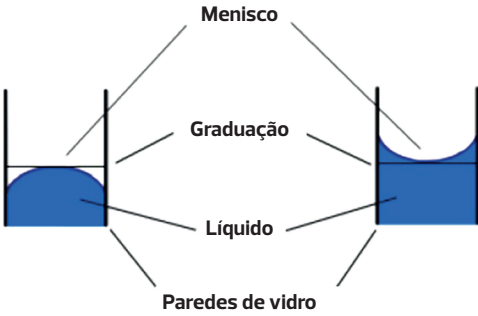
Balão erlenmeyer

Gobelés (copos de precipitação) e erlenmeyers graduados, não são instrumentos volumétricos. Não são calibrados com precisão e a escala serve apenas como uma aproximação. Os seus erros de leitura são superiores a 5 %. São utilizados para fazer misturas, promover reações ou transportar reagentes.

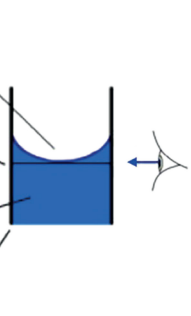
Rigor das medições:

Pipetas volumétricas > Pipetas graduadas > Balões volumétricos > Buretas > Provetas

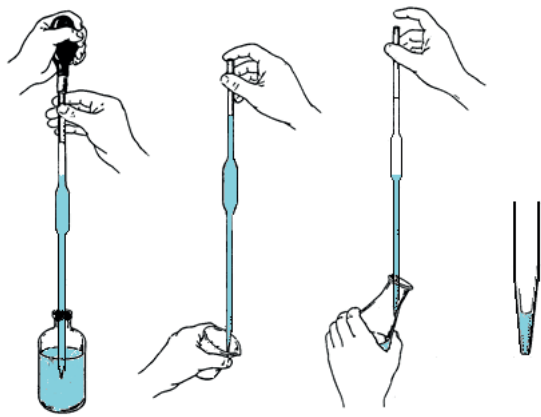
Trabalho com instrumentos de medição volumétrica



Menisco convexo



Menisco côncavo



Manuseio de pipetas de escoamento total

(Adaptado de <https://studylib.net/doc/7137535/lab-1-using-the-pipet>,
acedido em janeiro de 2021.)

Menisco: descreve a curvatura da superfície do líquido que pode curvar para cima (convexo) ou para baixo (côncavo) em função da interação das forças de coesão e de adesão.

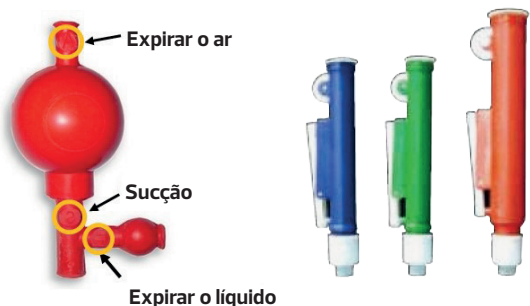
Para ajustar o menisco sem erro de paralaxe, o instrumento volumétrico deve ser mantido na posição vertical e os olhos do observador devem estar na mesma altura do menisco. Nesta posição a marca anelar é visualizada como uma linha.

No caso de um menisco côncavo, o volume deve ser lido no ponto mais baixo do nível do líquido que deve tocar a borda superior da marca de graduação. No menisco convexo será a situação oposta.

As soluções aquosas dão origem a meniscos côncavos (forças de adesão ao vidro superiores às de coesão no seio do líquido).

Pipetas de escoamento total:

- Ajustar uma *pompeta* à ponta superior da pipeta, segurando sempre a pipeta pela ponta superior (e nunca pelo meio).
- Mantendo a pipeta na posição vertical, mergulhá-la no líquido e enchê-la, por aspiração, até ligeiramente acima do traço superior.
- Remover quaisquer gotas de líquido aderentes ao exterior da pipeta, limpando-a num movimento descendente com papel absorvente.
- Deixar escorrer o líquido lentamente e ajustar convenientemente o menisco. Eliminar qualquer gota em excesso que se encontre na extremidade da pipeta, encostando-a à parede molhada dum recipiente.
- Assegurar-se que não existem gotas de líquido aderentes ao exterior da pipeta ou às paredes internas acima do menisco e que não há bolhas de ar nem espuma no líquido.
- Deixar escoar livremente o líquido contido na pipeta para o recipiente, mantendo a pipeta na vertical, com a extremidade encostada à parede interna do recipiente, sem a deixar escorregar.
- Quando terminar o escoamento visível (o menisco deve permanecer imóvel ligeiramente acima da extremidade), manter a pipeta na mesma posição durante 3 segundos (ou, se a pipeta tiver tempo de espera, mantê-la durante o tempo indicado).



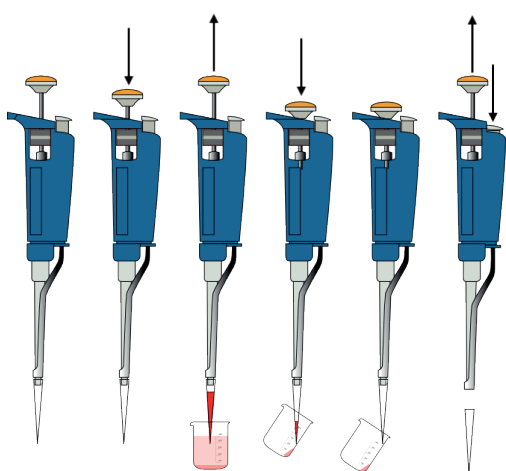
Auxiliares de pipetagem

Peras de pipetagem ou pompetes:

São auxiliares de pipetagem para pipetas volumétricas e graduadas.

A pipetagem utilizando a boca não é permitida. A utilização de auxiliares de pipetagem reduz significativamente o risco de infecção ou lesão.

O líquido deve ser aspirado até atingir um nível pouco acima da marca de referência, para evitar a entrada de líquido na *pompete*. Caso tal aconteça este deverá ser imediatamente removido por esvaziamento e aspiração sucessivos antes de armazenar.



Manuseio de micropipetas

Micropipetas:

- Ajustar a ponta da pipeta e ajustar o volume a medir.
- Pressionar com o polegar o manipulador até à primeira paragem.
- Segurando a pipeta verticalmente, introduzir a ponta cerca de 2 mm na amostra.
- Soltar gradualmente o manipulador e observar o processo de enchimento (deve evitarse a turbulência no interior da ponta, para minimizar o risco de formação de aerossóis). Quando o manipulador estiver na posição inicial, remover o polegar completamente (a ausência de pressão melhora a precisão). Lentamente, retirar a ponta da pipeta da amostra e limpar quaisquer gotas de líquido que tenham ficado aderentes ao exterior.
- Para escoar o volume medido, encostar a ponta da pipeta na parede do recipiente, num ângulo de 10°–45°. Colocar o polegar sobre o manipulador e pressionar de forma uniforme até à primeira paragem. Esperar 1 segundo. Pressionar rapidamente até à segunda paragem.

(Fonte: http://labiq.iq.usp.br/paginas_view.php?idPagina=13&idTopico=65#.YB2NSXIUmM8,
acedido em janeiro de 2021.)

Temperatura: A expansão de um instrumento de vidro com a temperatura é desprezável, no entanto o mesmo não acontece com a expansão dos líquidos a diferentes temperaturas. O volume do líquido só deve ser ajustado ao menisco do instrumento, quando a temperatura do líquido for idêntica ou muito próxima da temperatura de calibração do instrumento.

2.2. Instrumentos de determinação de massa

Qualquer corpo é formado por uma dada quantidade de substância chamada *massa* e sofre uma força de atração para o centro do Planeta chamada *peso*. Os valores destas grandezas correspondem a uma comparação com os correspondentes valores

de massa e de peso de um objeto aceite internacionalmente como padrão (termo de comparação) chamado *quilograma* (kg) [1]. A massa de um objeto é constante e não depende da sua localização, mas o seu peso depende.

A *pesagem*, usando uma balança, é uma operação pela qual se determina a massa de uma substância, sendo a sua prática frequente em laboratórios de Química, Bioquímica ou Biologia.

Existem duas classes de balanças, mecânicas e eletrônicas. Atualmente, as balanças mais comuns nos laboratórios são as balanças eletrônicas que usam um eletroímã para pesar uma carga no prato da balança. São classificadas em quatro² grupos: balanças ultramicroanalíticas, microanalíticas, semimicroanalíticas e macroanalíticas consoante o seu rigor de medição. O grau de exatidão e/ou reprodutibilidade que é necessário satisfazer numa pesagem depende da sua finalidade.



As balanças possuem pés ajustáveis e bolhas de nível que permitem que se mantenha a balança numa posição nivelada.

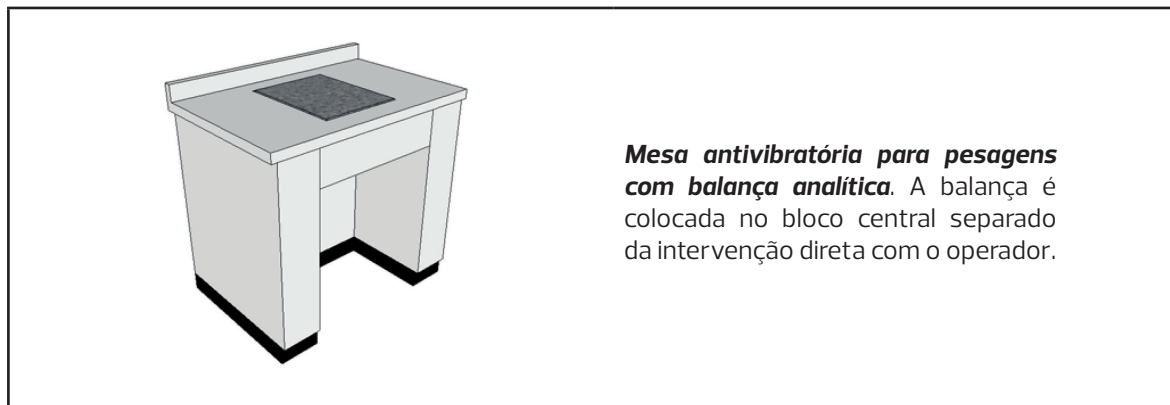
a) Trabalho com instrumentos de medição mássica

O procedimento a utilizar relativamente à manipulação das balanças depende do fabricante e dos modelos disponíveis no mercado. No entanto, existem alguns cuidados gerais que devem ser obrigatoriamente respeitados quando se faz uma determinação de massa em laboratório.

² Classificação de acordo com a Organização Internacional de Metrologia Legal (OIML).

b) Cuidados a ter durante as pesagens com a balança analítica

A balança analítica devido ao elevado grau de exatidão/precisão que lhe estão associados é particularmente sensível a perturbações exteriores durante o processo de pesagem, por isso requer um espaço próprio para ser colocada e manipulada.



- i. A balança deve ser mantida sempre limpa, ou seja, não se devem colocar reagentes diretamente no prato, mas sim sobre uma cápsula de pesagem (ex: vidro de relógio). As substâncias voláteis ou corrosivas devem ser pesadas em recipientes fechados.
- ii. A temperatura do objeto a pesar deve ser razoavelmente próxima da temperatura da balança (o que normalmente é feito por meio de um exsiccador onde se coloca a substância até estabilizar à temperatura ambiente).
- iii. As janelas da balança devem estar fechadas durante a pesagem.
- iv. Cada passo na pesagem (taragem, colocação do objeto no prato, leitura) deve ser feito lentamente, dando tempo suficiente à balança para atingir o equilíbrio.
- v. O objeto a pesar deve ser cuidadosamente colocado no centro do prato da balança, para evitar erros de excentricidade.
- vi. Terminada a pesagem, a balança deve ser limpa, se necessário, as janelas fechadas e desligada se não for utilizada de imediato.

Todos os cuidados referidos relativamente à operação de pesagem com balança analítica se aplicam também às determinações de massa com balança de precisão, com exceção da alínea iii.

2.3. Medição de pH

A determinação do pH é muito importante num grande número de áreas, desde a determinação da qualidade de uma água até à análise do pH do sangue. O pH é a medida da atividade dos protões livres (a_{H^+}) em solução, e define-se como:

$$pH = -\log_{10} a_{H^+} \quad (\text{eq. 1})$$

A atividade é uma função da concentração de íons H^+ em solução e da força iônica dessa mesma solução representada pelo coeficiente de atividade γ , que mede o desvio da atividade de um íon à idealidade: $pH = -\log_{10} [H^+] \gamma_{H^+}$. Se o coeficiente de atividade for 1, então o comportamento do íon será o ideal e a equação (1) assume a forma geralmente utilizada na bibliografia de Química Geral, $pH = -\log_{10} [H^+]$. A solução aproxima-se da idealidade com a diminuição da força iônica, ou seja, para soluções mais diluídas.

A técnica padrão para a determinação do pH é a potenciometria, usando elétrodos de membrana de vidro. O eletrodo de vidro é sensível à presença de íons H^+ . A base do funcionamento de um eletrodo de membrana de vidro é a permuta iônica nas duas superfícies de uma membrana de vidro especial, normalmente composta por grupos Na_2O e SiO_2 . Antes de utilizar um eletrodo de vidro é necessário saturar a membrana em água. Esta formará na superfície do vidro uma camada gel hidratada.

O medidor de pH mede o potencial de uma célula eletroquímica constituída pelo eletrodo de vidro e por um eletrodo de referência. Este potencial varia linearmente com o pH, e, num eletrodo real, pode ser descrito de acordo com a equação de Nernst (eq. 2):

$$E_{cel} = Q - \beta \frac{2,303RT}{F} \log_{10} \frac{a_{H^+}(int)}{a_{H^+}(ext)} \quad (\text{eq. 2})$$

onde Q é uma constante, β é uma medida do estado de funcionamento do eletrodo e $a_{H^+}(int)$ e $a_{H^+}(ext)$ são as atividades dos íons H^+ na solução interior e no exterior da membrana de vidro, respetivamente.

A Figura 2.1 mostra a constituição de um eletrodo combinado de vidro e respetivo eletrodo de referência.

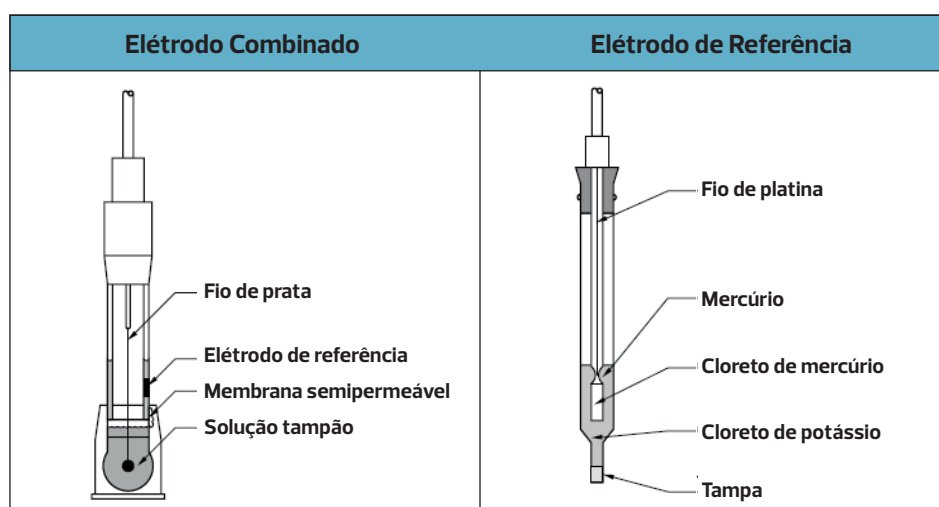


Figura 2.1 – Constituição de um eletrodo combinado de vidro e respetivo eletrodo de referência, para a medição do pH. (Fonte: https://www.academia.edu/38835159/Manual_de_mantenimiento_para_equipos_de_laboratorio, acedido em janeiro de 2021.)

a) Calibração do medidor de pH

O estado da membrana de vidro, e especialmente da camada hidratada, está sujeito a variações ao longo do tempo. Por esta razão, é necessário fazer periodicamente a calibração do pH, por exemplo diariamente ou sempre que se faz uma medição. O objetivo da calibração é fazer coincidir as características do eletrodo com as características do medidor de pH, de forma a que este atribua leituras de pH aos valores de potencial medidos.

A calibração é feita recorrendo a duas soluções tampão de pH conhecido. O valor de pH varia com a temperatura. No caso de soluções comerciais, a variação do pH com a temperatura encontra-se geralmente tabelada na embalagem.

Selecionam-se duas soluções tampão de tal modo que as leituras de pH das amostras fiquem dentro do intervalo de calibração. Normalmente usa-se o pH 7 como uma das soluções tampão. Preferencialmente, as duas soluções não devem diferir mais de 3 unidades de pH entre si (por exemplo, pH 4 e 7 ou pH 7 e 10). Os potenciômetros dispõem de dois botões de regulação que devem ser ajustados consoante as instruções do fabricante.

b) Análise do pH de uma amostra

- 1) Lavar o eletrodo com água destilada e seguidamente com a solução de amostra.
- 2) Mergulhar o eletrodo na amostra e esperar que a leitura estabilize. Registrar a leitura de pH.

Observações:

- Durante as medições, remover a tampa do furo de enchimento do eletrodo de referência.
- Entre medições, lavar o eletrodo com água destilada e seguidamente com a próxima solução a medir. No caso de ser necessário limpar o bulbo do eletrodo com papel absorvente, evitar friccioná-lo, para reduzir a possibilidade de erros por polarização.
- Agitar sempre as amostras e soluções tampão antes de efetuar as medições.
- As amostras e soluções tampão devem estar à mesma temperatura. Se as soluções tampão estiverem guardadas no frigorífico, devem retirar-se com antecedência para que atinjam naturalmente a temperatura ambiente antes de ser utilizadas.

c) Manutenção dos eletrodos de pH

Os eletrodos de pH combinados (eletrodo de vidro e eletrodo referência numa única sonda) devem ser armazenados mergulhados numa solução de eletrólito, 3 M em KCl. Apenas deverão ser mergulhados em água destilada por períodos curtos de tempo, para que a membrana semipermeável não seque.

2.4. Medição de temperatura

A temperatura de um sistema é a propriedade que indica se ele está ou não em equilíbrio térmico com outros sistemas e é uma medida da energia cinética média das partículas que constituem o sistema. É uma grandeza *escalar*, sendo indicada por um número. Um *termómetro* é um instrumento normalizado de medição de temperatura, independente do operador.

Os termómetros baseiam-se na possibilidade de usar uma propriedade dos materiais, que varia com a temperatura de uma forma previsível e reproduzível (exemplos: volume, pressão, resistência elétrica, variação de cor, etc.). Há vários tipos de termómetros, que diferem na exatidão, na técnica, na gama de medição, etc. O tipo de termómetro a ser utilizado para a determinação da temperatura de um sistema depende da aplicação particular pretendida.

Os termómetros mais comuns em laboratórios de aulas são os termómetros de dilatação de líquido em recipiente de vidro (Figura 2.2). São constituídos por um reservatório, cujo tamanho depende da sensibilidade desejada, soldado a um tubo capilar fechado na parte superior. O reservatório e parte do capilar são preenchidos com o líquido. Atualmente o líquido mais usado é o álcool etílico que, por ser incolor, é usado conjuntamente com um corante para visualizar a leitura. Na parte superior do capilar existe um alargamento que protege o termómetro no caso de a temperatura ultrapassar o seu limite máximo.

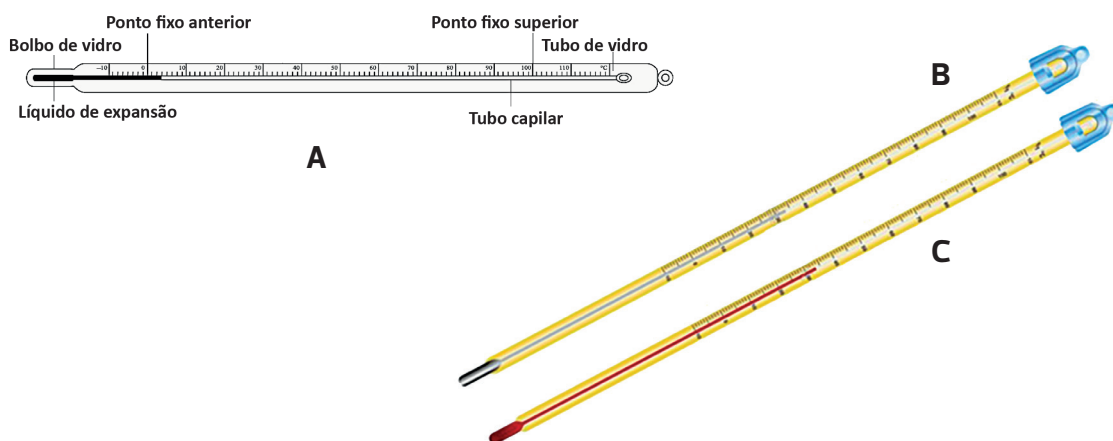


Figura 2.2 – Termómetros de dilatação de líquido em recipiente de vidro.

A: esquema representativo de um termómetro de dilatação de líquido; B e C: exemplos gerais representativos de termómetros de dilatação de mercúrio (proibido o fabrico e comercialização de acordo com a Portaria n° 744-A/99 de 25 de agosto) e de álcool, respetivamente.

A parede do tubo capilar é graduada em graus ou frações deste. Este tipo de termómetros, adapta-se à temperatura do meio em que se encontra e a medição de temperatura faz-se pela leitura da escala no ponto em que se observa o topo da coluna líquida.

Um termómetro deve:

- ser exato;
- ser reprodutível;
- atingir o equilíbrio térmico com rapidez;
- ser sensível (isto é, a propriedade termométrica deve variar claramente com a temperatura).

Nota: Apesar de os termómetros serem em geral instrumentos de exatidão apenas moderada, podem atingir exatidões elevadas (por exemplo, 0,01 °C, com um termómetro de centésimas), desde que tenham sido convenientemente calibrados e sejam utilizados em condições adequadas.

2.4.1. Escalas de temperatura

Anteriormente a 1954, a escala de temperatura internacional era a *escala Celsius*, a qual era baseada no intervalo de temperatura entre dois pontos fixos: (1) a temperatura à qual o gelo puro coexiste em equilíbrio, à pressão atmosférica normal, com o ar saturado de vapor de água (*o ponto do gelo*) – ao qual era atribuída a temperatura de 0 °C; e (2) a temperatura de equilíbrio, à pressão atmosférica normal, entre a água pura e vapor puro (*o ponto de vapor*) – ao qual era atribuída a temperatura de 100 °C. Por esta razão esta escala era também designada por *escala centígrada de temperatura*.

Em 1954, foi escolhido um outro ponto fixo de referência, como base de uma nova escala de temperatura, baseada nas propriedades dos gases. Esse ponto corresponde à temperatura do estado onde *gelo, água líquida, e vapor de água coexistem* em equilíbrio, e é designado por *ponto triplo (PT) da água*.

Considera-se então uma escala de temperatura (escala Kelvin) com a mesma amplitude em termos de unidade, mas com a origem ($T = 0 \text{ K}$) em $-273,15 \text{ °C}$. Assim, o valor da temperatura do ponto triplo da água é, nesta nova escala, $T_{\text{PT}} = 273,16 \text{ K}$, o que corresponde a $0,01 \text{ °C}$. A temperatura do ponto triplo da água pode ser medida com precisão e reproduzida facilmente. De notar ainda que a palavra “grau” foi suprimida da escala Kelvin.

Referências Citadas

[1] Abílio Marques da Silva, *Aprendendo Química; Auxiliado por analogias do cotidiano*, EUEDITO, 2016.

Leituras Selecionadas

Fraser A.W., *Volumetric Glassware Calibration*. Applications note 1. www.allanfraserandassociates.com (De acordo com ASTM E288-94. Standard specification for laboratory glass volumetric flasks.) (2016). (Acedido em janeiro de 2021).

J. Simões, M. Castanho, I. Lampreia, F. Santos, C. Castro, M. Norberto, M. Pamplona, L. Mira, M. Meireles, *Guia de Laboratório de Química e Bioquímica*, 2ª Ed., Lidel – Edições Técnicas Lda., Caps. 6 e 7, 2008.

Alcinda Maria da Costa Anacleto, *Temperatura e sua medição*, Dissertação apresentada na Faculdade de Ciências da Universidade do Porto para obtenção do grau de Mestre em Física para o Ensino, 2007.

Guia básico – como trabalhar com instrumentos volumétricos. Informação. Medições volumétricas, https://www.brand.de/brand/contentserv_data/Context/BRAND%20GMBH%20%2B%20CO%20KG/Dokumente/Produkte/Broschuere/volumetric_measurement_EN.pdf (Acedido em janeiro de 2021).

Manual de Mantenimiento para Equipo de Laboratorio, Organización Panamericana de la Salud, (Documentos Técnicos. Tecnologías Esenciales), Washington, D. C., 2005. https://www.academia.edu/38835159/Manual_de_mantenimiento_para Equipos_de_laboratorio (Acedido em janeiro de 2021).

3. Análise e tratamento de dados

3.1. Escrita de números e valores numéricos

Salvo algumas exceções, os números devem ser escritos em grupos de 3 algarismos a partir das unidades, quer para a esquerda, quer para a direita, separados por um espaço em branco, a menos que o número seja formado por apenas quatro algarismos.

O símbolo decimal a utilizar é a vírgula.

Exemplo: 54 632; 5,463; 5,463 2 e 5,463 22.

3.1.1. Regras de escrita: grandezas, unidades, símbolos e sinais

Grandeza – propriedade de um fenómeno, de um corpo ou de uma substância, que pode ser expressa quantitativamente sob a forma de um número.

Os símbolos das grandezas são impressos em *itálico*. Para o caso de os símbolos das grandezas conterem índices, esses deverão ser escritos em caracteres regulares (direitos).

Exemplo:

Grandeza de base – tempo	Símbolo – t
Grandeza derivada – densidade superficial	Símbolo – ρ_A

Unidade de base – unidade de medida que é adotada, por convenção, para uma grandeza de base.

Os símbolos das unidades e dos valores numéricos são impressos em caracteres regulares e escrevem-se em letra minúscula, mas se o nome derivar de um nome próprio, a primeira letra do símbolo será maiúscula.

Exemplo:

Unidade de base – segundo	Símbolo – s
Unidade de base – joule	Símbolo – J

a) Exemplos de grandezas, respetivas unidades e sua forma de escrita

- Os símbolos das unidades ficam invariáveis no plural.
- O símbolo para litro, unidade de volume não SI, é a letra minúscula l. Para este caso é também permitido usar a letra maiúscula, L, para evitar confusão entre l e 1. O mesmo se aplica ao submúltiplo, podendo utilizar-se ml ou mL.
- Deixa-se sempre um espaço em branco entre o valor numérico e o símbolo da unidade.

Exemplos: 2 s; 5 mL; 50 km/h; 50,8 °C; ...

Excetuando para o caso de símbolos para grandezas angulares planas de unidades grau, minuto e segundo, onde devem apresentar-se imediatamente a seguir ao valor numérico.

Exemplo: 3° 15' 17"

- Quando uma unidade derivada é formada pelo produto de duas ou mais unidades, o seu símbolo pode ser indicado com os símbolos das unidades separadas por um ponto a meia altura ou por um espaço.

Exemplo: 1 N·m ou 1 N m

- Quando uma unidade derivada é formada dividindo uma unidade por outra, o seu símbolo pode ser indicado utilizando uma barra oblíqua, uma barra horizontal ou também expoentes negativos.

Exemplo: m/s ou $\frac{m}{s}$ ou $m \cdot s^{-1}$

- Os prefixos do Sistema Internacional de Unidades (SI) permitem escrever quantidades sem o uso da notação científica, de maneira mais clara para quem trabalha numa determinada faixa de valores. Alguns dos prefixos oficiais mais usados estão na Tabela 3.1.

Os símbolos dos prefixos são impressos em caracteres regulares, sem espaço entre o símbolo do prefixo e o símbolo da unidade.

Exemplos: fs, km, µg, ...

Tabela 3.1 – Prefixos oficiais mais usados.

Prefixo		Potência de base 10	Equivalente numérico
Nome	Símbolo		
tera	T	10^{12}	1 000 000 000 000
giga	G	10^9	1 000 000 000
mega	M	10^6	1 000 000
quilo	k	10^3	1000
hecto	h	10^2	100
deca	da	10^1	10
-	-	10^0	1
centi	c	10^{-1}	0,1
mili	m	10^{-3}	0,001
micro	μ	10^{-6}	0,000 001
nano	n	10^{-9}	0,000 000 001
pico	p	10^{-12}	0,000 000 000 001
femto	f	10^{-15}	0,000 000 000 000 001

(Fonte: https://pt.wikipedia.org/wiki/Prefixos_do_Sistema_Internacional_de_Unidades,
 acedido em janeiro de 2021.)

- Deve utilizar-se o sinal \times e não um ponto para indicar a multiplicação de valores numéricos.
- Quando uma unidade é composta por várias unidades, não se usam simultaneamente símbolos e nomes por extenso.

Exemplo: 5 m/s; $5 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ ou “cinco metros por segundo” e não “5 metros por s”; “5 m por segundo”

- Não associar informação e símbolos de unidades.

Exemplo: o teor de água é de 20 ml/kg e não 20 ml H₂O/kg ou 20 ml água/kg

- Deve escrever-se “ $45 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ ” ou “ $(45 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C}$ ” e não “ $45 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ ”
- Deve escrever-se “10 ml a 20 ml” e não “10 a 20 ml”, nem “10 – 20 ml”
- Deve escrever-se “1 nm \times 6 nm” ou “ $(1 \times 6) \text{ nm}$ ” e não “1 \times 6 nm”

b) Grandezas, unidades e símbolos em Físico-Química

As tabelas (3.2 a 3.5) seguidamente apresentadas seguem a nomenclatura da *INTERNATIONAL UNION OF PURE AND APPLIED CHEMISTRY, IUPAC*.

Tabela 3.2 – Grandezas de base e Unidades de base SI.

Grandeza de base		Unidades de base SI	
Nome	Símbolo	Nome	Símbolo
comprimento	l, h, r, x	metro	m
massa	m	quilograma	kg
tempo	t	segundo	s
corrente elétrica	I, i	ampere	A
temperatura	T, θ	kelvin	K
quantidade de matéria	n	mole	mol
Intensidade luminosa	I_v	candela	cd

O **metro** (m) é a unidade SI de comprimento. É definido fixando o valor numérico da velocidade da luz no vácuo, c , em 299 792 458, quando expresso na unidade $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$, onde o segundo é definido em função da frequência do césio, $\Delta\nu_{\text{Cs}}$.

O **quilograma** (kg) é a unidade SI de massa. É definido fixando o valor numérico da constante de Planck, h , em $6,626\ 070\ 15 \times 10^{-34}$ expressa na unidade do SI, $\text{m}^2\cdot\text{kg}\cdot\text{s}^{-1}$, que é igual a J·s.

O **segundo** (s) é a unidade SI de tempo. A definição de segundo foi reescrita fixando o valor numérico da frequência de transição hiperfina do estado fundamental não perturbado do átomo de césio-133, $\Delta\nu_{\text{Cs}}$, em 9 192 631 770, quando expresso em Hz, que é igual a s^{-1} .

O **ampere** (A), é a unidade SI de corrente elétrica. É definido tomando o valor numérico fixo da carga elementar em $1,602\ 176\ 634 \times 10^{-19}$, quando expressa em coulomb (C), igual a A·s, onde o segundo é definido em termos de $\Delta\nu_{\text{Cs}}$.

O **kelvin** (K) é a unidade SI de temperatura termodinâmica. O seu valor foi estabelecido fixando o valor numérico da constante de Boltzmann em $1,380\ 649 \times 10^{-23}$ quando expresso em unidades do SI, $\text{m}^2\cdot\text{kg}\cdot\text{s}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$, que é igual a $(\text{J}\cdot\text{K}^{-1})$.

O/A **mole** (mol) é a unidade SI de quantidade de substância de uma entidade elementar específica, que pode ser um átomo, molécula, ião, eletrão, ou qualquer outra partícula ou grupo de partículas. O seu valor é estabelecido fixando o valor numérico da Constante de Avogadro (N_A) exatamente igual a $6,022\ 140\ 76 \times 10^{23}$ quando expresso em unidades SI, mol^{-1} e é chamado número de Avogadro.

A **candela** (cd) é a unidade SI de intensidade luminosa, numa dada direção. Define-se fixando o valor numérico da eficácia luminosa da radiação monocromática de frequência 540×10^{12} Hz, K_{cd} , como sendo 683, quando expressa na unidade $\text{lm} \cdot \text{W}^{-1}$, que é igual a $\text{cd} \cdot \text{sr} \cdot \text{W}^{-1}$, ou $\text{cd} \cdot \text{sr} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^3$, onde o quilograma, o metro e o segundo são definidos em termos de h , c e $\Delta\nu_{Cs}$.

Tabela 3.3 – Exemplos de grandezas derivadas e suas unidades SI.

Nome	Grandeza derivada		Unidade SI derivada	
		Símbolo		Símbolo
Área		A		m^2
Volume		V		m^3
Velocidade		v		m s^{-1}
Número de onda		$\tilde{\nu}$		m^{-1}
Densidade		ρ		kg m^{-3}
Concentração de quantidade de matéria		c, [B]		mol m^{-3}
Volume molar		V_m		$\text{m}^3 \text{mol}^{-1}$
Capacidade calorífica molar		C_m		$\text{kg m}^2 \text{s}^{-2} \text{K}^{-1} \text{mol}^{-1}$ ($\text{J K}^{-1} \text{mol}^{-1}$)
Condutividade		κ		S m^{-1}
Momento dipolar elétrico		μ		C m

Tabela 3.4 – Exemplos de Unidades derivadas com nomes especiais no SI.

Grandeza derivada		Unidade SI derivada		
	Nome	Símbolo	Expressão em outras unidades SI	
frequência	hertz	Hz	s^{-1}	
força	newton	N	m kg s^{-2}	
pressão, tensão	pascal	Pa	$\text{N m}^{-2} = \text{m}^{-1} \text{kg s}^{-2}$	
energia, trabalho, calor	joule	J	$\text{N m} = \text{m}^2 \text{kg s}^{-2}$	
potência, fluxo energético	watt	W	$\text{J s}^{-1} = \text{m}^2 \text{kg s}^{-3}$	
carga elétrica	coulomb	C	A s	
potencial elétrico, tensão elétrica	volt	V	$\text{J C}^{-1} = \text{m}^2 \text{kg s}^{-3} \text{A}^{-1}$	
resistência elétrica	ohm	Ω	$\text{V A}^{-1} = \text{m}^2 \text{kg s}^{-3} \text{A}^{-2}$	
condutância elétrica	siemens	S	$\Omega^{-1} = \text{m}^{-2} \text{kg}^{-1} \text{s}^3 \text{A}^2$	
temperatura Celsius	grau Celsius	$^{\circ}\text{C}$	K	

Tabela 3.5 – Unidades não SI e respetiva conversão em unidades SI.

Grandeza	Unidade	Símbolo	Valores em unidades SI
comprimento	Angström	Å	= 10^{-10} m
	Polegada	in	= $2,54 \times 10^{-2}$ m
	Pé	ft	= 12 in = 0,3048 m
	Milha	mi	= 1609,344 m
	Milha náutica		= 1852 m
área	Are	a	= 100 m^2
	Hectare	ha	= 10^4 m^2
volume	Litro	l, L	= $1 \text{ dm}^3 = 10^{-3} \text{ m}^3$
massa	Gramma	g	= 10^{-3} kg
	Dalton	Da	:= $m_a(^{12}\text{C})/12$ $\approx 1,660\,539\,040(20) \times 10^{-27} \text{ kg}$
	Tonelada	t	= $1 \text{ Mg} = 10^3 \text{ kg}$
tempo	Minuto	min	= 60 s
	Hora	h	= 3600 s
	Dia	d	= 24 h = 86 400 s
	Ano	a	$\approx 31\,556\,952 \text{ s}$
força	quilograma-força	kgf	= 9,806 65 N
energia	elétron-volt	eV	$\approx 1,602\,176\,620\,8(98) \times 10^{-19} \text{ J}$
	caloria, termoquímica	cal _{th}	= 4,184 J
	litro atmosfera	L atm	= 101,325 J
pressão	atmosfera padrão	atm	= 101 325 Pa
	Bar	bar	= 10^5 Pa
	Torr	Torr	= $(101\,325/760) \text{ Pa} \approx 133,322 \text{ Pa}$
	milímetro de mercúrio	mmHg	= $13,595\,1 \times 980,665 \times 10^{-2} \text{ Pa} \approx 133,322 \text{ Pa}$
	libras por polegada quadrada	psi	$\approx 6,894\,758 \times 10^3 \text{ Pa}$
momento dipolar	Debye	D	$\approx 3,335\,640\,952 \times 10^{-3} \text{ C m}$

Tabela 3.6 – Algumas constantes fundamentais (CODATA)³.

Grandeza	Símbolo	Valor
velocidade da luz no vácuo	c, c_0	299 792 458 m s ⁻¹ (por definição)
constante de Planck	h	6,626 070 040(81) x 10 ⁻³⁴ J s
carga elementar	e	1,602 176 6208(98) x 10 ¹⁹ C
massa do elétron	m_e	9,109 383 56(11) x 10 ⁻³¹ kg
massa do próton	m_p	1,672 621 894(21) x 10 ⁻²⁷ kg
massa do nêutron	m_n	1,674 927 471(21) x 10 ⁻²⁷ kg
constante de massa atômica	$m_u = 1u$	1,660 539 040(20) x 10 ⁻²⁷ kg
constante de Avogadro	N_A	6,022 140 857(74) x 10 ²³ mol ⁻¹
constante de Boltzmann	k_B, k	1,380 648 52(79) x 10 ⁻²³ J K ⁻¹
constante de Faraday	F	96485,332 89(59) C mol ⁻¹
constante molar dos gases	R	8,314 4598(48) J K ⁻¹ mol ⁻¹
volume molar do gás ideal ($p = 101,325$ kPa, $t = 0$ °C)	V_m	22,413 962(13) dm ³ mol ⁻¹
zero da escala Celsius		273,15 K (por definição)

³ P. J. Mohr, D. B. Newell, and B. N. Taylor. CODATA (Committee on Data for Science and Technology) Recommended Values of the Fundamental Physical Constants: 2014. Rev. Mod. Phys., 88:035009, 2016. Os valores recomendados pelo CODATA estão disponíveis diretamente em <http://physics.nist.gov/constants>.

3.1.2. Algarismos significativos

O número de algarismos significativos de um dado valor permite descrever o grau de precisão desse valor, calculado por combinação de diferentes tipos de medida, pois a incerteza de um valor é propagada em todos os cálculos que com ele forem efetuados.

- Zeros são significativos quando fazem parte do número;
- Zeros não são significativos quando são usados para expressar a ordem da grandeza.

Na Tabela 3.7 estão apresentados alguns exemplos da contagem de algarismos significativos.

2 algarismos significativos

11 mg

0,011 g

4 algarismos significativos

121,5 µL

0,1215 mL

0,0001215 L

Tabela 3.7 – Alguns exemplos da contagem de algarismos significativos.

Número	Algarismos significativos	Número	Algarismos significativos
234	3	$4,4 \times 10^{-2}$	2
23400	3 ou 4 ou 5 ⁽ⁱ⁾	$4,40 \times 10^{-2}$	3
2,340	4	0,044	2
$4,450 \times 10^4$	4	0,0440	3
$4,45 \times 10^4$	3	4,004	4
$4,4_5$	2 ⁽ⁱⁱ⁾	4×10^{-4}	1

⁽ⁱ⁾ Os zeros podem significar apenas a posição da virgula, podendo ser $234,0 \times 10^2$.

⁽ⁱⁱ⁾ O algarismo em índice (5) refere-se ao valor estimado.

3.1.3. Arredondamentos

As regras de arredondamento, tal como referido anteriormente, estão descritas na NP 37:2009. Os arredondamentos devem ser efetuados de acordo com o valor do algarismo seguinte ao qual se pretende arredondar.

$$2,53 \text{ g} \rightarrow 2,5 \text{ g}$$

$$2,55 \text{ g} \rightarrow 2,6 \text{ g} \text{ (para ímpar)}$$

$$2,65 \text{ g} \rightarrow 2,6 \text{ g} \text{ (para par)}$$

$$2,66 \text{ g} \rightarrow 2,7 \text{ g}$$

Não devem ser efetuados arredondamentos sucessivos.

Exemplo: 34,346 2 g passa para 34,3 g e não para 34,35 g e depois para 34,4 g.

Para situações em que se requerem diversos cálculos, recomenda-se fazer o arredondamento apenas para a resposta final.

a) Adição e subtração

Quando se adicionam ou subtraem medidas com diferentes graus de precisão, a precisão do resultado não pode ser maior que a da medida menos precisa.

Exemplo: A soma de dois volumes, 25,5 mL e 2,24 mL, deve ser dado como 27,7 mL e não 27,74 mL.

b) Multiplicação e divisão

Relativamente à multiplicação e à divisão, aplica-se a mesma regra, devem também ser usadas todas as casas decimais, mas o número de algarismos significativos do resultado final não pode ultrapassar o menor número de algarismos significativos dos fatores.

$$\text{Exemplo: } 4,045 \times 0,411 = 1,662\ 495 \xrightarrow{\text{arredondamento}} 1,66$$

A multiplicação ou a divisão de uma dada medida por uma constante não introduz alteração no número de algarismos significativos do resultado.

$$\text{Exemplo: } \frac{42,12 \times 1,03}{2} = 21,691\ 8 \xrightarrow{\text{arredondamento}} 21,7$$

c) Logaritmo

O logaritmo e o seu resultado deverão ter o mesmo número de algarismos significativos.

$$\text{Exemplo: } \log 3,45 = 0,537\ 819\ 095 \xrightarrow{\text{arredondamento}} 0,538$$

3.2. Tipos de desvios

Se considerarmos uma determinação experimental quantitativa (ou medição) de uma dada grandeza X , a probabilidade de encontrar o valor verdadeiro (ou exato), x_e , é reduzida. Todas as medições experimentais estão sujeitas a desvios. Em cada medição, o valor experimental, x_i ($i = 1, 2, 3, \dots$) poderá ser diferente de x_e .

A diferença entre o valor exato e o valor medido será o desvio (ou erro) associado a essa medida, $\Delta x_i = x_e - x_i$. O resultado deverá ser apresentado sempre acompanhado da estimativa dos erros presentes na medição. Quanto à proveniência os erros cometidos podem ser de três tipos:

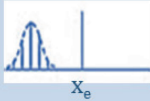



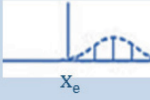



- **Erros grosseiros:** Não entram no padrão normal dos erros associados a uma análise. Não são sujeitos a tratamento de erros. Se ocorrerem e forem detetados, em geral é necessário repetir toda a análise.
- **Erros sistemáticos** (ou determinados): Resultam de erros instrumentais, do método ou do operador. Em geral podem reduzir-se parcial ou completamente. Afetam diretamente a média do processo, produzindo uma deslocação do seu valor em termos de localização. Afetam a exatidão e podem quantificar-se pela diferença entre o verdadeiro valor e o valor médio obtido dos dados.
- **Erros aleatórios** (ou indeterminados): Podem resultar da incerteza instrumental, do método ou do operador. Medem a dispersão não sistemática dos valores em torno de uma média. Afetam a precisão e podem quantificar-se pelo desvio-padrão.

3.2.1. Precisão e exatidão

A **precisão** do método experimental será boa se os erros apresentarem valores bastante próximos nas sucessivas medições, e conseqüentemente, a sua função de distribuição estará concentrada em torno de um determinado valor, mesmo que seja diferente de x_e . Um conjunto de medidas mais preciso apresenta menor dispersão e por isso uma função de distribuição mais estreita, ver Tabela 3.8.

Por outro lado, na mesma tabela, é mostrado que a **exatidão** do método experimental depende da posição do máximo da função de distribuição em relação a x_e . A exatidão mede a concordância entre o valor obtido e o valor aceite como verdadeiro.

Tabela 3.8 – Representação dos erros por precisão e exatidão.

Medições experimentais, x_i		Precisão	Exatidão
		✓	✗
		✗	✓
		✗	✗
		✓	✓

Da comparação destes dois conceitos, precisão e exatidão, conclui-se que a exatidão é afetada pelos erros sistemáticos e a precisão pelos erros aleatórios. São possíveis os dois extremos, resultados muito precisos serem pouco exatos e resultados muito exatos serem pouco precisos.

Para um número de medições elevado, os resultados distribuem-se em torno do valor médio segundo uma curva, em forma de sino, denominada *curva de Gauss*, gaussiana ou distribuição normal. Quanto mais larga for esta curva, mais dispersos serão os resultados e mais pequena será a precisão. Pelo contrário, se a curva for estreita, a maioria dos resultados encontrar-se-á próximo do valor médio, indicando uma grande precisão.

a) Avaliação da precisão e da exatidão

Quando se conhece o valor verdadeiro, pode-se avaliar a exatidão, em valor absoluto e sinal, pelo erro absoluto como a diferença entre o valor medido e o valor verdadeiro (x_e):

$$\text{Erro absoluto} = \bar{x} - x_e$$

onde, \bar{x} é a média aritmética das n medições efetuadas, ou seja:

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + \dots + x_n}{n}$$

A exatidão, pode também ser avaliada pelo erro relativo (em percentagem), dado por:

$$\text{Erro relativo} = \frac{\text{Erro absoluto}}{x_e} \times 100$$

Podemos quantificar a precisão pelo desvio padrão, variância, amplitude ou mesmo através de outros parâmetros estatísticos, tais como o coeficiente de variação e o desvio padrão relativo.

Para um número finito de medições reais ($n < 30$) a estimativa do desvio padrão (s) e da variância (s^2) podem ser obtidos por:

$$\text{Desvio padrão, } s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

$$\text{Variância, } s^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}$$

em que o denominador $n - 1$ indica o número de graus de liberdade (só há $n - 1$ desvios independentes da média).

A amplitude da medição (A) é o valor absoluto da diferença entre os valores extremos de um intervalo nominal de indicações.

Exemplo: Para um intervalo nominal de indicações de -30 °C a 10 °C , a amplitude de medição é de 40 °C

O coeficiente de variação (CV) é uma medida de dispersão que relativiza o desvio padrão em relação à média.

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100$$

Na equação anterior o fator $\frac{s}{\bar{x}}$ representa o desvio padrão relativo (RSD).

Se tratarmos um conjunto de n dados, escolhidos ao acaso, de uma população infinita m , temos uma média (\bar{x}) diferente da média de toda a população. A diferença destas duas médias será tanto maior quanto menor for n . Pode mostrar-se que \bar{x} iguala a média do todo com um desvio padrão de s'/\sqrt{n} , onde s' é o desvio padrão do todo da população. Em geral escrevemos, para n dados, $\bar{x} \pm s_m$, onde $s_m = s'/\sqrt{n}$ e é designado por erro padrão da média ou desvio médio.

b) Qual a confiança na média estimada?

É importante saber a confiança que a média aritmética de um conjunto de resultados merece e como podem atribuir-se-lhe limites de confiança. Se se fizessem n determinações, dever-se-ia obter uma curva de distribuição normal ou distribuição de Gauss (Figura 3.1 (a)), onde se poderia obter uma estimativa do verdadeiro valor que pretendemos medir, μ ; passando o desvio padrão das n medições a ser designado por σ .

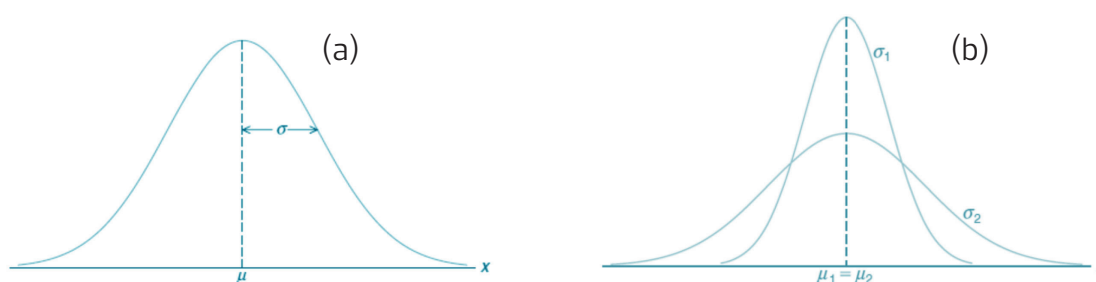


Figura 3.1 – Distribuição de Gauss. (a) Curva de distribuição normal. (b) Curvas de distribuição normal com a mesma média ($\mu_1 = \mu_2$), mas com valores diferentes de desvio padrão ($\sigma_1 \neq \sigma_2$).

Na figura 3.1 (b) há duas curvas normais com a mesma média ($\mu_1 = \mu_2$), mas com valores diferentes de desvio padrão ($\sigma_1 \neq \sigma_2$). A área sob a curva de probabilidade deve ser igual a 1, e, portanto, a que apresenta maior dispersão do conjunto de observações, será a mais larga, ou seja a que apresenta maior desvio padrão (σ_2).

A análise da curva de probabilidade permite prever um intervalo de valores no qual podemos admitir que está contido o verdadeiro valor da média (μ).

Este intervalo é designado por intervalo de confiança e os seus limites por limites de confiança.

Em Química e Bioquímica é usual escolher um intervalo cuja probabilidade de conter as medições seja 95,0 % ou 99,0 %; ou seja $\mu \pm k \times \sigma$, onde k é o fator multiplicativo designado por fator de cobertura, que se encontra tabelado e assume os valores de 1,96; 2,58 e 2,97 para níveis de confiança de 95,0 %; 99,0 % e 99,7 %, respetivamente. Ver na Figura 3.2 o exemplo para o intervalo no qual a confiança é de 95 % (área a branco).

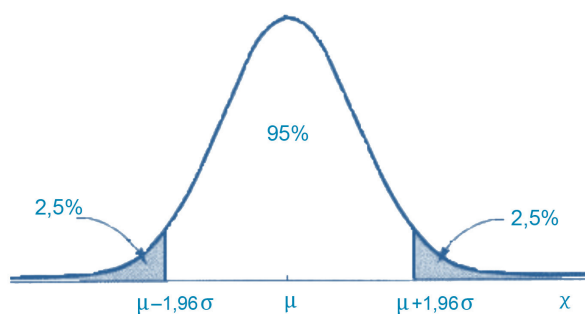


Figura 3.2 – Intervalo cuja probabilidade de conter as medições é de 95,0 %.

Para obter o intervalo de confiança é necessário obter então o valor de σ :

- Para um número elevado de medições (>30) pode assumir-se $\sigma \cong s$.
- Para um menor número de medições, s é determinado e multiplicado por um novo fator multiplicativo o t de *student*. Este fator está tabelado para vários níveis de risco e para vários graus de liberdade (Tabela 3.9). O intervalo de confiança obtido para n medições será dado por:

$$\bar{x} \pm t \times \frac{s}{\sqrt{n}}$$

Tabela 3.9 – Distribuição t de *student* para vários níveis de confiança.

Graus de liberdade	Nível de confiança						
	50,0 %	90,0 %	95,0 %	98,0 %	99,0 %	99,5 %	99,9 %
1	1,000	6,314	12,706	31,821	63,656	127,321	636,578
2	0,816	2,920	4,303	6,965	9,925	14,089	31,600
3	0,765	2,353	3,182	4,541	5,481	7,453	12,924
4	0,741	2,132	2,776	3,747	4,604	5,598	8,610
5	0,727	2,015	2,571	3,365	4,032	4,773	6,869
6	0,718	1,943	2,447	3,143	3,707	4,317	5,959
7	0,711	1,895	2,365	2,998	3,499	4,029	5,408
8	0,706	1,860	2,306	2,896	3,355	3,833	5,041
9	0,703	1,833	2,262	2,821	3,250	3,690	4,781
10	0,700	1,812	2,228	2,764	3,169	3,581	4,587
15	0,691	1,753	2,131	2,602	2,947	3,286	4,073
20	0,687	1,725	2,086	2,528	2,845	3,153	3,850
25	0,684	1,708	2,060	2,485	2,787	3,078	3,725
30	0,683	1,697	2,042	2,457	2,750	3,030	3,646
40	0,681	1,684	2,021	2,423	2,704	2,971	3,551
50	0,679	1,671	2,000	2,390	2,660	2,915	3,460
120	0,677	1,658	1,980	2,358	2,617	2,860	3,373
∞	0,674	1,646	1,960	2,326	2,576	2,807	3,290

(Fonte: Daniel C. Harris, *Análise Química Quantitativa*, 5ª Ed. LTC Editora, Rio de Janeiro, 2001.)

3.2.2. Propagação de erros

É muito comum realizarmos medições indiretas. A realização de uma medição indireta obriga sempre a utilização de um modelo matemático que descreva a relação entre as grandezas envolvidas (A e B), ou seja, uma relação matemática que permita determinar o valor de uma grandeza desconhecida (C) a partir dos valores de outras grandezas conhecidas. Aplicando a lei de propagação de erros podemos determinar o desvio padrão do resultado da grandeza desconhecida, s_C , partindo dos desvios padrões de cada uma das grandezas envolvidas (medidas), s_A e s_B ; ou seja $A \pm s_A$ e $B \pm s_B$.

Dependendo do modelo matemático que define C , neste caso como função de A e de B , podemos obter diferentes expressões para o desvio padrão de C :

– adição	$C = A + B$	$s_C = \sqrt{s_A^2 + s_B^2}$	então	$C \pm s_C$
– subtração	$C = A - B$	$s_C = \sqrt{s_A^2 + s_B^2}$	então	$C \pm s_C$
– multiplicação	$C = A \times B$	$\frac{s_C}{C} = \sqrt{\left(\frac{s_A}{A}\right)^2 + \left(\frac{s_B}{B}\right)^2}$	então	$C \pm s_C$
– divisão	$C = \frac{A}{B}$	$\frac{s_C}{C} = \sqrt{\left(\frac{s_A}{A}\right)^2 + \left(\frac{s_B}{B}\right)^2}$	então	$C \pm s_C$

3.2.3. Regressão linear e o método dos mínimos quadrados

Experimentalmente quando fazemos um determinado número de medições (N), muitas vezes estas correspondem a propriedades que variam linearmente com outras (x_i, y_i).

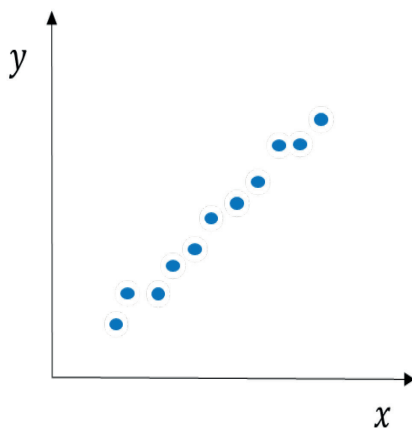


Figura 3.3 – Representação gráfica de um conjunto de medições indiretas.

Tal como já foi referido, os erros aleatórios estão sempre presentes em medições experimentais e, conseqüentemente, os pontos experimentais observados muitas das vezes não coincidem com uma "só" reta. Nestes casos, é necessário determinar a equação da reta que melhor ajusta o conjunto de determinações experimentais registada, $y = m \times x + b$. Ao processo matemático que permite efetuar o melhor ajuste dá-se o nome de regressão linear. O objetivo de uma análise por regressão linear é obter as melhores estimativas para m e b . Estes resultados dependerão da incerteza associada às medições. Um dos métodos mais usados para efetuar uma regressão linear é o *método dos mínimos quadrados*.

Para obter a equação $y = m \times x + b$, a abordagem mais comum é assumir que:

- qualquer diferença entre as medições experimentais e a linha de regressão obtida é consequência de erros aleatórios associados apenas à propriedade y medida,
- os erros aleatórios que afetam y estão normalmente distribuídos, mantendo a variância ao longo da reta,
- os erros aleatórios que afetam y são independentes do valor de x .

Para entender a lógica da regressão linear, vamos considerar a Figura 3.4 com alguns pontos resultantes de medições experimentais e duas linhas retas possíveis que podem razoavelmente representar os dados. Como decidimos qual das linhas representa o melhor ajuste aos dados?

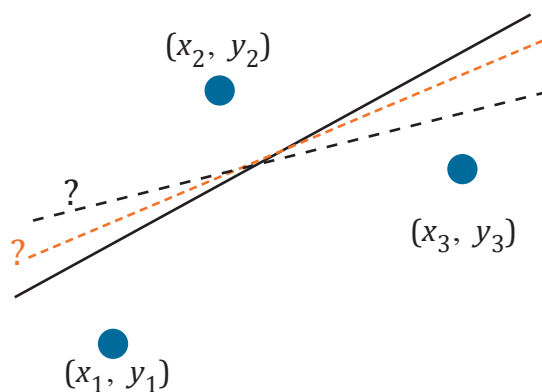


Figura 3.4 – Linhas retas possíveis que podem razoavelmente representar os dados obtidos.

Vamos considerar que a linha a cheio corresponde à equação $y = m \times x + b$, onde m e b são as estimativas para a inclinação e para a interseção ao eixo dos yy .

Como se assumiu que toda a incerteza é devida a erros aleatórios de y , para um dado x a diferença na vertical entre o valor de y medido e o valor de y esperado, \hat{y} , representa o “erro residual” de cada ponto experimental, r_i . Este modelo matemático define para um dado valor particular de x :

$$r_i = y_i - \hat{y}_i$$

Na Figura 3.5 são representados os “erros residuais” de três pontos de dados experimentais, onde os pontos a azul são os dados originais, y_i , e os pontos a verde, \hat{y}_i , são os valores previstos pela equação de regressão $\hat{y} = m \times x + b$.

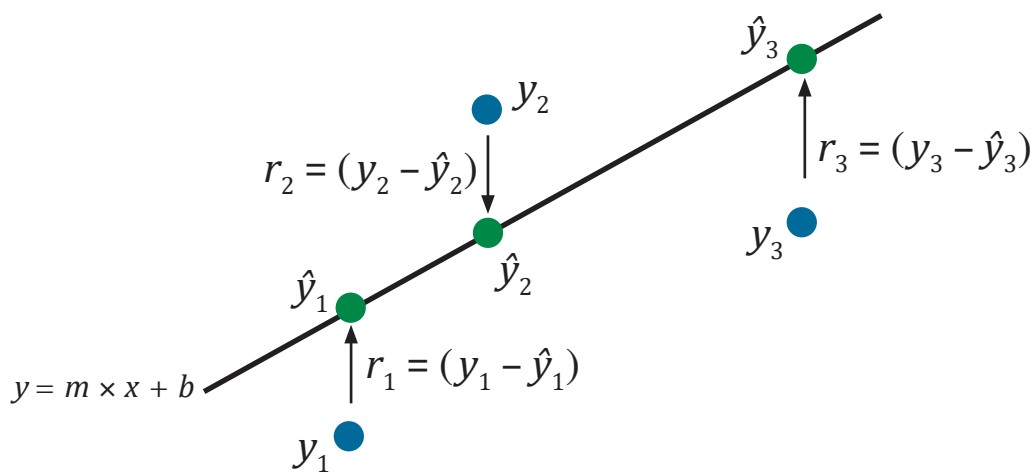


Figura 3.5 – Representação dos “erros residuais” de três pontos de dados experimentais.

Quanto menor o erro residual total, R , que definimos como $R = \sum_i (y_i - \hat{y}_i)^2 = \sum_i (y_i - m \times x_i - b)^2$, melhor será o ajuste da reta aos pontos experimentais, ou seja R minimiza a distância, r_i de todos os pontos à reta obtida cujo declive é m e a ordenada na origem é b . O mínimo da função R pode obter-se igualando a zero a sua derivada, resultando assim as expressões que permitem obter m e b :

$$m = \frac{s_{xy}}{s_{xx}} \quad \text{e} \quad b = \bar{y} - m \times \bar{x}.$$

Pode ainda obter-se o desvio padrão do declive e da ordenada na origem, respetivamente, s_m e s_b :

$$s_m = \frac{s_y}{\sqrt{s_{xx}}} \quad \text{e} \quad s_b = s_y \times \sqrt{\frac{\sum_i x_i^2}{N \times \sum_i x_i^2 - (\sum_i x_i)^2}} = s_y \times \sqrt{\frac{1}{N - \frac{(\sum_i x_i)^2}{\sum_i x_i^2}}}$$

Os parâmetros s_y , s_{xx} , s_{xy} e s_{yy} podem obter-se de acordo com as expressões definidas em rodapé⁴

A melhor reta poderá assim ser descrita com um intervalo de confiança⁵:

$$y = (m \pm t_{p,n-2} \times s_m) \times x + (b \pm t_{p,n-2} \times s_b)$$

Como podemos avaliar a qualidade da reta ajustada? O coeficiente de correlação (R) permite, de uma forma simples, avaliar essa qualidade.

$$\text{Coeficiente de correlação} = \frac{s_{xy}}{\sqrt{s_{xx} \times s_{yy}}}$$

O *Coeficiente de correlação* pode tomar valores entre +1 e -1. Quando o valor absoluto deste é 1 então a relação entre x e y é linear. Se o *Coeficiente de correlação* for nulo os valores de x e y não apresentam qualquer relação linear. O quadrado do coeficiente de correlação designa-se por coeficiente de determinação.

A concentração de uma dada amostra, $C_{amostra}$, pode ser determinada a partir da reta obtida por regressão linear ($y = m \times x + b$), onde y corresponde ao sinal obtido para cada valor de concentração, x . Podemos então escrever, $C_{amostra} = \frac{y_{amostra} - b}{m}$ e o desvio padrão s_c , associado a $C_{amostra}$ terá o valor de:

$$s_c = \frac{s_y}{m} \sqrt{\frac{1}{L} + \frac{1}{N} + \frac{(\bar{y}_c - \bar{y})^2}{m^2 \times s_{xx}}}$$

onde L representa o número de réplicas da amostra que foram lidas, \bar{y}_c é a média das L leituras efetuadas da amostra e \bar{y} é a média das N soluções padrão usadas na reta.

A título de exemplo, o intervalo para a concentração molar de uma amostra poderá então ser representado por:

$$(C_{amostra} \pm t_{p,n-2} \times s_c) \text{ mol/L}$$

Muitas calculadoras, alguns softwares de estatística e mais vulgarmente o *Excel*, permitem realizar uma análise de regressão linear baseada neste modelo.

⁴ $s_{xx} = \sum_i (x_i - \bar{x})^2$; $s_{yy} = \sum_i (y_i - \bar{y})^2$; $s_{xy} = \sum_i (x_i - \bar{x}) \times (y_i - \bar{y})$; $s_y = \sqrt{\frac{s_{yy} - m^2 \times s_{xx}}{N-2}}$.

⁵ O número de graus de liberdade para o *t* de student é $n-2$.

Leituras Seleccionadas

NP 9:2006: NP – Norma Portuguesa; 9 – Número da norma; 2006 – Ano da Edição, regulamentado pelo Instituto Português de Qualidade (IPQ). <http://www1.ipq.pt/PT/Pages/Homepage.aspx> (Acedido em janeiro de 2021).

ISO 8601:2004: ISO – Norma Internacional; 8601 – Número da norma; 2004 – Ano da Edição, regulamentado pelo *International Organization for Standardization* (ISO). <https://www.iso.org/home.html> (Acedido em janeiro de 2021).

ISO 80000-2:2019: ISO – Norma Internacional; 80000-2 – Número da norma; 2019 – Ano da Edição, regulamentado pelo *International Organization for Standardization* (ISO) Quantities and units – Part 2: Mathematics. <https://www.iso.org/home.html> (Acedido em janeiro de 2021).

NP 37:2009: NP – Norma Portuguesa; 37 – Número da norma; 2009 – Ano da Edição, regulamentado pelo Instituto Português de Qualidade (IPQ). *Arredondamento dos valores numéricos*. <http://www1.ipq.pt/PT/Pages/Homepage.aspx> (Acedido em janeiro de 2021).

Grandezas, Unidades e Símbolos em Físico-Química, 2018, (Tradução atualizada, para o Português nas variantes brasileira e portuguesa, da 3ª edição em Inglês da “INTERNATIONAL UNION OF PURE AND APPLIED CHEMISTRY Physical and Biophysical Chemistry Division”), coordenada por Romeu C. Rocha-Filho e Rui Fausto.

The International System of Units (SI), 9th edition, 2019. <https://www.bipm.org/utils/common/pdf/si-brochure/SI-Brochure-9.pdf> (Acedido em julho de 2021).

Definitions of the SI base units. <https://physics.nist.gov/cuu/Units/current.html> (Acedido em julho de 2021).

J. Simões, M. Castanho, I. Lampreia, F. Santos, C. Castro, M. Norberto, M. Pamplona, L. Mira, M. Meireles, *Guia de Laboratório de Química e Bioquímica*, 2ª Ed., Lidel – Edições Técnicas Lda., Cap. 6, 2008.

M.L.S. Simões Gonçalves, *Métodos Instrumentais para a Análise de Soluções, Análise Quantitativa*, 4ª Ed., Fundação Calouste Gulbenkian, 615–620, 2001.

H. D. Crockford, J. W. Nowell, H. W. Baird, F. W. Getzen, *Laboratory Manual of Physical Chemistry*, 2nd Ed., Wiley, 10–35, 1975.

S. E. Kegley, J. Andrews, *The Chemistry of Water*, University Science Books, Cap. 9, 1998.

4. Atividades laboratoriais

- 4.1 Preparação de soluções.
- 4.2 Determinação de cloreto de sódio por Fotometria de Chama em amostras ambientais e biológicas.
Determinação da velocidade da luz.
- 4.3 Caracterização de propriedades físico-químicas de substâncias com uso cotidiano.
- 4.4 Aromas e moléculas.
- 4.5 Transição de fase (líquido/gasoso) de uma substância pura e de uma mistura.
- 4.6 Estudo da cinética de uma reação química que serve de base à medida do nível de alcoolemia.
- 4.7 Quantificação volumétrica do HCO_3^- em solução por titulação ácido-base.
- 4.8 Preparação de soluções tampão e comparação da capacidade tampão.
- 4.9 Estudo qualitativo da atividade antioxidante de alguns alimentos.
- 4.10 Determinação da eficiência de remoção de tiocianatos, numa estação de tratamento, por análise espectrofotométrica.
- 4.11 Quimiluminescência vs. Bioluminescência.

4.1. Preparação de soluções

- *a partir de sólidos*
- *a partir de líquidos*
- *por diluição de soluções*

Competências conceituais:

- Caracterização dos elementos das substâncias selecionadas na tabela periódica. Identificação do número de massa e número atômico.
- Massa atômica, massa molecular, massa molar. Cálculo de massa molar de substâncias compostas ($\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$).
- Conceitos de concentração e de diluição de uma solução.
- Unidades de concentração ($\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$; $\text{mmol}\cdot\text{dm}^{-3}$; $\text{g}\cdot\text{dm}^{-3}$; $\text{mg}\cdot\text{dm}^{-3}$; % V·V⁻¹; % m·m⁻¹; densidade (ρ); conversão de unidades).

Competências laboratoriais:

- Medição de volumes, distinção de material volumétrico (pipeta volumétrica, pipeta graduada, bureta, balão volumétrico, proveta). Seleção do material mais adequado.
- Pesagens, distinção de equipamento de pesagem (balança técnica e balança analítica) e respetiva seleção.
- Cuidados de execução laboratorial na preparação de soluções.

Enquadramento teórico

Uma **solução** é uma mistura homogénea de dois ou mais componentes, ou seja, a composição da mistura é a mesma em todos os pontos. Chama-se **solvente** ao componente predominante na mistura, estabelecendo o estado físico da solução, e **solutos** aos componentes existentes em menor quantidade.

Concentração de uma solução é a quantidade de soluto presente numa dada quantidade de solução. A concentração pode exprimir-se em várias unidades, sendo as mais comuns representadas na Tabela 4.1:

Tabela 4.1 – Representação de unidades de concentração.

Símbolo e cálculo da concentração	Unidades de concentração
$\text{Molaridade (M)} = \frac{\text{moles de soluto}}{\text{volume de solução (dm}^3\text{)}}$	mol·L ⁻¹ ou mol·dm ⁻³
$\text{Molalidade (m)} = \frac{\text{moles de soluto}}{\text{massa de solvente (kg)}}$	mol·kg ⁻¹
$\text{Percentagem em massa do soluto (\% m/m)} = \frac{\text{massa de soluto}}{\text{massa de solução}} \times 100 \%$	
$\text{Percentagem em volume de soluto (\% V/V)} = \frac{\text{volume de soluto}}{\text{volume de solução}} \times 100 \%$	
$\text{Percentagem em massa/volume de soluto (\% m/V)} = \frac{\text{massa de soluto}}{\text{volume de solução}} \times 100 \%$	
$\text{Concentração mássica} = \frac{\text{massa de soluto}}{\text{volume de solução (dm}^3\text{)}}$	kg·m ⁻³ , g·L ⁻¹ , g·dm ⁻³ , mg·L ⁻¹ (ou ppm)
$\text{Fração molar (\chi)} = \frac{\text{moles de soluto}}{\text{moles totais}}$	

Preparação de soluções a partir de sólidos

Para preparar uma solução com uma dada concentração partindo de um soluto sólido, mede-se a massa de soluto (previamente calculada) e dissolve-se numa fração do volume do solvente. Apenas quando todo o sólido estiver dissolvido deverá transferir por lavagens sucessivas com solvente para o balão volumétrico selecionado e ajustar com solvente à marca de calibração do balão. Se o soluto for um *padrão primário*⁶ e as medições de massa e volume forem rigorosas, a concentração da solução será rigorosamente conhecida.⁷

⁶ Um *padrão primário* é uma substância que deve apresentar os requisitos: massa molecular elevada para minimizar erros de pesagem, grau de pureza superior a 99,95 % (obtida normalmente por recristalização), fácil secagem, estável tanto em solução como no estado sólido, não higroscópico, nem reativo com substâncias existentes no ar ou com a luz.

⁷ Caso contrário, para conhecer a concentração da solução será necessário *aferi-la*.

Cálculo da quantidade química, mol, a partir de uma dada massa de soluto:

$$n = \frac{\text{massa (g)}}{\text{massa molar (g/mol)}}$$

Preparação de soluções a partir de líquidos

Para preparar uma solução com uma dada concentração partindo de um soluto líquido recolher a informação necessária para determinar a respetiva concentração na solução inicial (ex: ρ , P.M. concentração percentual da solução inicial, grau de pureza). Medir com o equipamento volumétrico adequado (pipeta volumétrica e pipeta graduada) o volume de soluto previamente calculado. Transferir para o balão volumétrico selecionado, ajustar com solvente à marca de calibração do balão.

$$\text{densidade } (\rho) = \frac{\text{massa de solução (kg)}}{\text{volume de solução (m}^3\text{)}}$$

Preparação de soluções por diluição

Podemos preparar uma solução com menor concentração (C_f) por *diluição* de uma solução mais concentrada (C_i). Neste caso, para obter uma solução de concentração C_f pipeta-se um volume V_i da solução mais concentrada para um balão volumétrico de volume V_f e ajusta-se o volume até à marca de calibração com o solvente. Sempre que se faz uma diluição é válida a relação:

$$C_i \times V_i = C_f \times V_f$$

uma vez que o número de moles pipetado da solução inicial é igual ao número de moles da solução final.

Duração efetiva do trabalho experimental: 90 minutos.

- 30 minutos para a preparação da solução de NaCl 0,250 M a partir do soluto sólido.
- 30 minutos para a preparação da solução de CH₃COOH 0,2 M a partir do soluto líquido.
- 30 minutos para a preparação das soluções diluídas.

Materiais e reagentes:

- Pipetas volumétricas
- Balões volumétricos
- Gobelé
- Vidro de relógio
- Funil
- Pompete
- Espátula
- Exsicador

- Cloreto de sódio (NaCl) p.a.
- Ácido acético glacial (CH₃COOH)

Equipamento:

- Balança analítica
- Estufa (para secagem de reagentes)

Análise de riscos para a saúde, ambiente e de acidente de todas as substâncias químicas utilizadas.

Reagentes	Símbolos	Pontuação de riscos para/de		
		Saúde	Ambiente	Acidente
Cloreto de sódio (NaCl)	–	1	1	1
Ácido acético glacial (CH ₃ COOH)	C, F	2	1	3

C–corrosivo, F–inflamável.

Procedimento experimental para a preparação de uma solução aquosa de NaCl 0,250 M (Figura 4.1):

- 1) Usando um vidro de relógio, medir rigorosamente numa balança analítica (precisão $\pm 0,0001$ g) a massa de NaCl necessária para preparar 250 mL de uma solução aquosa de concentração próxima de 0,250 M. Registrar o valor da massa medido. (*Observação: O NaCl é um padrão primário, dever-se-á secar previamente numa estufa a aproximadamente 105 °C durante 1 hora, para remover moléculas de água de hidratação. Após secagem, dever-se-á deixar arrefecer em exsiccador até ao momento de utilização*).
- 2) Transferir a massa de soluto para um gobelé. Com a ajuda de um esguicho adicionar água para arrastar todo soluto do vidro de relógio para o gobelé com a ajuda de uma vareta de vidro e dissolver o soluto usando a menor quantidade possível de água desionizada.
- 3) Quando todo o sólido estiver dissolvido, transfira o líquido para o balão volumétrico selecionado. Lave cuidadosamente o copo várias vezes com um esguicho de água desionizada, deitando as águas de lavagem no balão, de modo a transferir quantitativamente todo o soluto. Tenha o cuidado de não deixar o nível do líquido ultrapassar a marca de referência do balão volumétrico.
- 4) Tapar o balão e agitar. Adicionar cuidadosamente água desionizada com o esguicho, até perto da marca de calibração do balão.
- 5) Agitar a mistura resultante para obter uma mistura homogénea (solução) e ajustar à marca do balão. Atenção para não cometer erros de paralaxe. Agitar novamente.
- 6) Calcular a concentração exata da solução e rotular a solução preparada (fórmula química do soluto e do solvente, concentração e data de preparação).

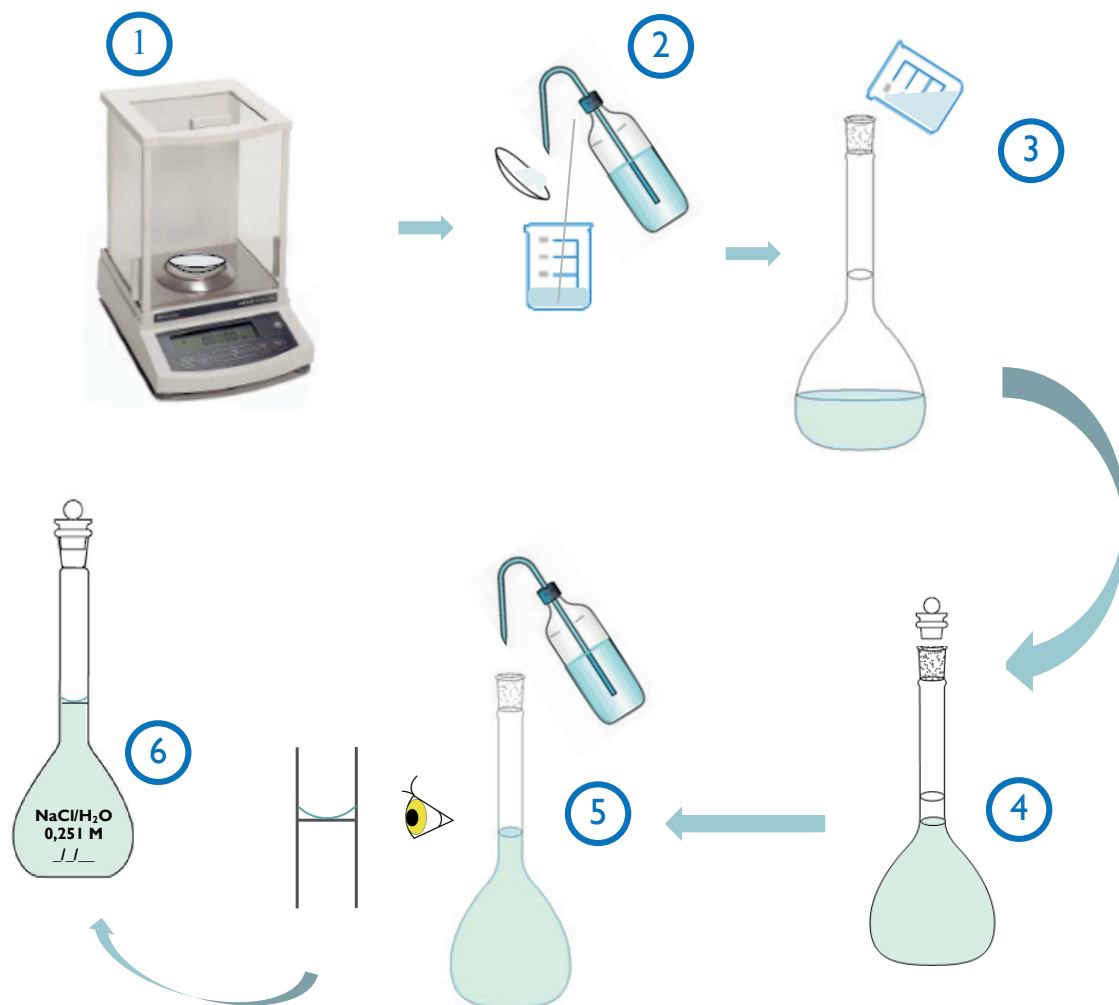


Figura 4.1 – Exemplo de preparação de uma solução a partir de um sólido.

Procedimento experimental para a preparação de uma solução aquosa de CH_3COOH 0,2 M (Figura 4.2):

- 1) Calcular o volume de soluto líquido necessário para preparar 100 mL de uma solução aquosa de concentração próxima de 0,2 M.
- 2) Transferir do frasco comercial para um góbelé uma porção suficiente do soluto a medir. Este procedimento, bem como as etapas 3) e 4) que se lhe seguem, deve ser realizado na *hotte* para remoção dos vapores de CH_3COOH libertados a partir do ácido concentrado.
- 3) Usando uma pipeta volumétrica com a capacidade mais próxima do volume previamente calculado, medir com a ajuda de uma pompete, o volume selecionado.

- 4) Transferir o volume pipetado para um balão volumétrico de 100 mL ao qual se adicionou previamente cerca de 1/2 do seu volume de água desionizada. Durante o processo de escoamento do líquido a ponta da pipeta deve estar encostada à parede do balão de forma a permitir o escoamento total do conteúdo da pipeta.
- 5) Tapar o balão e agitar para solubilizar o soluto. Seguidamente, adicionar cuidadosamente água desionizada com o esguicho, até perto da marca de calibração do balão.
- 6) Agitar para obter uma mistura homogênea (solução) e ajustar à marca do balão. Atenção para não cometer erros de paralaxe. Agitar novamente a mistura.
- 7) Calcular a concentração exata da solução e rotular a solução preparada (fórmula química do soluto e do solvente, concentração e data de preparação).

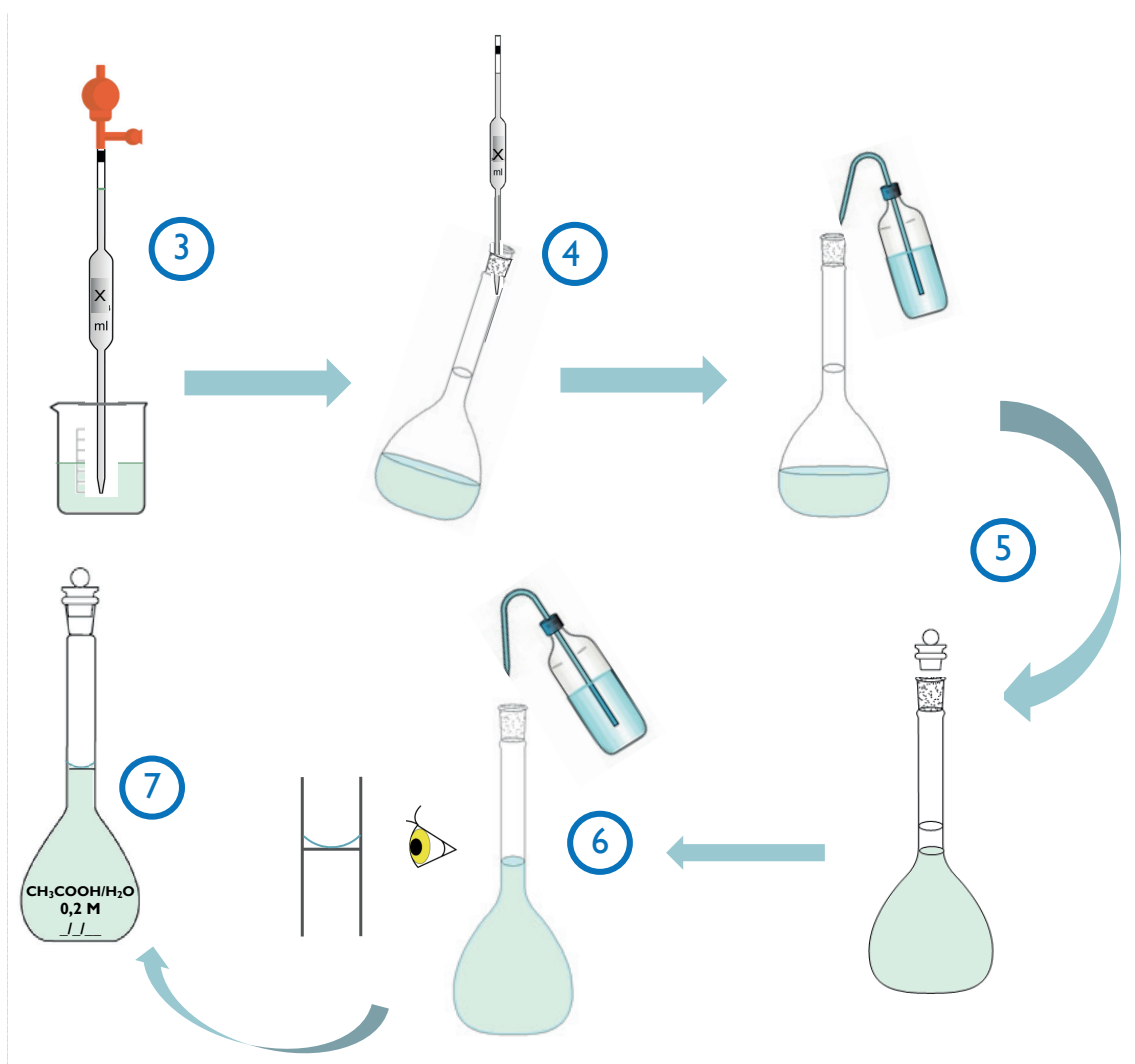


Figura 4.2 – Exemplo de preparação de uma solução a partir de um líquido.

Procedimento experimental para a preparação de soluções aquosas por diluição da solução de NaCl com concentração 0,250 M:

- 1) Por diluição da solução de NaCl 0,250 M, prepare soluções de concentração próxima de:

$2 \times 10^{-3} \text{ M}$	$1 \times 10^{-3} \text{ M}$	$2 \times 10^{-2} \text{ M}$	$2 \times 10^{-3} \text{ M}$	$5 \times 10^{-2} \text{ M}$
------------------------------	------------------------------	------------------------------	------------------------------	------------------------------

Para a preparação de cada solução calcular o volume de solução inicial a pipetar, sabendo que existem no laboratório pipetas volumétricas de: 1, 2, 3, 5, 10, 20, 25 e 50 mL e balões volumétricos de 20, 25, 50, 100, 150, 200 e 250 mL. (*Sugestão*: escolha primeiro o balão volumétrico que pretende usar e calcule depois o volume que é necessário pipetar)

- 2) Transferir para um gobelé uma porção suficiente da solução que se pretende diluir.
- 3) Usando uma pipeta volumétrica com a capacidade mais próxima do volume previamente calculado, medir com a ajuda de uma pompete, o volume selecionado.
- 4) Transferir o volume pipetado para o balão volumétrico escolhido. Durante o processo de escoamento do líquido a ponta da pipeta deve estar encostada à parede do balão de forma a permitir o escoamento total do conteúdo da pipeta.
- 5) Tapar o balão e agitar para homogeneizar a solução. Seguidamente, adicionar cuidadosamente água desionizada com o esguicho, até perto da marca de calibração do balão.
- 6) Agitar para obter uma mistura homogénea (solução) e ajustar à marca do balão. Atenção para não cometer erros de paralaxe.
- 7) Agitar novamente a mistura.
- 8) Calcular a concentração exata da solução. Após transferência para recipiente de armazenamento adequado rotular a solução preparada (fórmula química do soluto e do solvente, concentração e data de preparação).
- 9) O conjunto de soluções preparado por diluição destina-se a ser utilizado na atividade laboratorial seguinte, para determinar a concentração de sódio em solução, usando o método da reta de calibração. As soluções devem ser cuidadosamente armazenadas.

(A partir da alínea 3 o procedimento descrito é idêntico ao representado na Figura 4.2)

Notas:

- a) Para a preparação de soluções de concentração aproximada que não impliquem a medição de massas de soluto com precisão superior à 2^a casa decimal em vez de medir a massa de soluto com balança analítica poderão ser usadas balanças técnicas com precisão variável ($\pm 0,01$ g ou $\pm 0,1$ g), consoante a massa e o nível de rigor pretendido.
- b) Para a preparação de soluções de concentração aproximada, que não impliquem a medição de volumes rigorosos de soluto, em vez de pipetar com pipeta volumétrica poderão ser usadas pipetas graduadas ou provetas consoante o volume a medir e o nível de rigor pretendido.
- c) Para preparar soluções a partir de sólidos cuja composição se altere durante o processo de medição de massa (ex: hidróxido de sódio – NaOH), apenas poderá ser medida uma massa aproximada, devendo a concentração da solução resultante ser aferida posteriormente.
- d) Ao preparar soluções aquosas a partir de um ácido ou base concentrados, a adição do soluto à água deve ser feita lentamente e com muito cuidado devido à possibilidade de produção de reação violenta com produção de calor.
- e) Quando em resultado da dissolução do soluto no seio do solvente há alteração da temperatura inicial (T.A.), por libertação ou absorção de calor no processo de dissolução, o ajuste à marca de calibração do balão volumétrico dever-se-á fazer após a reposição da temperatura inicial.
- f) Não deve introduzir qualquer espátula ou similar dentro do frasco que contém o composto. Deve deixar verter para um recipiente pequeno e limpo, uma quantidade suficiente para daí serem retiradas para um recipiente as quantidades previstas. O remanescente não deve ser colocado novamente no frasco, para evitar o risco de contaminação.

Cálculos prévios

- Solução inicial de cloreto de sódio (Molaridade: 0,250 M)

- Solução inicial de CH_3COOH (Molaridade: 0,2 M)

- Soluções diluídas por diluição da solução de NaCl 0,250 M:

$2 \times 10^{-3} \text{ M}$	$1 \times 10^{-3} \text{ M}$	$2 \times 10^{-2} \text{ M}$	$2 \times 10^{-3} \text{ M}$	$5 \times 10^{-2} \text{ M}$
------------------------------	------------------------------	------------------------------	------------------------------	------------------------------

Leituras Seleccionadas

R. Chang, K. A. Goldsby, *Química*, 11ª Ed., McGraw-Hill, Cap. 4, 2013.

J. Crowe, T. Bradshaw, *Chemistry for the Biosciences: The Essential Concepts*, 3rd Ed., Oxford University Press, Cap. 12, 2014.

K. W. Whitten, K.D. Gailey, R. E. Davis, *General Chemistry*, 4th Ed., Saunders College Publishing, 98-105, 1992.

Investigação

1. Conversão de unidades das soluções diluídas de NaCl preparadas para $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ e $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ de sódio.
2. Represente o diagrama do procedimento laboratorial para a preparação de 500 mL de uma solução de NaCl 1 M.

4.2. Determinação de cloreto de sódio por fotometria de chama em amostras ambientais e biológicas

Competências conceituais:

- Caracterizar os elementos das substâncias em análise na tabela periódica. Identificar o número de massa e número atômico e respetiva configuração eletrónica.
- A cor como expressão de interação radiação-matéria.
Espectros de absorção/emissão atômica UV-Vis.
- A lei de Lambert-Beer, sua aplicação para determinar a concentração de uma substância em solução.
- Traçar uma curva de calibração (absorvência vs. concentração).
- Determinar a concentração da solução problema a partir da curva de calibração.
- Diferenciar entre erro por precisão e erro por exatidão.

Competências laboratoriais:

- Reconhecimento e cuidados na manipulação do fotómetro de chama.
- Medições e registo de leituras experimentais.
- Construção de curva de calibração Absorvência/Concentração utilizando ferramentas digitais.
- Análise comparativa de resultados usando como base soluções de referência.
- Identificar e avaliar erros associados às determinações experimentais.

Enquadramento teórico

O espectro da radiação solar que atinge a superfície terrestre, designado por espectro de radiação eletromagnética (Figura 4.3), é composto por duas componentes perpendiculares, uma elétrica e outra magnética, que se propagam no espaço sob forma de ondas, com uma dada velocidade (quando a propagação ocorre no vácuo esta velocidade, c , assume o valor de $2,998 \times 10^8$ m/s).

Uma radiação eletromagnética caracteriza-se por um valor de comprimento de onda, de frequência e de amplitude:

λ (nm) → **comprimento de onda**: distância entre os máximos quer da componente elétrica quer da componente magnética ($1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$).

ν (Hz) → **frequência**: número de ondas que passam por um ponto fixo P, por unidade de tempo.

A (nm) → **amplitude de onda**: distância vertical entre o meio da onda e a crista ou cava.

O comprimento de onda depende da frequência e da velocidade de propagação da radiação (velocidade da luz).

$$c = \lambda \times \nu \quad (\text{m} \cdot \text{s}^{-1})$$

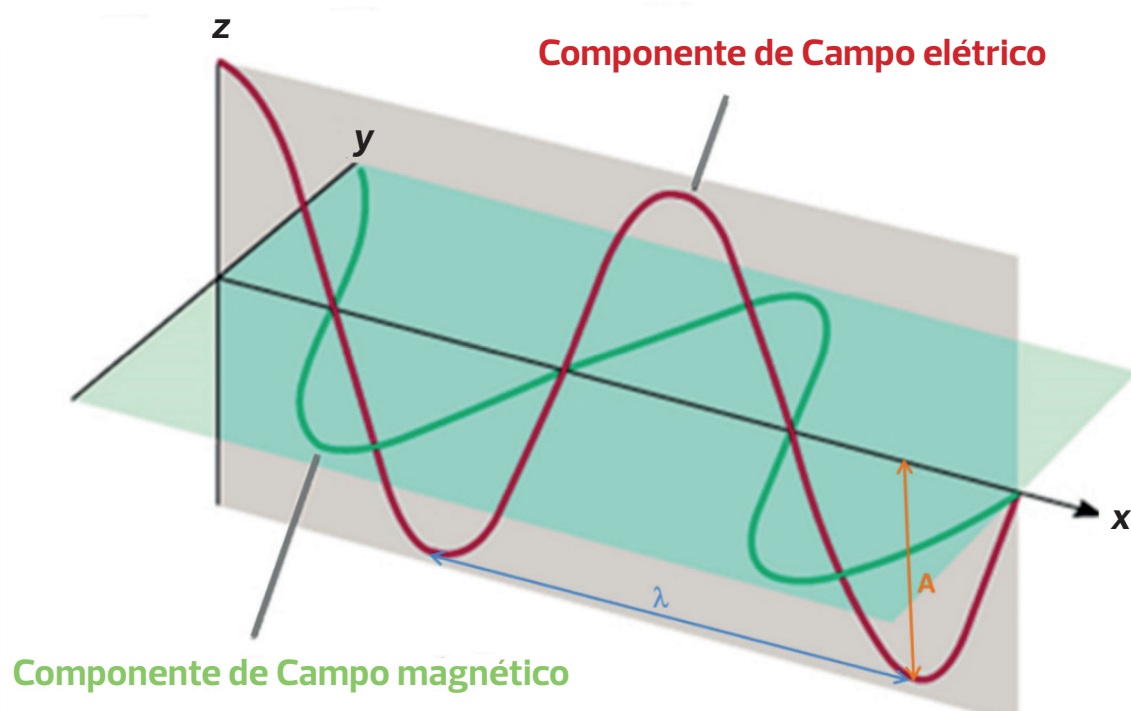


Figura 4.3 – Radiação Eletromagnética.



Se a propagação é mais lenta a distância entre vibrações é menor, conseqüentemente o comprimento de onda será menor.



(Adaptada de <https://edu.rsc.org/download?ac=14941>, acessado em janeiro de 2021.)

Se a propagação é mais rápida a distância entre vibrações é maior, conseqüentemente o comprimento de onda será maior.

A radiação eletromagnética apresenta uma larga variedade de frequências a que chamamos espectro eletromagnético.

Einstein sugeriu que não se pensasse num raio de luz como uma onda, mas sim como um feixe de partículas designadas *fotões*, caracterizados por um determinado valor de energia dado pela equação de Planck:

$$E = h \times \nu \quad (J \cdot \text{fotão}^{-1})$$

$$h = 6,626 \times 10^{-34} \quad (J \cdot s \cdot \text{fotão}^{-1})$$

O modelo atualmente aceite para a estrutura do átomo indica que este é constituído por um núcleo (de prótons e neutrões) e por eletrões. Os eletrões distribuem-se em torno do núcleo, ocupando cada eletrão um nível bem definido de energia.

Os eletrões podem ser excitados (passando para níveis de energia superiores) por absorção de um *quanta* de energia, emitido por exemplo por uma chama ou por uma descarga elétrica. Quando os mesmos eletrões passam de novo para o estado de energia mais baixo (estado fundamental) podem, dependendo do tipo de decaimento, emitir também um *quanta* de energia sob a forma de fotões, ver Figura 4.4.

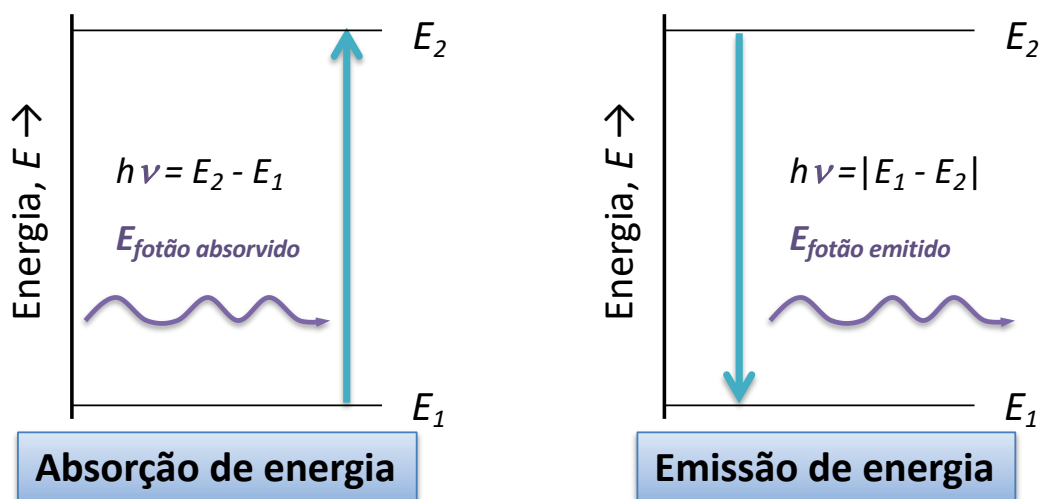


Figura 4.4 – Transição eletrônica entre dois níveis de energia num átomo.

A energia dos fótons ($E_{\text{fotão}}$) é igual à diferença entre os dois níveis de energia, e inversamente proporcional ao respetivo comprimento de onda (λ), de acordo com a seguinte equação:

$$\Delta E = E_2 - E_1 = E_{\text{fotão}} = hc/\lambda = h\nu \text{ (J/fotão)}$$

em que c é a velocidade da luz, $2,998 \times 10^8 \text{ m/s}$, h é a constante de Planck, $6,626 \times 10^{-34} \text{ J}\cdot\text{s/fotão}$ e ν a frequência do fóton ($\nu = c/\lambda$).

Tendo em conta que os eletrões podem transitar para um elevado número de estados excitados, ao regressarem ao estado fundamental podem produzir um feixe de fótons (Figura 4.5). Quando os fótons emitidos passam por um prisma é produzido um espectro de riscas; cada risca corresponde a fótons com uma dada energia e comprimento de onda. Cada elemento apresenta o seu próprio espectro de riscas característico e correspondente à distribuição dos estados de energia eletrônica dos seus átomos. Por exemplo, os 11 eletrões do sódio estão distribuídos por um conjunto de níveis de energia eletrônica diferente dos 29 eletrões do cobre.

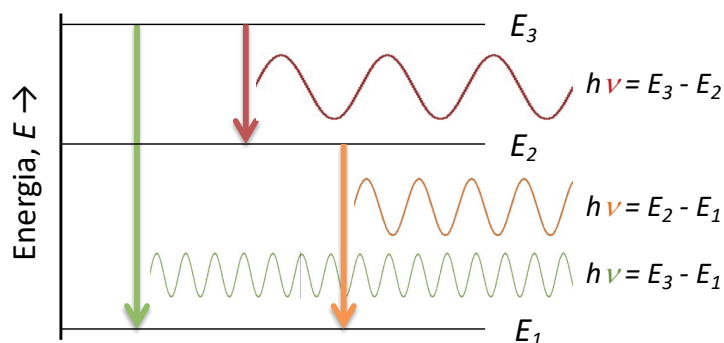


Figura 4.5 – As riscas espectrais podem resultar da emissão de um fóton quando um átomo passa de um nível discreto de maior energia para outro de menor energia. Radiação de alta frequência é emitida quando os dois estados envolvidos na transição apresentam uma maior diferença de energia. Radiação de baixa frequência é emitida quando os dois estados envolvidos na transição apresentam níveis de energia próximos. (Adaptado de P. Atkins, J. Paula, *Elements of Physical Chemistry*, 5th Ed., Oxford, 2009)

Na zona do visível do espectro eletromagnético, a cada comprimento de onda de radiação emitida sob a forma de fótons corresponde uma cor específica. A radiação característica emitida por um átomo de sódio a partir do seu estado excitado de menor energia é amarelo-laranja enquanto que no átomo de cobre a cor da radiação emitida é verde.

Esta propriedade pode ser usada para determinar a concentração de sódio, potássio e lítio numa amostra, usando um fotómetro de emissão de chama. O esquema dos fenómenos que ocorrem na chama está representado na Figura 4.6.

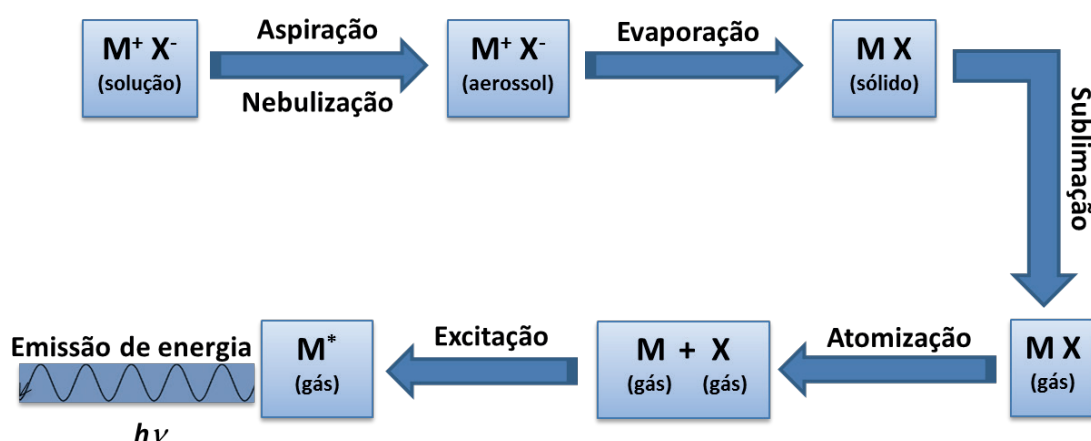


Figura 4.6 – Esquema dos processos que ocorrem no fotómetro de chama. (Adaptada de <https://pt.slideshare.net/jmessiasbrt/analise-instrumental>, acessado em janeiro de 2021.)

A intensidade da radiação emitida a um dado λ é proporcional à concentração de átomos na chama, que por sua vez é proporcional à concentração do elemento na solução.

Nesta atividade laboratorial pretende-se determinar os teores de sódio (Na) numa amostra, utilizando como técnica de análise a fotometria de chama de emissão.

A existência destes elementos em quantidades elevadas em águas subterrâneas pode ser indicativa de poluição por atividades humanas ou animais, em especial tratando-se de zonas onde não existem minerais contendo sódio (sal gema). Estações de tratamento de esgotos e a atividade agrícola contribuem normalmente para a existência de sódio nas águas superficiais. Por outro lado, próximo da costa, a proliferação dos furos subterrâneos pode baixar o nível freático abaixo do nível da água do mar, causando a contaminação dos poços e furos com água salina e o aumento do nível de sódio nestas águas, como acontece em algumas zonas costeiras.

No corpo humano o catião maioritário nos fluidos extracelulares é o sódio apresentando no soro sanguíneo valores de 136 mM a 145 mM [1]. Através da alimentação consumimos diariamente 130 mmol a 280 mmol (8 g a 15 g) de NaCl. Uma vez que a necessidade fisiológica diária de um organismo saudável é aproximadamente 1 mmol a 2 mmol, implica que o excesso seja excretado pela urina e pelo suor.

O soro fisiológico comercial é uma solução salina com 0,9 % de NaCl em massa, dissolvidos em água destilada. É um líquido estéril e com aplicação em medicina uma vez que apresenta concentrações semelhantes aos fluidos corporais (ex: soro sanguíneo).

Duração efetiva do trabalho experimental: 60 minutos.

- 30 minutos para a preparação de todas as soluções (padrões e amostras).
- 30 minutos para leituras e registo de dados.

Materiais e reagentes:

- Pipetas volumétricas
- Balões volumétricos
- Gobelés
- Pompete

- Soluções de calibração de cloreto de sódio (NaCl)
- Soluções amostra de água do mar
- Soluções amostra de soro fisiológico

Equipamento:

- Fotômetro de chama

Análise de riscos para a saúde, ambiente e de acidente de todas as substâncias químicas utilizadas.

Reagentes	Símbolos	Pontuação de riscos para/de		
		Saúde	Ambiente	Acidente
Cloreto de sódio (NaCl)	–	1	1	1

Procedimento experimental:

- 1) Utilize as soluções de NaCl, com concentração rigorosamente conhecida, preparadas na atividade laboratorial 4.1. Estas soluções servirão de padrão para calibrar o fotômetro de chama, permitindo a construção de uma curva de calibração Sinal instrumental/Concentração de NaCl.
- 2) Distribuir as soluções previamente preparadas por gobelés de 50 mL e identificar cada solução (ver Figura 4.7).
- 3) Preparar dois gobelés de 50 mL com água desionizada (um será identificado como branco e o outro como lavagem da tubagem do fotômetro).
- 4) Preparar a(s) solução(ões) amostra de trabalho, fazendo uma diluição preliminar de 1:100 da(s) amostra(s) a analisar.
- 5) Selecionar no fotômetro de chama o filtro para sódio.
- 6) Utilizar o gobelé identificado como "lavagem" para proceder à limpeza do sistema instrumental previamente ligado.
- 7) Utilizar o gobelé identificado como "branco" para ajustar o sistema instrumental ao valor de leitura 0 (zero).

- 8) Efetuar e registrar as leituras de sinal instrumental para as soluções de NaCl preparadas no ponto 2), tendo o cuidado de proceder às leituras da solução menos concentrada para a mais concentrada.
- 9) Utilizar o gobelé identificado como "lavagem" para proceder à limpeza do sistema instrumental.
- 10) Efetuar e registrar as leituras de sinal instrumental para a(s) solução(ões) de amostra preparada(s) no ponto 4). Se o sinal instrumental obtido não se encontrar dentro da gama de leituras obtidas para as soluções padrão de NaCl, prepare uma nova diluição da amostra com concentração ajustada.



Figura 4.7 – Diagrama do procedimento analítico para medição do sinal instrumental utilizando o Fotômetro de Chama.

Tratamento de dados experimentais:

1. Utilizar uma ferramenta digital (máquina de calcular gráfica ou computador) para construir uma reta de calibração, por regressão linear utilizando o método dos mínimos quadrados, relacionando os valores de sinal instrumental registados com as respectivas concentrações em NaCl nas soluções padrão.
2. Determinar a equação da reta de calibração obtida ($y = m \times x + b$).
3. Através da observação do gráfico obtido e usando o coeficiente de determinação (R^2), procure avaliar a coerência do conjunto de resultados.

Registo de dados

Identificação da solução	Concentração da solução $[\text{NaCl}]_{(\text{aq})}$: mg/dm ³	Sinal instrumental
B		
P1		
P2		
P3		
P4		
P5		
B		
A		

Equação da reta de calibração: _____

Concentração da amostra em NaCl:

Compare o valor obtido com o valor de referência e critique o resultado alcançado.

Referências Citadas

[1] W. J. Marshall, *Clinical Chemistry*, 8th Ed., Mosby Elsevier, 2017.

Leituras Seleccionadas

J. A. Beran, *Laboratory Manual for principles of General Chemistry*, 10th Ed., John Wiley & Sons, 2014.

P. Atkins, J. Paula, *Elements of Physical Chemistry*, 5th Ed., Oxford, Cap. 12, 2009.

F. Okumura, E. T. G. Cavalheiro, J. A. Nóbrega, *Quím. Nova*, **27**, 832–836, 2004.

J. Simões, M. Castanho, I. Lampreia, F. Santos, C. Castro, M. Norberto, M. Pamplona, L. Mira, M. Meireles, *Guia de Laboratório de Química e Bioquímica*, 2^a Ed., Lidel–Edições Técnicas Lda., 69–81, 2008.

Investigação

1. Identificar a partir de informação seleccionada, alguns metais essenciais à vida (Fe, Mg, Ca, K, Na, etc.) e identificar a sua função.
2. Represente a configuração eletrónica dos átomos de sódio e cloro no estado fundamental e 1^o estado excitado.
3. Justifique a utilização do fotómetro de chama para a determinação de NaCl em solução aquosa, sabendo que este equipamento responde apenas à presença de sódio em solução aquosa.

Informação complementar: Fotómetro de Chama

- Ligar o compressor de ar.
- Ligar o gás combustível.
- Ligar o fotómetro à eletricidade.
- Ligar a chama (*Power On*) e esperar que acenda a chama.
- Selecionar o filtro correspondente ao elemento a analisar.
- Acertar o zero (0) com água desionizada.
 - verificar e ajustar a sensibilidade do equipamento.
- Acertar o padrão de Na^+ (solução mais concentrada) a 100.
- Acertar novamente o zero (0) com água desionizada.

Determinação da velocidade da luz

(Atividade complementar à atividade laboratorial 4.2.)

Competências conceituais:

- Reconhecimento da natureza ondulatória da luz.
- Espectro de radiação eletromagnética, conceitos de comprimento de onda (λ), frequência (ν), velocidade da luz (c) e respectivas unidades.
- Conceitos de amplitude de uma onda, nodo e antinodo.
- Compreensão de fenômenos e equipamentos do quotidiano tendo por base o conhecimento científico que os fundamenta.
- Diferenciar entre erro por precisão e erro por exatidão.

Competências laboratoriais:

- Reconhecimento e cuidados na manipulação do forno microondas.
- Medições e registo de leituras experimentais.
- Identificar e avaliar erros associados às determinações experimentais.

Enquadramento teórico

Um forno de microondas é constituído por uma fonte de energia elétrica de alta tensão que alimenta um gerador de microondas (magnetron). Este gerador, situado num dos lados da caixa do forno, produz ondas eletromagnéticas com comprimentos de onda, e correspondente energia, na região das microondas do espectro eletromagnético. A radiação emitida atravessa a câmara do forno, choca com a parede oposta e é refletida no sentido oposto. A onda refletida cruza-se com a onda original cancelando-se mutuamente em determinados pontos e adicionando-se em outros (ver Figuras 4.8 e 4.9). É assim criada uma onda estável com posições de elevada amplitude (antinodos) que geram um forte aquecimento e posições de amplitude próxima de zero (nodos) que geram um fraco aquecimento dos alimentos. A distância entre dois antinodos consecutivos corresponde a $1/2$ do comprimento de onda da radiação inicialmente gerada.

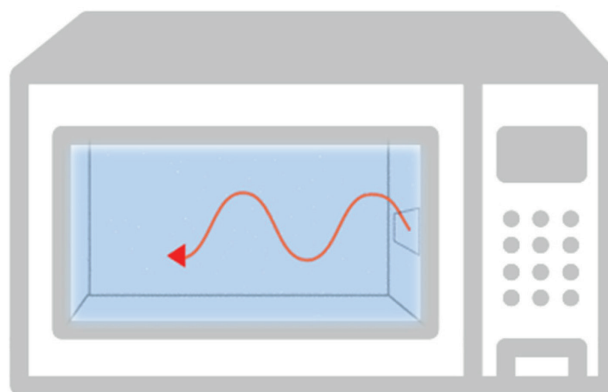


Figura 4.8 – Emissão de radiação por um forno de microondas.

(Adaptada de <https://edu.rsc.org/download?ac=14941>, acessado em janeiro de 2021.)

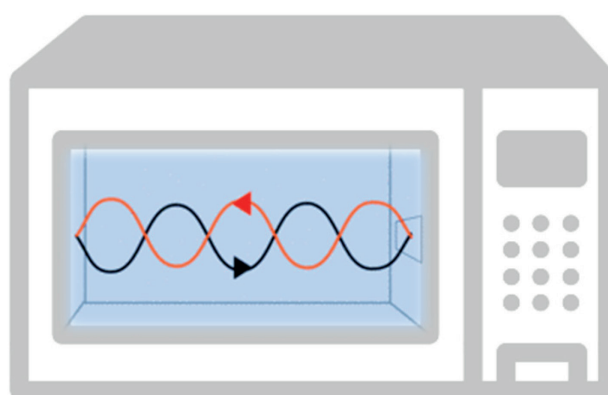


Figura 4.9 – Efeito de retorno da onda emitida pela fonte ao contactar com a superfície metálica oposta do forno de microondas. (Adaptada de <https://edu.rsc.org/download?ac=14941>, acessado em janeiro de 2021.)

Ao colocar na câmara do forno de microondas, após inativação do prato giratório, um conjunto de fatias de pão cobertas com margarina uniformemente distribuída, observa-se que nas zonas correspondentes aos antinodos a margarina funde primeiro (ver Figura 4.10).

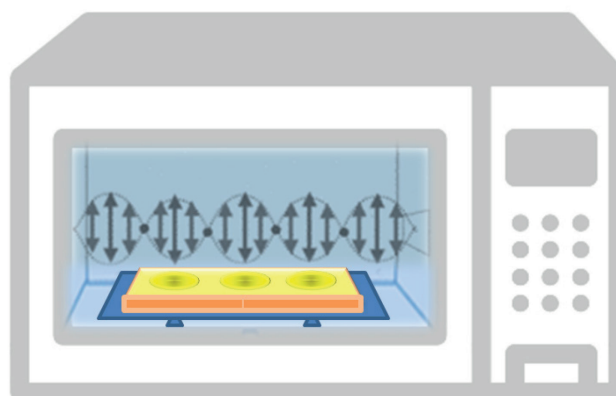


Figura 4.10 – Formação de zonas regulares de menor e maior aquecimento do alimento, associadas às regiões nodais e antinodais. (Adaptada de <https://edu.rsc.org/download?ac=14941>, acessado em janeiro de 2021.)

Duração efetiva do trabalho experimental: 20 minutos.

- 10 minutos para a preparação do material de estudo.
- 10 minutos para leituras e registo de dados.

Materiais e reagentes:

- Prato
- Régua
- Espátula
- 4 fatias de pão ou tostas
- Margarina

Equipamento:

- Forno de microondas

Procedimento experimental:

- 1) Colocar 4 fatias de igual dimensão ($\cong 10 \text{ cm} \times 10 \text{ cm}$) de pão/tostas, em formato quadrangular, num prato.
- 2) Cobrir com margarina, uniformemente distribuída, garantindo que não ficam descontinuidades entre as fatias.
- 3) Remover o prato do forno de microondas.
- 4) Colocar o prato com as fatias de pão/tostas no forno de microondas sobre um suporte que impeça a rotação do prato.
- 5) Ligar o forno de microondas na potência máxima e desligar de 2 segundos em 2 segundos.
- 6) Quando observar a formação de sulcos paralelos na superfície da margarina, resultantes da fusão apenas em zonas bem definidas, retire o prato do forno de microondas com cuidado.

- 7) Com uma régua meça a distância entre dois sulcos seguidos, ver Figura 4.11.

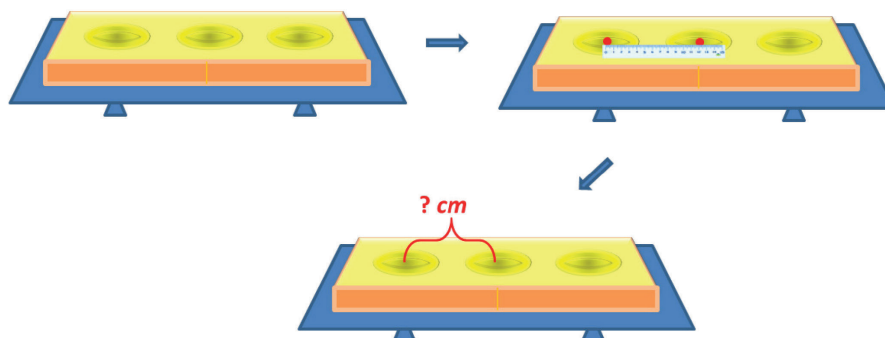


Figura 4.11 – Diagrama do procedimento analítico para medição do sinal instrumental.

- 8) Registe a frequência da radiação emitida pela fonte do equipamento (ver informação descrita na parte de trás do equipamento). Caso o valor não esteja especificado, considere um valor padrão de 2450 MHz.

Tratamento de dados experimentais:

1. Calcular o comprimento de onda (λ) da radiação produzida em metros.
2. Calcular o valor experimental da velocidade da luz em $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$.
3. Tendo em atenção o conjunto de valores obtidos por todos os grupos de trabalho da turma, calcular o valor médio de desvio padrão relativo do conjunto de dados obtidos (68 % de nível de confiança).
4. Calcular o erro relativo entre a média obtida a partir dos valores experimentais e o valor de referência.

Registo de dados:

Identificação dos grupos	Distância entre sulcos (cm)	Frequência da radiação da fonte (MHz)	Frequência da radiação da fonte (Hz)
G1			
G2			
G3			
G4			
G5			
G6			

Cálculos:

Leituras Seleccionadas

H. Stanley, *Microwave experiments at school*, *Science in School*, **12**, 30–33, 2009.

R. Chang, K. A. Goldsby, *Química*, 11ª Ed., McGraw–Hill, Cap. 7, 2013.

K. W. Whitten, K.D. Gailey, R. E. Davis, *General Chemistry*, 4th Ed., Saunders College Publishing, 180–183, 1992.

Investigação

1. Justifique a diferença entre o valor experimental obtido e o valor de referência.
2. Porque razão é a distância medida entre os sulcos formados na margarina metade do valor do comprimento de onda da radiação?
3. Determine a energia da radiação produzida (por mol de fótons emitidos) e localize-a no espectro de radiação eletromagnética, relativamente à radiação visível do espectro solar.
4. Considerando que a energia de uma ligação química apresenta valores na ordem dos $250 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$, verifique se a radiação produzida pelo forno de microondas pode quebrar as ligações químicas e conseqüentemente alterar a composição dos alimentos.

4.3. Caracterização de propriedades físico-químicas de substâncias com uso cotidiano

Competências conceituais:

- Solubilidade em água e em solventes orgânicos e sua relação com a natureza química dos compostos (compostos iônicos/compostos moleculares).
- Condutividade de soluções iônicas/moleculares.
- Conceito de densidade e determinação experimental da densidade de sólidos e de líquidos.
- Identificação de comportamento ácido ou básico.
- Conceitos de ácidos e bases fortes/ácidos e bases fracos e relações de equilíbrio químico associadas.
- Identificação de ligação química iônica/covalente.
- Identificação de forças intermoleculares.

Competências laboratoriais:

- Medição de volumes, distinção de material volumétrico e seleção do material mais adequado a uma dada medição.
- Pesagens, distinção de equipamento de pesagem (balança técnica e balança analítica) e respetiva seleção.
- Cuidados na manipulação de um condutivímetro para efeito de medidas de condutividade.
- Cuidados na manipulação de ácidos e bases em função da concentração.

Enquadramento teórico

Nesta atividade experimental pretende-se classificar conjuntos de substâncias químicas não identificadas, com base na comparação de resultados de observações e testes relativos a diversas propriedades físico-químicas tais como: solubilidade em solventes com diversas polaridades, densidade, condutividade e comportamento ácido/base. Concluir-se-á assim, se a substância em estudo é um sal, um composto

molecular, uma substância elementar, ou se apresenta comportamento ácido ou básico.

A cada grupo de alunos serão fornecidas 5 amostras de substâncias químicas diferentes para caracterização (ver Tabela 4.2).

Tabela 4.2 – Exemplos de conjuntos de substâncias químicas a identificar.

Conjunto A	Conjunto B	Conjunto C
Fermento em pó (princípio ativo: NaHCO_3)	Ácido salicílico ($\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3$)	Borax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)
Cafeína (p.a) ($\text{C}_8\text{H}_{10}\text{N}_4\text{O}_2$)	Farinha “Maizena” (princípio ativo: ($\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5$) _n)	Açúcar de mesa (princípio ativo: $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$)
“Cal viva” (CaO)	Carbonato de Cálcio (CaCO_3)	Óxido de Magnésio (MgO)
Sulfato de magnésio (MgSO_4)	Fertilizante agrícola (princípio ativo: KH_2PO_4)	Fertilizante agrícola (princípio ativo: $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$)
Fio de cobre (Cu)	Palhetas de zinco (Zn)	Fita de alumínio (Al)
Solventes e reagentes para caracterização		
Água, etanol, acetona, hexano, solução de hidróxido de sódio a 5 % e solução de ácido clorídrico 5 %, indicador universal ácido-base.		

A substância ácida ou básica identificada em cada conjunto poderá ser alvo de estudo posterior por análise volumétrica, designadamente titulação ácido-base. Pretende-se com este estudo aplicar os conceitos de equilíbrio químico ácido-base e realizar os cálculos associados para efeitos de análise quantitativa.

- **Teste 1:** Observação do aspeto físico das substâncias químicas em estudo

Deverá ser registado em tabela o aspeto físico de cada uma das substâncias em estudo.

- **Teste 2:** Solubilidade em água e em solventes orgânicos

Solubilidade é a quantidade máxima de uma substância que pode dissolver-se num líquido a uma dada temperatura e pressão, e expressa-se em $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$, $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ ou em percentagem de soluto/solvente. Este conceito também se pode aplicar a solventes sólidos.

Pretende-se através do conceito de solubilidade diferenciar as diversas substâncias no que diz respeito à sua polaridade, uma vez que substâncias polares tendem a dissolver-se em líquidos polares e substâncias apolares, em líquidos apolares. Para os casos em que um dado composto não se dissolve num dado solvente pode dizer-se então que é insolúvel nesse solvente; se apenas uma fração da substância química se dissolve diz-se que a substância é pouco ou moderadamente solúvel.

• **Teste 3:** Condutividade de soluções

A corrente elétrica representa a transferência de carga que pode ser conduzida através de eletrólitos puros ou em solução, ou ainda em metais. No último caso falamos em condução metálica.

A quantidade de corrente que pode fluir através de uma solução é proporcional à concentração de espécies iónicas dissolvidas em solução.

Ao aplicar uma diferença de potencial entre dois eléctrodos inertes de platina (de área bem definida) mergulhados numa solução eletrolítica, deteta-se uma resistência à passagem de corrente entre os eléctrodos que é traduzida pela expressão:

$$R = \rho \frac{l}{A}$$

R – resistência; *l* – distância entre os eléctrodos
A – área dos eléctrodos; ρ – resistividade

Normalmente em vez de se determinar a resistência de uma solução determina-se a condutância que se baseia no princípio da ponte de Wheatstone (Figura 4.12).

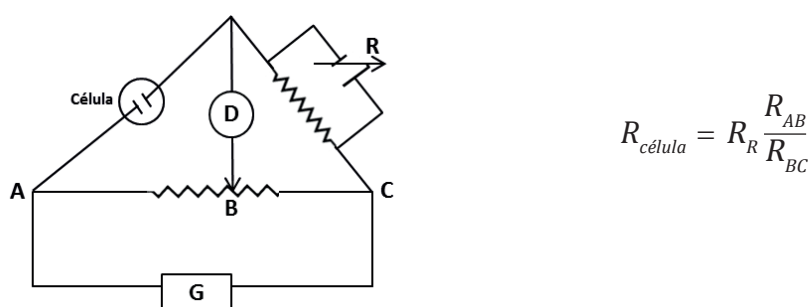


Figura 4.12 – Diagrama de uma ponte de Wheatstone. (Fonte: M.L.S. Simões Gonçalves, *Métodos Instrumentais para a Análise de Soluções, Análise Quantitativa*, 4ª Ed., Fundação Calouste Gulbenkian, 615–620, 2001.)

A condutância de uma solução é o inverso da resistência e é uma medida da capacidade da solução para conduzir electricidade. A unidade de medida de condutância é o Siemen (S). No laboratório o instrumento usado para medir a condução elétrica em solução é o medidor de condutividade ou condutivímetro, que mede a condutância de uma solução

entre dois elétrodos metálicos de 1 cm² de superfície e separados de 1 cm. Obtendo-se um valor de condutância específica designado por *condutividade* (κ), expressa por S/cm ou $\mu\text{S/cm}$.

A água pura apresenta uma elevada resistência ao fluxo de eletricidade, uma vez que a concentração iónica de iões H⁺ e OH⁻ resultante da sua autoionização é muito baixa ($1,0 \times 10^{-7}$ M a 25 °C). A resistência elétrica da água pode ser diminuída por dissolução de compostos iónicos. Os iões servem de meio de condução para o fluxo de eletrões através da solução.

A grandeza dos valores de condutividade obtidos por dissolução dos diferentes tipos de compostos (eletrólitos fortes, eletrólitos fracos e substâncias moleculares) em água permite diferenciar entre substâncias iónicas (mais ou menos solúveis) e substâncias moleculares.

- **Teste 4:** Determinação experimental da densidade de sólidos e de líquidos

A densidade de um composto é uma propriedade intrínseca do composto, ou seja, é uma propriedade característica do composto, que pode ajudar na sua identificação.

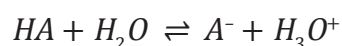
A densidade pode ser determinada medindo a massa e o volume de uma dada substância química.

$$\text{densidade } (\rho) = \frac{\text{massa de substância (kg)}}{\text{volume de substância (m}^3\text{)}}$$

- **Teste 5:** Identificação de propriedades de ácido ou de base

Ao longo da história foram desenvolvidos diversos conceitos para a designação de ácido e de base, designadamente os conceitos de Arrhenius, Bronsted e Lewis, que se distinguem por integrarem conjuntos de substâncias sucessivamente mais abrangentes. O conceito mais frequentemente utilizado é o conceito de Bronsted, segundo o qual um ácido será uma substância que pode ceder um ou mais protões (H⁺) e uma base será toda a substância capaz de aceitar esse protão.

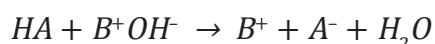
Na reação representada nos seguintes equilíbrios:



há uma espécie química (HA) que cede um protão quando a reação química procede no sentido direto (da esquerda para a direita) e há uma espécie química (A⁻) que recebe o protão quando a reação ocorre no sentido inverso (da direita para a esquerda).

A primeira espécie chama-se ácido e a segunda a sua base conjugada. No primeiro equilíbrio mostra-se a espécie que dá o protão e poderá calcular-se quanto é dado, mas não se mostra a espécie que o recebe. No segundo equilíbrio mostra-se a espécie que cede o protão e a espécie que o recebe, podendo também ser calculado quanto é dado.

Os ácidos reagem com as bases para formar água e compostos iónicos (sais) que em solução aquosa se encontram dissociados.



Os ácidos e as bases podem ser identificados recorrendo a indicadores ácido-base que são substâncias cuja cor em solução aquosa muda com a concentração em iões H^+ no meio (exemplo: indicador universal extraído da couve roxa).

A evidência de uma reação ácido-base pode ser observada por dissolução do sólido (ácido ou base), produção de bolhas de um gás ou libertação de calor⁸.

Os ácidos e as bases são substâncias corrosivas e por isso não devem entrar em contacto com as mucosas e com a pele.

Duração efetiva do trabalho experimental: 120 minutos.

- 10 minutos para observação e registo do aspeto físico dos materiais.
- 40 minutos para realização dos testes de solubilidade e leitura da condutividade das soluções resultantes.
- 40 minutos para a determinação dos valores de densidade dos materiais.
- 30 minutos para realização do teste de comportamento ácido-base.

⁸ Uma substância neutra pode, ou não, reagir com um ácido ou com uma base. Existem também substâncias que apresentam simultaneamente propriedades ácidas e básicas e designam-se por anfotéricas.

Materiais e reagentes:

- Pipeta volumétrica de 10 mL
 - Gobelés de 25 mL e 50 mL
 - Vidros de relógio
 - Funil
 - Pompete
 - Espátula
 - Bureta de 25 mL (tolerância $\leq 0,1$ mL)
 - Suporte universal
 - Pinça
 - Placa de agitação magnética
 - Magnete
 - Pipeta Pasteur
-
- Água desionizada, etanol, acetona, hexano, solução de hidróxido de sódio a 5 % e solução de ácido clorídrico 5 %, indicador universal ácido-base.

Equipamento:

- Condutivímetro
- Balança analítica
- Balança técnica

Análise de riscos para a saúde, ambiente e de acidente de todas as substâncias químicas utilizadas.

Reagentes	Símbolos	Pontuação de riscos para/de		
		Saúde	Ambiente	Acidente
Etanol	F	1	1	3
Acetona	Xi, F	2	1	3
Hexano	Xn, F, N	2	3	3
Solução de hidróxido de sódio a 5 %	Xi	2	1	2
Solução de ácido clorídrico 5 %	Xi	2	1	2
Indicador universal ácido-base	F	1	1	3
Sulfato de magnésio (MgSO ₄)	-	1	1	1
Cafeína (p.a) (C ₈ H ₁₀ N ₄ O ₂)	T	4	n.d.	n.d.
"Cal viva" (CaO)	C,T	2	n.d.	1
Fio de cobre (Cu)	-	1	1	1
Ácido salicílico (C ₇ H ₆ O ₃)	Xn	2	1	2
Carbonato de Cálcio (CaCO ₃)	Xi	2	1	2
Fertilizante agrícola (princípio ativo: KH ₂ PO ₄)	-	1	1	1
Palhetas de zinco (Zn)	-	1	1	1
Óxido de Magnésio (MgO)	-	1	1	1
Fertilizante agrícola (princípio ativo: Ca(NO ₃) ₂)	-	1	1	1
Fita de alumínio (Al)	-	1	1	1
Borax (Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O)	T, Xi	2	n.d.	1

C-corrosivo, T-tóxico, N-perigoso para o meio ambiente, Xi-irritante, Xn-prejudicial, F-inflamável, n.d.-não disponível

Procedimento experimental

Teste 1: Observação do aspecto físico das substâncias químicas em estudo

Deverá ser registado em tabela o aspecto físico de cada uma das substâncias em estudo.

Teste 2: Solubilidade em água e em solventes orgânicos

- 1) Transferir para um gobelé de 50 mL, com a ajuda de uma espátula, uma pequena porção (cerca de 0,1g) da substância em estudo.
- 2) Adicione 40 mL de solvente selecionado por ordem decrescente de polaridade (1º - água, 2º - etanol, 3º - acetona, 4º - hexano). Só deve passar para o solvente seguinte caso o anterior não tenha dissolvido a substância em análise, repetindo o procedimento descrito em 1). Mantenha na bancada todos os testes efetuados, devidamente identificados.
- 3) Faça o registo em tabela dos resultados observados.

Teste 3: Condutividade de soluções

Para cada uma das substâncias que apresentaram solubilidade total, ou parcial, em água proceda à leitura da condutividade da solução resultante usando um condutímetro de acordo com o seguinte procedimento:

- 1) Selecione os gobelés do teste anterior relativos à solubilidade em água.
- 2) Medir a temperatura da amostra em estudo.
- 3) Lavar várias vezes a célula do condutímetro com água desionizada.
- 4) Mergulhar a célula na amostra, agitar, e registar o valor da condutividade da amostra. (Caso seja possível ajustar à temperatura da solução a escala de leitura do condutímetro.)
- 5) Entre cada amostra lavar a célula com água desionizada até obter o valor inicial.
- 6) Mantenha na bancada todos os testes efetuados, devidamente identificados.

Teste 4: Determinação experimental da densidade de sólidos e de líquidos

Nesta atividade experimental será determinada a densidade de um sólido metálico e de um líquido usado como solvente.

1) *Determinação da densidade de um sólido:*

- a. Numa balança analítica, usando como suporte um vidro de relógio, meça aproximadamente 3 g da substância a analisar. Registre a massa exata que mediu.
- b. Numa bureta (ou outro material volumétrico com escala de precisão a 0,1 mL) introduza 10 mL de água.
- c. Faça a leitura do volume inicial e registre esse valor.
- d. Transfira a massa de sólido para a bureta e registre o volume final observado.
- e. Calcule a densidade do sólido em estudo e com base nos valores de referência disponibilizados identifique a substância em análise.

2) *Determinação da densidade de um líquido:*

- a. No prato de uma balança analítica, coloque um gobelé de 25 mL e tare.
- b. Meça 10 mL do líquido em estudo, com uma pipeta volumétrica classe A.
- c. Usando a porta superior da balança analítica, transfira o volume medido para o gobelé e registre o valor da massa⁹.
- d. Calcule a densidade do líquido em estudo e com base nos valores de referência disponibilizados identifique a substância em análise.

Teste 5: Identificação de propriedades de ácido ou de base

Para este teste use os gobelés do teste relativo à solubilidade em água

- 1) A cada amostra totalmente solúvel em água adicione 2 gotas de solução de indicador universal.

⁹ Para que o escoamento seja total a ponta da pipeta deve ser ajustada à parede do gobelé. As leituras de massa devem ser feitas com as portas da balança fechadas.

- 2) Registe a cor observada para cada amostra e compare com a tabela de relação cor vs. pH do indicador usado.
- 3) Identifique a espécie química do ponto de vista do comportamento ácido ou básico.
- 4) Divida o conteúdo das amostras parcialmente solúveis ou insolúveis em água por dois gobelés e adicione a um igual volume de HCl a 5 % e ao outro igual volume de NaOH a 5 %.
- 5) Observe se há solubilização do sólido inicial.
- 6) Identifique a espécie química do ponto de vista do comportamento ácido ou básico.

Registo e interpretação de resultados:

Teste 1: Observação do aspeto físico das substâncias químicas em estudo

<i>Aspeto físico</i>	Estado físico	Granulometria	Cor	Brilho
Substância 1				
Substância 2				
Substância 3				
Substância 4				
Substância 5				

Teste 2: Solubilidade em água e em solventes orgânicos

<i>Tabela de solubilidade</i>	Água	Etanol	Acetona	Hexano
Substância 1				
Substância 2				
Substância 3				
Substância 4				
Substância 5				

Teste 3: Condutividade das soluções aquosas

	Substância 1	Substância 2	Substância 3	Substância 4	Substância 5
Condutividade/μS					

Teste 4: Determinação experimental da densidade de sólidos e de líquidos

	Sólido metálico	Água	Etanol	Acetona	Hexano
Massa (g)					
Volume (mL)					
Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)					
Densidade (g/mL)					

Teste 5: Identificação de propriedades de ácido ou de base

	Substância 1	Substância 2	Substância 3	Substância 4	Substância 5
Cor					
pH					
Teste de solubilização por reação ácido-base					
Adição de NaOH a 5 %					
Adição de HCl a 5 %					

- Tendo em atenção os resultados registados proceda à respetiva interpretação com a identificação das substâncias de 1 a 5, tendo em atenção a lista de possibilidades disponibilizada pelo professor.

Investigação

1. Selecione duas das substâncias analisadas e represente as respectivas estruturas químicas.
2. Caracterize as ligações químicas existentes em cada estrutura.
3. Identifique as forças intermoleculares responsáveis pela organização da matéria antes e após dissolução.
4. Identifique a presença de metais nos compostos estudados e refira a sua importância nos processos fisiológicos dos organismos vivos.

Leituras Seleccionadas

D. N. Boehnke, R.D. Delumyea, *Laboratory Experiments in Environmental Chemistry*, Prentice-Hall, Inc, 81- 89, 2000.

S. E. Kegley, J. Andrews, *The Chemistry of Water*, University Science Books, 41-47, 1998.

Abílio Marques da Silva, *Aprendendo Química; Auxiliado por analogias do quotidiano*, EUEDITO, 87-99, 2016.

K. W. Whitten, K.D. Gailey, R. E. Davis, *General Chemistry*, 4th Ed., Saunders College Publishing, Cap. 4, 1992.

J. Simões, M. Castanho, I. Lampreia, F. Santos, C. Castro, M. Norberto, M. Pamplona, L. Mira, M. Meireles, *Guia de Laboratório de Química e Bioquímica*, 2^a Ed., Lidel-Edições Técnicas Lda., 2008.

4.4. Aromas e moléculas

Competências conceptuais:

- Introdução ao estudo da ligação química: escrita de Lewis e teoria de RPECV, ligação molecular covalente, ligação iónica e geometria molecular.
- Momentos dipolares e polaridade das moléculas.
- Aplicação aos compostos de carbono, reconhecimento de grupos funcionais.
- Construção e visualização tridimensional das moléculas por manipulação de *kits* de modelos moleculares e *software* computacional de uso aberto.
- Reconhecimento de compostos orgânicos na natureza e sua relação com os sistemas fisiológicos humanos, designadamente o olfato.

Enquadramento teórico

Podemos descrever aproximadamente a ligação entre dois átomos como o resultado da atração recíproca entre os eletrões de valência de um átomo e a carga nuclear efetiva¹⁰ do outro. O número de eletrões de valência determina quantas ligações um átomo pode formar e a forma das moléculas resultantes. Para que a atração entre os dois átomos seja forte é necessário que existam orbitais atómicas de valência desocupadas ou parcialmente preenchidas. Geralmente, o número de pares de eletrões ligados resulta no completo preenchimento das orbitais de valência dos átomos ligados (por exemplo: o átomo de carbono tem a camada de valência semipreenchida, o que implica poder formar o máximo de quatro ligações).

A regra do octeto estabelece que cada átomo tende a partilhar oito eletrões, adquirindo a configuração de gás nobre com todas as orbitais *s* e *p* de valência preenchidas para os elementos do segundo período da Tabela Periódica. O átomo de hidrogénio, por possuir apenas a orbital *1s* semipreenchida não obedece à regra do octeto, bem como os elementos do 3º período que podem por vezes partilhar mais de oito eletrões usando, para isso, as orbitais *3d* vagas.

¹⁰ Nos átomos polieletrónicos, a carga nuclear efetiva é sempre menor que a carga nuclear total, pois a carga negativa dos eletrões nas camadas interiores neutraliza, ou "blinda", parcialmente a carga positiva do núcleo. Os eletrões interiores blindam parcialmente o efeito de atração do núcleo sobre os eletrões mais exteriores, assim, os exteriores "sentem" só uma fração da carga nuclear total.

As estruturas de Lewis dão-nos uma visão aproximada de como os eletrões se distribuem na molécula e são uteis para avaliar o número de eletrões em pares isolados e pares ligantes, bem como a ordem da ligação (ligação simples, dupla ou tripla) que por sua vez está relacionada com a energia e o comprimento da ligação. Contudo, nada informam acerca da geometria da molécula, sendo necessária a adição de algumas regras simples de forma a permitir a previsão da forma da molécula. Partindo da forma e da distribuição qualitativa dos eletrões podemos inferir sobre a polaridade da molécula e se apresenta, ou não, dipolo permanente. A partir da forma da molécula podemos deduzir como é que as orbitais dos átomos se combinam para formar ligações químicas.

A forma ou geometria das moléculas pode ser inferida a partir do modelo de Repulsão dos Pares Eletrónicos da Camada de Valência (RPECV) que procura explicar o arranjo geométrico dos pares eletrónicos em torno de um átomo central em função da minimização das repulsões entre esses pares de eletrões. Os pares de eletrões ligantes e os pares de eletrões isolados distribuem-se em torno do átomo central de forma a equilibrar as forças de atração e de repulsão que se estabelecem entre os eletrões que preenchem as orbitais de valência do átomo central. A magnitude das interações de repulsão é por ordem decrescente a seguinte: par isolado - par isolado > par isolado - par ligante > par ligante - par ligante.

Cada geometria molecular tem um nome específico baseado no arranjo dos átomos ligados ao átomo central e eventuais pares isolados associados ao átomo central.

Tanto as estruturas de Lewis como o modelo RPECV complementam-se em termos de representação da molécula e respetiva geometria, no entanto, ignoram a configuração das orbitais atómicas dos átomos individualizados envolvidos na ligação química. Por exemplo, o átomo de carbono ao formar a molécula de metano, CH_4 , estabelece quatro ligações simples (ligações sigma, σ) C - H, com uma geometria tetraédrica, em que todos os ângulos apresentam $109,5^\circ$. No entanto, esta geometria não é compatível com a configuração das orbitais de valência $2s$ (esférica) e três orbitais $2p$ (lobulares ao longo dos eixos x , y e z com ângulos entre si de 90°) duas das quais semipreenchidas. Este problema foi ultrapassado imaginando a hibridação da orbital $2s$ com as três orbitais $2p$ dando origem a quatro orbitais atómicas híbridas iguais designadas por orbitais sp^3 (todas com a mesma energia, ou seja, degeneradas), ver Figura 4.13 a). Estas quatro orbitais vão distribuir-se no espaço de forma a que a interação de repulsão seja mínima, o que é conseguido através de uma distribuição tetraédrica ($109,5^\circ$).

No caso do etileno, C_2H_4 , verifica-se que a geometria resultante deixa de ser tetraédrica para cada um dos átomos de carbono e passa a ser planar. Este facto compreende-se se pensarmos na hibridação de uma orbital $2s$ com duas orbitais $2p$ formando-se três orbitais sp^2 degeneradas, não sendo afetada pela hibridação uma das

orbitais 2p, ver Figura 4.13 b). Formam-se assim duas ligações simples C - H e uma ligação C - C com ângulos de 120° entre si (geometria triangular plana). Cada uma das orbitais 2p não hibridadas dos dois átomos de carbono vão coalescer lateralmente dando origem a uma ligação π . Entre os dois átomos de carbono estabelece-se assim uma ligação dupla formada por uma ligação σ e por uma ligação π .

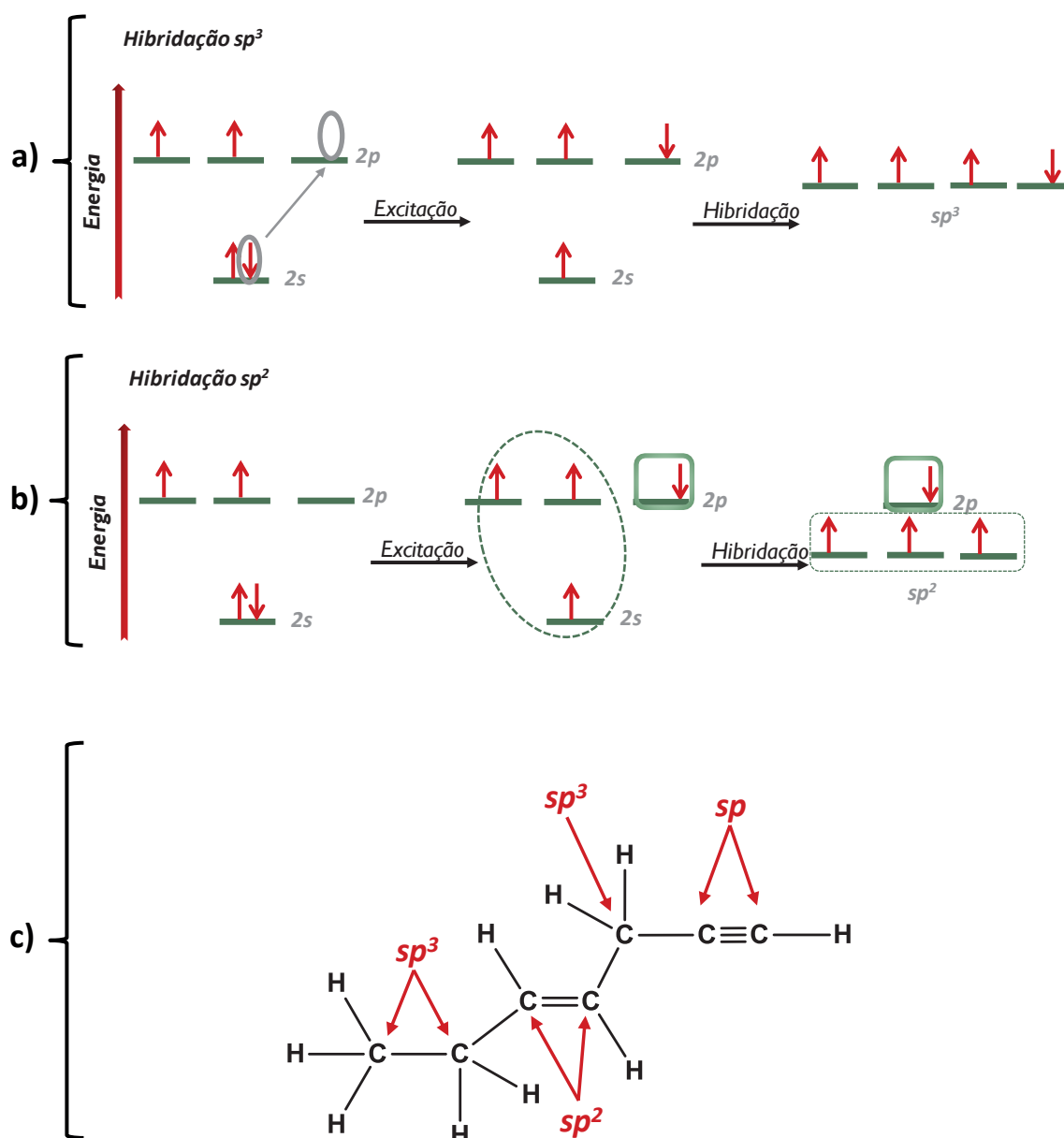


Figura 4.13 – a) Esquema da hibridação sp^3 . b) Esquema da hibridação sp^2 .
 c) Exemplo de uma molécula com a localização das diferentes hibridações.
 (Adaptado de D. Klein, *Organic Chemistry*, 3rd Ed., John Wiley & Sons, Cap. 1, 2017.)

Raciocínio idêntico pode ser feito para as ligações triplas, $C \equiv C$, imaginando uma hibridação sp , que dá origem a uma ligação simples σ e à coalescência de duas orbitais 2p

de cada átomo de carbono com formação de duas ligações π . Entre os dois átomos de carbono estabelece-se assim uma ligação tripla formada por uma ligação σ e por duas ligações π , dando origem a uma geometria linear. Na Figura 4.13 c) é apresentado um exemplo de uma molécula com a indicação das diferentes hibridações presentes.

Na Figura 4.14 é representada a relação entre diferentes tipos de hibridação e a geometrias moleculares resultantes, tendo em atenção a presença ou ausência de pares de elétrons isolados no átomo central.

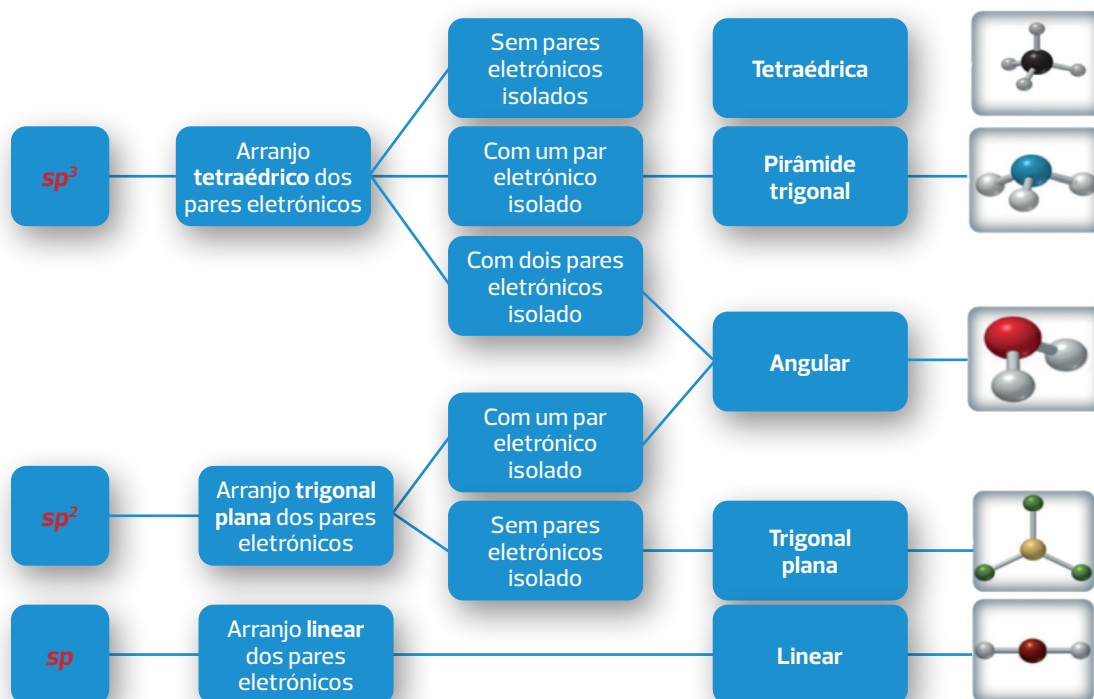


Figura 4.14 - Esquema que relaciona a hibridação com a geometria.

Quando a ligação química ocorre entre dois átomos com eletronegatividades¹¹ diferentes são gerados dois centros de carga (δ), um positivo e outro negativo, separados um do outro por uma certa distância (d), diz-se que a ligação apresenta momento dipolar ($\mu = \delta \times d$) que é usado como um indicador da polaridade da molécula. O momento dipolar é uma grandeza vetorial e a respetiva unidade é o Debye (D).

¹¹ Eletronegatividade é uma medida relativa da força de atração que um átomo exerce sobre os elétrons na formação de uma ligação química com outro elemento.

Consoante a diferença de eletronegatividade entre os dois átomos que estabelecem uma ligação química podemos ter uma ligação covalente, uma ligação covalente polar ou uma ligação iónica.

Quando consideramos uma molécula que apresenta mais do que uma ligação polar, é necessário determinar o vetor soma dos vetores que representam os momentos dipolares individuais, este vetor soma é designado por momento dipolar da molécula e depende da magnitude, da direcção e do sentido de cada momento dipolar individual. Consequentemente, depende da geometria da molécula, ver Figura 4.15.

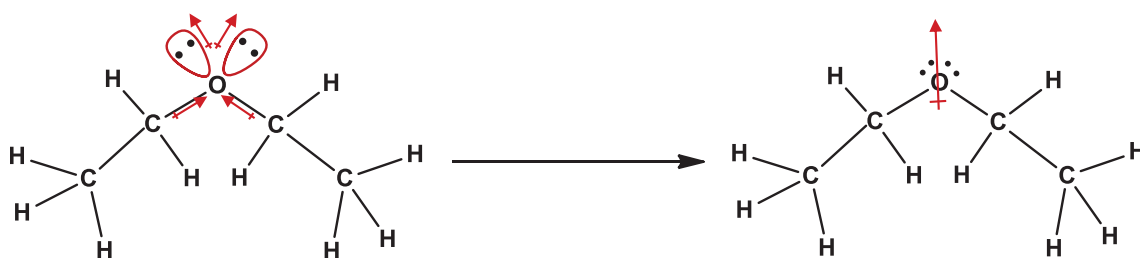


Figura 4.15 – Esquema do momento dipolar de uma molécula.

(Adaptado de D. Klein, *Organic Chemistry*, 3rd Ed., John Wiley & Sons, Cap. 1, 2017.)

Na atividade experimental proposta pretende-se estudar a ligação química utilizando como alvo de estudo compostos orgânicos com propriedades aromáticas. Os compostos orgânicos ocupam um papel central no mundo que nos rodeia. Os alimentos que comemos e as roupas que vestimos são constituídos por compostos orgânicos.

Os organismos vivos são maioritariamente constituídos por compostos orgânicos (DNA, RNA, proteínas, etc.) cujo comportamento ou função é determinado pelos princípios guia da química orgânica. A nossa capacidade para detetar odores ou ver as cores resulta da composição química e comportamento dos compostos orgânicos.

A classe de compostos que está na base de todos os compostos orgânicos (hidrocarbonetos) divide-se em subclasses de acordo com o esquema apresentado na Figura 4.16.



Figura 4.16 – Classificação de hidrocarbonetos.

(Adaptado de <https://www.thecheminfusion.com/post/Complete-notes-on-hydrocarbons-i-e-alkanes-alkenes-alkynes-for-iit-jee-need-by-chem-infusion>, acessado em janeiro de 2021.)

Associado aos diferentes tipos de compostos orgânicos podemos encontrar grupos funcionais, ver Tabela 4.3. A reatividade e as propriedades físicas de um composto orgânico são determinadas pelo grupo funcional e pela posição que ocupa na molécula.

Tabela 4.3 – Grupos funcionais.

Grupo funcional	Nome do grupo funcional	Exemplo
$R - OH$	Hidroxilo	Mentol
$\begin{array}{c} H \\ \\ C=O \\ \\ R \end{array}$	Formilo/Carbonilo	Benzaldeído
$\begin{array}{c} O \\ \\ R^1 - C - R^2 \end{array}$	Cetona	Diacetil
$\begin{array}{c} O \\ \\ R - C - OH \end{array}$	Carboxilo	Ácido butírico
$\begin{array}{c} \\ C=C \\ \end{array}$	Vinilo	Cinamaldeído
$\begin{array}{c} \\ C=C-C \\ \end{array}$	Alilo	Eugenol
$\begin{array}{c} O \\ \\ R - C - OR' \end{array}$	Alcoxicarbonilo	Acetato de etilo

O odor dos compostos orgânicos é muito diverso e existem várias moléculas orgânicas que cheiram muito bem. Os grupos funcionais das moléculas das fragâncias podem ser relacionados com odores característicos. Os cheiros de alguns compostos, entre os quais estão incluídos os álcoois *n*-alifáticos, variam entre o herbal, rosa e laranja; em contraste com outros compostos, como os ácidos *n*-alifáticos, que cheiram a gordura, azedo, rançoso ou doce. Diferenças subtis na composição química levam a distintos cheiros. Por exemplo a mudança do grupo aldeído da vanilina (baunilha) por um grupo alilo dá o eugenol, a fragância do cravinho da índia. A adição de um grupo funcional vinilo ao benzaldeído dá o cinemaldeído, alterando o cheiro a amêndoa amarga para cheiro a canela.

Para que um cheiro seja perceptível aos nossos narizes as moléculas aromáticas têm de ser lipofílicas, pequenas (massa molar inferior a 300 g/mol) e voláteis. As moléculas das fragâncias escapam do fluido onde se encontram, ou até do estado sólido para o ar, podendo ser dissolvidas nas mucosas, ligando-se aos recetores olfativos que estão presentes no plasma da membrana das células olfativas, que, por sua vez enviam os impulsos nervosos para o nosso cérebro, que aprende a associar o cheiro com a substância original. Estima-se que seremos capazes de recordar cerca de 1000 odores e distingui-los dentro de uma ordem de grandeza dependendo da nossa idade, experiência e sensibilidade natural.

Algumas das características da fisiologia do cheiro foram descobertas pelos vencedores do Prémio Nobel da medicina de 2004 Linda Buck e Richard Axel.

Duração efetiva do trabalho experimental: 150 minutos.

- 30 minutos reconhecimento de diversos aromas.
- 60 minutos construção das moléculas identificadas usando modelos moleculares.
- 60 minutos registo de observações

Materiais e reagentes:

- Tubos com tampa de 15 mL (ex: tubos falcon)
- Papel de filtro
- *Kit* de modelos moleculares

- Suporte para tubos de ensaio
- Substâncias ativas (Anexo I): Benzaldeído, Cinamaldeído, Vanilina, Eugenol, Carvacrol, Timol, Mentol, *S*-Limoneno, *R*-Limoneno, Ácido butírico, Diacetil e Amoníaco.
- Amostras: Manteiga, Leite azedo, Casca de laranja ou limão, Pequenos galhos de pinheiro, Hortelã, Tomilho, Cravinho da Índia, Oregão, Vagem de baunilha, Canela, Licor de amêndoa amarga e Detergente amoniacal.

Análise de riscos para a saúde, ambiente e de acidente de todas as substâncias químicas utilizadas.

Reagentes	Símbolos	Pontuação de riscos para/de		
		Saúde	Ambiente	Acidente
Benzaldeído	Xn	2	1	2
Cinamaldeído	T,Xi,Xn	2	n.d.	1
Vanilina	Xi	2	n.d.	n.d.
Eugenol	Xi	2	n.d.	n.d.
Carvacrol	C,T,Xi	2	n.d.	n.d.
Timol	C,T,N	3	2	2
Mentol	Xi	2	n.d.	1
<i>S</i> -Limoneno	F,Xi,N	2	1	n.d.
<i>R</i> -Limoneno	F,N	2	1	1
Ácido butírico	C	3	n.d.	n.d.
Diacetil	F,T,Xi	3	n.d.	2
Amoníaco	C,N	3	3	3

C-corrosivo, T-tóxico, N-perigoso para o meio ambiente, Xi-irritante, Xn-prejudicial, F-inflamável, n.d.-não disponível

Procedimento experimental

O trabalho deve ser realizado num espaço ventilado. Os alunos devem ter mãos limpas e não usar nenhum perfume. Fazer um minuto de pausa entre os ensaios para evitar a dessensibilização das células olfativas. Os tubos devem ser fechados imediatamente após o teste.

Em cada bancada estão disponíveis dois suportes de tubos de falcon rolhados, marcados com letras (para as substâncias ativas) e números (para as amostras).

Fazendo uso da regra indicada na tabela 1.4 do Capítulo 1 deste guia (*Nunca cheire diretamente um produto químico. Quando instruído a cheirar algo, use a mão para lançar vapores em direção ao rosto e cheirar suavemente.*) siga o procedimento abaixo indicado.

- 1) Abrir a tampa para a amostra 1 e cheirar o seu conteúdo.
- 2) Abrir sucessivamente a tampa para cada uma das substâncias ativas e cheirar o seu conteúdo até identificar a que corresponde ao odor da amostra 1.
- 3) Registrar na tabela a correspondência (letra - número) identificada.
- 4) Repetir os procedimentos 1), 2) e 3) para as restantes amostras.
- 5) Usar os modelos moleculares para representar as estruturas moleculares das substâncias ativas ou em alternativa usar *software* de uso livre (ex: *Avogadro*), ver Anexo II.
- 6) Classifique as geometrias moleculares identificadas na molécula.
- 7) Identifique os diferentes tipos de hibridação presentes.
- 8) Classifique as substâncias voláteis de acordo com os respetivos grupos funcionais e odores característicos.

Registo e interpretação de resultados:**Tabela 1**

<i>Amostra</i>	Substância ativa	Identificação do aroma	Escrita de Lewis do(s) Grupo(s) funcional(ais)
1			
2			
3			
4			
...			

Tabela 2

Substância ativa	Representação da molécula	Hibridações	Geometria molecular <i>Atribuição/localização</i>
...			

Investigação

1. Reconhecer nas estruturas químicas das substâncias ativas identificadas pequenas modificações (ex: extensão da cadeia carbonada, substituição de grupos funcionais, alteração da posição do grupo funcional, perda da aromaticidade e isomeria ótica) que resultem em alterações nos cheiros.
2. As plantas absorvem radiação solar, dióxido de carbono, água e sais minerais para produzir biomassa, libertando oxigénio (processo de fotossíntese). Represente as estruturas de Lewis, as geometrias moleculares e hibridações das moléculas de dióxido de carbono e água.
3. Caracterize as ligações químicas existentes em cada estrutura.
4. Descobertas pioneiras no campo do sentido do olfato foram objeto de Prémio Nobel da Medicina ou Fisiologia em 2004 (Richard Axel e Linda B. Buck). Fazer uma breve investigação sobre as descobertas realizadas.

Leituras Seleccionadas

A. Börsch-Haubold, *Small molecules make scents, Science in School*, **6**, 69–74, 2007.

D. Klein, *Organic Chemistry*, 3rd Ed., John Wiley & Sons, Cap. 1, 2017.

R. Chang, K. A. Goldsby, *Química*, 11^a Ed., McGraw-Hill, Caps. 9 e 10, 2013.

A. R. Dias, *Ligação Química*, IST – Instituto Superior Técnico, Cap. 2, 2007.

J. Crowe, T. Bradshaw, *Chemistry for the Biosciences: The Essential Concepts*, 3rd Ed., Oxford University Press, Cap. 8, 2014.

J. M. Postma, J. L. Roberts, A. Roberts, *Chemistry in the Laboratory*, Study Assignment B and Experiment 19, 8th Ed., W. H. Freeman and Company, 2017.

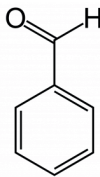
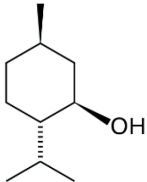
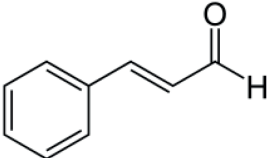
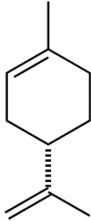
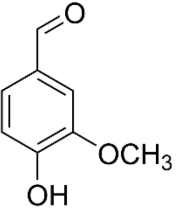
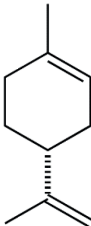
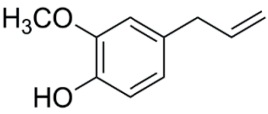
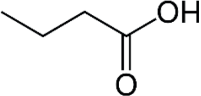
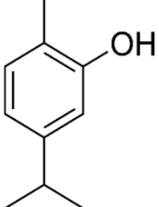
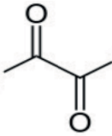
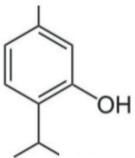
<https://www.compoundchem.com/2017/02/14/roses/> (Acedido em janeiro de 2021).

<https://cen.acs.org/business/consumer-products/Periodic-Graphics-Combating-underarm-odor/98/i36> (Acedido em janeiro de 2021).

https://en.wikipedia.org/wiki/Aroma_compound (Acedido em janeiro de 2021).




<https://avogadro.cc/> (Acedido em janeiro de 2021).

Anexo I

Substância ativa	Representação da molécula	Substância ativa	Representação da molécula
Benzaldeído		Mentol	
Cinamaldeído		S-Limoneno	
Vanilina		R-Limoneno	
Eugenol		Ácido butírico	
Carvacrol		Diacetil	
Timol			

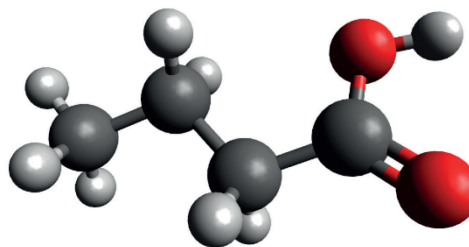
Anexo II

Software “Avogadro”

- 1) Instalação do programa a partir de <https://avogadro.cc/>
- 2) Abrir o programa e clicar na janela *Display Settings*.
- 3) Clicar na janela *Draw Tool* , selecionar *Ball and Stick* e desativar a opção *Adjust Hydrogens*.
- 4) No *Draw Settings* selecionar o elemento correspondente ao átomo central ou no caso de uma molécula orgânica selecionar o elemento carbono.
- 5) Adicionar ao átomo inicial todos os restantes átomos que constituem a molécula, selecionando o átomo na opção *Element* e a ordem da ligação na opção *Bond Order*, sem considerar a geometria final, mas tendo em consideração se é cíclico ou alifático.
- 6) No menu principal escolher a janela *Build* e selecionar *Add Hydrogens*.
- 7) Clicar na janela *Auto Optimization Tool*  e escolher em *Force Field* o método geral *UFF* (Universal Force Field). No entanto, para moléculas orgânicas recomenda-se a seleção do método *MMFF94s* (Molecular Mechanics & Force Fields). Seguidamente clicar em *Start* para otimizar a geometria.
- 8) No menu principal escolher a janela *View* selecionar *Properties* e escolher *Bond Properties* e escolher sequencialmente *Angle Properties*, ou outras propriedades que pretenda explorar.
- 9) Clicar na janela *Navigation Tool*  manipular a molécula para ter uma imagem que melhor exiba a geometria da molécula.
- 10) No menu principal selecionar as opções *File* → *Export* → *Graphics* e gravar o ficheiro construído.

Exemplo: Ácido Butírico

	Type	Start Atom	Vertex	End Atom	Angle (°)
Angle 1	OCO	O1	C1	O2	120,5193
Angle 2	OCC	O1	C1	C2	125,9618
Angle 3	OCC	O2	C1	C2	113,4415
Angle 4	COH	C1	O2	H1	103,9885
Angle 5	CCC	C1	C2	C3	112,1881
Angle 6	CCH	C1	C2	H2	107,5963
Angle 7	CCH	C1	C2	H3	108,3647
Angle 8	CCH	C3	C2	H2	109,7018
Angle 9	CCH	C3	C2	H3	111,2860
Angle 10	HCH	H2	C2	H3	107,5255
Angle 11	CCC	C2	C3	C4	111,4707
Angle 12	CCH	C2	C3	H4	110,1781
Angle 13	CCH	C2	C3	H5	109,9401
Angle 14	CCH	C4	C3	H4	109,0225
Angle 15	CCH	C4	C3	H5	109,4177
Angle 16	HCH	H4	C3	H5	106,6881
Angle 17	CCH	C3	C4	H6	110,9858
Angle 18	CCH	C3	C4	H7	110,2703
Angle 19	CCH	C3	C4	H8	111,0089
Angle 20	HCH	H6	C4	H7	108,0932
Angle 21	HCH	H6	C4	H8	108,3190
Angle 22	HCH	H7	C4	H8	108,0574



	Type	Start Atom	End Atom	Bond Order	Rotatable	Length (Å)
Bond 1	C-O	C1	O1	2	No	1,21991
Bond 2	C-O	C1	O2	1	No	1,34546
Bond 3	O-H	O2	H1	1	No	0,980194
Bond 4	C-C	C1	C2	1	Yes	1,50295
Bond 5	C-C	C2	C3	1	Yes	1,52512
Bond 6	C-C	C3	C4	1	No	1,52004
Bond 7	C-H	C2	H2	1	No	1,09641
Bond 8	C-H	C2	H3	1	No	1,09543
Bond 9	C-H	C3	H4	1	No	1,09636
Bond 10	C-H	C3	H5	1	No	1,09656
Bond 11	C-H	C4	H6	1	No	1,09471
Bond 12	C-H	C4	H7	1	No	1,09449
Bond 13	C-H	C4	H8	1	No	1,09469

4.5. Transição de fase (líquido/gasoso) de uma substância pura e de uma mistura

Competências conceituais:

- Conceitos de equilíbrio de fases e de transição de fase.
- Interpretação de um diagrama de fases.
- Conceitos de ponto de ebulição e de entalpia (ou calor) de vaporização.
- Aplicação de propriedades coligativas das soluções: elevação ebulioscópica (conceito de constante ebulioscópica do solvente, K_e , e unidades em que pode ser expressa).
- Aplicação de diferentes unidades de energia.
- Concentração de soluções (molalidade, fração molar e densidade).
- Representação gráfica de resultados experimentais (temperatura vs. tempo) e sua interpretação cinético molecular.

Competências laboratoriais:

- Identificação e cuidados no manuseamento de material de medição volumétrica.
- Identificação e cuidados no manuseamento de material de medição mássica (balança de precisão).
- Identificação e cuidados no manuseamento de material de aquecimento e de medição de temperatura.
- Preparação de uma solução a partir de um sólido.
- Medições e registo de leituras experimentais.
- Construção de curva de temperatura/tempo, utilizando ferramentas digitais, e determinação do declive associado ao intervalo de leituras com comportamento linear.
- Análise comparativa de resultados usando como base valores de referência.
- Identificar e avaliar erros associados às determinações experimentais.

Enquadramento teórico

As moléculas de um líquido estão em movimento constante e não numa rede rígida. A cada temperatura existe sempre energia suficiente para que uma determinada quantidade de moléculas passe do estado líquido ao gasoso (processo de vaporização). Assim, a *pressão de vapor* de um líquido (ou de um sólido) pode ser representada, como função da temperatura, num diagrama que permite identificar os equilíbrios que se estabelecem entre as diferentes fases. As linhas representadas num diagrama de fases correspondem aos valores de pressão/temperatura em que duas fases coexistem. Na Figura 4.17 está representado esquematicamente o diagrama de fases para a água pura:

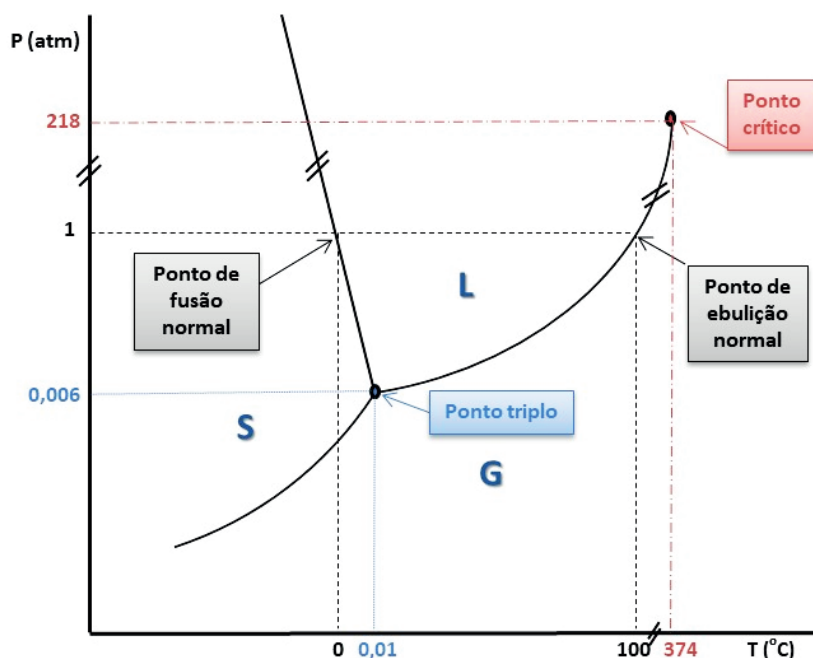


Figura 4.17 – Diagrama de fases para a água pura.

O ponto de ebulição – T_{eb} – de uma dada espécie é a temperatura para a qual a pressão de vapor do líquido em qualquer ponto está em equilíbrio com a pressão exterior. A transição de fase do estado líquido para o estado gasoso é definida pelo ponto de ebulição para o valor de pressão ao qual o líquido se encontra, por isso a temperatura de ebulição da água é diferente no topo ou na base de uma montanha. Quando é medido à pressão de 1 atm, designa-se por temperatura de ebulição normal.

O ponto de ebulição de uma substância química está diretamente relacionado com a sua entalpia de vaporização (ΔH_{vap} ou $\Delta_{vap}H$) que é uma medida da força com que as moléculas estão ligadas entre si (forças intermoleculares) e pode ser definida como

a energia necessária para vaporizar uma mole de um líquido (entalpia de vaporização molar). A grandeza ΔH_{vap} pode ser determinada experimentalmente utilizando a equação de Clausius-Clapeyron, que relaciona a pressão de vapor de um líquido (P) com a temperatura absoluta (T).

$$\ln P = \left(- \frac{\Delta H_{\text{vap}}}{R} \right) \left(\frac{1}{T} \right) + \text{Constante}$$

Esta equação tem a forma de uma equação linear $y = m \times x + b$ (R é a constante dos gases ideais expressa em unidades SI – $\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$).

A grandeza ΔH_{vap} pode também ser determinada utilizando a expressão calorimétrica:

$$q = c \times m \times |T_f - T_i|$$

Para aplicar a segunda expressão podemos usar uma fonte de calor para elevar a temperatura de uma certa quantidade de água até à temperatura de ebulição e depois deixar ferver durante um certo tempo.

Com os dados obtidos podemos determinar a quantidade de calor cedida pela placa por unidade de tempo, medindo o aumento de temperatura da água em função do tempo: $q/\Delta t = c \times m \times |\Delta T/\Delta t|$.

Calculada a quantidade de calor absorvida pela água por unidade de tempo, bem como o tempo usado para evaporar um determinado volume de água, podemos calcular a quantidade de calor absorvida na transição de fase de 1 mole da substância do estado líquido ao estado gasoso. Este valor é quantitativamente igual a ΔH_{vap} (ΔH_{sist} = quantidade de calor absorvido ou libertado pelo sistema a pressão constante).

Se em vez de termos uma substância pura como a água desionizada tivermos uma solução aquosa com um ou mais solutos dissolvidos (caso do soro fisiológico ou da água do mar), as propriedades características do solvente, tais como pontos de fusão e de ebulição, entalpias de transição de fase, dissolução de gases e outras, sofrem alterações mais ou menos significativas consoante a concentração do(s) soluto(s) dissolvido(s) (ver Figura 4.18).

A presença de uma pequena quantidade de impurezas produz um efeito considerável no alargamento da faixa de ebulição do solvente e provoca o início da ebulição a uma temperatura superior à do solvente puro.

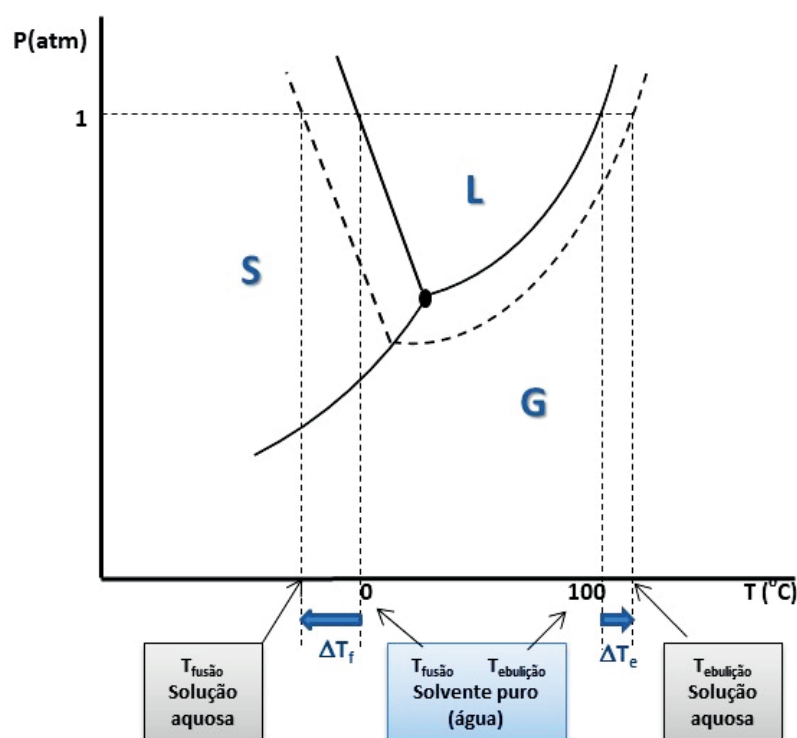


Figura 4.18 – Diagrama de fases da água pura (linha a cheio) e de uma solução aquosa contendo um soluto não volátil (linha a tracejado).

Em compostos de fraca volatilidade é possível utilizar métodos baseados na elevação do ponto de ebulição (métodos ebullioscópicos) para determinar o peso molecular do soluto (no caso de termos apenas uma substância dissolvida) ou determinar a concentração de soluto(s) dissolvido(s), uma vez que a variação de temperatura da transição de fase (ΔT) é diretamente proporcional ao número de partículas dissolvidas e é independente da natureza do soluto, como pode ser observado na equação:

$$\Delta T = K \times m \times i$$

onde K é a constante de proporcionalidade (K_e – constante ebullioscópica), m é a concentração molal do(s) soluto(s) expressa em mol de soluto(s) por kg de solvente e i é fator de van't Hoff. A vantagem do uso da molalidade resulta do facto desta grandeza ser independente da temperatura (com a variação de temperatura ocorre uma variação no volume do solvente, mas não na sua massa). No caso do soluto ser um eletrólito, que em solução dá origem a mais do que uma espécie ($\text{NaCl}_{(s)} \rightarrow \text{Na}^+_{(aq)} + \text{Cl}^-_{(aq)}$), o valor do fator de van't Hoff, i , será superior a 1.

$$i = \frac{\text{número efetivo de partículas em solução no equilíbrio}}{\text{número de partículas em solução antes da dissociação}}$$

A constante ebulioscópica molal do solvente (K_e) depende da temperatura de ebulição (T_e), da massa molar (M) e da entalpia de vaporização molar do solvente puro (ΔH_{vap}) e expressa-se através da equação:

$$K_e = \frac{R \times T_e^2 \times M}{\Delta H_{vap}} \quad (K \cdot mol^{-1} \cdot kg)$$

(R = constante dos gases ideais $\rightarrow 8,314 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)

Duração efetiva do trabalho experimental: 120 minutos.

- 20 minutos para montagem da experiência.
- 40 minutos para registo de curva de aquecimento e período de ebulição.
- 20 minutos para preparação da solução de NaCl.
- 40 minutos para registo de temperatura de ebulição da solução salina.

Materiais e reagentes:

- Pipetas graduadas de 1 mL e 25 mL
- Pompe
- Espátula
- Gobelés de 250 mL (forma estreita)
- Suporte universal
- Garras
- Termómetro (até pelo menos 120 °C)
- Magnete

- Água desionizada
- NaCl (s) comercial

Equipamento:

- Placa de aquecimento com agitação
- Balança de precisão ($\pm 0,01$ g).

Análise de riscos para a saúde, ambiente e de acidente de todas as substâncias químicas utilizadas.

Reagentes	Símbolos	Pontuação de riscos para/de		
		Saúde	Ambiente	Acidente
Cloreto de sódio (NaCl)	–	1	1	1

Procedimento experimental:

A – Determinação da entalpia de vaporização molar da água pura

- 1) Ligar a placa de aquecimento meia hora antes do início do trabalho para a temperatura da placa estabilizar.
- 2) Pese, em balança de precisão, cerca de 200 g de água desionizada para um gobelé de 250 mL a 300 mL de forma estreita (registre a massa de água medida).
- 3) Adicione um ímã e registre a temperatura da água.
- 4) Fixe um termómetro e uma pipeta graduada de 1 mL a duas garras ligada a um suporte universal, acima da placa de aquecimento (a garra não pode esconder a escala de temperatura útil).
- 5) Coloque o gobelé com água no centro da placa¹², introduza o termómetro até meia altura da coluna de água e introduza a pipeta até a extremidade atingir a base do gobelé.
- 6) Ligue o sistema de agitação e registre as leituras de temperatura ao fim de cada 60 s até que o líquido entre em ebulição e registre a temperatura de ebulição.

¹² Durante a experiência não altere a posição do gobelé.

- 7) Quando o líquido estiver francamente em ebulição registre o nível de água no gobelé usando a escala de graduação da pipeta¹³ e comece a contar cerca de 10 min de ebulição (registrar o tempo efetivo de ebulição).
- 8) Durante o período de ebulição verifique se ocorre alteração da temperatura.
- 9) Terminado o tempo de ebulição desligar imediatamente a placa e rapidamente adicionar, com pipeta graduada de 25 mL, água desionizada¹⁴ até ao nível da pipeta anteriormente registado.
- 10) Registe o volume acusado pela pipeta (V_{vap}).

B – Determinação da concentração de uma solução através da variação do ponto de ebulição (elevação ebulioscópica)

- 1) Ligar a placa de aquecimento e manter a montagem de **A** (usando o mesmo termómetro e removendo a pipeta graduada).
- 2) Prepare num gobelé de 250 mL uma solução com 40 g de NaCl comercial e 140 mL de água desionizada.
- 3) Adicione um magnete e registre a temperatura da solução.
- 4) Coloque o gobelé com a solução no centro da placa¹⁵, introduza o termómetro até meia altura da coluna de solução e ligue o sistema de agitação.
- 5) Assim que a solução entrar em franca ebulição registre a temperatura observada no termómetro. Faça o registo da evolução da temperatura de ebulição de três em três minutos até um máximo de cinco pontos.
- 6) Desligue a placa de aquecimento e agitação.

Nota: Após cada uma das experiências a remoção dos gobelés da placa de aquecimento deve ser feita com muito cuidado para não se queimar.

¹³ Nesta experiência, a função da pipeta graduada é permitir a leitura tão rigorosa quanto possível do nível da água no gobelé.

¹⁴ A água a adicionar deve estar a uma temperatura próxima dos 60 °C, para minimizar o erro de volume associado à variação de temperatura (usar pompete para medir a água).

¹⁵ Durante a experiência não altere a posição do gobelé.

4. Converta o volume medido de água vaporizada em massa, usando o valor de densidade da água próximo dos 60 °C, e calcule o respectivo número de moles.
5. Sabido o número de moles de água vaporizada (n_{vap}) e a quantidade de calor recebida naquele intervalo de tempo (q) determine a quantidade de calor necessária para vaporizar uma mole.

$$\Delta H_{vap} = \frac{q}{n_{vap}} \quad J \cdot mol^{-1}$$

6. Compare o valor obtido de ΔH_{vap} com o valor de referência e critique o resultado alcançado.

B – Determinação da concentração de uma solução através da variação do ponto de ebulição (elevação ebullioscópica)

Registo de dados

Tempo (min)	Temperatura de ebulição da solução (°C)

1. Faça um gráfico que represente a temperatura de ebulição da solução em função do tempo.
2. Calcule a variação da temperatura de ebulição, ΔT_e , observada entre o primeiro registo da temperatura de ebulição da solução de NaCl e a temperatura de ebulição da água pura.
3. Determine a concentração molal da solução de NaCl, tendo em consideração a elevação ebullioscópica observada (ΔT_e) e o valor da constante ebullioscópica (K_e) do solvente puro (água).

4. Compare o valor experimental e o valor da concentração molal da solução inicial e calcule a respectiva percentagem de erro.

Leituras Seleccionadas

R. Chang, K. A. Goldsby, *Química*, 11ª Ed., McGraw-Hill, 239–249 e 538–540, 2013.

R. Chang, *Physical Chemistry for the Biosciences*, 1st Ed., University Science Books, Caps. 3 e 5, 2005.

K. W. Whitten, K. D. Gailey, R. E. Davis, *General Chemistry*, 4th Ed., Saunders college Publishing, Caps. 14 e 15, 1992.

Investigação

1. Justificar a variação da temperatura de ebulição entre o solvente puro e a solução salina.
2. Justificar a variação da temperatura de ebulição ao longo do tempo.
3. É expectável observar alguma variação na temperatura de ebulição da água do mar relativamente à água pura? Em caso afirmativo qual o valor de ΔT_e que esperaria observar.
4. Se a experiência **A** realizada no laboratório de química da sua Faculdade fosse realizada em La Paz (Bolívia) ou nas margens do mar morto, quais seriam as variações observadas na temperatura de ebulição da água pura?

4.6. Estudo da cinética de uma reação química que serve de base à medida do nível de alcoolemia

Competências conceituais:

- Relação entre a velocidade de uma reação química e as velocidades de consumo dos reagentes e/ou de formação dos produtos.
- Lei cinética de reação, constante de velocidade e ordem de reação.
- Unidades da constante de velocidade de reação.
- Método da lei integrada de velocidades para ordem zero, um e dois e sua representação gráfica.
- Identificação de reações de oxidação-redução e sua caracterização (Identificação da espécie oxidada e espécie reduzida).
- A cor como expressão de interação radiação-matéria: espectros de absorção molecular UV-Vis.
- A lei de Lambert-Beer e sua relação com a concentração de uma substância em solução.

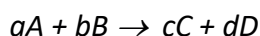
Competências laboratoriais:

- Identificação e cuidados no manuseamento de material de medição volumétrica.
- Identificação e cuidados no manuseamento de substâncias corrosivas e tóxicas.
- Preparação de soluções a partir de um sólido e de um líquido.
- Reconhecimento e cuidados na manipulação do espectrofotômetro.
- Controle de tempo reacional.
- Medições e registo de leituras experimentais.
- Construção de curva de sinal instrumental/tempo, utilizando ferramentas digitais. Identificação de comportamento linear e determinação do declive associado ao intervalo de leituras com comportamento linear.
- Identificar e avaliar erros associados às determinações colorimétricas.

Enquadramento teórico

A cinética química é o estudo da velocidade das reações químicas, ou seja, a velocidade com que a composição química de um sistema é alterada no tempo.

Para uma reação química hipotética,



define-se a velocidade de reação como

$$v = -\frac{1}{a} \frac{d[A]}{dt} = -\frac{1}{b} \frac{d[B]}{dt} = +\frac{1}{c} \frac{d[C]}{dt} = +\frac{1}{d} \frac{d[D]}{dt}$$

Onde $\frac{d[X]}{dt}$ representa a variação da concentração de cada espécie no tempo e é chamada velocidade da reação em ordem à espécie X. A velocidade da reação pode igualmente ser dada pelo produto de uma constante cinética k pela concentração dos reagentes envolvidos,

$$v = k[A]^x[B]^y$$

A esta expressão chama-se Lei da velocidade de reação. Aos parâmetros x e y dá-se o nome de ordem parcial da reação relativamente a A e B e à soma $(x+y)$ ordem global da reação. A ordem parcial de reação relativa a um dado reagente expressa a forma como a variação da concentração daquele reagente afeta a velocidade de reação.

O coeficiente k , que é característico da reação em estudo, é chamado constante de velocidade. É independente das concentrações das espécies participantes na reação, mas depende da temperatura. Assume unidades que dependem da ordem global da reação.

A lei de velocidade, para uma dada reação química, é determinada experimentalmente. Existem diversos métodos para a sua determinação. Os mais comuns são o método do isolamento, o método das velocidades iniciais e o método da lei integrada da velocidade. A aplicação de cada um destes métodos procura obter uma lei matemática que represente a variação da concentração dos reagentes ao longo do tempo de forma a calcular quer a ordem de reação de cada um dos reagentes quer a constante de velocidade de reação. A variação da concentração em função do tempo pode ser seguida através da medição de uma propriedade macroscópica que seja alterada ao longo do tempo e que possa ser relacionada com a concentração de produtos formados ou reagentes consumidos (ex: absorção de radiação eletromagnética).

No método do isolamento, todos os reagentes à exceção de um estão presentes em largo excesso. Assim, a concentração dos reagentes em excesso praticamente não varia ao longo do tempo, podendo considerar-se constante. Este procedimento experimental permite seguir a variação da concentração do reagente minoritário e consequentemente a influência que esta variação tem na velocidade da reação (ou seja a sua ordem parcial), bem como determinar uma constante de velocidade efetiva k' .

Se a concentração inicial do reagente A , $[A]_0$, estiver presente em largo excesso, relativamente a B , então:

$$v = k'[B]^y$$

$$k' = k[A]_0^x$$

O método talvez mais usado é o da lei integrada de velocidades que relaciona a concentração das espécies com o tempo. Este método consiste em admitir previamente uma ordem para cada um dos reagentes e integrar a equação de velocidade obtida. Se esta equação se ajustar aos dados experimentais, então a ordem admitida é a ordem real, caso contrário procede-se a uma nova tentativa testando outra ordem.

Considerando uma reação do tipo $aX \rightarrow \text{produtos}$

- Se a reação for de ordem zero a lei de velocidade de reação será dada por:

$$v = k[X]^0$$

e a expressão integrada desta lei é dada por:

$$[X]_t = [X]_0 - akt$$

- Se a reação for de primeira ordem a lei de velocidade de reação será dada por:

$$v = k[X]^1$$

e a expressão integrada desta lei é dada por:

$$\ln[X]_t = \ln[X]_0 - akt$$

- Se a reação for de segunda ordem a lei de velocidade de reação será dada por:

$$v = k[X]^2$$

e a expressão integrada desta lei é dada por:

$$\frac{1}{[X]_t} = \frac{1}{[X]_0} + akt$$

Na Figura 4.19 pode ser observada a representação gráfica de cada uma das leis integradas anteriormente apresentadas.

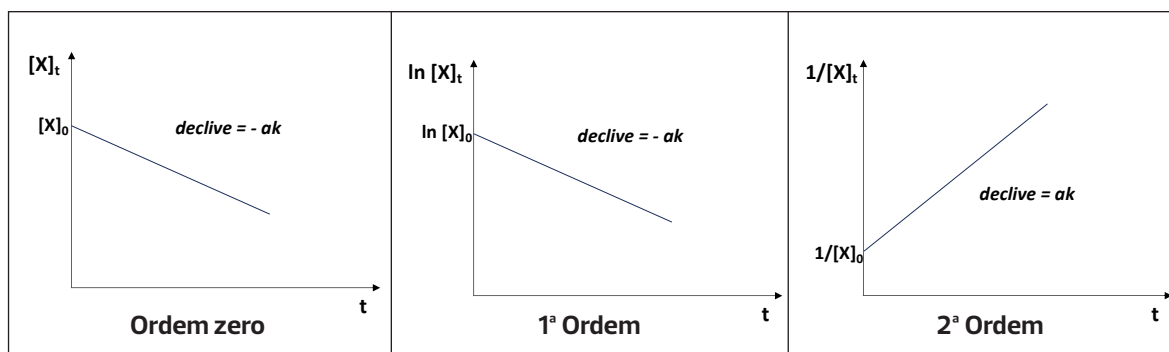
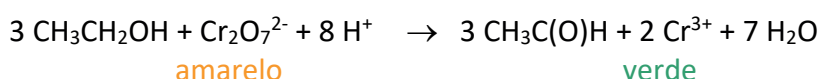


Figura 4.19 – Representação gráficas das leis integradas de velocidade.

O trabalho experimental proposto tem por objetivo estudar a cinética da reação do etanol com o dicromato de potássio, em meio ácido, para determinar se a reação é de ordem zero, 1ª ou 2ª ordem relativamente à concentração de dicromato e determinar a pseudo-constante de velocidade. Esta reação está na base do teste de alcoolemia feito pelas autoridades policiais para determinar o teor de álcool no sangue dos condutores de veículos motorizados. A solução aquosa de dicromato de potássio apresenta cor amarela. Quando em solução aquosa acidificada o ião dicromato, $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, reage com o etanol oxidando-o a acetaldeído e libertando o ião Cr^{3+} que apresenta uma cor verde. A alteração de cor observada no processo de redução de $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ a Cr^{3+} pode ser monitorizada por espectroscopia de absorção molecular UV-Vis.



Esta técnica espectrofotométrica baseia-se na lei de Lambert-Beer que relaciona a absorvência (A) do analito com a concentração $[X]$ e o percurso ótico (b , ou l) através de uma constante de proporcionalidade que é o coeficiente de absorvidade ou coeficiente de extinção ϵ (ou absorvidade molar, se as unidades forem expressas em $\text{M}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$). Para radiação incidente a um dado comprimento de onda a absorvência mede a relação entre a intensidade da radiação que incide sobre a solução em análise e a intensidade de radiação que emerge após um percurso ótico l .

$$I = I_0 10^{-\epsilon l [X]} \quad \Leftrightarrow \quad \log \frac{I_0}{I} = \epsilon l [X] \quad \Leftrightarrow \quad A = \epsilon l [X]$$

A lei de velocidade para a reação química em estudo pode ser escrita da forma que se segue:

$$-\frac{d[Cr_2O_7^{2-}]}{dt} = k [Cr_2O_7^{2-}]^x [CH_3CH_2OH]^y [H^+]^z$$

onde k é a constante de velocidade e t é o tempo.

Se as concentrações de etanol e de ácido forem muito mais elevadas (permanecendo praticamente constantes ao longo da reação) do que a concentração de dicromato a lei de velocidade pode ser simplificada:

$$-\frac{d[Cr_2O_7^{2-}]}{dt} = k' [Cr_2O_7^{2-}]^x$$

Sendo assim possível verificar graficamente se a reação obedece a uma reação de ordem 0, 1 ou 2 relativamente à concentração de dicromato, através da monitorização da absorvência (grandeza proporcional à concentração de dicromato em solução), ao comprimento de onda selecionado em função do espectro de absorção de uma solução de referência de dicromato.

Para verificar qual a lei integrada que melhor se ajusta basta substituir nas respetivas equação as concentrações $[X]_t$ e $[X]_0$ pelos quocientes $A_t/(\epsilon l)$ e $A_0/(\epsilon l)$.

- Reação de ordem zero: $A_t = A_0 - a(\epsilon l)kt$
- Reação de 1ª ordem: $\ln A_t = \ln A_0 - akt$
- Reação de 2ª ordem: $\frac{1}{A_t} = \frac{1}{A_0} + \frac{ak}{\epsilon l}t$

Duração efetiva do trabalho experimental: 90 minutos.

- 20 minutos para montagem da experiência.
- 70 minutos para registo de dados cinéticos.

Materiais e reagentes:

- Pipetas graduadas de 1 mL e 10 mL
- Pompete
- Balão erlenmeyer de 25 mL
- Luvas
- Micropipeta (20 µL a 200 µL)
- Cronómetro
- Secador

- Solução de H_2SO_4 3,9 M
- Solução de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,0196 M
- Etanol

Equipamento:

- Espectrofotómetro UV-Vis (células de quartzo)

Análise de riscos para a saúde, ambiente e de acidente de todas as substâncias químicas utilizadas.

Reagentes	Símbolos	Pontuação de riscos para/de		
		Saúde	Ambiente	Acidente
Solução de H_2SO_4 3,9 M	C	3	1	3
Solução de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,0196 M	C, T, N, Xn	2	1	1
Etanol	F	1	1	3

C-corrosivo, T-tóxico, N-perigoso para o meio ambiente, Xn-prejudicial, F-inflamável

Procedimento experimental:

- 1) Ligar o espectrofotômetro para estabilizar a fonte de radiação e proceder à correção da linha de base entre os 300 nm e os 650 nm após colocar a célula de quartzo (previamente lavada e seca) no porta-células.
- 2) Pipetar¹⁶ 1 mL da solução de $K_2Cr_2O_7$ 0,0196 M para um balão de erlenmeyer de 25 mL.
- 3) Usando uma pipeta graduada, adicionar 10 mL de solução de H_2SO_4 3,9 M e agitar a mistura resultante.
- 4) Transferir 3 mL desta solução para uma célula de quartzo e, de acordo com as instruções do manual de equipamento, fazer o registo do espectro de absorção da solução, entre os 300 nm e os 650 nm.
- 5) Selecionar a radiação com comprimento de onda (λ) de 440 nm, de forma a trabalhar nas medições seguintes a comprimento de onda fixo.
- 6) Registrar o valor de absorvência da solução inicial, A_0 (corresponde a $t = 0$).
- 7) Retirar a solução do espectrofotômetro e transferir novamente para o balão erlenmeyer.
- 8) Com o auxílio de uma micropipeta, previamente ajustada, adicionar 30 μ L de etanol e ligar de imediato o cronómetro.
- 9) Agitar a solução e transferir 3 mL para a célula de quartzo.
- 10) Colocar a célula no porta-células garantindo que a primeira leitura de absorvência seja feita ao fim de 60 s, após a adição do etanol.
- 11) Efetuar leituras de 60 em 60 segundos até atingir os 7 minutos.
- 12) Retirar a célula de quartzo e transferir a solução novamente para o balão de erlenmeyer.
- 13) Ao fim de uma hora ajustar novamente a absorvência a zero usando a célula previamente lavada e seca.
- 14) Transferir 3 mL da solução do erlenmeyer para a célula de quartzo e efetuar nova leitura de absorvência, A_∞ (corresponde à reação completa).

¹⁶ As soluções contendo crómio VI são tóxicas e as soluções de H_2SO_4 com concentração elevada ($> 0,5$ M) são corrosivas, por isso na manipulação das soluções usadas neste trabalho deve ter especial cuidado na utilização de luvas e uso de pompete.

- 15) Fazer novamente o registo do espectro de absorção da solução, entre os 300 nm e os 650 nm, ajustando os parâmetros de análise de acordo com o manual do equipamento.
- 16) Transferir a solução analisada para um recipiente de recolha de resíduos.
- 17) Lavar a célula com água desionizada e etanol, guardar e desligar o espectrofotómetro UV-Vis.

Tratamento de dados experimentais:

A – Determinação da ordem parcial de reação relativa ao $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$.

Registo de dados

Tempo (min ou s)	Absorvência	$A_t - A_\infty$	$\ln(A_t - A_\infty)$	$1/(A_t - A_\infty)$
	A_0			
	A_1			
	A_2			
	A_3			
	A_4			
	A_5			
	A_6			
	A_7			
	A_∞			

1. Utilizando uma ferramenta digital (máquina de calcular gráfica ou computador), elaborar os gráficos para cada uma das três leis integradas de velocidade.

Neste ponto deve ser introduzida uma correção, uma vez que após reação, a $t = \infty$, persistirá alguma absorvência de luz ao comprimento de onda selecionado. Esta absorvência residual (A_∞) deve ser subtraída a cada termo de absorvência nas equações das leis integradas.

- Reação de ordem zero: $(A_t - A_\infty) = (A_0 - A_\infty) - a(\epsilon l)kt$
 - Reação de 1ª ordem: $\ln(A_t - A_\infty) = \ln(A_0 - A_\infty) - akt$
 - Reação de 2ª ordem: $\frac{1}{(A_t - A_\infty)} = \frac{1}{(A_0 - A_\infty)} + \frac{ak}{\epsilon l} t$
2. Concluir sobre a ordem parcial para o reagente em estudo.
 3. Determinar a constante de velocidade específica da reação e a respetiva unidade.
(Se for necessário use para ϵ da solução de dicromato a 440 nm o valor de $3,58 \times 10^2 \text{ M}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$).

Leituras Seleccionadas

J. Sotomayor, *Cinética Química*, Lidel – Edições técnicas Lda., Caps. 1 e 2, 2003.

K. W. Whitten, K. D. Gailey, R. E. Davis, *General Chemistry*, 4th Ed., Saunders college Publishing, Cap. 16, 1992.

P. Atkins, J. de Paula, *Physical Chemistry for the Life Sciences*, 2nd Ed., Oxford University Press, Cap. 6, 2011.

S. J. Formosinho, *Fundamentos de Cinética Química*, Fundação Calouste Gulbenkian, Caps. 2 e 3, 1983.

Investigação

1. Determinar a estrutura de Lewis do H_2SO_4 .
2. Identificar o tipo de ligações existentes no $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.
3. Classificar o tipo de reação química envolvida no decorrer desta experiência.
4. Partindo da informação disponível nas embalagens comerciais dos reagentes utilizados efetuar os cálculos para a preparação de:
 - a. 50 mL de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,0196 M.
 - b. 50 mL de H_2SO_4 3,9 M.
5. Como poderia determinar a ordem parcial do reagente em estudo usando o método das velocidades iniciais.

4.7. Quantificação volumétrica do HCO_3^- em solução por titulação ácido-base

Competências conceptuais:

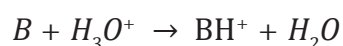
- Conceito de equilíbrio químico ácido-base.
- Conceitos de ácido e base forte e ácido e base fraca.
- pH de uma solução.
- Soluções tampão.
- Conceitos de titulação, titulante (T) e titulado (t).
- Escrita e acerto de equações químicas.
- Conceito de ponto de equivalência e estequiometria de reação ($t.n_T = T.n_t$).
- Teoria e aplicação de indicadores (ácido-base).
- Relação entre quantidade química (n) e concentração (C_t): $C_t = n/V$.

Competências laboratoriais:

- Identificação e cuidados no manuseamento de material de medição volumétrica (ex: bureta).
- Procedimento de titulação/homogeneização de mistura reacional.
- Calibração de equipamento.
- Cuidados na medição do pH de soluções.

Enquadramento teórico

Um problema prático que aparece no laboratório é a determinação da concentração de uma dada espécie química em solução. O método volumétrico usado para resolver o problema é a titulação que permite determinar a concentração de uma solução X (titulado) através de uma reação específica. Para isso recorre-se a uma solução Y de concentração rigorosamente conhecida (titulante) que reage com a substância X. Se pretendermos determinar a concentração de uma base em solução, deve ser selecionado como titulante um ácido que reaja com a base segundo um equilíbrio todo deslocado no sentido direto, ou seja:



A adição de titulante (T) deve ser feita gota a gota, com agitação continua do titulado (t), até ser atingido o ponto de equivalência, ou seja, o momento da titulação para o qual o número de moles de titulante adicionado é estequiometricamente equivalente ao número de moles de titulado.

$$t \times n_T = T \times n_t$$

$$t \times (C_T \times V_T) = T \times (C_t \times V_t)$$

Para uma dada reação de titulação, sabido o volume de titulado a analisar (V_t), a concentração de titulante (C_T) e o volume de titulante consumido até ao ponto de equivalência (V_T), podemos calcular a concentração de titulado em solução (C_t).

$$C_t = \frac{t \times (C_T \times V_T)}{T \times V_t}$$

Como detetar o ponto de equivalência?

Nas titulações deve observar-se uma alteração no copo de titulação quando se atinge o ponto de equivalência. Essa alteração pode ser visualizada através da utilização de um indicador, que no ponto de equivalência deve apresentar uma alteração de cor na solução onde se encontra.

No caso de uma titulação ácido-base, a grandeza que varia ao longo da reação de titulação é a concentração hidrogeniónica, $[H^+]$. Uma medida da concentração de iões H^+ numa solução é o pH, que pode ser definido como:

$$pH = -\log [H^+]$$

O ponto de equivalência de uma reação ácido-base é caracterizado por um valor específico de pH que pode ser detetado se selecionarmos um indicador que mude de cor nesse valor de pH (para tal deve ser consultada uma tabela de indicadores vs. intervalos de viragem).

O pH de uma solução pode ser medido usando um medidor de pH (Figura 4.20). Este é constituído por um eléctrodo combinado de vidro e um potenciómetro, e mede uma diferença de potencial que é diretamente proporcional ao pH (para mais detalhes ver secção 2.3).

O ponto de equivalência de uma titulação ácido-base pode assim ser também detetado seguindo a evolução do pH à medida que o titulante é adicionado – titulação potenciométrica, usando um medidor de pH.



Figura 4.20 – Eléctrodo combinado de vidro para medição de pH.

(Fonte: <https://www.vernier.com/product/ph-sensor/>, acedido em janeiro de 2021.)

Numa titulação de uma base fraca com um ácido forte, o pH inicial da solução é básico. À medida que se adiciona o ácido, todo o H^+ reage com a base, e o pH começa a diminuir gradualmente. Quando o número de moles de ácido adicionados iguala o número de moles de base inicialmente presentes (se a relação estequiométrica for de 1:1), pequenas adições de ácido resultam em grandes variações de pH. Perto do ponto de equivalência, a variação de pH com a adição de ácido é acentuada. Depois de toda a base ser consumida, a adição de mais ácido provoca uma descida do pH mais lenta, até que o pH da solução seja semelhante ao pH do ácido, ver Figura 4.21(a).

O ponto de equivalência pode ser determinado por métodos gráficos como por exemplo o método da primeira derivada. Neste método, o ponto de equivalência é o ponto de inflexão da curva de titulação correspondente ao seu declive máximo. Portanto, podemos determinar o ponto de equivalência calculando o declive em cada ponto da titulação próximo do ponto de equivalência¹⁷.

¹⁷ Cálculo da 1ª derivada: determina-se a razão entre a diferença de pH entre duas adições sucessivas de base e a diferença de volumes correspondentes.

Se relacionarmos graficamente os valores do cálculo da 1ª derivada com o volume de titulante adicionado, $V_n + (V_{n+1} - V_n)/2$, obtemos um pico que corresponde ao volume de titulante consumido até atingir o ponto de equivalência, ver Figura 4.21 (b).

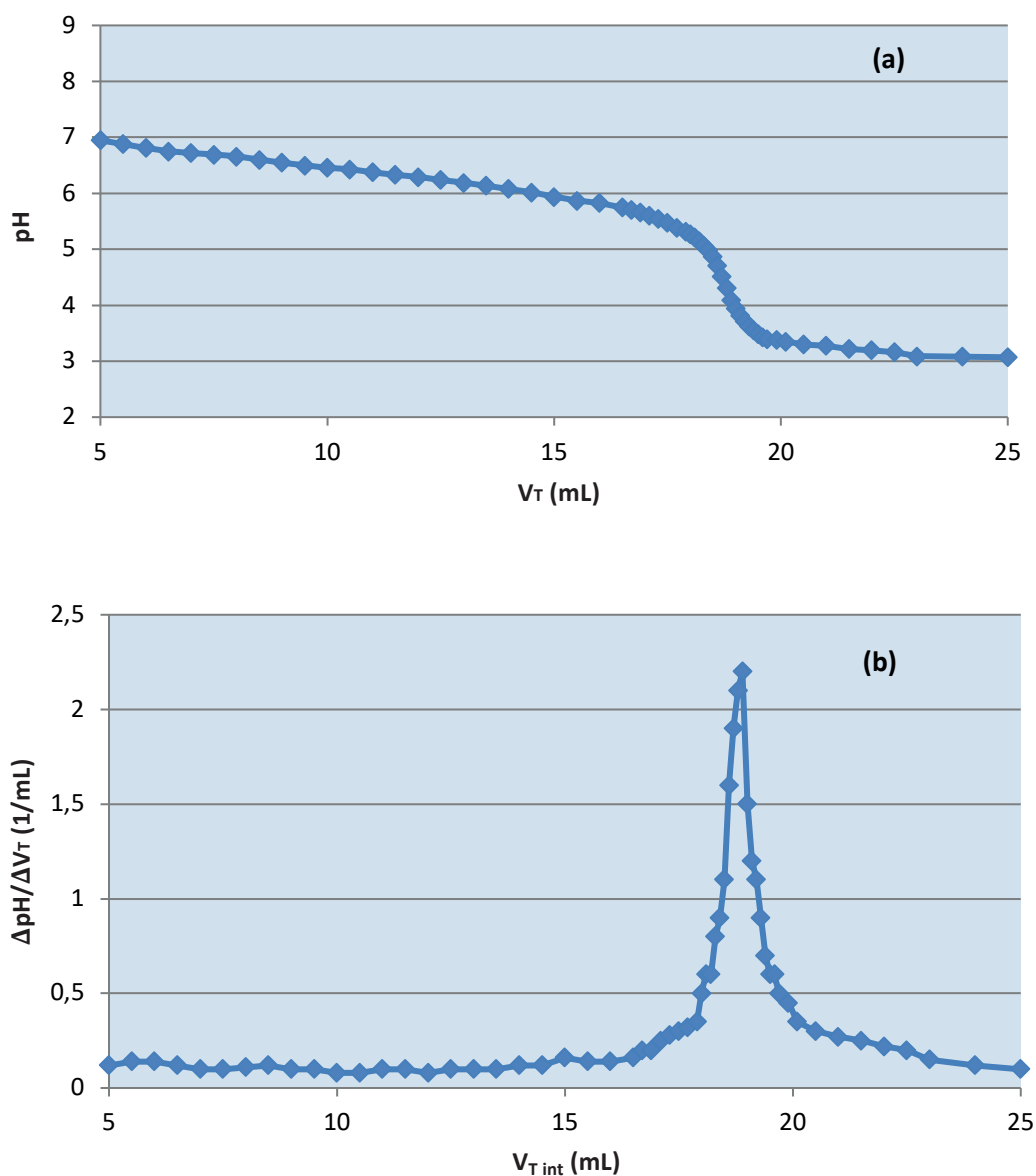
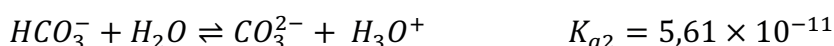
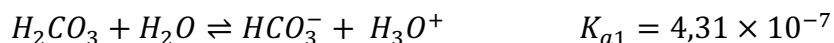


Figura 4.21 - (a) Curva de titulação base fraca – ácido forte. (b) - Curva da primeira derivada.

O ácido carbônico, H_2CO_3 , é um ácido diprótico, presente na maioria dos sistemas de água naturais, em resultado da dissolução do CO_2 do ar e contacto com as rochas calcárias. Para além disso, conjuntamente com a sua base conjugada (HCO_3^-) desempenha um papel importante na regularização do pH necessário ao funcionamento dos sistemas biológicos (ex: pH do sangue, pH dos oceanos).



Para determinar a concentração da espécie HCO_3^- em solução aquosa, podemos utilizar o método volumétrico por titulação ácido-base. Uma vez que o valor de K_b desta espécie é superior ao de K_a , deve ser titulada como uma base usando como titulante um ácido forte ($K_b(\text{HCO}_3^-) = 2,32 \times 10^{-8}$ e $K_a(\text{HCO}_3^-) = 5,61 \times 10^{-11}$). O salto de pH próximo do ponto de equivalência será significativo, diminuindo assim o erro de titulação.

Duração efetiva do trabalho experimental: 150 minutos.

- 30 minutos para o ensaio preliminar.
- 60 minutos para realização do ensaio definitivo.
- 60 minutos para o tratamento de resultados.

Materiais e reagentes:

- Pipeta graduada de 5 mL
- Balão erlenmeyer de 100 mL
- Pipetas volumétricas de 15 mL a 25 mL
- Gobelés de 100 mL
- Funil
- Pompete
- Bureta de 25 mL (tolerância $\leq 0,1$ mL)
- Suporte universal
- Pinça
- Magnete

- Água desionizada
- Solução de NaHCO_3 a titular
- Solução de HCl previamente aferida
- Indicador de alaranjado de metilo ou verde de bromocresol

Equipamento:

- Medidor de pH (previamente calibrado)
- Placa de agitação magnética

Análise de riscos para a saúde, ambiente e de acidente de todas as substâncias químicas utilizadas.

Reagentes	Símbolos	Pontuação de riscos para/de		
		Saúde	Ambiente	Acidente
Solução de NaHCO_3	-	1	1	1
Solução de HCl 0,02 mol/dm ³	Xi	2	1	2
Indicador de alaranjado de metilo	T	3	1	3
Solução tampão de calibração pH = 4	-	1	1	1
Solução tampão de calibração pH = 7	-	1	1	1

T-tóxico, Xi-irritante

Procedimento experimental:

A – Ensaio preliminar

- 1) Pipete 5 mL de uma solução de NaHCO_3 a analisar para um balão erlenmeyer de 100 mL e adicione 2 gotas de indicador de alaranjado de metilo ou verde de bromocresol.
- 2) Lave uma bureta de 25 mL, primeiro com água desionizada e depois com uma porção da solução titulante. Coloque a bureta no suporte.
- 3) Encha a bureta com a solução titulante de HCl , 0,02 mol/dm³, previamente aferida. Verificar se no percurso do líquido na bureta existem bolhas de ar. Em caso afirmativo estas devem ser removidas antes de ajustar o volume inicial ao valor de referência, zero.
- 4) Sob agitação constante do erlenmeyer adicione o ácido até viragem da cor do indicador.

- 5) Registe o volume consumido e estime o volume de titulado a pipetar no ensaio definitivo de forma a consumir um volume de titulante entre 15 mL e 20 mL¹⁸.

B – Ensaio definitivo (ver montagem – Figura 4.22)

- 1) Pipete para um copo de 100 mL, com pipeta volumétrica, o volume de solução de NaHCO_3 estimado no ensaio preliminar. Adicionar 2 ou 3 gotas de indicador.
- 2) Introduza no copo um magnete e coloque o sistema sobre uma placa de agitação magnética.
- 3) Encha a bureta com a solução titulante de HCl , $0,02 \text{ mol/dm}^3$, previamente aferida e verifique se existem bolhas de ar.
- 4) Lave com água desionizada o eléctrodo combinado de vidro do aparelho de pH, previamente calibrado, e remova o excesso de água.
- 5) Introduza o eléctrodo no copo (adicione água à solução de modo a que o orifício correspondente ao potencial de junção líquida do eléctrodo fique mergulhado na solução).

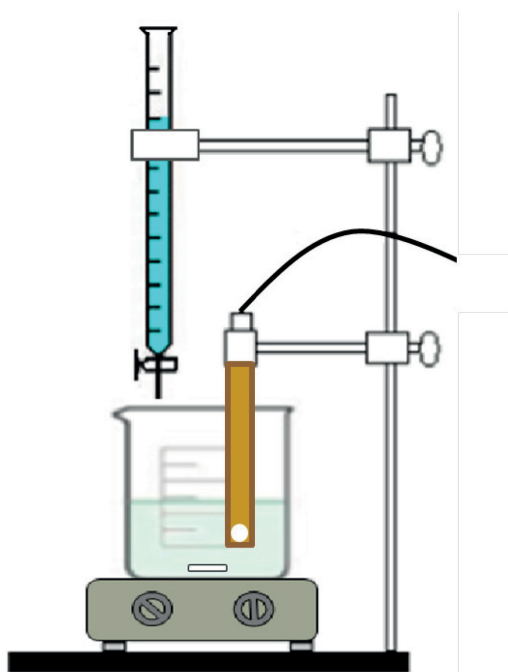


Figura 4.22 – Esquema da montagem usada no ensaio definitivo.

¹⁸ De acordo com o valor de volume de titulado obtido, pode ser necessário proceder a uma diluição do mesmo, de forma a poder usar um volume de titulante entre 15 mL e 25 mL.

- 6) Prepare uma tabela para registo de todos os valores de pH em função do volume de titulante adicionado.
- 7) Verifique se a geometria da experiência permite que as gotas de titulante caiam diretamente sobre o titulado, que deve ser mantido sob agitação constante. Antes de cada leitura deve deixar estabilizar o valor de pH.
- 8) Ligue o aparelho medidor de pH e o agitador e registre o pH inicial (verifique se o botão de controle de aquecimento da placa está no zero).
- 9) Adicione no princípio pequenos volumes (0,5 mL) e registre o pH. Cerca de 3 mL antes do valor de volume de ácido previsto para atingir o ponto de equivalência, passe a adicionar volumes de ácido mais pequenos (cerca de 0,1 mL) e mantenha este regime de incrementos até completar a adição total de aproximadamente 6 mL de titulante. Posteriormente passe a adicionar volumes de cerca de 0,5 mL até esgotar a capacidade volumétrica da bureta.
- 10) Tomar nota do volume e pH para os quais observou alteração da cor do indicador adicionado.

No final do trabalho experimental, lave o eletrodo com água desionizada e coloque a cápsula protetora preenchida com água desionizada, para a membrana semi-permeável do bulbo de vidro não secar.

Tratamento de dados experimentais:**A – Ensaio preliminar**

V_t	V_T
Cálculo de volume de titulado a pipetar no ensaio definitivo	

B – Ensaio definitivo

Curva de titulação potenciométrica		Método da 1ª derivada	
V_T	pH	V_{Tint}	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$
0	pH ₁		
V_1	pH ₁	$V_1/2$	$(pH_1 - pH_1)/V_1$
V_2	pH ₂	$V_1 + (V_2 - V_1)/2$	$(pH_2 - pH_1)/(V_2 - V_1)$
⋮	⋮	⋮	⋮

1. Escreva as equações de reação que traduzem a reação de titulação (neutralização) e o equilíbrio ácido-base no ponto de equivalência.
2. Usando os valores experimentais registrados em tabela faça o gráfico de pH *versus* volume de titulante adicionado (V_T) e o gráfico de $\Delta pH / \Delta V$ *versus* volume total de titulante adicionado (V_{Tint}).
3. Utilizando o gráfico obtido a partir do método da primeira derivada determine o volume de ácido consumido até ao ponto de equivalência.
4. Determine a concentração de NaHCO₃ na solução analisada.
5. Calcule o pH no ponto de equivalência da titulação e justifique a utilização do indicador selecionado.

Leituras Seleccionadas

S. E. Manahan, *Environmental Chemistry*, 10th Ed., CRC press, Cap. 3, 2017.

P. Atkins, J. Paula, *Elements of Physical Chemistry*, 5th Ed., Oxford, Cap. 8, 2009.

S. E. Kegley, J. Andrews, *The Chemistry of Water*, University Science Books, Cap. 4, 1998.

R. Chang, K. A. Goldsby, *Química*, 11^a Ed., McGraw-Hill, Cap. 15, 2013.

J. Crowe, T. Bradshaw, *Chemistry for the Biosciences: The Essential Concepts*, 3rd Ed., Oxford University Press, Cap. 16, 2014.

Investigação

1. Compare a concentração de HCO_3^- obtida neste trabalho com as concentrações referenciadas para esta espécie em sistemas naturais, tais como o sangue ou a água do mar.
2. Considerando os valores de pH do plasma sanguíneo e/ou da água do mar, justifique o efeito tampão desempenhado por esta espécie nos sistemas em questão.
3. Refira a importância da estabilidade dos valores de pH nestes sistemas.

4.8. Preparação de soluções tampão e comparação da capacidade tampão

Competências conceptuais:

- Conceito de equilíbrio químico ácido-base.
- Efeito do ião comum no equilíbrio de ácido-base.
- Características de uma solução tampão.
- Solução tampão e estabilidade do pH de uma solução.
- Escrita e acerto de equações químicas.

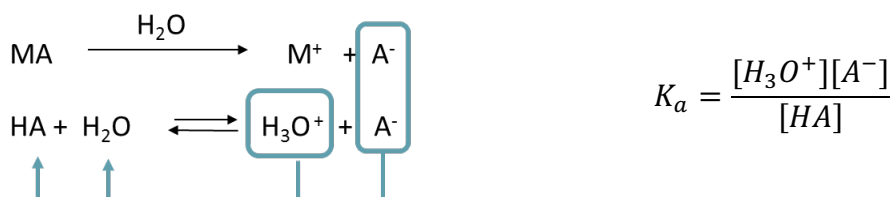
Competências laboratoriais:

- Identificação e cuidados no manuseamento de material de medição volumétrica.
- Identificação e cuidados no manuseamento de material de medição mássica (balança analítica e/ou balança de precisão).
- Preparação de uma solução tampão.
- Calibração de equipamento.
- Cuidados na medição do pH de soluções.

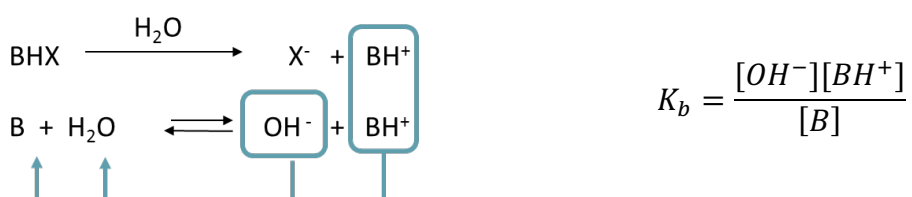
Enquadramento teórico

Uma solução tampão é uma solução composta por um ácido fraco e pela sua base conjugada (ou por uma base fraca e o seu ácido conjugado) e tem a capacidade de resistir a pequenas adições de ácido ou de base sem que o seu pH sofra grandes alterações. Esta característica das soluções tampão é devida à presença simultânea daquelas duas espécies em concentrações apreciáveis, o que faz com que a deslocação do sistema em equilíbrio num ou noutro sentido por adição de pequenas quantidades de ácido ou base não altere significativamente a sua composição e consequentemente o seu pH. Por este facto, estas soluções são cruciais na manutenção de um pH constante nos sistemas biológicos.

Considerando um ácido fraco genérico HA e um sal da sua base conjugada, solúvel em água, estabelece-se o seguinte equilíbrio:



Analogamente, podemos representar o equilíbrio para uma base e o sal do seu ácido conjugado:



Podendo o pH e/ou o pOH das soluções resultantes ser calculado empregando a equação de Henderson-Hasselbach.

$$pH = pK_a + \log \frac{[\text{A}^-]}{[\text{HA}]}$$

$$pH = pK_a + \log \frac{[\text{sal}]}{[\text{HA}]}$$

$$pOH = pK_b + \log \frac{[\text{BH}^+]}{[\text{B}]}$$

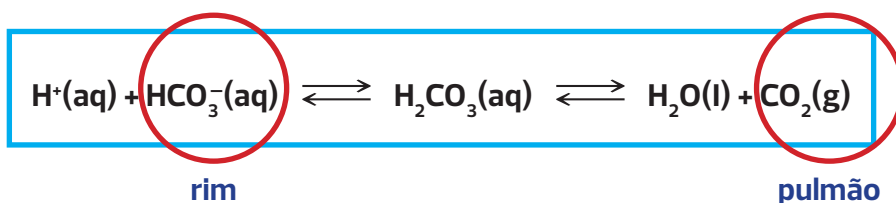
$$pOH = pK_b + \log \frac{[\text{sal}]}{[\text{B}]}$$

Para que um sistema tampão funcione bem deve apresentar quantidades químicas semelhantes de ácido e da sua base conjugada. A gama em que o tampão é mais eficiente é muitas vezes designada por gama ou capacidade tampão e corresponde à gama de pH em que a solução é mais eficaz na neutralização de ácidos ou de bases fortes adicionados. É definida pela expressão:

$$\text{gama de } pH = pK_a \pm 1.$$

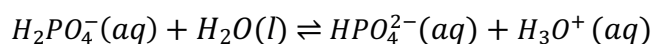
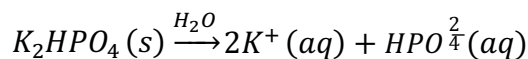
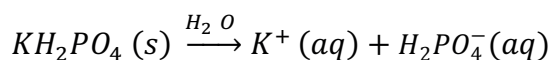
A capacidade tampão depende das quantidades relativas de ácido e de base que existem no sistema tampão. Se um tampão apresentar maior concentração da espécie básica (tampão básico) irá suportar maior adição de ácido. Se apresentar maior concentração da espécie ácida (tampão ácido) irá suportar maior adição de base.

Os principais sistemas tampão presentes em sistemas biológicos, e que asseguram a manutenção do valor de pH ajustado ao seu bom funcionamento, são: o sistema bicarbonato ($\text{H}_2\text{CO}_3/\text{HCO}_3^-$), o sistema fosfato ($\text{H}_2\text{PO}_4^-/\text{HPO}_4^{2-}$), as proteínas e o sistema de amónia ($\text{NH}_3/\text{NH}_4^+$). De todos estes sistemas, o mais relevante é o tampão formado pelo par $\text{H}_2\text{CO}_3/\text{HCO}_3^-$.



Este sistema tampão é também o principal regulador de pH nos oceanos e tal como acontece nos fluidos biológicos está dependente do equilíbrio em termos de trocas gasosas com o CO_2 da atmosfera.

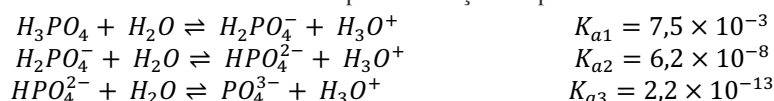
Apesar de desempenhar um papel menos relevante na regulação do pH nos sistemas naturais o tampão fosfato ($\text{H}_2\text{PO}_4^-/\text{HPO}_4^{2-}$)¹⁹ do ponto de vista laboratorial apresenta uma manipulação mais acessível, dada a facilidade em adquirir os sais alcalinos necessários à sua preparação.



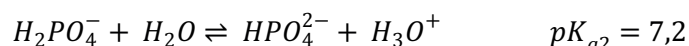
$$K_{a2} = \frac{[\text{H}_3\text{O}^+][\text{HPO}_4^{2-}]}{[\text{H}_2\text{PO}_4^-]} \qquad \text{pH} = \text{p}K_{a2} + \log \frac{[\text{HPO}_4^{2-}]}{[\text{H}_2\text{PO}_4^-]}$$

Pode assim preparar-se a solução tampão a partir dos sais alcalinos das espécies que em equilíbrio apresentam valores de $\text{p}K_a$ mais próximos do valor de pH da solução que

¹⁹ O ácido fosfórico, H_3PO_4 , é um ácido poliprótico que se ioniza em 3 etapas às quais correspondem três constantes de equilíbrio com valores decrescentes em resultado da perda de força da espécie ácida.



se pretende preparar²⁰. No caso de pretendermos preparar uma solução com valor de pH próximo de 7 o equilíbrio selecionado deverá ser:



As concentrações do par $H_2PO_4^-/HPO_4^{2-}$ deverão ser idênticas para que a capacidade tampão seja máxima.

Nesta atividade experimental vamos estudar, por adição de alíquotas iguais de base forte (NaOH) e de ácido forte (HCl), a resistência das soluções preparadas daquele par ácido/base conjugada com duas concentrações diferentes (idênticas entre si $[A^-]/[HA] = 1$ e diferentes entre si $[A^-]/[HA] \neq 1$). Os resultados serão comparados com o efeito provocado em água desionizada pela mesma adição de ácido e base fortes.

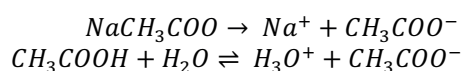
Duração efetiva do trabalho experimental: 120 minutos.

- 30 minutos para preparação de soluções de KH_2PO_4 e de K_2HPO_4 .
- 30 minutos para preparação das misturas de soluções de KH_2PO_4 e de K_2HPO_4 ; e de CH_3COOH e de $NaCH_3COO$.
- 60 minutos para leitura dos valores de pH antes e após a adição de ácido e base fortes.

Materiais e reagentes:

- Pipetas volumétricas de 10 mL e 20 mL
- Pompete
- Funil
- Balões volumétricos de 100 mL
- Vidro de relógio
- Espátula
- Gobelés de 25 mL, 50 mL e 150 mL
- Suporte universal
- Micropipeta (100 μ L)

²⁰ No caso de estarmos a trabalhar com uma espécie monoprótica, partimos do ácido neutro (ou base) e do sal alcalino da sua base conjugada. Ex:



- Água desionizada
- Solução de NaOH 1 M
- Solução de HCl 1 M
- KH_2PO_4 (s)
- K_2HPO_4 (s)
- Solução de CH_3COOH 0,2 M
- Solução de NaCH_3COO 0,2 M

Equipamento:

- Medidor de pH (previamente calibrado)
- Balança analítica ou de precisão ($\pm 0,01$ g)

Análise de riscos para a saúde, ambiente e de acidente de todas as substâncias químicas utilizadas.

Reagentes	Símbolos	Pontuação de riscos para/de		
		Saúde	Ambiente	Acidente
Solução de NaOH 1 M	Xi	2	1	2
Solução de HCl 1 M	Xi	2	1	2
Solução de KH_2PO_4 0,2 M	-	1	1	1
Solução de K_2HPO_4 0,2 M	-	1	1	1
Solução de CH_3COOH 0,2 M	-	1	1	1
Solução de NaCH_3COO 0,2 M	-	1	1	1
Solução tampão de calibração pH = 4	-	1	1	1
Solução tampão de calibração pH = 7	-	1	1	1

C-corrosivo, T-tóxico, N-perigoso para o meio ambiente, o-oxidante, Xi-irritante, Xn-prejudicial, F-inflamável, n.d.-não disponível

Procedimento experimental:

A – Preparação de soluções

- 1) Calcular a massa de KH_2PO_4 e de K_2HPO_4 a medir para preparar 100 mL com uma concentração de 0,20 M.
- 2) Preparar as soluções aquosas de acordo com os cálculos anteriormente efetuados. Rotular as soluções.
- 3) Diluir cada uma das soluções anteriormente preparadas 10 vezes para um balão volumétrico de 100 mL. Rotular as soluções.

B – Preparação de soluções tampão e leituras de pH

- 1) Usando pipetas volumétricas faça a distribuição das soluções de ácido e base conjugada anteriormente preparadas, de acordo com a relação de volumes exemplificada na tabela que se segue, para gobelés de 25 mL.

	Gobelé 1 V/mL	Gobelé 2 V/mL	Gobelé 3 V/mL	Gobelé 4 V/mL	Gobelé 5 V/mL
$\text{KH}_2\text{PO}_4 - 0,20 \text{ M}$	10		10		
$\text{K}_2\text{HPO}_4 - 0,20 \text{ M}$	10			10	
$\text{KH}_2\text{PO}_4 - 0,020 \text{ M}$		10		10	
$\text{K}_2\text{HPO}_4 - 0,020 \text{ M}$		10	10		
H_2O					20

- 2) Lave com água desionizada o eletrodo combinado de vidro do medidor de pH, previamente calibrado, e remova o excesso de água.
- 3) Introduza o eletrodo no gobelé 1 e verifique se o orifício correspondente ao potencial de junção líquida do eletrodo fica mergulhado na solução. Fixe o eletrodo ao suporte universal. Agite a mistura das soluções e faça a leitura de pH após estabilização do valor.

- 4) Com a ajuda de uma micropipeta adicione incrementos de 100 μL ²¹ de HCl 1 M à solução (até observar uma variação significativa de pH) e faça os respectivos registos de pH. Entre cada adição tenha o cuidado de agitar a solução e deixar estabilizar o valor de pH.
- 5) Repita os procedimentos 3) e 4) para os restantes gobelés, tendo o cuidado de lavar o eletrodo de pH sempre que muda de gobelé.
- 6) Prepare um outro conjunto de misturas idêntico ao apresentado na tabela anterior.
- 7) Introduza o eletrodo no gobelé 1, agite a mistura das soluções e faça a leitura de pH após estabilização do valor.
- 8) Com a ajuda de uma micropipeta adicione incrementos de 100 μL de NaOH 1 M à solução (até observar uma variação significativa de pH) e faça os respectivos registos de pH. Entre cada adição tenha o cuidado de agitar a solução e deixar estabilizar o valor de pH.
- 9) Repita os procedimentos 7) e 8) para os restantes gobelés.

C – Comparação com outros sistemas tampão

- 1) Para um gobelé de 25 mL pipete 10 mL de uma solução CH_3COOH 0,2 M e 10 mL de uma solução de NaCH_3COO 0,2 M.
- 2) Lave com água desionizada o eletrodo combinado de vidro do medidor de pH, previamente calibrado, e remova o excesso de água.
- 3) Introduza o eletrodo no gobelé e verifique se o orifício correspondente ao potencial de junção líquida do eletrodo fica mergulhado na solução. Fixe o eletrodo ao suporte universal. Agite a mistura das soluções e faça a leitura de pH após estabilização do valor.

No final do trabalho experimental, lave o eletrodo com água desionizada e coloque a cápsula protetora preenchida com água desionizada, para a membrana semipermeável do bulbo de vidro não secar.

²¹ Se forem usados gobelés, por exemplo, de 50 mL e os volumes totais forem de 40 mL em cada gobelé, então a alíquota de ácido ou de base deverá ser proporcionalmente ajustada, neste caso a 200 μL , para obter efeito análogo em termos de variação de pH.

Tratamento de dados experimentais:

1. Solução de KH_2PO_4 0,20 M.
Volume de solução a preparar (exemplo: 100 mL).

2. Solução de KH_2PO_4 0,020 M. Preparar, por diluição, a partir da solução 0,20 M.
Volume de solução a preparar (exemplo: 100 mL).

3. Solução de K_2HPO_4 0,20 M.
Volume de solução a preparar (exemplo: 100 mL).

4. Solução de K_2HPO_4 0,020 M. Preparar, por diluição, a partir da solução 0,20 M.
Volume de solução a preparar (exemplo: 100 mL).

5. Escreva a estrutura de Lewis do ácido fosfórico.

6. Diga que tipo de ligações químicas existem no sal de KH_2PO_4 e quais são quebradas quando dissolve o sal em água.

7. Com base nos valores das concentrações de cada espécie, em cada mistura analisada, calcule o pH teórico e compare com o valor de pH obtido experimentalmente para cada mistura.

8. Selecione as soluções tampão que apresentam maior resistência à adição de base e à adição de ácido e justifique o comportamento observado.

9. Com base nos resultados obtidos para o gobelé 5, compare com as alterações de pH observadas nos outros gobelés. Justifique a importância das soluções tampão.

10. Com base no valor de pH observado para o sistema tampão $\text{CH}_3\text{COOH}/\text{CH}_3\text{COO}^-$ calcule o pK_a do ácido, bem como o intervalo de pH onde este sistema deverá apresentar capacidade tampão.

Leituras Selecionadas

R. Chang, K. A. Goldsby, *Química*, 11ª Ed., McGraw-Hill, 726-732, 2013.

J. Crowe, T. Bradshaw, *Chemistry for the Biosciences: The Essential Concepts*, 3rd Ed., Oxford University Press, 571-579, 2014.

K. W. Whitten, K. D. Gailey, R. E. Davis, *General Chemistry*, 4th Ed., Saunders college Publishing, Cap. 18, 1992.

S. E. Manahan, *Environmental Chemistry*, 10th Ed., CRC press, Cap. 3, 2017.

<http://www.who.edu/OCB-OA/page.do?pid=112136>

(Acedido em janeiro de 2021).

<http://www.chemistry.wustl.edu/~edudev/LabTutorials/Buffer/Buffer.html>

(Acedido em janeiro de 2021).

http://ocean.stanford.edu/courses/bomc/chem/lecture_10.pdf

(Acedido em janeiro de 2021).

Investigação

1. Porque é que a elevação da temperatura dos oceanos se pode traduzir no aumento do pH da água.
2. A hiperventilação (respiração rápida e profunda diminui a concentração de CO₂ no sangue) provoca tonturas, dor aguda no peito, etc.
 - a) Diga como é que a hiperventilação afeta o pH do sangue, apresentando os desvios no equilíbrio químico associados.
 - b) A primeira ação de socorro para o tratamento da hiperventilação é fazer o paciente respirar para um saco de papel. Explique porque é que este tratamento funciona para efeito da reposição do pH do sangue.

4.9. Estudo qualitativo da atividade antioxidante de alguns alimentos

Competências conceituais:

- Identificação de reações de oxidação-redução e sua caracterização (Identificação da espécie oxidada e espécie reduzida).
- Escrita e acerto de equações químicas.
- Conceito de radicais livres. Identificação do papel desempenhado no corpo humano.
- Identificação de grupos funcionais com potencial atividade antioxidante.
- Conceitos de autocatálise e inibição catalítica.
- Conceito de reação oscilante (reação de *Briggs-Rauscher*)

Competências laboratoriais:

- Identificação e cuidados no manuseamento de material de medição volumétrica (ex: pipeta).
- Controle de tempo reacional.
- Preparação e avaliação de rendimento de misturas oxidantes.

Enquadramento teórico

Algumas espécies químicas têm a capacidade de trocar elétrons entre si, dando origem a novas substâncias, sendo por isso protagonistas de uma reação química de oxidação-redução. Nesta troca de elétrons há uma espécie que fornece elétrons e outra que os recebe.

Uma reação de oxidação-redução resulta sempre da soma e acerto estequiométrico de duas semirreações: uma de oxidação e a outra de redução.

Semirreação de oxidação Representa a espécie que cede n elétrons	$A \longrightarrow A_{\text{ox}} + ne^{-}$
Semirreação de redução Representa a espécie que recebe m elétrons	$B + me^{-} \longrightarrow B_{\text{red}}$
Reação global de oxidação-redução	$mA + nB \longrightarrow mA_{\text{ox}} + nB_{\text{red}}$

Nota: B_{red} = Espécie reduzida; A_{ox} = Espécie oxidada.

Quando uma espécie cede um ou mais elétrons, o seu estado de oxidação²² aumenta, diz-se por isso que sofreu uma oxidação e a espécie que lhe provocou a oxidação chama-se oxidante.

Quando uma espécie recebe um ou mais elétrons, o seu estado de oxidação diminui, diz-se por isso que sofreu uma redução e a espécie que lhe provocou a redução chama-se redutor.

A espécie reduzida e a espécie oxidada apresentam propriedades diferentes, como por exemplo a cor, e por isso a evolução da reação pode ser acompanhada por observação visual ou instrumental.

A atividade laboratorial proposta tem como base a aplicação dos princípios das reações de oxidação-redução em reações oscilantes. Uma reação dita oscilante consiste numa mistura complexa de substâncias químicas reativas, na qual a concentração de um ou mais componentes exhibe alterações periódicas, ou onde uma dada propriedade muda repentinamente após um determinado período de indução.

Um exemplo de reação oscilante é a reação de *Briggs-Rauscher (BR)* que pode ser usada como método analítico para a medição relativa da atividade de antioxidantes

²² O **estado** ou **número de oxidação** de um elemento num composto define-se como a carga que um átomo tem, ou parece ter, quando os elétrons no composto são contados de acordo com um certo número de regras, que são as seguintes:

1. Num elemento livre, cada átomo tem estado de oxidação zero.
2. Para iões monoatômicos, o estado de oxidação do elemento é igual à carga do ião.
3. O estado de oxidação do H é +1 e o do O é -2 na maioria dos compostos.

Exceções:

- i) quando H forma compostos binários com um metal, este forma um ião positivo e o H torna-se num ião H^{-} , ou ião hidreto (ex: NaH, o estado de oxidação do Na é +1 e o do H é -1).
 - ii) o estado de oxidação do oxigénio numa classe de compostos chamados peróxidos, compostos baseados no ião O_2^{2-} , é -1.
4. Num composto neutro, a soma algébrica dos números de oxidação dos elementos deve ser zero; num ião poliatômico, a soma deve ser igual à carga do ião.

Duração efetiva do trabalho experimental: 120 minutos.

- 60 minutos para preparação das amostras.
- 60 minutos para medição e registo dos tempos reacionais.

Materiais e reagentes:

- Pipetas graduadas de 10 mL
- Balões erlenmeyer de 100 mL
- Micropipeta (1000 μ L)
- Gobelés de 150 mL
- Varetas
- Funil
- Papel de filtro
- Tubos de ensaio
- Suporte de tubos de ensaio
- Pompe
- Magnete
- Proveta de 5 mL e 100 mL
- Espátula

- Água desionizada
- Solução aquosa de H_2O_2 4,0 M – **(Solução A)**²⁴
- Solução aquosa de KIO_3 0,20 M e de H_2SO_4 0,077 M – **(Solução B)**²⁴
- Solução aquosa de ácido malónico ($\text{CH}_2(\text{COOH})_2$) 0,15 M, de MnSO_4 0,20 M e amido a 0,03 % – **(Solução C)**²⁴

²⁴ Cuidados de segurança na preparação de soluções: Como o H_2O_2 a 30 % é um agente oxidante muito forte, o H_2SO_4 é um ácido forte corrosivo e o ácido malónico é moderadamente tóxico e corrosivo, devem ser usados óculos, bata e luvas na preparação das soluções correspondentes (preparar as soluções na câmara de exaustão). Para além disso, deve ser evitado qualquer contacto entre o H_2O_2 e materiais combustíveis.

Equipamento:

- Placa de agitação magnética
- Balança de precisão
- Triturador de alimentos

Análise de riscos para a saúde, ambiente e de acidente de todas as substâncias químicas utilizadas.

Reagentes	Símbolos	Pontuação de riscos para/de		
		Saúde	Ambiente	Acidente
Solução aquosa de H ₂ O ₂ 4,0 M	T ₊ , C, o	3	n.d.	1
Solução aquosa de KIO ₃ 0,20 M	T, Xi, F	2	n.d.	2
Solução aquosa de ácido malónico (CH ₂ (COOH) ₂) 0,15 M	Xi	2	n.d.	n.d.
MnSO ₄ 0,20 M	C, N, T	2	2	n.d.

C–corrosivo, T₊ – muito tóxico, T–tóxico, N–perigoso para o meio ambiente, o–oxidante, Xi–irritante, F–inflamável, n.d.–não disponível

Procedimento experimental:

A – Preparação das amostras

Seleção dos alimentos a testar (exemplos: cenoura, tomate, cebola, chocolate em pó, melancia, mel, pasta de frutos vermelhos, pasta de maçã ou pera, vinho tinto, chá verde, chá preto, sumo de laranja, sumo de frutos vermelhos, água).

Amostras sólidas:

- 1) Triturar o alimento sólido a testar.
- 2) Transferir para um gobelé de 150 mL 2,0 g do alimento triturado.
- 3) Adicionar 100 mL de água desionizada e misturar com a ajuda de uma vareta.
- 4) Após decantação da amostra filtrar cerca de 5 mL para um tubo de ensaio.
- 5) Identificar a amostra no tubo de ensaio

Amostras pastosas e líquidas:

- 1) Transferir para um gobelé de 150 mL 2,0 g do alimento pastoso ou 2,0 mL do alimento líquido.
- 2) Adicionar 100 mL de água desionizada e misturar com a ajuda de uma vareta.
- 3) Caso seja observada uma suspensão, filtrar cerca de 5 mL para um tubo de ensaio.
- 4) Identificar a amostra no tubo de ensaio.

B – Medição dos tempos reacionais

- 1) Pipetar para um balão erlenmeyer de 100 mL, 10 mL da solução A seguido de 10 mL da solução B.
- 2) Colocar o balão erlenmeyer sobre uma placa de agitação (assegurar que o aquecimento não está ligado) e introduzir um magnete.
- 3) Ligar o sistema de agitação e adicionar 10 mL da solução C.
- 4) Quando a solução de coloração âmbar virar a azul pela segunda vez adicionar rapidamente (usando uma micropipeta) 1000 μ L da amostra preparada (ver esquema na Figura 4.23).
- 5) Simultaneamente à adição da amostra ligar o cronómetro.
- 6) Registrar o tempo que decorre até ao aparecimento novamente da cor azul.
- 7) Repetir o procedimento para as diversas amostras preparadas.

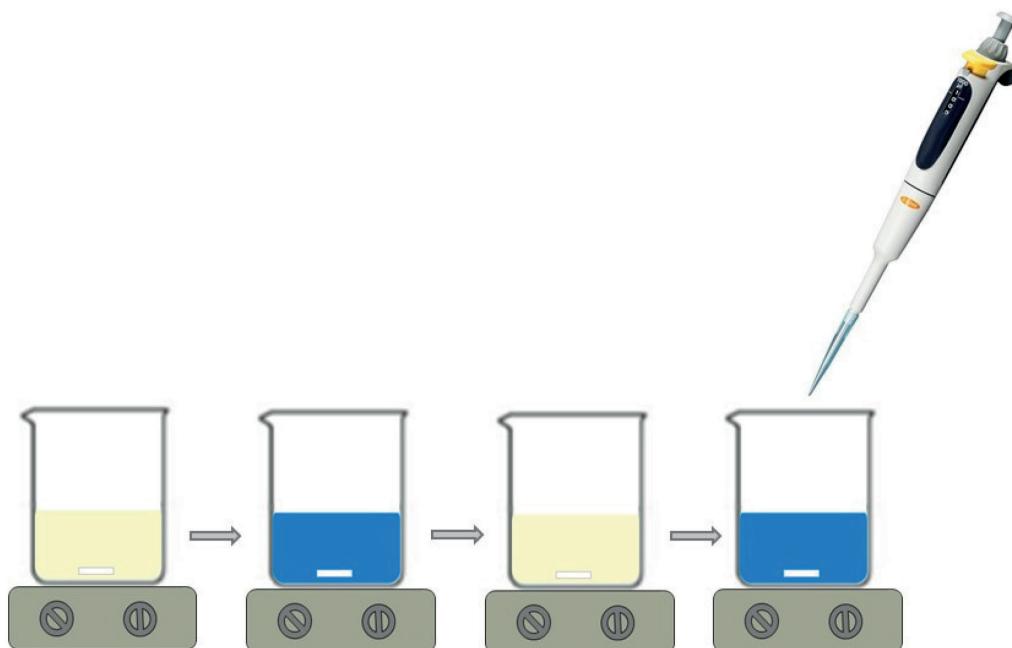


Figura 4.23 – Esquema da montagem experimental.

A reação produz iodo que é tóxico por inalação e irritante para os olhos, pele e vias respiratórias. A atividade experimental deve ser feita na câmara de exaustão ou em laboratório bem ventilado.

No final do trabalho experimental transferir as misturas reacionais para um depósito de resíduos.

Registo de dados experimentais:

Amostra	Tempo de reação	Amostra	Tempo de reação

1. Compare os valores de tempo reacional e conclua sobre a atividade antioxidante relativa das amostras testadas.

2. Represente em gráfico de barras os tempos de inibição de reação correspondentes à atividade antioxidante das amostras testadas.

3. Justifique a observação de bolhas de gás na solução reacional.

Leituras Selecionadas

G. Farusi, *Looking for antioxidant food*, *Science in School*, **13**, 39–43, 2009.

R. Cervellati, K. Höner, S. D. Furrow, C. Neddens, S. Costa, *The Briggs–Rauscher Reaction as a Test to Measure the Activity of Antioxidants*, *Helvetica Chimica Acta*, **84**, 3533–3747, 2001.

Abílio Marques da Silva, *Aprendendo Química; Auxiliado por Analogias do Quotidiano*, EUEDITO, 151–161, 2016.

R. Chang, K. A. Goldsby, *Química*, 11ª Ed., McGraw–Hill, 132–143, 2013.

J. Crowe, T. Bradshaw, *Chemistry for the Biosciences: The Essential Concepts*, 3rd Ed., Oxford University Press, 594–598, 2014.

Investigação

1. Qual o papel dos radicais livres no desenvolvimento de patologias no organismo humano?
2. Justifique a elevada reatividade dos radicais livres e represente as estruturas de Lewis dos radicais $\text{HOO}\cdot$ e $\text{HO}\cdot$.
3. Identifique e apresente espécies moleculares nos alimentos testados que possam ser responsáveis pela atividade antioxidante observada (apresente as respectivas estruturas moleculares).
4. Justifique a importância do ajuste do pH na realização desta experiência.

4.10. Determinação da eficiência de remoção de tiocianatos, numa estação de tratamento, por análise espectrofotométrica

Competências conceptuais:

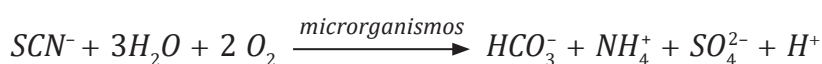
- A cor como expressão de interação radiação–matéria: espectros de absorção molecular UV–Vis.
- A lei de Lambert–Beer, sua aplicação para determinar a concentração de uma substância em solução.
- Traçar curva de calibração (absorvência vs. concentração).
- Determinar a concentração da solução problema a partir da curva de calibração.
- Identificar reação de derivatização colorimétrica.
- Identificar e caracterizar reações de oxidação–redução (identificação de espécie oxidada e espécie reduzida).
- Identificar reações de complexação.
- Escrita e acerto de equações químicas, bem como reconhecimento de reagente limitante.
- Processos de descontaminação por biorremediação.

Competências laboratoriais:

- Preparação de soluções padrão a partir de solutos sólidos e por diluição.
- Preparação de soluções reacionais (função: reagente de derivatização química).
- Medições e registo de leituras espectrofotométricas.
- Construção de curva de calibração absorvência/concentração utilizando ferramentas digitais.
- Análise comparativa de resultados usando como base soluções de referência.
- Identificar e avaliar erros associados a determinações colorimétricas.
- Identificar cuidados no manuseamento de material de medição volumétrica (ex: pipeta).

Enquadramento teórico

Os iões tiocianato, SCN^- , podem estar presentes em estações de tratamento de águas residuais como resultado de diferentes processos industriais associados à combustão incompleta de combustíveis sólidos como o carvão ou a madeira ou em processos de mineração de metais preciosos onde são usados cianetos. Estes iões podem fazer parte dos efluentes industriais associados, devendo ser evitada a sua transferência para os cursos de água natural por serem tóxicos para os organismos aquáticos e para os seres humanos. Nas estações de tratamento de águas residuais estes iões podem ser eliminados por ação microbiana responsável pela oxidação dos tiocianatos dando origem a espécies ambientalmente menos nocivas.



Esta reação é um exemplo de biorremediação que constitui um processo no qual são usados microrganismos para descontaminar solos e águas.

Autoridades ambientais internacionais como a *UK Environment Agency* estabelecem em 10 mg/L o valor máximo de tiocianato admissível nas águas residuais [1], após tratamento e antes de serem introduzidas nos cursos de água. Este valor paramétrico obriga a um estudo de eficiência das estações de tratamento dos afluentes tóxicos através de análises para determinar a concentração de tiocianatos no afluente, durante o processo de tratamento e no efluente do tratamento que será lançado no curso de água.

Um método corrente para a determinação de tiocianatos em solução aquosa baseia-se na reação de formação de complexos entre o Fe^{3+} e os iões SCN^- . Existe uma tendência geral para os iões metálicos carregados positivamente formarem complexos com iões carregados negativamente (ex: SCN^-) e/ou moléculas neutras (ex: H_2O ou NH_3) que apresentem pares de eletrões isolados. Quando se dissolve um sal metálico em água, como por exemplo o cloreto férrico ($FeCl_3$), formam-se complexos do Fe^{3+} com a água, com os aniões do sal, ou com qualquer outro anião ou molécula neutra que apresente um par de eletrões não compartilhado. A estes iões ou moléculas neutras chamam-se ligandos.

Em solução aquosa o ião Fe^{3+} existe sob a forma de ião complexo ligado a seis moléculas de água (geometria octaédrica), correntemente representado por $[Fe(H_2O)_6]^{3+}$. Na presença de iões tiocianato uma das moléculas de água é substituída produzindo-se, assim, o ião complexo ferritiocianato $[Fe(H_2O)_5SCN]^{2+}$, ver Figura 4.24.

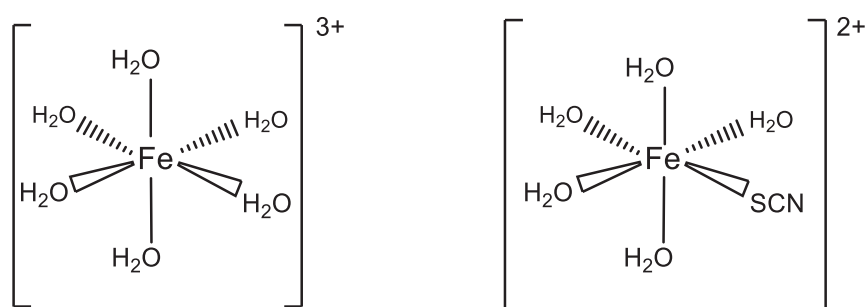


Figura 4.24 – Diagrama de formação dos complexos férricos em solução aquosa, na ausência e presença de íons tiocianato (SCN^-).

A absorção de energia na gama do ultravioleta e do visível da radiação eletromagnética permite a transição eletrônica do estado fundamental de uma molécula para um excitado de maior energia (Figura 4.25).

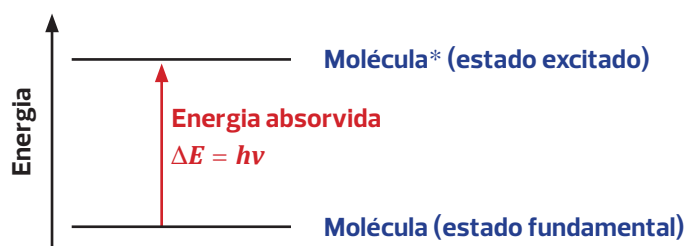


Figura 4.25 – Transição eletrônica de uma molécula do estado fundamental para o estado excitado.

O íon complexo $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_5\text{SCN}]^{2+}$ apresenta cor sanguínea²⁵, podendo ser analisado por espectroscopia de absorção molecular.

O íon Fe^{3+} no estado gasoso apresenta duas orbitais d semipreenchidas e três orbitais d não preenchidas degeneradas. A presença de qualquer ligando ligado ao íon Fe^{3+} faz com que estas orbitais deixem de ser degeneradas, apresentando valores de energia diferentes entre si. Assim, um elétron numa orbital d semipreenchida pode absorver um fóton transitando para uma orbital d de energia superior (vazia ou semipreenchida). Por esta razão o íon complexo apresenta a característica de absorver radiação na zona do visível devido à proximidade entre os valores de energia destas orbitais.

A espectrofotometria de absorção molecular permite medir, usando um espectrofotômetro, a intensidade da radiação, com um determinado comprimento de onda

²⁵ As substâncias que apresentam cor absorvem no espectro da luz visível, se um composto absorve luz verde apresenta a cor vermelha (cor complementar do verde).

– λ – que passa através de uma amostra em análise, relacionando-a com a intensidade da radiação incidente a esse comprimento de onda. Se pensarmos numa substância que apresente cor, quanto maior a intensidade de radiação absorvida pela substância em análise maior será a intensidade da cor apresentada por essa substância.

Um espectrofotómetro consiste numa fonte de radiação (ex: lâmpada de tungsténio – visível; lâmpada de deutério – ultravioleta), seguido de um sistema seletor de radiação (monocromador), um sistema porta amostras, um detetor de sinal luminoso e finalmente um sistema de processamento e registo de dados, ver Figura 4.26.

A luz que passa através da amostra é absorvida pelas espécies em solução e a intensidade da luz transmitida é detetada.

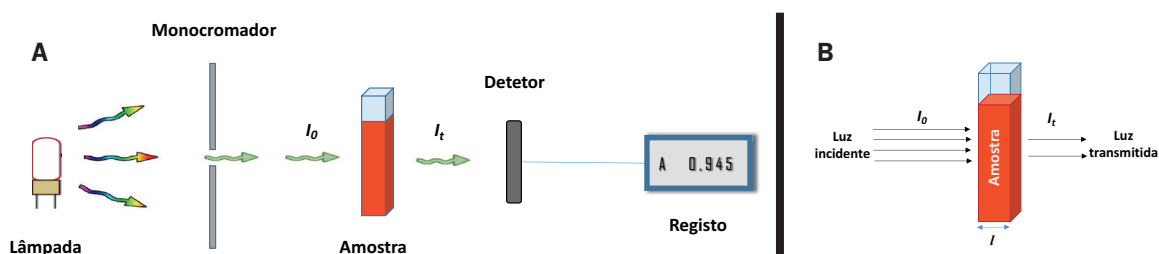


Figura 4.26 A) Esquema de um espectrofotómetro de feixe simples.
B) Relação entre radiação incidente, amostra e radiação transmitida.

A transmitância, T , de uma solução é a razão entre a luz transmitida I_t e a luz incidente I_0 , para cada comprimento de onda de radiação incidente. No entanto, é mais frequente utilizar o conceito de absorvência que é definido com o simétrico do logaritmo da transmitância.

$$T = \frac{I_t}{I_0} \quad A = \log \frac{I_0}{I_t}$$

A quantidade de radiação absorvida por uma molécula em solução varia com o comprimento de onda. O registo da variação da absorvência em função do comprimento de onda da radiação incidente permite-nos obter um espectro de absorção da amostra em estudo (Figura 4.27).

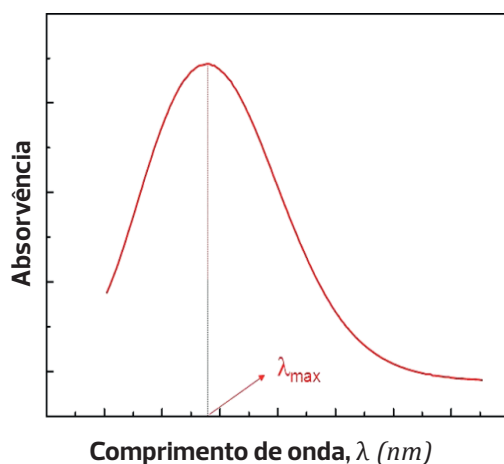


Figura 4.27 – Exemplo de espectro de absorção molecular.

Se pretendermos fazer um estudo quantitativo este deverá ser conduzido a um comprimento de onda para o qual a absorvência apresente um valor máximo, λ_{\max} .

A absorvência depende linearmente da concentração, C , e do percurso ótico, l , que a radiação percorre na amostra, sendo matematicamente representada pela lei de Lambert-Beer.

$$A = \varepsilon l C$$

Onde ε é uma constante de proporcionalidade designada por coeficiente de absorvência que só depende da amostra, do solvente e do comprimento de onda. Quando a concentração é expressa em $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$, ε designa-se por absorvência molar e apresenta as unidades $\text{L}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$. Quando a concentração é expressa em $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$, designa-se apenas por absorvência específica (α) e apresenta as unidades $\text{L}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$.

Quanto maior for a concentração de uma substância em solução, maior será o sinal de absorvência medido no instrumento. Esta relação é tipicamente linear, apenas para uma gama limitada de concentrações, observando-se um desvio à linearidade, para altas concentrações, devido a interações entre as espécies que absorvem radiação. Para construir uma curva de calibração (Absorvência vs. Concentração) é necessário preparar um conjunto de soluções de concentração conhecida do analito alvo (soluções padrão), medir as respetivas absorvências usando um espectrofotómetro e calcular a reta ($y=mx+b$) por regressão linear, na gama de concentrações onde é observada linearidade. O declive da reta dá o produto de εb . A concentração do analito alvo numa dada solução amostra pode ser determinada, usando os parâmetros (m e b) da equação da reta e fazendo substituir y pelo valor de absorvência da amostra, calculando x que corresponderá à concentração (C) de analito na amostra, $C = (y-b)/m$.

Na Figura 4.28 é esquematicamente apresentado um circuito de tratamento de águas residuais, que pode ser construído na forma de estação piloto com materiais de laboratório.

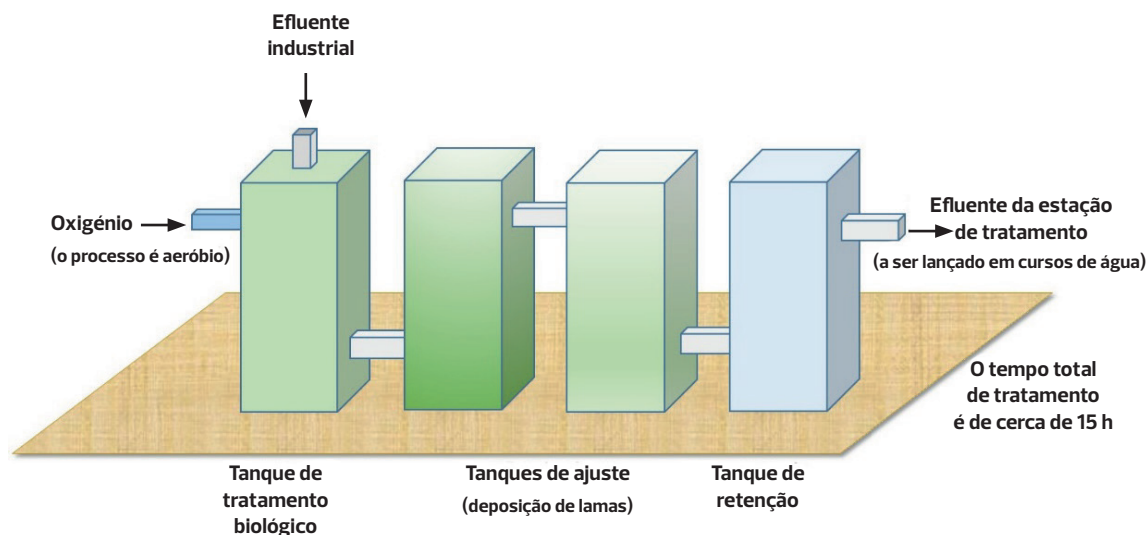


Figura 4.28 – Esquema de uma estação de tratamento de águas residuais, por ação microbiana. (Adaptado de <http://www.rsc.org/learn-chemistry/resource/res00000887/challenging-plants-phytomanagement-practicals>, acessado em janeiro de 2021.)

O afluente contaminado da estação de tratamento será introduzido num primeiro tanque de tratamento biológico com arejamento, que conterá lamas ativadas (material biologicamente ativo constituído por um sistema complexo de microrganismos que metabolizam substâncias orgânicas e inorgânicas do afluente transformando-as em formas ambientalmente aceites). As lamas produzidas no reator biológico passam para um sistema de tanques de decantação. O sucesso deste processo depende da rápida e completa separação física (por gravidade) entre a fase líquida e a biomassa celular, designada por lama e que aparece sob a forma de flocos no decantador secundário. Antes e após o tratamento a água pode ser facilmente colhida. Antes do tratamento, nos tanques de decantação secundária e após tratamento imediatamente antes de ser lançada nos sistemas ambientais.

As amostras recolhidas serão analisadas para determinação dos respetivos teores em tiocianatos, usando os princípios do método espectrofotométrico, anteriormente apresentados.

Duração efetiva do trabalho experimental: 150 minutos.

- 60 minutos para cálculos e preparação de soluções.
- 60 minutos para leitura e registo de dados experimentais.
- 30 minutos interpretação de resultados.

Materiais e reagentes:

- Balões volumétricos de 50 mL e 500 mL
- Pipetas volumétricas
- Gobelés 100 mL e 250 mL
- Funil
- Vidro de relógio
- Espátula
- Pompete

- Água desionizada
- Tiocianato de potássio p.a.
- Solução de Cloreto de ferro (III) hexahidratado 0,40 M, em solução de HCl 1,0 M
- Soluções amostra recolhidas em diferentes pontos de uma estação de tratamento microbiana.

Equipamento:

- Balança analítica
- Espectrofotómetro de absorção molecular UV-Vis
- Células de absorção (vidro ou quartzo)
- Protótipo de estação piloto para tratamento microbiano de águas residuais

Análise de riscos para a saúde, ambiente e de acidente de todas as substâncias químicas utilizadas.

Reagentes	Símbolos	Pontuação de riscos para/de		
		Saúde	Ambiente	Acidente
Tiocianato de potássio p.a.	Xn,N	4	3	2
Cloreto de ferro (III) hexahidratado 0,40 M	C,Xi	3	-	-
HCl 1,0 M	Xi	2	1	2

C–corrosivo, N–perigoso para o meio ambiente, Xi–irritante, Xn–prejudicial

Procedimento experimental:

A – Preparação de uma solução aquosa de KSCN 250 mg/L:

- 1) Usando um vidro de relógio, medir rigorosamente numa balança analítica (precisão $\pm 0,0001$ g) a massa de KSCN²⁶ necessária para preparar 500 mL de uma solução aquosa de concentração próxima de 250 mg/L. (Usar luvas na manipulação do KSCN). Registrar o valor da massa medido.
- 2) Transferir, com a ajuda de um funil, a massa de soluto para um balão volumétrico de 500 mL, ao qual se adicionou previamente cerca de 1/2 do seu volume de água desionizada.
- 3) Com a ajuda de um esguicho adicionar água para arrastar todo soluto do vidro de relógio para o balão.
- 4) Tapar o balão e agitar para solubilizar o soluto. Quando todo o sólido estiver dissolvido, adicionar cuidadosamente água desionizada com o esguicho, até perto da marca de calibração do balão.
- 5) Agitar a mistura resultante para obter uma mistura homogênea (solução) e ajustar à marca do balão. Atenção para não cometer erros de paralaxe. Agitar novamente.
- 6) Calcular a concentração exata da solução e rotular a solução preparada (fórmula química do soluto e do solvente, concentração e data de preparação).

²⁶ O KSCN dever-se-á secar previamente numa estufa a 100 °C a 105 °C durante 1 hora, para remover moléculas de água de hidratação. Após secagem, dever-se-á deixar arrefecer em exsiccador até ao momento de utilização.

B – Preparação de soluções padrão de trabalho de KSCN:

- 1) Por diluição da solução-mãe de KSCN 250 mg/L, prepare 50 mL de soluções de concentração próxima de 5, 10, 15, 20, 25 e 30, em mg/L. Para a preparação de cada solução calcular o volume de solução inicial a pipetar e transferir para um gobelé uma porção suficiente da solução que se pretende diluir.
- 2) Usando uma pipeta volumétrica com a capacidade mais próxima do volume previamente calculado, medir com a ajuda de uma pompete, o volume selecionado.
- 3) Transferir o volume pipetado para o balão volumétrico. Durante o processo de escoamento do líquido a ponta da pipeta deve estar encostada à parede do balão de forma a permitir o escoamento total do conteúdo da pipeta.
- 4) Tapar o balão e agitar para homogeneizar a solução. Seguidamente, adicionar 5 mL de solução ácida de cloreto de ferro (III) 0,4 M e agitar a solução resultante.
- 5) Adicionar cuidadosamente água desionizada com o esguicho e ajustar à marca do balão. Atenção para não cometer erros de paralaxe.
- 6) Agitar novamente a mistura.
- 7) Calcular a concentração exata da solução e rotular a solução preparada (fórmula química do soluto e do solvente, concentração e data de preparação).
- 8) Como referência preparar um branco com 5 mL de solução ácida de cloreto de ferro (III) 0,4 M e ajustado a 50 mL com água desionizada.

C – Preparação das soluções amostra recolhidas em diferentes pontos de uma estação de tratamento microbiana:

- 1) Transferir 5 mL de solução amostra para um balão volumétrico de 50 mL. Durante o processo de escoamento do líquido a ponta da pipeta deve estar encostada à parede do balão de forma a permitir o escoamento total do conteúdo da pipeta.
- 2) Adicionar água desionizada até pouco mais de meio da sua capacidade. Tapar o balão e agitar para homogeneizar a solução.

- 3) Adicionar 5 mL de solução ácida de cloreto de ferro (III) 0,4 M e agitar a solução resultante. Adicionar, cuidadosamente água desionizada com o esguicho e ajustar à marca do balão. Atenção para não cometer erros de paralaxe.
- 4) Agitar novamente a mistura e rotular com a identificação da amostra.
- 5) Repetir o procedimento para todas as amostras que lhe forem atribuídas.

D – Medição dos valores de absorvência das soluções em Espectrofotómetro UV-Vis:

- 1) Programar o espectrofotómetro para traçar um espectro de absorção entre 300 nm e 750 nm, de modo a determinar uma gama de comprimentos de onda que pareça razoável para o ensaio. Deve escolher uma solução de concentração intermédia para traçar este espectro.
- 2) Programar o espectrofotómetro para medir em modo de comprimento de onda único, escolhido de acordo com o espectro de absorção que traçou no número anterior.
- 3) As células que vão ser utilizadas nas medições espectrofotométricas são de vidro ou de quartzo, sendo necessários alguns cuidados na sua utilização.
- 4) Para efetuar as medições a célula é colocada dentro do espectrofotómetro de modo a que a radiação atravessasse as paredes transparentes. No caso do espectrofotómetro de feixe duplo deve ser colocada no respetivo porta-amostras uma célula equivalente contendo apenas o branco.
- 5) As leituras devem começar pela solução mais diluída, ou seja, o branco, seguindo a ordem crescente de concentrações (deste modo evita-se a lavagem da célula com o solvente, passando apenas a célula com a solução a medir).
- 6) Após a análise dos padrões, lavar bem a célula com o solvente, passar uma vez pela solução de amostra a analisar e preencher a célula novamente com a amostra. Realizar o mesmo procedimento para cada amostra.

No final do trabalho experimental transferir as misturas reacionais para um depósito de resíduos.

Registo de dados experimentais:

Padrões (mg/L)	Absorvência	Amostras	Absorvência
		1	
		2	
		3	

1. Qual o comprimento de onda, λ (nm), selecionado para efetuar as medições de absorvência e justifique a sua escolha.
2. Represente graficamente, para as soluções padrão, a absorvência (em ordenadas) em função da concentração de tiocianato (em abcissas).
3. Determine graficamente a concentração em mg/L de ião tiocianato nas amostras.

Amostras	[SCN ⁻] (mg/L)
1	
2	
3	

4. Em função dos resultados da turma, para o mesmo conjunto de amostras, determine a concentração média para cada amostra, bem como o erro associado para um nível de confiança de 95 %. Comente a eventual observação de resultados discrepantes.

Amostras	$[\overline{SCN}] \pm s_r$ (mg/L)
1	
2	
3	

5. Em função dos resultados obtidos indique se o efluente está em condições de ser descarregado no sistema de água natural.
6. Identifique, justificando por cálculos, o reagente limitante no sistema reacional produzido em B e C do procedimento experimental.

Referências citadas

[1] Royal Society of Chemistry Advancing the Chemical Sciences, Determination of thiocyanate ions in waste water – Student worksheet <http://www.rsc.org/learn-chemistry/resource/res00000887/challenging-plants-phytomanagement-practicals> (Acedido em janeiro de 2021).

Leituras Seleccionadas

Royal Society of Chemistry Advancing the Chemical Sciences, Determination of thiocyanate ions in waste water – Student worksheet <http://www.rsc.org/learn-chemistry/resource/res00000887/challenging-plants-phytomanagement-practicals> (Acedido em janeiro de 2021).

J. M. Postma, J. L. Roberts, A. Roberts, *Chemistry in the Laboratory*, Experiment 24, 8th Ed., W. H. Freeman and Company, 2017.

Abílio Marques da Silva, *Aprendendo Química; Auxiliado por Analogias do Quotidiano*, EUEDITO, 115–121, 2016.

R. Chang, K. A. Goldsby, *Química*, 11^a Ed., McGraw–Hill, Cap. 7, 2013.

J. Crowe, T. Bradshaw, *Chemistry for the Biosciences: The Essential Concepts*, 3rd Ed., Oxford University Press, Cap. 12, 2014.

Investigação

1. Faça um estudo comparativo entre processos de biorremediação e de fitorremediação no tratamento de águas residuais.
2. Indique potenciais fontes de introdução de tiocianatos nos afluentes das estações de tratamento de águas residuais.
3. Descreva alguns efeitos nocivos dos tiocianatos quer a nível ambiental, quer a nível do organismo humano.

4.11. Quimiluminescência vs. Bioluminescência

Competências conceituais:

- Interação radiação–matéria: conceitos de absorção e emissão de radiação.
- Reações químicas caracterizadas por emissão de luz.
 - Quimiluminescência
 - Bioluminescência
- Reconhecimento de reações químicas de oxidação–redução.
- Catalisadores de reação (químicos e biológicos).

Competências laboratoriais:

- Medição de volumes, distinção de material volumétrico: seleção do material mais adequado.
- Pesagens, distinção de equipamento de pesagem (balança técnica e balança analítica) e respetiva seleção.
- Cuidados de execução laboratorial na preparação de soluções com concentração expressa em % m/m.
- Preparação de soluções a partir de sólidos corrosivos e tóxicos.
- Identificação de símbolos de risco e segurança de reagentes químicos.
- Construir uma câmara escura a partir de um esquema fornecido.

Enquadramento teórico

Quando um átomo ou molécula, no estado fundamental, absorve energia, passa para um estado excitado (com maior energia). Para voltar ao estado fundamental tem de encontrar uma forma de dissipar o excesso de energia, podendo fazê-lo sob a forma de radiação eletromagnética, ou seja, sob a forma de quanta de energia ou fótons. Quando este fenómeno ocorre a baixa temperatura designa-se por **luminescência**.

Os processos de luminescência podem incluir emissão de radiação por **fluorescência** e **fosforescência** (se o estado excitado resulta da absorção de energia sob a forma de radiação) ou por **quimiluminescência** (se o estado excitado deriva da energia de uma reação química). Um outro fenómeno de luminescência é designado por **bioluminescência** e envolve a emissão de luz por organismos biológicos, podendo o estado excitado ser resultante de absorção de luz ou de uma reação química.

Na Figura 4.29 são apresentados os processos de desexcitação molecular após absorção de radiação (radiativos: fluorescência e fosforescência; não-radiativos: conversão interna por liberação de energia sob a forma de calor e cruzamento intersistemas entre níveis eletrônicos com diferentes multiplicidades de spin; reação química a partir de um estado excitado) e na Figura 4.30 as multiplicidades de spin correspondentes ao estado fundamental e possíveis estados excitados.

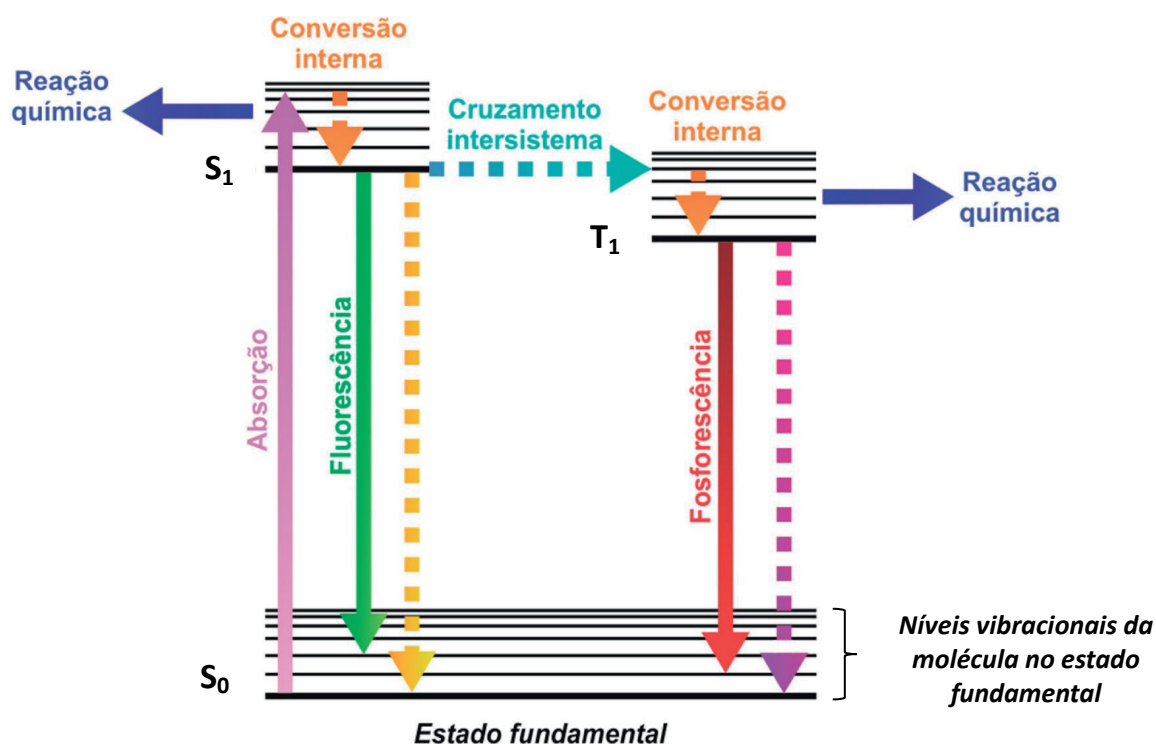


Figura 4.29 – Exemplo genérico dos processos de desexcitação molecular após absorção de radiação. O estado fundamental possui multiplicidade singuleto (linhas contínuas representam transições radiativas; as linhas tracejadas representam transições não-radiativas).

A cada nível eletrónico estão associados diferentes níveis vibracionais.

(Adaptada de A. V. Müller et al. *Quim. Nova*, **40**, 200–213, 2017)

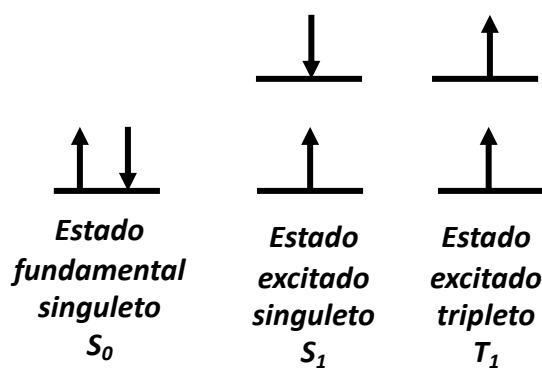
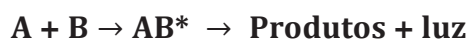


Figura 4.30 – Diagrama representativo da alteração do número quântico de spin para as multiplicidades singuleto e tripleto (na multiplicidade singuleto a transição eletrônica mantém o número quântico de spin do elétron transitado, na multiplicidade tripleto há alteração do número quântico de spin do elétron transitado).

Os pirilampos, medusas marinhas ou as varetas luminosas são exemplos de sistemas onde ocorrem reações químicas que produzem luz. Duas substâncias químicas reagem para formar um estado excitado intermediário que decai para o estado fundamental libertando fótons com uma dada energia.



Se o comprimento de onda do fóton emitido se situar na zona do visível a transição eletrônica será observada através da emissão de luz com uma cor específica.

A quimiluminescência resultante da oxidação do luminol é frequentemente usada como referência na demonstração deste tipo de fenômenos. Trata-se de um processo que ocorre em diversas etapas que implicam a oxidação do luminol pelo peróxido de hidrogênio com redução do íon ferro (III), do catalisador ferricianeto de potássio, e produção de 3-aminofalato, azoto, água e luz. Existem diversas propostas de seqüências reacionais descritas na literatura. Na Figura 4.31 é apresentado um esquema síntese.

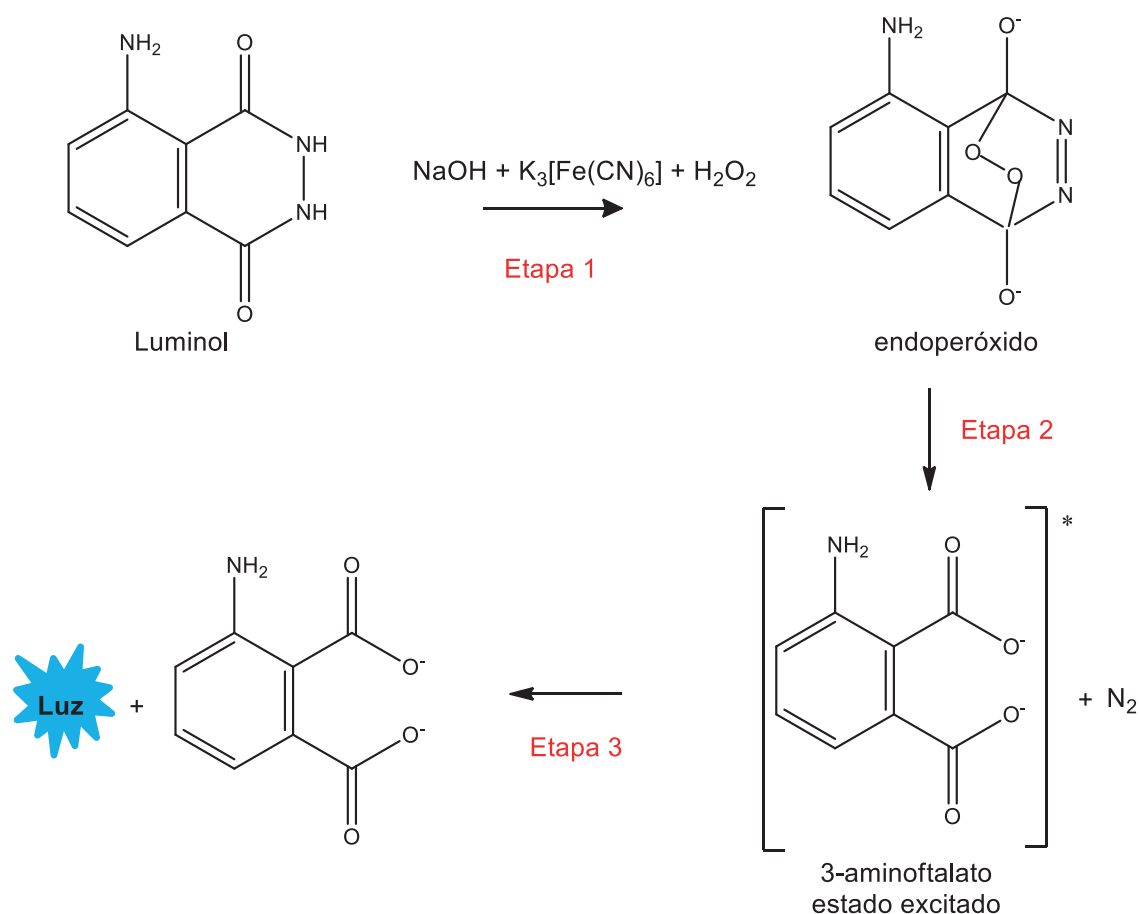


Figura 4.31 – Sequência reacional para a reação de quimiluminescência do luminol. (Adaptada de L. Yue, Y. Liu, *The Journal of Physical Chemistry B*, **124** (35), 7682–7693, 2020; F. McCapra, *Q. Rev., Chem. Soc.*, **20**, 485–510, 1966; E. Ferreira, A. Rossi, *Química Nova*, **25** (6) 1003–1011, 2002; https://www.scienceinschool.org/sites/default/files/teaserPdf/issue35_luminescence.pdf, acessado em janeiro de 2021.)

Etapa 1 – Em meio básico (solução de NaOH), na presença de um íon de um metal de transição como o Fe^{3+} ($K_3[Fe(CN)_6]$) e utilizando o peróxido de hidrogênio (H_2O_2) como oxidante, o luminol sofre um processo reacional complexo que poderá dar origem a um endoperóxido (molécula heterocíclica contendo o grupo funcional –O–O– no anel).

Etapa 2 – O endoperóxido é uma molécula muito instável e decompõe-se produzindo o 3-aminofalato num estado excitado, bem como uma molécula de azoto.

Etapa 3 – Quando o estado excitado do 3-aminofalato decai para o estado fundamental é libertado um fóton de luz azul.

Os cientistas forenses utilizam os fundamentos desta reação química para detetar vestígios de sangue em cenários de crime. A mistura de luminol numa solução diluída de peróxido de hidrogénio é pulverizada na área suspeita de ter vestígios de sangue. O ferro presente no grupo *Heme* da hemoglobina do sangue atua como catalisador da reação descrita anteriormente. Se o espaço estiver escurecido, na presença de quantidades vestigiais de sangue, observa-se uma luz azul brilhante durante cerca de trinta segundos.

As reações de bioluminescência usam o ATP (adenosina trifosfato) como fonte de energia. A estrutura das moléculas emissoras de luz varia de espécie para espécie podendo, no entanto, ser-lhe atribuída a designação geral de luciferina, ver Figura 4.32. Quando um pirilampo brilha significa que a luciferina foi oxidada para produzir um estado excitado que decai para o estado fundamental libertando um fóton de luz tal como acontece com a reação quimiluminescente no luminol apresentada anteriormente. Contudo, os pirilampos não usam o peróxido de hidrogénio nem o ferri-cianeto de potássio para oxidar a luciferina; em vez disso usam uma enzima chamada luciferase (nome genérico – as luciferases variam de espécie para espécie). Aproximadamente cerca de 90 % dos organismos vivos presentes no oceano profundo também exibem este fenómeno de bioluminescência, usando a luz produzida com diferentes funções, como por exemplo para atrair as presas, camuflagem ou para efeitos de acasalamento. Algumas bactérias também usam a bioluminescência para comunicar. A luz produzida pelos organismos vivos oceânicos é maioritariamente azul ou verde, uma vez que a radiação com estes comprimentos de onda se transmite de forma mais eficiente através da água do mar (menor comprimento de onda maior efeito de difusão).

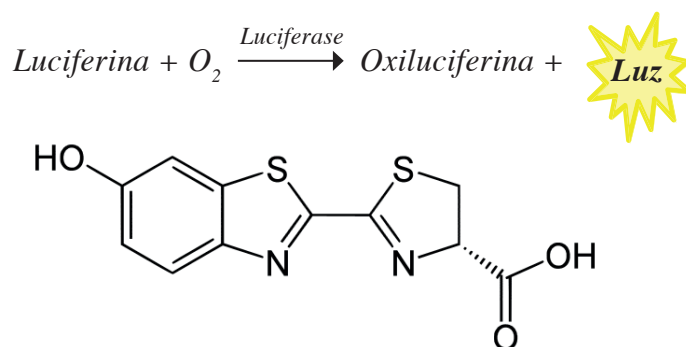


Figura 4.32 – Estrutura da luciferina presente nos pirilampos.

Diversos testes imunológicos usados como diagnóstico em medicina utilizam como indicadores de reação positiva substâncias que apresentam propriedades de fluorescência e fosforescência (exemplo: biotina em testes de diagnóstico do HIV), bem como reações quimiluminescentes (exemplo: derivados do luminol em ensaios imunológicos quimiluminescentes para diagnóstico de HIV).

A microscopia de fluorescência constitui também uma poderosa ferramenta de pesquisa nas áreas das ciências biológicas, biomédicas e diagnóstico clínico.

A atividade de quimiluminescência proposta procura replicar em laboratório o tipo de reação química que está por base aos fenômenos de bioluminescência, apesar dos agentes oxidantes e catalisadores serem diferentes, o resultado é o mesmo, ou seja luminescência (emissão de luz).

Duração efetiva do trabalho experimental: 90 minutos.

- 30 minutos para a preparação de soluções de a partir do soluto sólido.
- 30 minutos para a preparação de soluções de trabalho.
- 15 min construir câmara escura.
- 15 min reação de quimiluminescência.

Materiais e reagentes:

- Pipetas graduadas
- Balões volumétricos
- Balões de erlenmeyer
- Gobelés
- Vidro de relógio
- Vareta
- Funil
- Pompete
- Espátula

- Hidróxido de sódio (NaOH) p.a.
- Luminol ($C_8H_7N_3O_2$) p.a.
- Ferricianeto de potássio ($K_3[Fe(CN)_6]$) p.a.
- Peróxido de hidrogénio 30 % (H_2O_2)

Equipamentos:

- Balança analítica
- Balança de precisão

Análise de riscos para a saúde, ambiente e de acidente de todas as substâncias químicas utilizadas.

Reagentes	Símbolos	Pontuação de riscos para/de		
		Saúde	Ambiente	Acidente
Hidróxido de sódio (NaOH) p.a.	Xi	2	1	2
Luminol (C ₈ H ₇ N ₃ O ₂) p.a.	-	1	1	1
Ferricianeto de potássio (K ₃ [Fe(CN) ₆]) p.a.	N	1	2	1
Peróxido de hidrogénio 30 % (H ₂ O ₂)	T+, C, o	3	n.d.	1

C–corrosivo, T–tóxico, N–perigoso para o meio ambiente, Xi–irritante, o–oxidante, n.d.–não disponível

Procedimento experimental:**Preparação de soluções a partir de soluto sólido**

- 1) Preparar num balão erlenmeyer 20 g de uma solução a 10 % (m/m) de hidróxido de sódio.
- 2) Transferir 45 mg de luminol para um balão volumétrico de 20 mL e adicionar cerca de metade do seu volume de água. Seguidamente adicionar 1 mL da solução de hidróxido de sódio anteriormente preparada e agitar até solubilização do soluto. Aferir à marca com água desionizada.
- 3) Preparar num balão erlenmeyer 25 g de uma solução a 3 % (m/m) de ferricianeto de potássio.

Preparação de soluções de trabalho

- 1) Transferir 5 mL da solução de luminol para um gobelé e adicionar 35 mL de água. Esta será a solução A.
- 2) Pipetar para um gobelé 5 mL da solução de ferricianeto de potássio a 3 %, adicionar 35 mL de água desionizada e 0,3 mL de peróxido de hidrogénio comercial a 30 %. Esta será a solução B.

Montagem do teste de quimiluminescência

- 1) Montar uma câmara escura de acordo com o esquema da Figura 4.33.
- 2) Transferir para um balão erlenmeyer de 100 mL 50 mg de ferricianeto de potássio em pó.
- 3) Colocar o balão erlenmeyer na câmara escura.
- 4) Transferir em simultâneo (com a ajuda de um funil) os conteúdos das soluções A e B para o balão erlenmeyer.
- 5) Registrar a observação realizada.
- 6) Concluída a experiência, transferir a mistura reacional resultante para o depósito de resíduos.

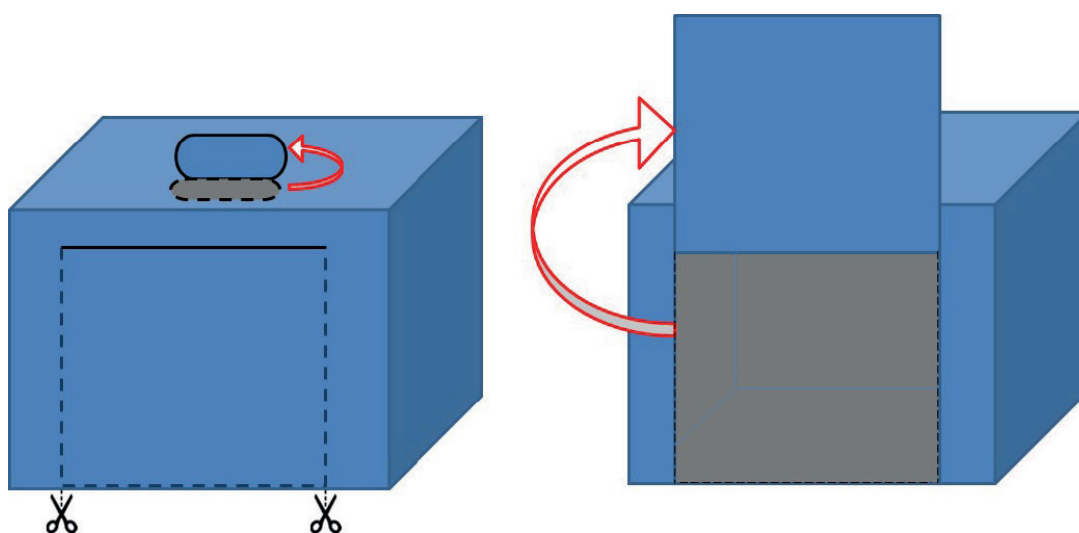


Figura 4.33 – Esquema de montagem da câmara escura.

Interpretação dos resultados experimentais

1. Qual a origem da radiação observada na reação do luminol.
2. Qual o papel desempenhado pelo ferricianeto de potássio?
3. O que é um catalisador e qual a sua função numa reação química?
4. Qual a substância responsável pela oxidação do luminol?
5. Qual o valor aproximado do comprimento de onda associado à emissão de radiação na reação de quimiluminescência do luminol?
6. Calcule a variação de energia (por fóton e por mole) quando o estado excitado do intermediário do luminol decai para o estado fundamental?

Leituras Selecionadas

G. Farusi e S. Watt, *Living light: the chemistry of bioluminescence*, *Science in School*, **35**, 30–36, 2016.

E. Welsh, *What is chemiluminescence?*, *Science in School*, **19**, 62–68, 2011.

P.B. O'Hara, C. Engelson e W. St. Peter, *Turning on the Light: Lessons from Luminescence*, *Journal of Chemical Education*, **82**, 49–52, 2005.

E. Ferreira e A. Rossi, *A quimiluminescência como ferramenta analítica: Do mecanismo a aplicações da reação do luminol em métodos cinéticos de análise*, *Química Nova*, **25** (6) 1003–1011, 2002.

F. McCapra, *The chemiluminescence of organic compounds*, *Q. Rev., Chem. Soc.*, **20**, 485–510, 1966.

L. Yue, Y. Liu, *Mechanistic Insight into pH-Dependent Luminol Chemiluminescence in Aqueous Solution*, *The Journal of Physical Chemistry B*, **124** (35), 7682–7693, 2020.

Materiais multimídia


<https://ed.ted.com/lessons/the-brilliance-of-bioluminescence-leslie-kenna>
(Acedido em janeiro de 2021).

Investigação

1. Em reações de luminescência natural que substâncias desempenham a função de catalisador e de oxidante da reação de bioluminescência?
2. Apresente algumas razões para que a bioluminescência seja uma adaptação útil de algumas espécies na natureza. Identifique algumas dessas espécies.
3. Pesquise a utilização de luminol como uma ferramenta de investigação na química forense.

Tabela Periódica dos Elementos Químicos

1		2										3										4																																																																																																																																																																																																																									
Número atómico		Símbolo										nome										massa																																																																																																																																																																																																																									
1	H Hidrogénio 1,00	2	He Hélio 4	3	Li Lítio 6,94	4	Be Berílio 9,01	5	B Boro 10,81	6	C Carbono 12,01	7	N Nitrogénio 14,00	8	O Oxigénio 15,99	9	F Fluór 18,99	10	Ne Neón 20,18	11	Na Sódio 22,99	12	Mg Magnésio 24,30	13	Al Alumínio 26,98	14	Si Silício 28,08	15	P Fósforo 30,97	16	S Enxofre 32,06	17	Cl Cloro 35,45	18	Ar Árgon 39,95	19	K Potássio 39,09	20	Ca Cálcio 40,07	21	Sc Escândio 44,95	22	Ti Titânio 47,86	23	V Vanádio 50,94	24	Cr Cromio 51,99	25	Mn Manganés 54,93	26	Fe Ferro 55,84	27	Co Cobalto 58,93	28	Ni Níquel 58,69	29	Cu Cobre 63,54	30	Zn Zinco 65,38	31	Ga Gálio 69,72	32	Ge Germaníio 72,63	33	As Arsénio 74,92	34	Se Selénio 78,97	35	Br Bromo 79,90	36	Kr Cripton 83,7	37	Rb Rubídio 85,46	38	Sr Estrôncio 87,62	39	Y Írio 88,90	40	Zr Zircónio 91,22	41	Nb Níbio 92,90	42	Mo Molibdénio 95,95	43	Tc Tecnécio	44	Ru Ruténio 101,07	45	Rh Ródio 102,91	46	Pd Paládio 106,42	47	Ag Prata 107,87	48	Cd Cádmio 112,41	49	In Índio 114,82	50	Sn Estanho 118,71	51	Sb Antimónio 121,76	52	Te Telúrio 127,60	53	I Iodo 126,90	54	Xe Xénon 131,29	55	Cs Césio 132,91	56	Ba Bário 137,33	57-71	Lantânídeos	72	Hf Háfnio 178,49	73	Ta Tântalo 180,95	74	W Tungsténio 183,84	75	Re Rénio 186,21	76	Os Ósmio 190,23	77	Ir Iridio 192,22	78	Pt Platina 195,08	79	Au Ouro 196,97	80	Hg Mercúrio 200,59	81	Tl Chumbo 204,38	82	Pb Chumbo 207,2	83	Bi Bismuto 208,98	84	Po Polónio	85	At Ástato	86	Rn Rádón	87	Fr Frâncio	88	Ra Rádio	89-103	Actínídeos	104	Rf Ruterfórdio	105	Db Dóbnio	106	Sg Seabórgio	107	Bh Bóhrio	108	Hs Hássio	109	Mt Meitnério	110	Ds Darmstácio	111	Rg Roentgénio	112	Cn Copernício	113	Nh Nipónio	114	Fl Fleróvio	115	Mc Moscóvio	116	Lv Livermório	117	Ts Tenesso	118	Og Oganésson	57	La Lantânio 138,91	58	Ce Cério 140,12	59	Pr Praseodímio 140,91	60	Nd Neodímio 144,24	61	Pm Promécio	62	Sm Samário 150,36	63	Eu Európio 151,96	64	Gd Gadolínio 157,25	65	Tb Térbio 158,93	66	Dy Disprósio 162,50	67	Ho Hólmio 164,93	68	Er Érbio 167,26	69	Tm Túlio 168,93	70	Yb Ítérbio 173,05	71	Lu Lutécio 174,97	89	Ac Actínio	90	Th Tório 232,04	91	Pa Protactínio 231,04	92	U Urânio 238,03	93	Np Neptúnio	94	Pu Plutónio	95	Am Americio	96	Cm Cúrio	97	Bk Berkélio	98	Cf Califórnia	99	Es Einsteinio	100	Fm Férmio	101	Md Meitnélvio	102	No Nobélio	103	Lr Lawrénzio



A disciplina introdutória de Química Geral é transversal ao 1º ciclo do ensino superior das diversas licenciaturas na área das Ciências Biológicas e Ciências da Saúde.

Este livro não tem outra pretensão que não seja auxiliar professores e alunos através de uma seleção temática de práticas laboratoriais, onde se procuram cruzar conceitos teóricos lecionadas no âmbito da disciplina de Química Geral com algumas aplicações práticas desses conceitos e integrando-as nas áreas do saber das Ciências Biológicas e Ciências da Saúde.

Nos três primeiros capítulos aborda-se um conjunto de boas práticas laboratoriais relacionadas com a implementação de condutas de segurança em laboratório, na utilização de material volumétrico e pequeno equipamento correntemente utilizado neste nível de ensino, bem como análise e tratamento de resultados experimentais.

No quarto capítulo é proposto um conjunto de atividades experimentais tematicamente selecionadas. Cada atividade proposta integra as competências conceptuais e laboratoriais a atingir pelo aluno; o enquadramento teórico da aplicação prática; materiais a utilizar e procedimento experimental e análise de riscos, bem como duração espetável da atividade; orientações para o registo sistematizado e tratamento dos dados experimentais; sugestões de literatura científica adequada a cada tema e também um conjunto de questões destinadas a estimular a reflexão e investigação complementares a cada tema estudado.