

AULAS PRÁTICAS

Fundamentos de Química

Docentes: João Pires Silva, Margarida Sacadura Botte, Maria Estrela
Melo Jorge, Ana Sofia Mestre, Nuno Bandeira, Vukosava Torres

2020/21

Aulas laboratoriais no DQB

Equipamento de proteção individual (EPI)

- Cada aluno deverá ter um kit de materiais de proteção, constituído por máscara comunitária ou de uso social (mínimo nível 3), viseira, bata, óculos de proteção e luvas descartáveis.
- Em caso de necessidade de proteção respiratória por exposição a agentes químicos, a máscara social deve ser substituída por equipamento de proteção individual adequado;
- A utilização de óculos de proteção em simultâneo com a viseira deverá ser avaliada caso a caso consoante o procedimento experimental a ser realizado.

Regras de segurança e higiene nos espaços laboratoriais do DQB (C1 e C8)

No início da aula laboratorial o aluno, já com a máscara colocada, deve:

1. Vestir a bata, colocar a viseira e guardar os seus objetos pessoais (casaco, mala, etc.) nos armários do corredor, antes de entrar no laboratório. Deve ter atenção à lavagem/desinfecção das mãos antes de abrir/fechar o armário.

Para minimizar o contacto entre objetos pessoais no interior do armário, recomenda-se a colocação prévia dos pertences num saco (plástico ou pano) pessoal e reutilizável devidamente identificado.

2. Lavar as mãos com água e sabão, secar com papel, e colocar as luvas descartáveis pessoais, quando recomendado, imediatamente após a entrada no laboratório.

3. Minimizar a entrada no laboratório de material/equipamento de uso pessoal.

Sempre que possível, o aluno deve apenas levar para o laboratório o caderno de laboratório, a caneta/ lápis e, eventualmente, equipamentos como: telemóvel/tablet/computador portátil. Os equipamentos pessoais deverão ser higienizados pelo aluno no início da sessão laboratorial, com solução alcoólica e não devem ser partilhados.

4. Desinfetar as superfícies manipuladas dos equipamentos laboratoriais com papel embebido em solução alcoólica adequada.

5. Respeitar o espaço que lhe for atribuído para a realização do trabalho laboratorial, mantendo o distanciamento físico de 2 metros entre pessoas/postos de trabalho tanto quanto possível e minimizando a circulação na sala. Respeitar as orientações de circulação sinalizadas ou indicadas pelo docente na sala.

6. Manter o espaço ventilado.

No final da aula laboratorial, o aluno deve:

1. Lavar todo o material de vidro sujo com água e detergente (caso seja necessário) e seguir as recomendações do docente sobre o local da colocação deste material (bancada ou tabuleiro para posterior lavagem em máquina).

2. Higienizar a superfície da bancada e do equipamento laboratorial manipulado usando papel humedecido na solução desinfetante disponível para o efeito.

3. Retirar as luvas e descartá-las em recipiente próprio; lavar as mãos com água e sabão antes de sair do laboratório.

4. Retirar a viseira.

5. Trocar de máscara, preferencialmente no exterior do edifício.

As máscaras usadas devem:

i) ser guardadas em saco individual, se forem de múltiplas utilizações, ou

ii) ser depositadas nos recipientes adequados à saída do edifício, se forem descartáveis.

Sala de apoio a laboratórios (sala de aparelhos)

Devem ser respeitadas as indicações do docente sobre o procedimento de ocupação/circulação nestas salas bem como sobre a higienização das suas bancadas e equipamentos a utilizar.

Fundamentos de Química
Horários das aulas PL
2020-2021

Horas	Segunda	Terça	Quarta	Quinta	Sexta
08:00 - 08:30				[1LQ02]	
08:30 - 09:00				[1 5 30]	
09:00 - 09:30					
09:30 - 10:00		[1LQT01]		PL17	
10:00 - 10:30		[1 5 30]		AM	
10:30 - 11:00					
11:00 - 11:30		PL18			
11:30 - 12:00		JPS			
12:00 - 12:30					
12:30 - 13:00				[1LQ01]	
13:00 - 13:30				[1 5 30]	
13:30 - 14:00	[1LBIOQ01]	[1LQT02]	[1LBIOQ02]		[1LBIOQ03]
14:00 - 14:30	[1 5 30]	[1 5 30]	[1 5 30]	PL16	[1 5 30]
14:30 - 15:00				EMJ	
15:00 - 15:30	PL11	PL12	PL19		PL13
15:30 - 16:00	MSB	JPS	MSB	[1LBIOQ05]	NB
16:00 - 16:30				[1 5 30]	
16:30 - 17:00			[1LBIOQ04]		
17:00 - 17:30			[1 5 30]	PL15	
17:30 - 18:00				EMJ	
18:00 - 18:30			PL14		
18:30 - 19:00			VT		
19:00 - 19:30					

Docentes:

EMJ - Estrela Melo Jorge; JPS - João Pires da Silva; MSB - Margarida Sacadura Botte
AM – Ana Mestre; NB – Nuno Bandeira; VT – Vukosawa Torres

OUTUBRO		NOVEMBRO		DEZEMBRO		JANEIRO	
		1	FERIADO	1	FERIADO	1	FERIADO
		2	Preparação e padronização de soluções	2	Análise global dos resultados	2	
		3		3		3	
		4		4		4	Análise de resultados dos trabalhos laboratoriais
		5		5	5		
6		6			6		6
7	Não há aulas	7		7	Reações e	7	Teste escrito da avaliação prática
8		8		8	FERIADO	8	
9			9	Preparação e padronização de soluções	9	propriedades de alguns metais alcalinos e alcalino-terrosos	9
10		10	10		10		
11		11	11		11		
12	Apresentação ONLINE	12		12		12	
13		13		13			
14		14		14	Reações e propriedades de alguns metais alcalinos e alcalino-terrosos		
15		15		15			
16		16		16			
17		17	Introdução à oxidação redução	17			
18		18		18			
19		19		19			
20	Cromatografia de adsorção	20		20			
21		21		21	Férias de Natal	Pausa letiva	
22		22		22			
23	23		23				
24	24		24				
25	25	Introdução à oxidação redução	25				
26	26		26				
27	27	27					
28	Cromatografia de adsorção	28		28			
29		29		29			
30		30	Análise global dos resultados	30			
31				31			

Os alunos devem levar para todas as aulas:

- Bata, máscara, viseira, óculos
- Caderno de laboratório
- Protocolos dos trabalhos

NOTA: O relatório obrigatório para todos os trabalhos deverá ser entregue na aula de laboratório seguinte (por grupo).

Indicações gerais para a preparação de um relatório

Uma vez realizado um trabalho experimental é normalmente necessário preparar um relatório onde os resultados obtidos são apresentados e devidamente discutidos. Comunicar os resultados de um trabalho de investigação é uma das componentes essenciais do processo científico.

Um relatório científico deve ser conciso e não deve conter incorreções ortográficas; deve também comunicar de forma clara e organizada a informação que pretende reportar.

Regra geral um relatório deve apresentar:

- Capa
- Índice
- Resumo
- Introdução teórica
- Parte experimental
- Resultados e discussão
- Conclusão(ões)
- Bibliografia
- Anexos (opcional)

Informações gerais

O corpo do texto do relatório deve ser escrito com letra *Times New Roman* tamanho 12 (ou equivalente) e espaçamento 1,5. Deve usar-se a 3ª pessoa do singular do pretérito perfeito indefinido (ex. realizou-se o procedimento descrito, mediram-se 20 mL...).

As páginas do relatório devem ser numeradas assim como todas as figuras e tabelas. Em relação à numeração das páginas todas devem ser contabilizadas, mas na página de capa o número da página deve ser omitido. As figuras e tabelas apresentadas ao longo do documento têm de ser sempre numeradas (ex. Figura 1 ou Tabela 1) seguidas de uma legenda explicativa, e têm de ser referidas no corpo do texto (ex. ... os dados apresentados na Tabela 2 permitem...). No caso de figuras a legenda deve ser colocada abaixo da imagem e no caso de tabelas a legenda deve anteceder as mesmas.

No que se refere às diferentes componentes do relatório, enquanto o “Índice” e “Resumo” não devem ser numerados os restantes tópicos poderão sê-lo (ex. 1. Introdução). No caso de haver necessidade de criar subtópicos a numeração deve começar pelo número do tópico seguido da ordem do subtópico (ex. 2. Parte experimental; 2.1 Equipamento; 2.2 Material e reagentes; 2.3 Procedimento experimental).

De seguida apresenta-se um pequeno guia para a preparação de um relatório, descrevendo resumidamente o que deve constar em cada uma das secções acima mencionadas.

1. Capa

Informação que deve constar na capa e exemplo de organização gráfica

- Omitir o número da página
- O logotipo da ULisboa é opcional pois o logotipo de Ciências faz referência à ULisboa

2. Índice

O índice deve ser inserido no início do trabalho, podendo também ser apresentado após o resumo.



UNIVERSIDADE
DE LISBOA



Ciências
ULisboa

Título do trabalho

Disciplina

Departamento de Química e Bioquímica
Faculdade de Ciências
Universidade de Lisboa

Nome e n.º dos alunos
N.º da turma e n.º do grupo

20XX/20XX

3. Resumo

Ideia geral do trabalho realizado: o que se fez, como se fez e que conclusões e/ou valores principais se obtiveram. O resumo deve ser conciso, consistindo num único parágrafo com frases claras e objetivas.

4. Introdução teórica

Introdução à metodologia utilizada e introdução a aspetos relevantes para a compreensão e análise dos resultados obtidos. A bibliografia consultada deve ser explicitamente citada ao longo do texto. A introdução pode beneficiar da utilização de figuras e/ou tabelas caso contenham informação relevante que ajude a suportar o texto. A introdução pode terminar com um parágrafo descrevendo o(s) objetivo(s) do trabalho.

5. Parte experimental

O procedimento experimental pode ser dividido em 3 pontos a abordar separadamente: equipamento, material e reagentes, procedimento experimental.

No caso do equipamento devem ser mencionadas a marca e o modelo, enquanto nos reagentes se deve referir a marca e grau de pureza. Caso seja solicitado podem ainda incluir-se dados de segurança no manuseamento de reagentes e solventes; não é, contudo, necessário colocar as fichas de dados de segurança (do inglês MSDS para *Material Safety Data Sheet*).

6. Resultados e discussão

Apresentação dos resultados obtidos em tabela ou gráficos, assim como os cálculos que forem realizados com base nos dados recolhidos. Os dados devem ser analisados e discutidos, sempre que possível comparando com as propriedades dos compostos envolvidos. Esta análise não deve ser demasiado genérica, deve ser uma crítica específica e dirigida aos resultados conseguidos e aos resultados esperados com base nos conceitos científicos que fundamentam o trabalho realizado, devendo ser comparados com dados bibliográficos sempre que possível.

7. Conclusão(ões)

Um ou dois parágrafos onde são resumidas as conclusões gerais do trabalho e onde se pode mencionar se os objetivos foram ou não alcançados.

8. Bibliografia

Listagem dos livros, artigos científicos e *websites* citados ao longo do relatório. Caso seja relevante também pode ser referida bibliografia geral não citada no texto e, neste caso, deve criar-se um subtópico. A lista segue normalmente a ordem de citação no texto. As referências devem ser citadas de modo uniforme, e no caso de se listar um *website* deve incluir-se uma frase genérica sobre o conteúdo apresentado e indicar-se entre parêntesis a data em que foi consultado (ver exemplos no caderno de trabalhos práticos).

Chama-se a atenção que a consulta de informação científica *online* requer cuidados e espírito crítico no sentido de procurar fontes fidedignas.

Exemplo para livros

J. A. Martinho Simões, M. A. R. Botas Castanho, I. M. S. Lampreia, F. J. V. Santos, Carlos A. Nieto de Castro, M. F. Norberto, M. T. Pamplona, L. Mira, M. M. Meireles. *Guia do Laboratório de Química e Bioquímica*, Lidel Lda, Lisboa, 2000

Exemplo para artigo científico

R. Grandrath, C. Bohrmann-Linde. *Teaching Sustainability in the Chemistry Classroom: Exploring Fuel Cells in Simple Hands-on Experiments with Hydrogen, Sugar and Alcohol*, World Journal of Chemical Education **2019**, 7, 172-178 (doi: 10.12691/wjce-7-2-17)

Exemplo para website na internet

Introdução às células eletroquímicas (2ª parte)

<https://www.youtube.com/watch?v=1xKeFiyOemA>, BC Learning Network (consultado em 9 de julho de 2020)

9. Anexos (Opcional)

Esta secção é opcional e poderá existir caso se pretenda apresentar informação considerada relevante para o relatório, mas cuja introdução no corpo do texto não seja essencial para a sua compreensão.

Bibliografia consultada para a elaboração do presente guia

J. A. Martinho Simões, M. A. R. Botas Castanho, I. M. S. Lampreia, F. J. V. Santos, Carlos A. Nieto de Castro, M. F. Norberto, M. T. Pamplona, L. Mira, M. M. Meireles. *Guia do Laboratório de Química e Bioquímica*, Lidel Lda, Lisboa, 2000

M. Azevedo. *Teses, relatórios e trabalhos escolares*, Universidade Católica Portuguesa, 6ª Ed., Lisboa, 2008

1º Trabalho

Cromatografia de adsorção

Objetivo

Separação de uma mistura de corantes (alaranjado de metilo e azul de metileno) por cromatografia de adsorção em coluna e em camada fina.

Introdução

As técnicas cromatográficas destinam-se a separar componentes de misturas e todas se baseiam na diferente distribuição (diferencial) dos vários componentes de uma mistura entre duas fases – a fase móvel e a fase estacionária. A fase móvel pode ser um líquido ou um gás e a fase estacionária pode ser sólida ou líquida. As diversas combinações entre estas duas fases originam os diferentes tipos de técnicas cromatográficas.

Na separação da mistura de corantes vão realizar-se dois tipos de cromatografia de adsorção: a cromatografia em coluna e a cromatografia em camada fina. Em ambos os casos a fase estacionária é um sólido poroso capaz de adsorver solventes e solutos. Os materiais utilizados são a sílica gel (SiO_2) e a alumina (Al_2O_3). As fases móveis são o etanol e água com umas gotas de amónia.

Na cromatografia em coluna, a fase móvel (eluente) é obrigada a percorrer uma coluna cheia com a fase estacionária. Coloca-se no topo da coluna uma solução concentrada, com os componentes a separar, de modo a formar uma banda pouco espessa. Adiciona-se então o eluente que arrasta os componentes através da coluna, com velocidades diferentes consoante a afinidade relativa dos componentes da mistura para o adsorvente (fase estacionária) e a sua solubilidade no eluente. Neste caso utilizou-se o etanol na eluição do azul de metileno seguido de água com umas gotas de amónia para a eluição do alaranjado de metilo.

Na cromatografia em camada fina a fase estacionária é suportada, como um filme, numa superfície plana (placa de vidro ou metal). A mistura a analisar é então colocada na placa e esta introduzida dentro de uma câmara de eluição que contém o eluente adequado, neste caso o etanol. A difusão do solvente na placa arrasta os componentes com velocidades diferentes.

Estudo prévio (a incluir no caderno do laboratório):

Compare as características da alumina e da sílica.

Material e reagentes

- 1 câmara cromatográfica, capilares, coluna com placa porosa, pipetas de Pasteur, 1 pipeta graduada de 1 mL, tubos de ensaio e respetivo suporte, 2 copos de 100 mL, funil, 1 placa cromatográfica de sílica para cromatografia em camada fina (CCF).
- Alumina, etanol, soluções de azul de metileno e alaranjado de metilo e respetiva mistura, amónia concentrada, água destilada.

Procedimento

Parte A. Cromatografia em coluna.

1. Verta a papa de alumina em etanol (previamente preparada) para uma coluna de vidro com placa porosa, em posição vertical, com a ajuda de um funil. Enquanto verte, tem de ir mexendo

com a vareta, caso contrário a alumina deposita-se no fundo do copo e apenas transfere essencialmente o etanol. Deposite a mistura na coluna deixando simultaneamente o etanol fluir através dela. Se for necessário, adicione mais etanol no topo da coluna. Nunca deixe secar. O enchimento da coluna deve ser o mais homogêneo possível, sem apresentar bolhas de ar. A altura final deve ser de aproximadamente 5 cm.

- Quando o etanol estiver praticamente todo introduzido na coluna verta cuidadosamente a solução mistura (0,5 mL). Atenção!! Tenha cuidado para não perturbar a superfície da fase estacionária.
- Quando a mistura dos corantes estiver praticamente toda dentro da coluna (mas antes de secar), deite um pouco de etanol através da coluna, tendo o cuidado de não deixar secar (revelação do cromatograma). Eluirá desta forma o azul de metileno. Recolha o eluente que contém este corante numa série de tubos e em volumes aproximadamente iguais (~ 2 mL) até a solução sair incolor.
- Elua em seguida o alaranjado de metilo com água destilada, à qual se adicionaram umas gotas de amónia concentrada (1 a 2 gotas por 100 mL de água). Adicione o novo eluente quando praticamente já não existir etanol no topo da coluna.

Parte B. Cromatografia em camada fina.

- Numa placa cromatográfica de 3×7 cm, trace a lápis uma linha paralela a um dos topos e a uma distância deste de cerca de 0,5 cm, tendo o cuidado de não danificar a sílica.
- Com a ajuda de um capilar coloque cuidadosamente uma pequena gota da solução mistura na parte central da linha traçada e, de cada um dos lados, uma gota de cada uma das soluções de alaranjado de metilo e de azul de metileno (as gotas deverão ficar bem separadas).
- Deixe as gotas secar.
- Introduza a placa na câmara cromatográfica que contém o eluente (etanol). Atenção!! Os pontos de aplicação das amostras não devem ficar mergulhados no eluente. Tape a câmara.
- Quando o eluente subir até cerca de 1 cm do topo da placa, retire a placa da câmara e seque-a.

Tratamento de resultados

Parte A. Cromatografia em coluna

- Análise visualmente a sucessão da eluição e construa uma tabela do tipo indicado a seguir para cada uma das eluições:

Número da amostra	Cor	Produto
...		

- Uma vez que todos os tubos de ensaio têm volumes eluídos aproximadamente iguais, esboce um cromatograma para a cromatografia em coluna.

Parte B. Cromatografia em camada fina

- Determine os valores do fator de retardação (R_F) tendo em conta que:

$$R_F = \frac{\text{Distância percorrida pela mancha}}{\text{Distância percorrida pelo eluente}}$$

(Para medir a distância percorrida pela mancha, mede-se a distância entre a linha de partida e a frente da mancha, uma vez que muitas vezes é impossível localizar o centro da mancha ou o ponto de maior concentração). Registe os valores na seguinte tabela:

	Distância percorrida/ cm	R _F
Azul de metileno		
Alaranjado de metilo		
1ª mancha na mistura		
2ª mancha na mistura		

2. Comente a eficiência da separação.
3. Porque é importante utilizar um lápis para marcar a linha de base na placa cromatográfica e não se deve utilizar uma caneta?
4. Porque é que a câmara cromatográfica em que se realiza a cromatografia em camada fina deve estar bem tapada?

Partes A e B. Cromatografia de adsorção em coluna e em camada fina

1. Compare o processo cromatográfico utilizado na separação do azul de metileno e do alaranjado de metilo para ambas as técnicas utilizadas.
2. Refira os cuidados a ter na realização dos dois tipos de cromatografia.

Bibliografia

- D. C. Eaton, *Laboratory Investigations in Organic Chemistry*, McGraw-Hill, Inc., N.Y., **1989**
- Organikum - Química Orgânica Experimental, tradução de A. P. Rauter, B. J. Herold. , 2ª edição, Fundação Calouste Gulbenkian, Lisboa, **1997**
- Cromatografia em camada fina: <https://www.youtube.com/watch?v=CmHFVxTxkGs> CanalDivulgación (consultado em 29 de julho de 2020)
- Cromatografia em camada fina: <https://www.youtube.com/watch?v=UmWMIKJAdSk> Royal Society of Chemistry (consultado em 29 de julho de 2020)
- http://www3.uma.pt/quimica_organica/conteudos/cromatografia.html UMa (consultado em 1 de setembro de 2020)

Bibliografia Extra

- D. R. Davies, T. M. Johnson. Isolation of Three Components from Spearmint Oil: An Exercise in Column and Thin-Layer Chromatography. *Journal of Chemical Education* 84 (**2007**) 318-320

2º Trabalho

Preparação e padronização de soluções

Objetivo

Preparar soluções aquosas a partir de sólidos e de líquidos. Determinar a concentração exata das soluções anteriormente preparadas utilizando soluções padrão. Técnica de análise volumétrica ácido-base.

Introdução

Análise volumétrica ou *volumetria* é a designação dada aos métodos da química analítica quantitativa ou métodos de doseamento nos quais a quantidade de substância que se pretende determinar é calculada a partir da medição de um volume. Em geral, uma solução de concentração rigorosamente conhecida (solução padrão) é adicionada a uma solução amostra a analisar até que esta seja totalmente consumida através de uma reação química, isto é, até que se atinja o ponto de equivalência. O processo é conhecido como padronização ou titulação e o ponto de equivalência corresponde à situação em que reagiram quantidades equivalentes do padrão e da amostra.

As titulações baseiam-se em qualquer tipo de reação química, mas esta terá de satisfazer determinados requisitos, sendo os mais importantes o ser completa (constante de equilíbrio elevada), rápida e estequiometricamente bem definida.

O rigor de uma titulação depende significativamente do rigor com que a concentração da solução padrão é determinada. Idealmente, uma solução padrão é preparada por dissolução de uma massa rigorosamente determinada, de uma substância de elevada pureza, estável, não higroscópica e de massa molar elevada, facilmente acessível e não muito dispendiosa, que é designada por padrão primário. No entanto, o número de padrões primários é limitado, recorrendo-se, muitas vezes, aos chamados padrões secundários. A concentração da solução de um padrão secundário é determinada por titulação com uma solução de um padrão primário. A titulação de uma solução de concentração desconhecida com uma solução padrão designa-se padronização. Em geral, as soluções de padrões secundários não oferecem a garantia de estabilidade das soluções dos padrões primários devendo ser, por isso, periodicamente padronizadas.

O ponto de equivalência de uma titulação é detetado por métodos instrumentais seguidos de tratamento de resultados, enquanto o “ponto final”, no qual o indicador muda de cor, é detetado por métodos visuais, baseando-se estes na utilização de indicadores. Os indicadores são substâncias que podem apresentar-se em duas formas com cores distintas, dependentes da alteração das condições de pH do meio ocorridas durante a titulação. Os indicadores são escolhidos de modo a que a viragem de cor se dê o mais próximo possível do ponto de equivalência. Quanto mais afastado este estiver do “ponto de equivalência”, maior será o erro associado à titulação.

Na preparação de soluções a partir de sólidos devem ter-se em consideração os seguintes passos:

- Pesagem do sólido em copo de reação;
- Dissolução em pequena quantidade de solvente, no mesmo recipiente;
- Transferência da solução para balão volumétrico e adição de mais solvente, tendo-se o cuidado de lavar por várias vezes o copo com pequenas porções de solvente;
- Homogeneização da solução;
- Aferição pelo traço de referência do balão volumétrico.

Para a diluição a partir de soluções já existentes, mede-se o volume necessário de solução inicial (mãe) para um balão volumétrico, adiciona-se solvente, terminando-se com a sua homogeneização e aferição.

Nota 1: O hidróxido de sódio é extremamente higroscópico e, além disso, reage facilmente com o dióxido de carbono. A duração da pesagem é, pois, muito importante.

Nota 2: Para a diluição de ácidos fortes deve trabalhar-se na *hotte* e idealmente colocar o balão onde a solução será preparada em banho de gelo. Inicialmente coloca-se uma certa quantidade de água no balão volumétrico, e só depois se vai adicionando muito lentamente o ácido (funcionamento da *pompete* esquematizado na Figura 1). A aferição final do balão volumétrico deve ser feita com a solução à temperatura ambiente.

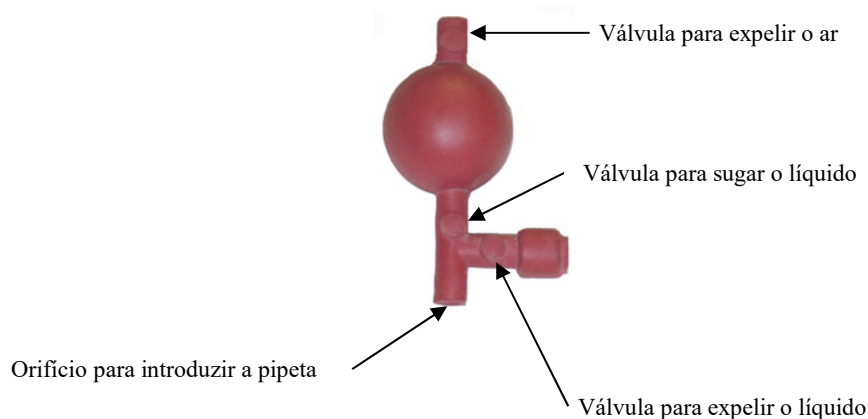


Fig.1 - Esquema de funcionamento de uma pompete

Material e reagentes

- 4 copos de 25 ou 50 mL, 2 balões volumétricos de 25 mL, 2 balões volumétricos de 50 mL, 2 balões volumétricos de 100 mL, 1 pipeta graduada de 10 mL, 2 pipetas graduadas de 5 mL, 2 pipetas volumétricas de 10 mL, 5 erlenmeyers de 100 mL, 1 tina ou taça de alumínio (para colocar o gelo), 1 *pompete*, 2 varetas, 2 funis pequenos, 3 pipetas de Pasteur, 1 espátula metálica de calha, 1 montagem para titulação com bureta de 25 mL por bancada.
- Hidróxido de sódio sólido (NaOH), ácido sulfúrico comercial (H₂SO₄), hidrogenoftalato de potássio sólido (C₈H₅KO₄), solução de fenolftaleína e de azul de bromotimol.

Cálculos prévios (a incluir no caderno do laboratório):

Calcule os valores correspondentes à quantidade de cada reagente (ver tabela I).

Procedimento

A - Preparar soluções aquosas a partir de sólidos (Aluno 1)

Prepare 100 mL de uma solução 0,1 mol L⁻¹ de hidróxido de sódio (solução 1) e registre a massa exata no caderno.

B - Preparar soluções aquosas de ácidos (Aluno 2)

- Prepare 25 mL de ácido sulfúrico aproximadamente $1,5 \text{ mol L}^{-1}$ a partir do ácido comercial ($d = 1,84$; 95-97% m/m).
- Prepare 50 mL de ácido sulfúrico aproximadamente $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ a partir da solução anterior (solução 2).

C - Volumetria ácido-base

- Padronize a solução de NaOH $\sim 0,1 \text{ mol L}^{-1}$ que preparou, com hidrogenoftalato de potássio (padrão primário), previamente seco na estufa e arrefecido à temperatura ambiente, num exsiccador. Para realizar esta operação em duplicado utilize 2 erlenmeyers: em cada um pese cerca de 0,2 g de hidrogenoftalato de potássio (registre a massa exata no caderno) e adicione o mínimo de água destilada que permita dissolver todo o sólido. Utilize 2 ou 3 gotas de uma solução alcoólica de fenolftaleína como indicador. Titule a solução de hidrogenoftalato de potássio com a solução 1 (NaOH $\sim 0,1 \text{ mol L}^{-1}$). Repita este procedimento para o 2º erlenmeyer (Aluno 2).
- Titule 10 mL da solução 2 ($\text{H}_2\text{SO}_4 \sim 0,1 \text{ mol L}^{-1}$) com a solução 1 (NaOH $\sim 0,1 \text{ mol L}^{-1}$), usando o azul de bromotimol como indicador. Repita este procedimento 1 vez (Aluno 1).

Registo e tratamento de resultados

- Preencha as tabelas seguintes e responda à questão, apresentando os cálculos.

Tabela I - Preparação de soluções

Solução aquosa	Quantidade de reagente calculada (massa ou volume)	Quantidade de reagente medida (massa ou volume)
Hidróxido de sódio $0,1 \text{ mol L}^{-1}$		
Ácido sulfúrico $1,5 \text{ mol L}^{-1}$		
Ácido sulfúrico $0,1 \text{ mol L}^{-1}$		

- Tendo em conta a quantidade de NaOH sólido pesado qual a concentração esperada para a solução de NaOH?

Tabela II – Padronização da solução de hidróxido de sódio

Massa de hidrogenoftalato de potássio/g	Cores das soluções tituladas antes/após	Volume de NaOH /mL	Concentração da solução padronizada /mol L ⁻¹	Valor médio da concentração da solução padronizada /mol L ⁻¹
	/			
	/			

Tabela III – Titulação da solução de ácido sulfúrico

Solução titulante	Cores das soluções tituladas antes/após	Volume de titulante /mL	Volume médio de titulante /mL	Concentração da solução padronizada /mol L ⁻¹
Hidróxido de sódio	/			
	/			

2. Comente os valores encontrados para as concentrações das soluções preparadas.
3. Porque é que o hidróxido de sódio não pode ser classificado de padrão primário?

Bibliografia

- P. Atkins, L. Jones, *Chemical Principles*, 5ª edição, Freeman, New York, **2010**
- D. C. Harris, *Exploring Chemical Analysis*, 3ª edição, Freeman, New York, **2004**
- R. Chang, *Química*, 8ª edição, McGraw-Hill, Lisboa, **2005**
- Titulação ácido-base: <https://www.onlinemathlearning.com/acid-base-titration-lab.html> *Online Math Learning* (consultado em 28 de julho de 2020)

Bibliografia Extra

- R. B. Dabke, Z. Gebeyehu. Using Mole Ratios of Electrolytic Products of Water for Analysis of Household Vinegar: An Experiment for the Undergraduate Physical Chemistry Laboratory. *Journal of Chemical Education* 89 (2012) 1198-1200

3º Trabalho

Introdução à oxidação-redução

Objetivo

Ordenar, de acordo com o seu poder redutor, alguns metais e íons halogeneto. Prever, para cada caso, quais as reações esperadas sob condições-padrão.

Introdução

Reações de oxidação-redução (ou redox) são reações em que há transferência de elétrons. A perda de elétrons que ocorre na oxidação está associada a um aumento do número de oxidação de um elemento na reação. Na redução, há um ganho de elétrons ao qual está associada uma diminuição do número de oxidação de um elemento na reação. A oxidação e a redução ocorrem simultaneamente, não se podendo ter uma sem a outra; cada elétron perdido por uma espécie é captado pela outra.

Para a realização deste trabalho experimental deverão ser revistos os conceitos relativos a: reação de redução, reação de oxidação, potencial normal de redução (ou potencial padrão de redução) e equação de Nernst.

Material e reagentes

- 9 copos, 12 tubos de ensaio e respectivo suporte, pipetas de Pasteur, 9 pipetas graduadas de 1 mL.
- Nitrato de zinco (II), nitrato de cobre (II) e nitrato de chumbo (II) ($0,1 \text{ mol L}^{-1}$), placas de zinco, cobre e chumbo, água de cloro, água de bromo e água de iodo; cloreto de sódio, brometo de sódio e iodeto de sódio ($0,1 \text{ mol L}^{-1}$), ciclo-hexano.

Estudo prévio (a incluir no caderno do laboratório):

- Apresente os valores dos potenciais normais de redução das espécies envolvidas neste trabalho.
- Com base na equação de Nernst, e considerando os valores dos potenciais padrão de redução existentes na literatura, calcule o valor da diferença de potencial que espera medir para a pilha construída na parte B.

Procedimento

Parte A

1. Utilizando um pedaço de lixa, limpe cuidadosamente 3 pedaços de zinco, 3 placas de cobre e 3 placas de chumbo.
2. Utilizando 9 copos (colocados ao centro da bancada) introduza um pedaço de cada metal em soluções que contenham íons zinco, íons cobre e íons chumbo, com a concentração $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ (use cerca de 20 a 25 mL de solução). Registre as observações numa tabela do seguinte tipo:

Tabela I: Ocorrência ou não de reação

	Placa de cobre	Placa de chumbo	Placa de zinco
iões Cu^{2+} (aq)			
iões Zn^{2+} (aq)			
iões Pb^{2+} (aq)			

Guarde os copos com a solução de iões Pb^{2+} / Placa de Chumbo e também de iões Cu^{2+} / Placa de Cobre para a Parte B.

Parte B

Construa a pilha Pb/Pb^{2+} ($0,1 \text{ mol L}^{-1}$); Cu^{2+} ($0,1 \text{ mol L}^{-1}$) / Cu , estabelecendo a ligação entre as soluções com a ponte salina previamente preparada.

Meça a diferença de potencial entre os dois metais. Anote o resultado.

Parte C

- Em 3 tubos de ensaio coloque, aproximadamente, 1 mL de água de cloro, 1 mL de água de bromo e 1 mL de água de iodo. Adicione a cada um deles, aproximadamente, 1 mL de ciclohexano. Tape os tubos e agite. Registre a cor observada em ambas as fases numa tabela do seguinte tipo:

Tabela II: Cores das fases aquosa e orgânica

	Água cloro+ C_6H_{12}	Água bromo+ C_6H_{12}	Água iodo+ C_6H_{12}
Cor da fase aquosa			
Cor da fase orgânica			

- Registre na tabela todas as observações de acordo com o procedimento que a seguir é indicado.

Tabela III: Cor da fase orgânica e ocorrência ou não de reação

	Água cloro+ C_6H_{12}	Água bromo+ C_6H_{12}	Água iodo+ C_6H_{12}
Iões Cl^- (aq)	não há reação	(3)	(5)
Iões Br^- (aq)	(1)	não há reação	(6)
Iões I^- (aq)	(2)	(4)	não há reação

Nota: grupos de 2, um aluno faz misturas (1), (2) e (3) e o outro aluno faz as misturas (4), (5) e (6).

Em seis tubos de ensaio coloque aproximadamente:

- (1) 1 mL de água de cloro, 1 mL de ciclo-hexano e 1 mL de solução de brometo de sódio.
- (2) 1 mL de água de cloro, 1 mL de ciclo-hexano e 1 mL de solução de iodeto de sódio.
- (3) 1 mL de água de bromo, 1 mL de ciclo-hexano e 1 mL de solução de cloreto de sódio.
- (4) 1 mL de água de bromo, 1 mL de ciclo-hexano e 1 mL de solução de iodeto de sódio.
- (5) 1 mL de água de iodo, 1 mL de ciclo-hexano e 1 mL de solução de cloreto de sódio.
- (6) 1 mL de água de iodo, 1 mL de ciclo-hexano e 1 mL de solução de brometo de sódio.

**Nota importante: Tape os tubos com uma rolha e agite.
Registe a cor final observada em ambas as fases.**

Tratamento de resultados

1. Interprete as observações e escreva as equações que traduzem as reações de oxidação-redução envolvidas.
2. Ordene as semi-reações de redução, na Parte A por um lado e na Parte C por outro, por ordem crescente dos seus potenciais, e diga qual é o oxidante mais forte e qual o mais fraco.
3. Sabendo que o ião $\text{Ag}^+(\text{aq})$ é um oxidante mais forte que o $\text{I}_2(\text{s})$, mas mais fraco que o $\text{Br}_2(\text{l})$, preveja a posição daquele ião na série de potenciais de redução.
4. Atendendo aos resultados que observou diga, justificando, se será conveniente guardar uma solução de sulfato de cobre num recipiente de zinco.
5. Explique o funcionamento da ponte salina.

Bibliografia

- P. W. Atkins, *The Elements of Physical Chemistry*, 3ª edição, Oxford University Press, Oxford, **2000**
- L. G. Hargis, *Analytical Chemistry – Principles and Techniques*, Prentice-Hall, London, **1988**
- F. M. S. Fernandes, M. E. Carvalho, M. H. M. Mendonça, *Equilíbrio Químico e Reações de Oxi-Redução*, Livraria Escolar Editora, Lisboa, **1982**
- Equação de Nernst:
[https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Analytical_Chemistry/Supplemental_Modules_\(Analytical_Chemistry\)/Electrochemistry/Nernst_Equation](https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Analytical_Chemistry/Supplemental_Modules_(Analytical_Chemistry)/Electrochemistry/Nernst_Equation) *Chemistry LibreTexts* (consultado em 9 de julho de 2020)
- Introdução às células eletroquímicas, Parte 1:
<https://www.youtube.com/watch?v=V5TqMuHaDuY> *BC Learning Network* (consultado em 9 de julho de 2020)
- Introdução às células eletroquímicas, Parte 2:
<https://www.youtube.com/watch?v=1xKeFiyOemA> *BC Learning Network* (consultado em 9 de julho de 2020)

Bibliografia Extra

- R. Grandrath, C. Bohrmann-Linde. Teaching Sustainability in the Chemistry Classroom: Exploring Fuel Cells in Simple Hands-on Experiments with Hydrogen, Sugar and Alcohol. *World Journal of Chemical Education* 7 (2019) 172-178

4º Trabalho

Reações e propriedades de alguns metais alcalinos e alcalino-terrosos

Objetivo

Estudo de algumas reações e propriedades dos metais alcalinos e alcalino-terrosos.

Introdução

No contexto das propriedades periódicas dos elementos é importante correlacionar os valores de algumas propriedades determinantes da química dos elementos, por exemplo, raio atômico, energia de ionização, eletroafinidade, eletronegatividade, com a configuração eletrônica.

Os elementos químicos encontram-se colocados na Tabela Periódica de acordo com a sua configuração eletrônica. Por isso, não é de estranhar que várias propriedades que condicionam o comportamento químico desses elementos, e que resultam da sua configuração eletrônica, tenham variações mais ou menos regulares que acompanham a posição dos elementos químicos na Tabela Periódica que, por isso, se chamam propriedades periódicas.

Os metais alcalinos que vão ser estudados são o lítio, o sódio e o potássio, com configurações eletrônicas $1s^2 2s^1$, $[\text{Ne}] 3s^1$, $[\text{Ar}] 4s^1$. Estes metais têm uma primeira energia de ionização relativamente baixa, perdendo com relativa facilidade o elétron da última camada e adquirindo a configuração eletrônica do gás raro anterior. Estes elementos têm por isso tendência a formar compostos iônicos no estado sólido.

Os átomos dos elementos alcalino-terrosos têm dois elétrons de valência (ns^2), obtendo-se a configuração eletrônica do gás raro quando eles são removidos, formando-se os íons M^{2+} . A primeira energia de ionização é mais elevada do que a dos metais alcalinos K, Rb e Cs. Com efeito, é mais difícil remover o primeiro elétron do Ca, Sr, Ba, etc, em consequência da maior carga nuclear efetiva dos átomos dos metais alcalino-terrosos.

Material e reagentes

- Copos de 100 mL, 50 mL e de 25 mL, pipetas de 1 mL, tubos de ensaio com suporte, pipetas de Pasteur, papel indicador universal, bureta de 25 mL, erlenmeyer de 150 mL, funil, vidros de relógio.
- Lítio, sódio, potássio, magnésio, cálcio, ácido clorídrico $0,1 \text{ mol L}^{-1}$, soluções de sulfato de berílio, de cloreto de cálcio e de cloreto de magnésio 1 mol L^{-1} , hidróxido de sódio 4 mol L^{-1} , fenolftaleína.

Estudo prévio (a incluir no caderno do laboratório):

Escreva a configuração eletrônica dos elementos alcalinos e alcalino-terrosos e deduza qual o estado de oxidação mais comum desses elementos.

Procedimento

1. Estudo dos metais alcalinos

1.1 Ação redutora: registre o que observa de acordo com o procedimento numa tabela do tipo:

	Tipo de reação	pH	Produto formado
Li			
Na			
K			

- Na *hotte*, coloque uma pequena porção de lítio (depois de seco com papel de filtro) num copo de reação, contendo 100 mL de água destilada, e tape-o com um vidro de relógio. Após reação total do metal, teste o pH da solução com papel indicador.
- Repita este ensaio para o sódio e o potássio. Guarde a solução resultante do ensaio com o sódio para o passo seguinte.

1.2 Determinação quantitativa do sódio

Depois de terminada a reação do sódio com água, titule toda a solução obtida com solução de ácido clorídrico 0,1 mol L⁻¹, usando como indicador algumas gotas de fenolftaleína. Registre o volume de ácido gasto.

2. Estudo dos metais alcalino-terrosos

2.1 Ação redutora: registre as observações feitas durante o procedimento numa tabela do tipo:

	Tipo de reação com H ₂ O / produto formado	pH	Tipo de reação com HCl / produto formado	pH
Mg				
Ca				

- Introduza um bocado de fita de magnésio num tubo de ensaio com água destilada suficiente para cobrir a fita. Registre os resultados.
- Corte uma pequena porção de cálcio (depois de seco com papel de filtro) e introduza-o em 50 mL de água destilada. Tape o copo de reação com um vidro de relógio. Após reação total do metal teste o pH da solução com papel indicador.
- Repita as duas experiências anteriores a) e b) usando ácido clorídrico 0,1 mol L⁻¹. Registre os resultados.

2.2 Comportamento ácido-base de soluções de íons alcalino-terrosos: registre o que observa de acordo com o procedimento numa tabela do tipo:

	pH	Reação com NaOH	Excesso de NaOH	Comentário
Be ²⁺				
Mg ²⁺				
Ca ²⁺				

- Com papel indicador, veja qual o pH da solução de sulfato de berílio 1 mol L⁻¹.
- Repita o ensaio com as soluções dos cloretos de cálcio e de magnésio 1 mol L⁻¹.

- c. Num tubo de ensaio contendo cerca de 0,5 mL de cada uma das soluções anteriores adicione hidróxido de sódio 4 mol L⁻¹ gota a gota, agitando, até obter precipitado. Seguidamente, adicione um excesso de hidróxido a cada uma das soluções. Registe os resultados.

Tratamento de resultados

1. Escreva as reações químicas envolvidas no ponto 1.1.
2. A partir do volume de ácido gasto no ponto 1.2 determine a quantidade de sódio que reagiu e registe os resultados numa tabela do tipo:

Espécie titulada	Volume de HCl 0,1 mol L ⁻¹ / mL	nº de moles de HCl	Quantidade de sódio inicial /g

3. Escreva as reações químicas envolvidas no ponto 2.1.
4. Escreva as reações químicas envolvidas no ponto 2.2 e explique as diferenças observadas.
5. Refira-se à variação da dureza dos metais alcalinos relativamente aos metais alcalino-terrosos.
6. Retire conclusões sobre a reatividade dos metais alcalinos e alcalino-terrosos ao longo do grupo.

Bibliografia

- C. E. Housecroft, A. G. Sharpe, *Inorganic Chemistry*, 4ª edição, Prentice Hall, New York, **2012**
- D. F. Shriver, P. W. Atkins, T. L. Overton, J. P. Rourke, M. T. Weller, F. A. Armstrong, *Inorganic Chemistry*, 5ª edição, W. H. Freeman and Company, New York, **2009**
- R. Chang, *Química*, McGraw-Hill, 8ª edição, Lisboa, **2005**
- Metais alcalinos e alcalino-terrosos:
https://chem.libretexts.org/Courses/Heartland_Community_College/HCC%3A_Chem_161/7%3A_Periodic_Properties_of_the_Elements/7.7%3A_Group_Trends_for_Group_1A_and_2A
Chemistry Libre Texts (consultado em 16 de julho de 2020)
<https://www.youtube.com/watch?v=CmiitvJiCPC> FuseSchool-Global Education (consultado em 16 de julho de 2020)
<https://www.youtube.com/watch?v=8qh5myTmcRs> FuseSchool-Global Education (consultado em 16 de julho de 2020)

Bibliografia Extra

- J. Yin, Y. Hua, J. Yoon. Fluorescent Probes and Bioimaging: Alkali Metals, Alkaline Earth Metals and pH. *Chemical Society Reviews* 44 (**2015**) 4619-4644
- D. Iruretagoyena, X. Huang, M. S. P. Shaffer, D. Chadwick. Influence of Alkali Metals (Na, K, and Cs) on CO₂ Adsorption by Layered Double Oxides Supported on Graphene Oxide. *Industrial & Engineering Chemistry Research* 54 (**2015**) 11610-11618