

INSTITUTO POLITÉCNICO DE TOMAR

ESCOLA SUPERIOR DE TECNOLOGIA

GUIA DOS LABORATÓRIOS DE QUÍMICA

DO

DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA INDUSTRIAL

Valentim M.B.Nunes

Tomar, 1997

Introdução

Em qualquer plano de estudos na área de Química, as *aulas práticas* ou *aulas de laboratório* são essenciais para a formação dos alunos. É por isso que na maioria das disciplinas a carga horária das aulas práticas é superior à carga horária das aulas teóricas.

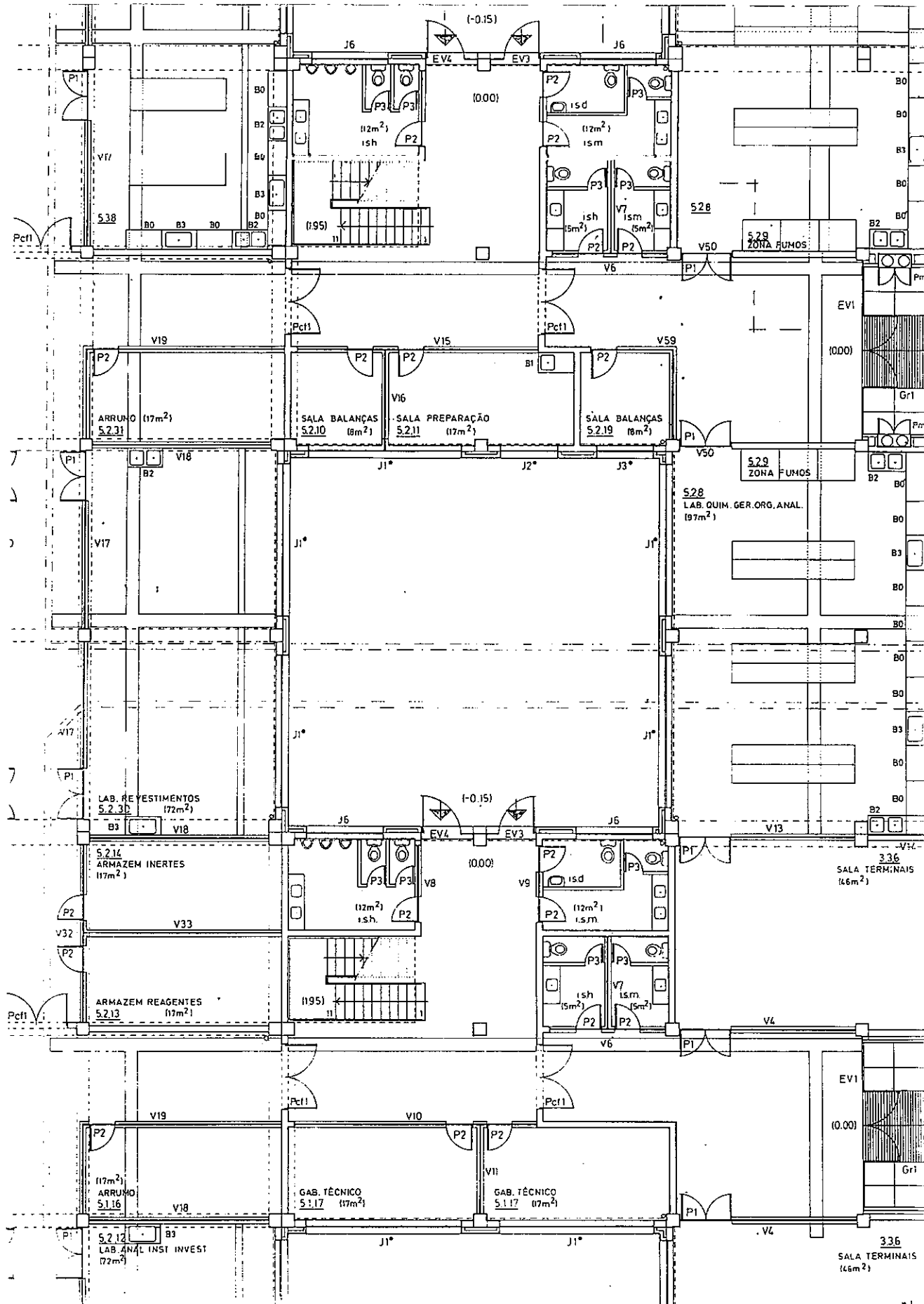
O Departamento de Engenharia Química Industrial (DEQI) assegura não só as aulas de laboratório do curso de Engenharia Química Industrial mas também as aulas das várias disciplinas de Química dos outros cursos da Escola Superior de Tecnologia. Isto constitui um universo bastante largo de alunos, com diferentes formações de base, e que frequentam os laboratórios de química do Departamento. A ocupação dos laboratórios existentes é no 2º semestre do corrente ano lectivo (1996/97) de 45 horas semanais.

Este guia de laboratório pretende ser um manual útil a todos os alunos de Química, sobretudo aos do 1º ano, com informações relativas a aspectos de segurança no laboratório, elaboração de relatórios, etc., e que permitirá um melhor aproveitamento das aulas laboratoriais. Incluíram-se ainda alguns textos sobre determinações mais comuns no laboratório, como as medidas de massa, volume, densidade, temperatura e pressão, bem como sobre algumas técnicas analíticas.

Localização das instalações laboratoriais do DEQI

Os laboratórios de Química do DEQI localizam-se no 1º piso do Edifício J da Escola Superior de Tecnologia. As instalações compreendem os laboratórios e salas referidos na lista seguinte, com indicação dos equipamentos principais disponíveis, para além do material geral de laboratório.

Instalação	Local	Observações
Armazém de reagentes		
Armazém de inertes		
Sala de Preparação de Soluções	J 175	
Sala de Balanças nº 1	J 172	Equipada com balanças analíticas e técnicas.
Sala de Balanças nº 2	J 174	Equipada com balança analítica
Laboratório de Química A	J 171	Equipado com Aparelhos de pH, Condutímetros, Centrifugadora e Ultrasons.
Laboratório de Química B	J 170	Equipado com Cromatógrafo Gasoso, Espectrofotómetro de UV/Visível, Fotómetro de Chama, Titulador Automático, Centrifugadora, Aparelhos de pH e Mufla até 1100 °C.



Funcionamento dos laboratórios.

As aulas práticas de laboratório têm um horário definido para cada disciplina, e os alunos devem ser assíduos e pontuais.

Todos os alunos devem possuir um *caderno de laboratório* onde registam todas as informações relativas à preparação e realização das experiências. Este caderno não deve possuir folhas soltas e deve estar permanentemente actualizado.

É obrigatório o uso de *bata* que proteja adequadamente o corpo, durante as aulas laboratoriais. A bata não deve ser utilizada fora do laboratório.

Quando necessário devem-se utilizar *luvas* e *óculos de protecção*. O docente da aula prática deve indicar quando tal é necessário.

Os alunos devem obedecer às regras de segurança, que serão indicadas adiante. Em todo o caso não devem beber, comer ou fumar dentro dos laboratórios.

Segurança no laboratório

Introdução

O trabalho experimental em Química exige um conhecimento prévio das *regras de segurança*, independentemente do local onde se realize (laboratórios escolares, investigação, indústria, etc.). Iniciar alguém em trabalhos laboratoriais de química sem introduzir previamente os problemas relativos à segurança é como oferecer a uma criança uma caixa de fósforos! Ninguém nega a sua utilidade, mas uma utilização indevida pode ter consequências desastrosas.

O exemplo anterior ilustra bem os benefícios e malefícios da Química: é essencial para o desenvolvimento da Sociedade e melhoria da qualidade de vida, mas pode ser causa de danos irreparáveis para o homem.

Este aspecto não pode limitar a prática laboratorial, nomeadamente no que respeita à aprendizagem de química. É pois obrigação dos docentes introduzir aos alunos os aspectos gerais respeitantes à segurança no laboratório. Isto deve incluir referência às condições gerais do laboratório onde se vai trabalhar, ao material de laboratório de uso comum, nomeadamente o material de vidro, e ainda às regras de segurança e de comportamento no laboratório. É um dos objectivos deste guia.

Toxicidade de produtos químicos

A *Toxicidade* é uma propriedade dos materiais que se traduz nos seus efeitos nocivos sobre os organismos vivos. Estes efeitos dependem da quantidade de substância e também da sensibilidade de cada indivíduo. Por exemplo, uma pequena percentagem de indivíduos humanos tem reacção alérgica à penicilina. Para combater os perigos de intoxicação é necessário conhecer as propriedades das substâncias com que se está a trabalhar, as regras de segurança e as várias formas sob as quais a toxicidade se pode manifestar.

Toxicidade por inalação

A grande maioria das intoxicações é atribuível à absorção de substâncias químicas por *inalação*. No laboratório é fácil verificar que a via de inalação é a mais susceptível de causar intoxicação, seja devido a ventilação inadequada ou impreparação dos experimentadores.

Durante as experiências podem ser libertados gases ou vapores para a atmosfera do laboratório, que podem ser respirados por todos. No caso de poderem ser produzidos vapores tóxicos ou irritantes para as vias respiratórias, a experiência deve realizar-se no local adequado: a *chaminé* ou *hote*, equipada com extractor de fumos.

Em caso de uma emissão acidental de um gás ou vapores tóxicos, o laboratório deve ser ventilado, nomeadamente abrindo todas as janelas de ventilação.

Toxicidade por absorção pela pele.

A segunda via mais comum para a toxicidade química é a *absorção* pela pele. Numerosas substâncias bastante comuns no laboratório, como o ácido sulfúrico ou o hidróxido de sódio, podem causar queimaduras severas e destruição do tecido cutâneo. Absorção pela pele implica contudo a passagem da substância tóxica através da zona intacta da pele, introduzindo-se no organismo. Por exemplo, o contacto com o dimetilsulfóxido, DMSO, causa imediatamente uma sensação de sabor desagradável na boca, devido à rápida absorção através da pele, e difusão por todo o organismo.

O contacto com substâncias tóxicas pode ser evitado recorrendo ao uso de *bata* e *luvas de protecção*, como referido atrás. A utilização de bata é obrigatória no decurso de aulas práticas. É recomendável que o material empregue na sua confecção não arda com facilidade, como o tecido de *algodão*. Esta deve proteger adequadamente todo o corpo (figura 1)

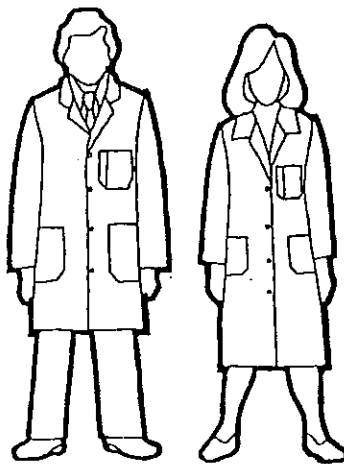


Figura 1. Batas de laboratório

As luvas para manusear substâncias químicas devem ser de borracha, PVC ou PVA, resistentes a solventes e produtos corrosivos.

Toxicidade por ingestão

A *ingestão* é a via mais facilmente evitada. Pode ocorrer por acidente ou ingestão deliberada, o que ocorre muito raramente.

Para evitar a intoxicação por ingestão devem-se cumprir regras de segurança elementares. É proibido comer ou beber no laboratório. Estes alimentos poderiam absorver substâncias tóxicas.

Uma prática comum no laboratório é pipetar líquidos puros ou soluções com a boca. Tal prática é expressamente proibida. Existem dispositivos, como veremos adiante, adequados para tal operação.

Em caso de ingestão acidental deve-se bochechar rapidamente e repetidamente a boca com água, e em casos graves pode-se beber água ou leite. O acidentado deve ser

conduzido ao hospital. Nunca se devem utilizar antídotos químicos ou induzir o vômito.

Em caso de derrame sobre a bancada de trabalho de sólidos ou líquidos, estes devem ser imediatamente removidos de forma a evitar acidentes posteriores.

Identificação de produtos químicos e símbolos de segurança

Um dos aspectos do trabalho de laboratório é a identificação correcta de produtos químicos, e das propriedades potencialmente perigosas que lhes são inerentes.

A identificação de produtos químicos é feita através de um *rótulo*, onde são identificados a marca do fabricante, o nome químico, a referência do fabricante, símbolos e frases de aviso sobre as propriedades perigosas, o grau de pureza, a fórmula química e outras indicações, como o ponto de fusão, o ponto de ebulição, a densidade, impurezas principais, etc. Na figura seguinte encontra-se um rótulo de uma embalagem comercial de hidróxido de potássio, KOH:

5033.1000 B576833 415 1 kg

KOH
M = 56,11 g/mol

Guaranteed content	min.	max.	unit
Carbonium (C ₂ H ₅)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₃ H ₇)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₄ H ₉)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₆ H ₅)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₈ H ₁₇)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₁₀ H ₂₁)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₁₂ H ₂₅)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₁₄ H ₂₉)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₁₆ H ₃₃)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₁₈ H ₃₇)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₂₀ H ₄₁)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₂₂ H ₄₅)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₂₄ H ₄₉)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₂₆ H ₅₃)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₂₈ H ₅₇)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₃₀ H ₆₁)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₃₂ H ₆₅)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₃₄ H ₆₉)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₃₆ H ₇₃)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₃₈ H ₇₇)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₄₀ H ₈₁)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₄₂ H ₈₅)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₄₄ H ₈₉)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₄₆ H ₉₃)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₄₈ H ₉₇)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₅₀ H ₁₀₁)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₅₂ H ₁₀₅)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₅₄ H ₁₀₉)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₅₆ H ₁₁₃)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₅₈ H ₁₁₇)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₆₀ H ₁₂₁)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₆₂ H ₁₂₅)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₆₄ H ₁₂₉)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₆₆ H ₁₃₃)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₆₈ H ₁₃₇)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₇₀ H ₁₄₁)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₇₂ H ₁₄₅)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₇₄ H ₁₄₉)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₇₆ H ₁₅₃)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₇₈ H ₁₅₇)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₈₀ H ₁₆₁)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₈₂ H ₁₆₅)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₈₄ H ₁₆₉)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₈₆ H ₁₇₃)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₈₈ H ₁₇₇)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₉₀ H ₁₈₁)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₉₂ H ₁₈₅)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₉₄ H ₁₈₉)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₉₆ H ₁₉₃)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₉₈ H ₁₉₇)	0,0000	0,0000	%
Carbonium (C ₁₀₀ H ₂₀₁)	0,0000	0,0000	%

pro analysi
Kaliumhydroxid Pelletschen
z.A.
Potassium hydroxide pellets
GR
Hydroxyde de Potassium en
pastilles
p.s.
MERCK

E. Merck, D-6100 Darmstadt, F.R. Germany

Verursacht schwere Verätzungen. Darf nicht in die Hände von Kindern gelangen. Bei Berührung mit den Augen gründlich mit Wasser abspülen und Arzt konsultieren. Bei der Arbeit geeignete Schutzkleidung und Schutzhelme/Gesichtsschutz tragen.

Causes severe burns. Keep out of reach of children. In case of contact with eyes, rinse immediately with plenty of water and seek medical advice. Wear suitable gloves and eye/face protection.

Provoque de graves brûlures. Conserver hors de la portée des enfants. En cas de contact avec les yeux, laver immédiatement et abondamment, avec de l'eau et consulter un spécialiste. Porter des tenues appropriées et un appareil de protection des yeux/du visage.

Figura 2. Rótulo de uma embalagem comercial de KOH

Particularmente importante em termos de segurança são os *símbolos de segurança* e frases de risco e segurança, que devem ser consultadas antes de utilizar um dado produto químico.

A classificação para indicação da natureza dos riscos associados a um dado material baseia-se numa classificação em seis classes, indicadas a seguir:

Classe I: Substâncias explosivas ou instáveis, como por exemplo picratos, azidas, metil-2,4,6-trinitrobenzeno, etc. Podem explodir por impacto ou proximidade de fonte de calor.



Classe II: Substâncias oxidantes, que dão lugar a reacções fortemente exotérmicas quando em contacto com outras substâncias, como por exemplo o clorato de potássio, ácido nítrico fumante, etc.



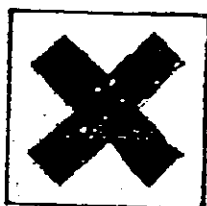
Classe III: Substâncias inflamáveis, o que inclui sólidos, líquidos ou gases inflamáveis ou que produzem gases inflamáveis em contacto com a água. Cabem nesta categoria muitos hidrocarbonetos, metais alcalinos, fósforo branco, carbite, etc. Estas substâncias não devem ser aproximadas de fontes de ignição, como a chama.



Classe IV: Substâncias tóxicas ou nocivas. As substâncias tóxicas são aquelas que



apresentam risco de envenenamento crônico ou agudo por qualquer via. São extremamente perigosas e podem causar a morte em certas circunstâncias. Substâncias nocivas são aquelas que, sendo menos tóxicas, apresentam riscos para os indivíduos. Incluem-se nesta categoria a piridina, o óxido de chumbo, o fenol, etc.



Classe V: Substância corrosivas ou irritantes. Substâncias corrosivas são aquelas



que destroem o tecido vivo, enquanto que as irritantes provocam inflamação da pele. Os materiais corrosivos são marcados com um símbolo diferente dos designados por irritantes. Para estes é utilizado o mesmo símbolo que na classe IV foi utilizado para substâncias nocivas. Exemplos são o fenol, ácido sulfúrico, etc. É conveniente utilizar luvas na manipulação destas substâncias.

Classe VI: Materiais radioactivos. São substâncias que emitem radiações. Em



laboratorios comuns não existem este tipo de substâncias que requerem equipamento especial para a sua manipulação.

A informação fornecida por estes símbolos de segurança é complementada pelos símbolos R e S respectivamente frases de risco e de segurança, segundo normas europeias. Segue-se uma lista de frases que constam nos rótulos dos produtos químicos.

Frases sobre o risco dos produtos químicos

R1	Explosivo quando seco
R2	Risco de explosão por choque, fricção ou outras fontes de ignição
R3	Extremo risco de explosão por choque, fricção ou outras fontes de ignição
R4	Forma compostos metálicos muito sensíveis a explosão
R5	Aquecimento pode causar uma explosão
R6	Explosivo por ou sem contacto com o ar
R7	Pode incendiar-se
R8	Contacto com material combustível pode provocar incêndio
R9	Explosivo quando misturado com material combustível
R10	Inflamável
R11	Bastante inflamável
R12	Extremamente inflamável
R13	Gás liquefeito extremamente inflamável
R14	Reage violentamente com a água
R15	Em contacto com a água liberta gases muito inflamáveis
R16	Explosivo quando misturado com substâncias oxidantes
R17	Incendeia-se espontaneamente ao ar
R18	Pode formar misturas vapor/ar inflamáveis/explosivas
R19	Pode formar peróxidos explosivos
R20	Nocivo por inalação
R21	Nocivo em contacto com a pele
R22	Nocivo se ingerido
R23	Tóxico por inalação
R24	Tóxico por contacto com a pele
R25	Tóxico se ingerido

- R26 Muito tóxico por inalação
- R27 Muito tóxico por contacto com a pele
- R28 Muito tóxico se ingerido
- R29 Contacto com a água liberta gases tóxicos
- R30 Pode tornar-se altamente inflamável
- R31 Contacto com ácidos liberta gases tóxicos
- R32 Contacto com ácidos liberta gases muito tóxicos
- R33 Perigo de efeitos cumulativos
- R34 Causa queimaduras
- R35 Causa queimaduras severas
- R36 Irritante para os olhos
- R37 Irritante para o sistema respiratório
- R38 Irritante para a pele
- R39 Perigo de efeitos irreversíveis muito sérios
- R40 Possível risco de efeitos irreversíveis
- R41 Risco de sérios estragos nos olhos
- R42 Pode causar sensibilização por inalação
- R43 Pode causar sensibilização por contacto com a pele
- R44 Risco de explosão se aquecido em meio confinado
- R45 Pode provocar cancro
- R46 Pode causar perturbações genéticas hereditárias
- R47 Pode causar defeitos no nascimento
- R48 Perigo de sérios problemas de saúde por exposição prolongada

Frases sobre a segurança dos produtos químicos

- S1 Mantenha fechado à chave
- S2 Mantenha fora do alcance das crianças
- S3 Mantenha num lugar fresco
- S4 Mantenha fora de áreas de convívio
- S5 Mantenha o conteúdo em...(líquido apropriado a especificar pelo fabricante)

- S6 Mantenha sob...(gás inerte a especificar pelo fabricante)
- S7 Mantenha o conteúdo muito bem fechado
- S8 Mantenha o contentor seco
- S9 Mantenha o contentor em local bem ventilado
- S12 Não mantenha o contentor fechado
- S13 Mantenha afastado de alimentos e bebidas
- S14 Mantenha afastado de...(materiais incompatíveis a especificar pelo fabricante)
- S15 Mantenha afastado do calor
- S16 Mantenha afastado de fontes de ignição. Não fumar
- S17 Mantenha afastado de material combustível
- S18 Manuseie e abra o contentor com cuidado
- S20 Quando em uso, não coma nem beba
- S21 Quando em uso não fume
- S22 Não inale o pó
- S23 Não respire gases/fumos/vapores/sprays (frase a especificar pelo fabricante)
- S24 Evite o contacto com a pele
- S25 Evite o contacto com os olhos
- S26 Em caso de contacto com os olhos, lave imediatamente com bastante água e procure conselho médico
- S27 Retire imediatamente todas as roupas contaminadas
- S28 Após contacto com a pele, lave imediatamente com uma quantidade suficiente de...(a especificar pelo fabricante)
- S29 Não coloque o conteúdo nos canos
- S30 Nunca adicione água a este produto
- S33 Tome precauções para evitar descargas estáticas
- S34 Evite choque e fricção
- S35 Este material, tal como o seu contentor, deverão ser deitados fora com cuidado
- S36 Use roupas protectoras apropriadas
- S37 Use luvas apropriadas

- S38 Em caso de ventilação insuficiente, use equipamento respiratório apropriado
- S39 Use protecção para cara/olhos
- S40 Para limpar o chão, bem como os objectos contaminados por este material, use..(a especificar pelo fabricante)
- S41 Em caso de fogo e/ou explosão não respire os fumos
- S42 Durante a fumigação/spray use equipamento respiratório apropriado (a especificar pelo fabricante)
- S43 Em caso de incêndio, use..(indicar neste espaço o tipo específico de equipamento anti-fogo. Se a presença de água aumenta o risco, adicione/nunca adicione água)
- S44 Caso se sinta mal, procure conselho médico
- S45 Em caso de acidente, ou caso se sinta mal, procure imediatamente conselho médico
- S46 Se ingerido, procure imediatamente conselho médico
- S47 Mantenha a temperaturas não superiores a...°C (a especificar pelo fabricante)
- S48 Mantenha humedecido com..(material apropriado a especificar pelo fabricante)
- S49 Mantenha guardado somente no contentor original
- S50 Não misture com..(a especificar pelo fabricante)
- S51 Usar somente em áreas bem ventiladas
- S52 Não recomendado para uso interior em grandes áreas
- S53 Evite a exposição. Obtenha instruções especiais antes de usar

Manuseamento de produtos químicos

O manuseamento de produtos químicos requer conhecimentos elementares de química e das regras de segurança indicadas neste capítulo. Assim, como regra geral, antes de se utilizar um dado produto químico deve-se consultar cuidadosamente o respectivo rótulo e retirar as informações relevantes. Ter em atenção que existem compostos químicos com nomes e fórmulas químicas muito semelhantes, mas com propriedades distintas. Como exemplo temos o *nitrato de potássio* e o *nitrito de potássio*.

Devem-se utilizar apenas as quantidades necessárias à experiência. Ainda assim, em caso de se retirar de um contentor uma quantidade superior à exigida, esta não deve retornar ao contentor, para evitar contaminações.

Em caso de derrame accidental de produtos químicos deve-se proceder de imediato à limpeza do local. Caso o derrame ocorra numa *balança* esta deve ser limpa o mais rápido possível para evitar a sua deterioração.

Quando se preparam *soluções* ou outras misturas os recipientes devem ser correctamente rotulados, com indicação solução em causa, bem como da respectiva *concentração*.

Manuseamento de líquidos

Quando se transferem líquidos deve-se ter o cuidado de etiquetar os recipientes para evitar trocas ou contaminações. Transferir o líquido tendo o cuidado de evitar a projecção de pingos sobre a bancada ou o solo.

Usando um conta-gotas: Ter o cuidado de nunca tocar no recipiente a que se destina o líquido com o conta-gotas, para evitar contaminações. A técnica correcta é indicada na figura seguinte:

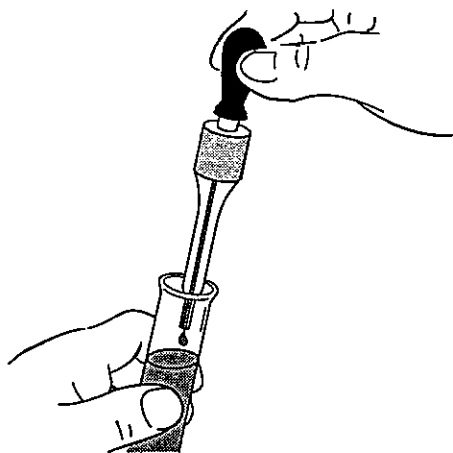


Figura 3. Transferência de um líquido utilizando um conta-gotas

Usando um frasco com rolha: Quando se transfere o líquido, colocar a rolha na bancada de modo a não tocar com a parte molhada na bancada, como mostra a figura:

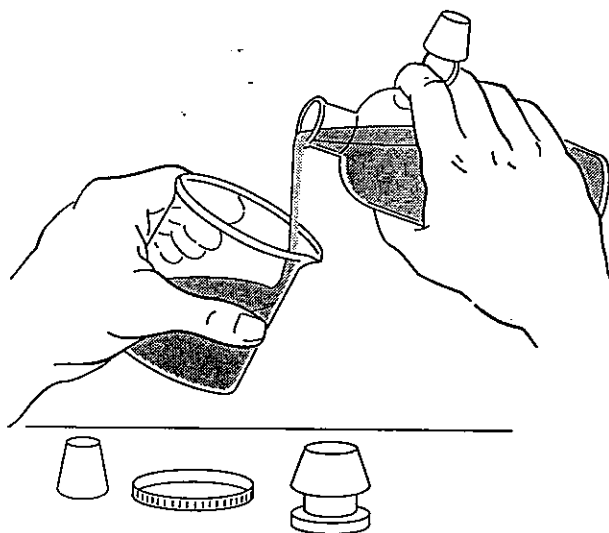


Figura 4. Transferência de um líquido a partir de um frasco.

Quando se utiliza uma *pipeta* para transferir o líquido colocar um pouco desse líquido num recipiente rotulado, e pipetar a partir daí. Nunca colocar a pipeta directamente no frasco de origem.

Ao pipetar um líquido utilizar sempre um dispositivo adequado, tal como uma 'pompete' ou propipeta (ver adiante). Nunca pipetar líquidos com a boca. A técnica

adequada para pipetar líquidos e transferir para um recipiente é mostrada na figura seguinte:

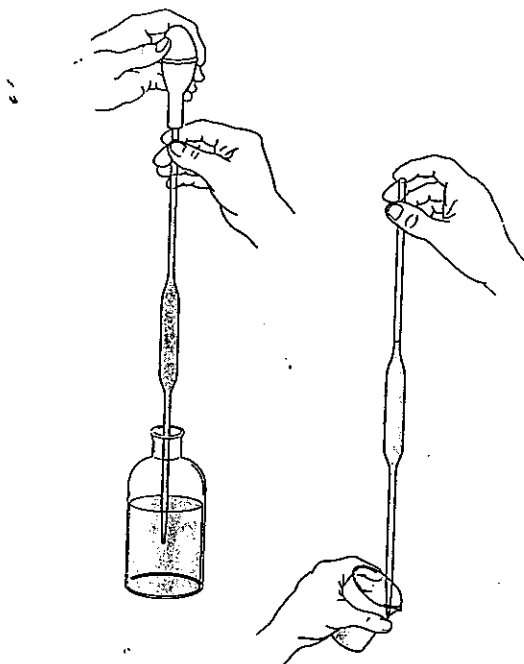


Figura 5. Pipetar um líquido e transferir para um recipiente

Aquecimento de líquidos

O aquecimento de líquidos em recipientes de vidro é muito frequente no laboratório, devendo ser considerados os seguintes aspectos. O vidro deve ser do tipo 'pyrex'. Entre a chama e o vidro deve-se interpor um material adequado, tipo rede de arame com cerâmica, banho-Maria, etc. O aquecimento deve ser gradual, evitando-se alterações térmicas muito bruscas, assim como acções mecânicas. Líquidos inflamáveis não podem ser aquecidos directamente na chama, devendo-se utilizar um líquido intermediário (banho-Maria, banho de óleo, etc.), como mostra a figura seguinte:

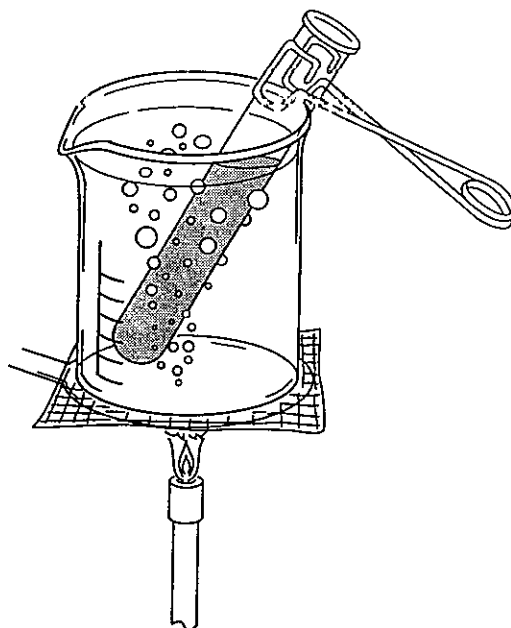


Figura 6. Aquecimento de um líquido num tubo de teste

Ao aquecer um tubo de ensaio directamente à chama devem-se considerar os seguintes aspectos. O tubo deve conter apenas líquido correspondente a $1/3$ ou $1/2$ da sua capacidade. A boca do tubo deve ser orientada de modo a que, em caso de projecção, ela não possa atingir o experimentador ou outros indivíduos. O aquecimento deve ser feito mantendo o tubo a 45° relativamente à chama, e fazendo o tubo passear na chama no sentido da boca para o fundo, como mostra a figura seguinte:

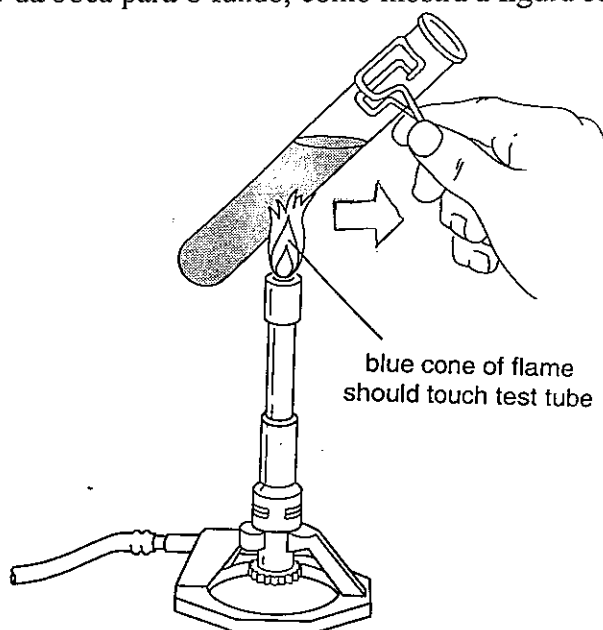


Figura 7. Aquecimento de um líquido directamente na chama

Para segurar o tubo deve-se utilizar uma pinça de madeira ou a mão, sendo de evitar as pinças metálicas, pela concentração de calor que provocam.

Manuseamento de sólidos

Para transferir sólidos deve-se utilizar uma *espátula*, e evitar o contacto com as mão ou outros objectos. Para transferir directamente o sólido para um recipiente rodar o frasco em torno de um eixo imaginário, como mostra a figura 8. Isto evita que caia demasiado sólido, ou haja derrames sobre a bancada de trabalho.

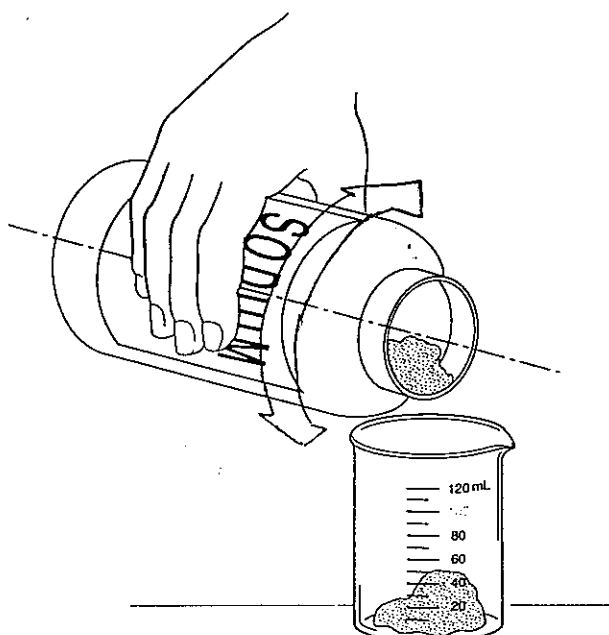


Figura 8. Transferir um sólido a partir do respectivo frasco

Misturando produtos químicos

Quando se misturam produtos químicos líquidos com água deve-se sempre adicionar o produto à água em vez do contrário. Isto faz com que se a mistura for perigosa seja sempre mais diluída.

Muito frequente no laboratório é a operação de diluição de um ácido. Sempre que se trate de diluir um ácido, é o ácido que deve ser adicionado à água, e nunca o contrário. Se adicionássemos água ao ácido formar-se-iam hidratos sendo a reacção

violentamente exotérmica. A água entrando em ebulição por efeito do calor libertado é projectada para o exterior, podendo arrastar ácido e atingir o experimentador.

Ao misturar sólidos com líquidos adicionar o sólido ao líquido, e nunca o oposto, agitando constantemente. Adicionar lentamente o sólido a não ser que haja instruções em contrário.

Condições de segurança do laboratório

As condições do laboratório são também muito importantes para garantir a segurança no trabalho laboratorial. O laboratório deve ter suficiente espaço para os experimentadores realizarem o trabalho e poderem circular sem interferir com os restantes elementos.

Devem existir boas condições de arejamento, e existir um sistema de remoção rápida de quaisquer gases tóxicos ou explosivos que se formem no laboratório.

As bancadas de laboratório devem ser de material resistente à acção química e ao fogo, e não possuírem arestas vivas. Devem estar limpas e desobstruídas. O chão do laboratório deve ser de material não escorregadio.

No laboratório deve existir mais do que uma saída e estas devem estar desobstruídas e serem de fácil acesso. As portas devem ser largas e com possibilidade de abrirem completamente.

Os bicos de gás e respectivas tubagens devem estar em boas condições de conservação. O equipamento eléctrico deve estar convenientemente isolado e com ligação à terra. Não devem existir extensões eléctricas ou tubagens a atravessar o chão do laboratório.

O laboratório deve estar equipado com material de primeiros socorros e equipamento de segurança, nomeadamente cobertor, chuveiro, esguicho lava-olhos, extintores, etc. Este equipamento deve estar convenientemente assinalado.

Deve existir no laboratório local adequado para que os alunos coloquem os abafos, livros, etc., durante as sessões de trabalho.

As canalizações devem estar colocadas 'à vista', no exterior das paredes, e devem ser periodicamente revistas.

Os locais de armazenamento de produtos químicos devem ser planeados de modo a que produtos que reajam entre si sejam armazenados à distância. Deve existir fácil acesso aos frascos, que devem estar convenientemente rotulados. Os frascos contentores de maiores dimensões devem estar no solo.

Em todas as instalações devem existir alarmes, e quadros a alertar para os riscos, e recomendando as técnicas adequadas em caso de acidente. Deve existir telefone nas imediações do laboratório com os números de emergência em local bem visível.

Permanência no laboratório

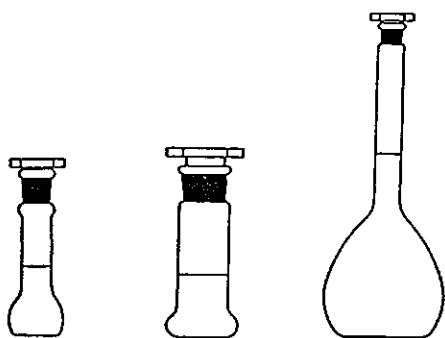
Já foi referido atrás que no laboratório se deverá trabalhar sempre com bata de material não inflamável. É ainda de referir outros pontos de carácter pessoal. Cabelo cujo comprimento exceda os ombros envolve riscos, nomeadamente se são utilizadas chamas. É conveniente que durante o trabalho laboratorial o cabelo seja preso atrás por meio de um elástico ou fita. A mesma precaução deve ser tomada quando se trabalha com equipamento rotativo. A permanência no laboratório com cachecóis, lenços ou gravatas é também desaconselhável, pelos mesmos motivos.

Como regra geral não se deve trabalhar sozinho no laboratório, ou realizar experiências não autorizadas.

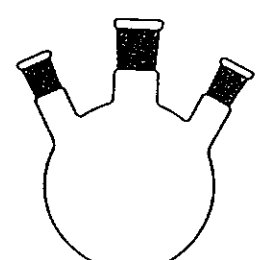
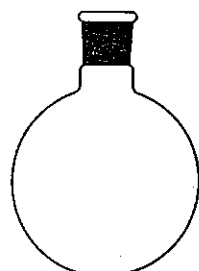
Quando se termina uma sessão laboratorial deve-se deixar as bancadas arrumadas e limpas e desligar todo o equipamento eléctrico e trompas de água.

Reconhecimento de material de laboratório

Uma das primeiras coisas, para além da segurança no laboratório, que um aluno de química deve aprender é a reconhecer o material de vidro e restantes equipamentos de uso comum no laboratório. Nas figuras seguintes encontram-se alguns desses materiais.

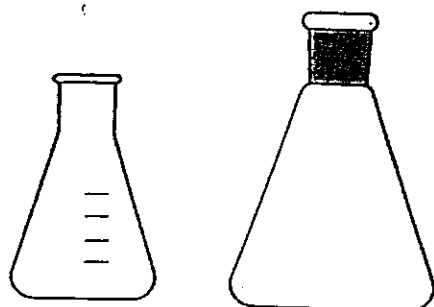


Balões volumétricos

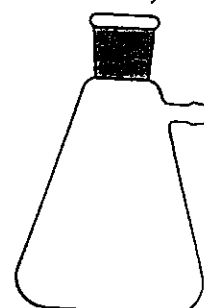


Balões de fundo redondo

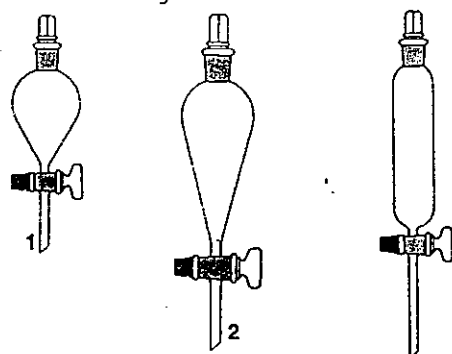
(simples, com 2 e 3 tubuladuras)



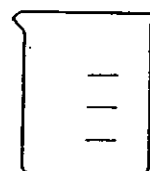
Erlenmeyers



Kitasatos

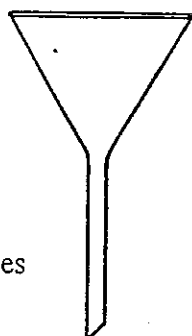


Ampolas de separação

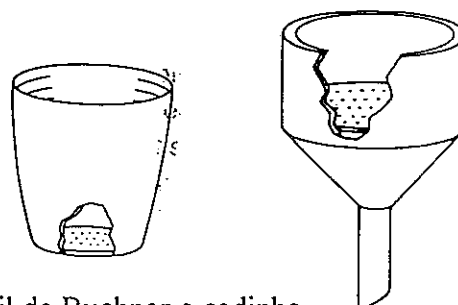


Gobelet

Funil simples

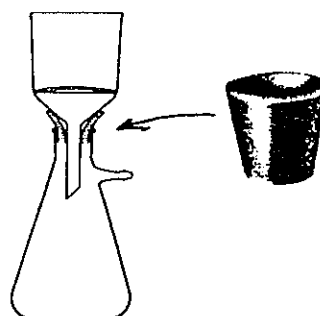


Funil de Buchner e cadinho filtrante





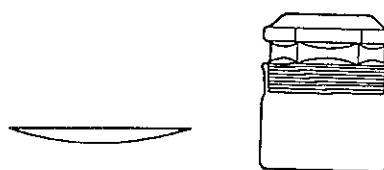
Fracos de vidro e polietileno



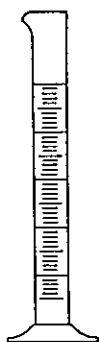
Montagem para filtração a pressão reduzida



Cápsula de porcelana e cadinho

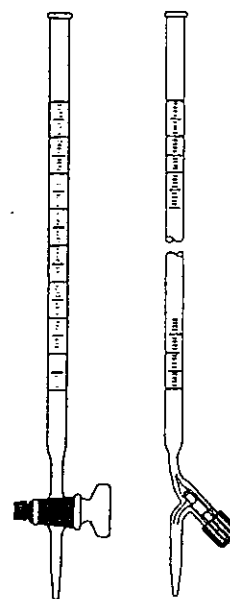


Vidro de relógio e caixas de pesagem



Proveta graduada

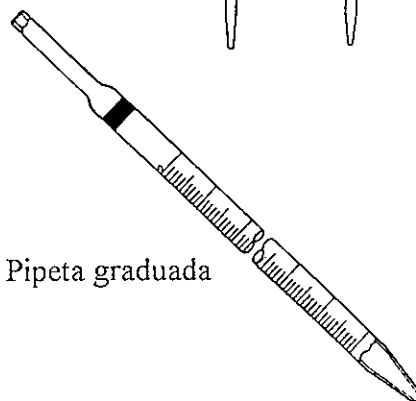
Buretas

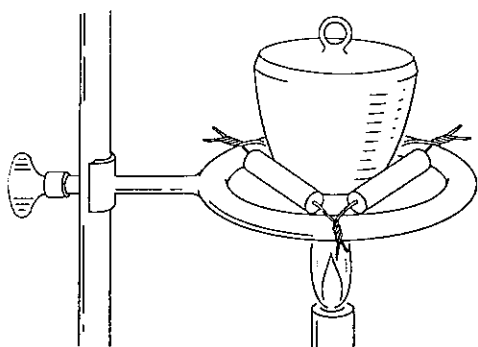


Pipeta volumétrica

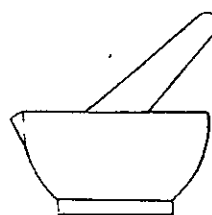


Pipeta graduada





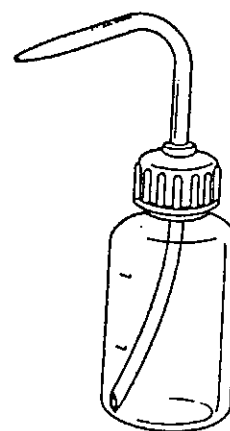
Cadinho e triangulo de porcelana
(ignição de um percipitado)



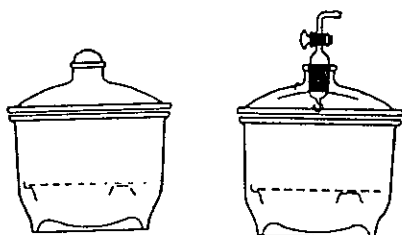
Almofariz e pilão



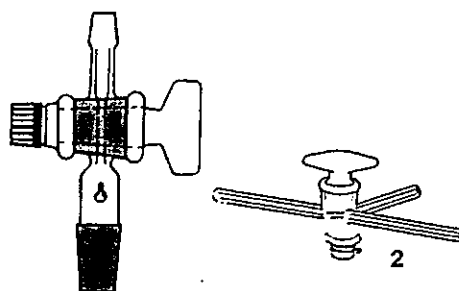
Frasco conta-gotas



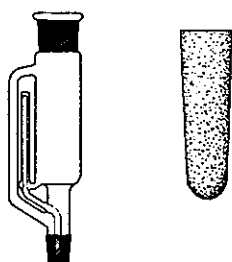
Esguicho



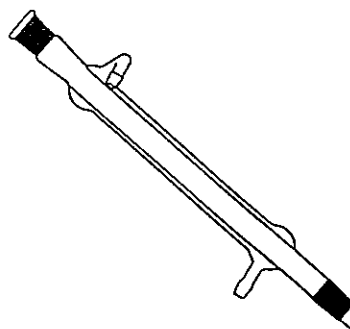
Excicadores



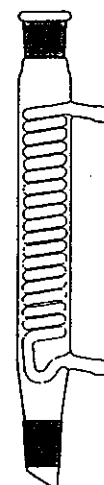
Torneiras para vácuo, de três vias
e de uma via

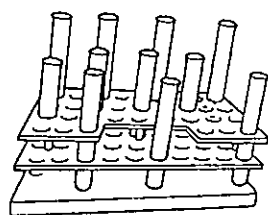


Extractor de Soxhlet

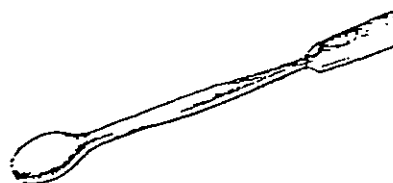


Condensador simples ou de
Liebig e de serpentina





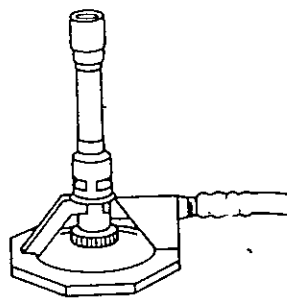
Tubos de ensaio e suporte



Espátula



Pompete



Bico de Bunsen e tripé

A lista anterior não é exaustiva de todo o tipo de material de uso comum no laboratório. As diferentes utilidades de alguns destes equipamentos será descrita mais adiante.

Como elaborar o relatório de uma experiência laboratorial de Química

A forma de elaborar um *relatório* depende sempre do tipo de experiência realizada, bem como da sensibilidade de cada estudante ou grupo de trabalho. Assim, o modelo que aqui apresentamos deve ser encarado de forma flexível. Recomendamos contudo vivamente a sua consulta, pois todos os tópicos referidos devem surgir, de uma forma ou outra, no relatório.

Deve-se recordar que o relatório é um meio de apresentar os resultados experimentais obtidos numa dada experiência, e de relatar todas as incidências particulares que possam ocorrer durante o trabalho. Além disso, o relatório é para ser consultado por outras pessoas, pelo que deve ser redigido de forma correcta.

Para a elaboração do relatório é fundamental manter o *caderno de laboratório* actualizado. Todas as observações efectuadas durante uma experiência devem ser registadas imediatamente no caderno de laboratório. Este não deve conter nunca folhas soltas. O caderno deve ter as páginas numeradas. Sempre que se inicia uma nova experiência inicia-se também uma nova folha do caderno de laboratório onde deve constar o título da experiência a efectuar, bem como a data.

Geralmente um relatório deve conter os seguintes tópicos:

Título

Na primeira página devem aparecer o título do trabalho, o nome dos experimentadores, e a data em que foi realizada a experiência.

Objectivo

Este item deve conter o objectivo do trabalho, ou seja, aquilo que se pretende determinar, demonstrar, etc. Deve ser constituído por uma ou duas frases curtas e sintéticas.

Introdução

A introdução serve para apresentar os fundamentos teóricos necessários à compreensão do trabalho efectuado. Devem-se introduzir e explicar todos os conceitos básicos que vão ser utilizados no relatório. A introdução não deve ser nem muito longa nem muito curta, pelo que o ideal será a volta de uma página de formato A4.

Parte experimental

Material e reagentes

Descrição sumária do material e reagentes utilizados no decurso da experiência. No caso da utilização de aparelhos devem-se referir a marca e modelo. Em relação aos reagentes convem referir o nome, fórmula química, e também o grau de pureza indicado pelo fabricante.

Procedimento experimental

Descrição dos passos principais e técnicas utilizadas para a realização do trabalho prático. As frases devem ser o mais sintéticas possíveis.

Resultados e Cálculos

Esta parte é bastante importante. Deve conter os resultados experimentais obtidos, de forma detalhada, sempre que possível em tabelas e/ou gráficos. Deve-se ainda mostrar um exemplo de todos os cálculos efectuados, nunca esquecendo de referir as unidades (de preferência no Sistema Internacional de unidades-ver adiante).

Discussão dos resultados e conclusões

Esta é a parte mais flexível do relatório, e sem dúvida a mais importante. É onde se evidenciam melhor as capacidades de cada estudante.

Devem-se discutir os resultados obtidos, comparando-os, caso seja possível, com dados da literatura ou outros dados conhecidos (por exemplo dados do rótulo de um produto analisado).

Podem ser incluídas neste item críticas ou sugestões pertinentes sobre o trabalho realizado, susceptíveis, por exemplo, de influenciarem os resultados.

Finalmente devem-se apresentar as conclusões obtidas de forma clara e sintética.

Bibliografia

Deve conter as referências dos livros ou artigos consultados, quer para a realização do trabalho quer para a elaboração do relatório.

A bibliografia, quando citada no texto, deve aparecer como um número entre parêntesis, seguindo normalmente a ordem de apresentação.

As normas para escrever a bibliografia são as seguintes:

Livro: autores, título, editora, local, data, páginas.

Exº. R. Chang, *Chemistry*, 4th ed., McGraw-Hill inc., New York, 1991, 50-54

Artigo: autores, revista, volume, página, ano

Exº. E.Roedder, *Science*, **155**, 1413 (1967)

Unidades de medida do Sistema Internacional

Actualmente em aplicações científicas utilizam-se quase exclusivamente as unidades do Sistema Internacional (SI). O *Sistema Internacional de Unidades* foi aprovado pela 11ª Conferência Geral de Pesos e Medidas (CGPM), em 1960, resultando de uma actualização do Sistema métrico. O SI é baseado em *sete unidades fundamentais* (Tabela I), a partir das quais é possível derivar todas as outras. Na tabela seguinte encontram-se as definições e símbolos destas unidades:

Tabela I : Unidades fundamentais do SI

Grandeza	Nome	Símbolo	Definição
Comprimento	metro	m	O <i>metro</i> é o comprimento do trajecto percorrido pela luz no vazio durante um intervalo de tempo de $1/299792458$ s
Massa	quilograma	kg	O <i>quilograma</i> é a massa do protótipo internacional do quilograma
Tempo	segundo	s	O <i>segundo</i> é a duração de 9192631770 períodos da radiação correspondente à transição entre os dois níveis hiperfinos do estado fundamental do átomo de ^{133}Cs
Corrente eléctrica	ampere	A	O <i>ampere</i> é a intensidade de uma corrente constante que, mantida em dois condutores paralelos, rectilíneos, de comprimento infinito, de secção circular desprezável e colocados à distância de 1 m, no vazio, produziria entre eles uma força de $2 \cdot 10^{-7}$ N/m
Temperatura	kelvin	K	O <i>kelvin</i> é a fracção $1/273.16$ da temperatura termodinâmica do ponto triplo da água.
Quantidade de matéria	mole	mol	A <i>mole</i> é a quantidade de matéria de um sistema contendo tantas unidades elementares quantos os átomos que existem em 0.012 kg de ^{12}C . As entidades elementares devem ser especificadas, e podem ser átomos, moléculas, iões, electrões ou outras partículas.
Intensidade luminosa	candela	cd	A <i>candela</i> é a intensidade luminosa, numa dada direcção, de uma fonte que emite uma radiação monocromática de frequência $540 \cdot 10^{12}$ Hz e cuja intensidade nessa direcção é $1/683$ W/sr

Vejamos agora algumas unidades derivadas do SI, e com maior utilização no laboratório de química:

Volume: no SI a unidade de volume é o **metro cúbico**, m^3 .

$$1 \text{ cm}^3 = 1 \times 10^{-6} \text{ m}^3$$

$$1 \text{ dm}^3 = 1 \times 10^{-3} \text{ m}^3$$

Outra unidade bastante comum, mas não do SI, é o Litro. Um litro é o volume ocupado por um decímetro cúbico, i.é:

$$1 \text{ L} = 1 \text{ dm}^3 \Leftrightarrow 1 \text{ mL} = 1 \text{ cm}^3$$

Iremos usar indistintamente as duas unidades, uma vez que são equivalentes!

Força: de acordo com a Lei de Newton, força = massa \times aceleração. A unidade de força no SI é o **Newton (N)**:

$$1 \text{ N} = 1 \text{ kg m s}^{-2}$$

Pressão: é definida como a força aplicada por unidade de área, ou seja, pressão = força/área. A unidade do SI para pressão é o **Pascal (Pa)**:

$$1 \text{ Pa} = 1 \text{ N m}^{-2}$$

Uma unidade não pertencente ao SI, mas com bastante utilização é a **atmosfera**. A relação entre ambas é:

$$1 \text{ atm} = 101325 \text{ Pa}$$

Energia: pode ser definida como capacidade para realizar trabalho. Como trabalho = força \times distância, então energia = força \times distância. A unidade do sistema internacional para energia é o **Joule (J)**:

$$1 \text{ J} = 1 \text{ N m} = 1 \text{ kg m}^2 \text{ s}^{-2}$$

Outra unidade bastante utilizada pelos químicos é a caloria, sendo a relação:

$$1 \text{ cal} = 4.181 \text{ J}$$

Densidade: a densidade de um objecto é a sua massa por unidade de volume, isto é, densidade = massa/volume, ou $d = m/v$.

A unidade para a densidade no SI é o kg m^{-3} . No entanto em química utilizamos geralmente o g cm^{-3} ou g/mL .

Tal como no sistema métrico, o SI adopta uma série de prefixos para múltiplos e submúltiplos das unidades, que estão relacionados entre si por potências de 10.

Tabela II. Prefixos utilizados no SI

Prefixo	Símbolo	Significado	Exemplo
Giga	G	10^9	1 GJ = 1×10^9 J
Mega	M	10^6	1 MJ = 1×10^6 J
Kilo	k	10^3	1 kg = 1×10^3 g
Deci	d	10^{-1}	1 dm = 0.1 m
Centi	c	10^{-2}	1 cm = 0.01 m
Mili	m	10^{-3}	1 mg = 1×10^{-3} g
Micro	μ	10^{-6}	1 μ g = 1×10^{-6} g
Nano	n	10^{-9}	1 nm = 1×10^{-9} m
Pico	p	10^{-12}	1 pm = 1×10^{-12} m

Algumas constantes fundamentais

Quantidade	Símbolo	Valor
Aceleração padrão de queda livre	g_n	9.80665 m s ⁻²
Carga elementar	e	1.60217733 × 10 ⁻¹⁹ C
Constante de Avogadro	N_A	6.0221367 × 10 ²³ mol ⁻¹
Constante de Boltzmann	k_B	1.380658 × 10 ⁻²³ J K ⁻¹
Constante de Faraday	$F = N_A e$	9.6485309 × 10 ⁴ C mol ⁻¹
Constante de Planck	h	6.6260755 × 10 ⁻³⁴ J s
Constante de Rydberg	R	1.0973731534 × 10 ⁷ m ⁻¹
Constante dos gases perfeitos	$R = N_A k_B$	8.314510 J K ⁻¹ mol ⁻¹ 8.20578 × 10 ⁻² atm L mol ⁻¹ K ⁻¹
Massa do electrão em repouso	m_e	9.1093897 × 10 ⁻³¹ kg
Massa do neutrão em repouso	m_n	1.6749286 × 10 ⁻²⁷ kg
Massa do protão em repouso	m_p	1.6726231 × 10 ⁻²⁷ kg
Permitividade do vácuo	ϵ_0	8.854187816 × 10 ⁻¹² F m ⁻¹
Ponto triplo da água	$T_{ip}(H_2O)$	273.16 K
Velocidade da luz no vácuo	c_0	2.99792458 × 10 ⁸ m s ⁻¹
Volume de um gás ideal a 1 bar e 273.15 K	V_0	22.71108 L mol ⁻¹
Zero da escala Celsius		273.15 K

Técnicas de Laboratório: determinação da massa

Uma das operações mais frequentes num laboratório de Química é a *pesagem*, operação pela qual se determina a *massa* de uma substância ou objecto. O nome ‘pesagem’ para esta operação não deixa de ser curioso como veremos já adiante!

A massa de um objecto é uma medida da quantidade de matéria que este contém. Por vezes é definida como uma propriedade que confere inércia a um objecto. A inércia, por sua vez, é a propriedade da matéria que representa a sua resistência à aceleração.

A noção de massa é por vezes confundida com a noção de *peso*. O peso é a força exercida num objecto por acção da atracção gravitacional e depende da localização do objecto. Por exemplo, o mesmo objecto na Lua pesa menos que na Terra. A massa por sua vez é constante. De qualquer modo é vulgar usar os termos massa e peso indistintamente (embora isso seja incorrecto!), porque ao pesarmos um objecto comparamos a sua massa com outro que está sujeito à mesma força da gravidade.

A unidade do SI para massa é o *Quilograma*. O quilograma (kg) é igual à massa de um objecto conhecido como *Protótipo Internacional do Quilograma*, IPK. Este protótipo é um bloco quase cilíndrico, de 39 mm de altura e diâmetro, feito numa liga de Platina (90%) e Irídrio (10%), e está depositado no International Bureau of Weights and Measures, em Sévres, França.

No laboratório, os químicos utilizam geralmente como unidade a *grama*, isto é, a milésima parte do quilograma.

O instrumento utilizado para determinar massas é designado por balança. As balanças operam com base num princípio muito simples: o objecto que se pretende pesar é colocado num dos lados de um eixo equilibrado sobre um pivot, e no outro lado são colocadas massas conhecidas. Quando o eixo está equilibrado, as duas massas são iguais.

Obviamente, com os processos tecnológicos recentes, temos ao nosso dispor balanças completamente electrónicas, que não necessitam de massas padrão interiores. Estas balanças possuem um único prato. A massa é determinada a partir de uma força electromagnética de compensação, que é necessária para levar o sistema à posição

zero, após colocarmos a massa no prato da balança. *Qualquer balança tem de ser periodicamente calibrada para garantir a exactidão das determinações.*

Nos laboratórios do DEQI temos ao nosso dispor dois tipos de balanças: a *balança técnica* e a *balança analítica*. Uma balança técnica é utilizada para medições rápidas de massas com uma precisão máxima de 0.01 g. Para trabalhos analíticos mais rigorosos temos de utilizar a balança analítica. Esta balança permite medições de massa com uma precisão de 0.0001 g. Na figura seguinte encontram-se esquematizadas estes dois tipos de balanças:

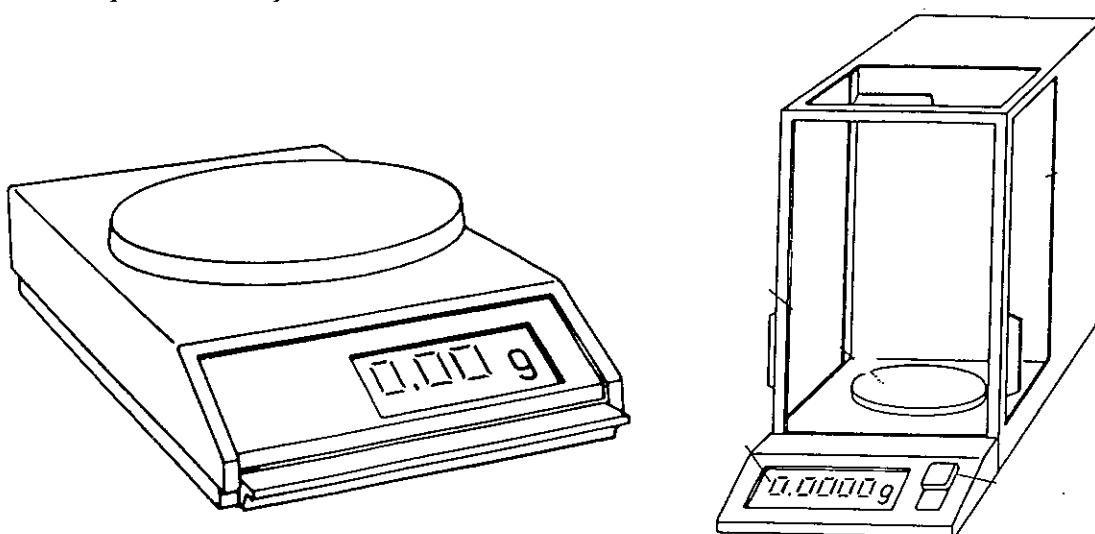


Figura 9. Balança técnica e balança analítica

A balança analítica deve ser manipulada com extremo cuidado, pois além de ser um instrumento muito sensível é bastante dispendioso. Uma balança analítica como as que estão ao dispor no DEQI custa aproximadamente 500 000\$00 !

Cuidados gerais a ter durante uma pesagem

Para operar com precisão uma balança esta deve estar devidamente limpa. Caso contrário deve-se proceder à sua limpeza, utilizando para o efeito um pequeno pincel. Não se deve colocar reagentes químicos directamente sobre o prato da balança! Para efectuar qualquer pesagem devem-se utilizar vidros de relógio, caixas de pesagem ou um pequeno gobelet, devidamente limpos e secos.

A temperatura do objecto a pesar deve ser a mesma a que se encontra a balança.
Nunca colocar objectos quentes no prato da balança!

Durante a pesagem, as janelas de vidro da balança devem estar fechadas.

Terminada a pesagem, o objecto é retirado do prato da balança, verifica-se se esta está devidamente limpa e se o mostrador retoma o valor 0.0000.

Técnicas de laboratório: determinação do volume de líquidos

Os líquidos tomam a forma dos objectos onde estão contidos, pelo que as medições de volume são muito comuns no laboratório para determinar quantidades de líquidos.

O volume de um líquido, ou de um gás, é o espaço ocupado pela substância. A unidade do SI é o *metro cúbico*, m^3 . No laboratório utiliza-se frequentemente o *litro* ou, dado que se trabalha geralmente com pequenas quantidades, o *mililitro*, ml.

Existem vários materiais adequados para a medição do volume de líquidos. Estes materiais são geralmente calibrados no fabricante, apresentando uma ou várias marcas que são usadas na medição do volume. Na figura seguinte encontramos os tipos mais comuns de material de laboratório para medições de volume: *proveta*, balão de diluição ou *balão volumétrico*, *pipeta graduada*, pipeta volumétrica ou *pipeta de escoamento total*, e *bureta*.

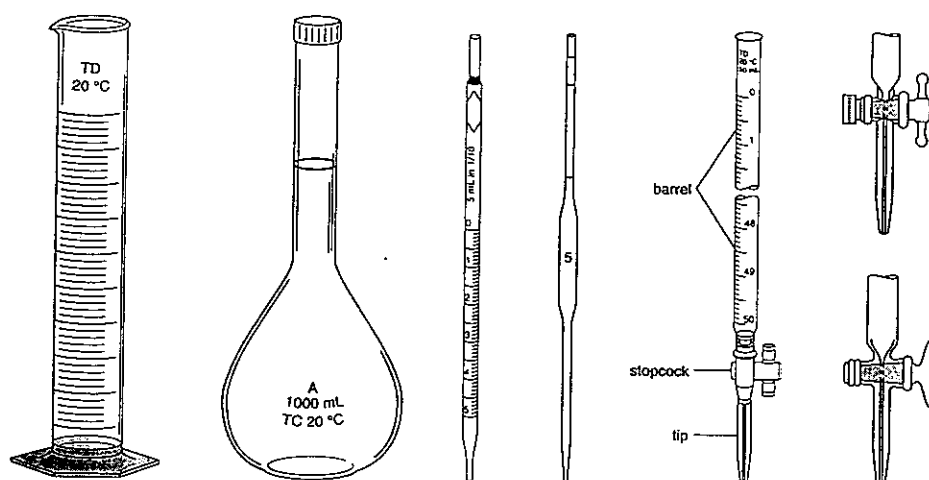


Figura 10. Materiais de laboratório para medições do volume de líquidos

A proveta é utilizada para medições aproximadas, quando o volume de líquido não entra em qualquer tipo de cálculo. As pipetas e as buretas são adequadas para medições rigorosas (com grande exactidão) do volume de líquidos. As pipetas graduadas e as buretas permitem a medição de volumes variáveis, enquanto a pipeta de escoamento total só permite a medição de volumes fixos de líquidos.

Os balões volumétricos não são utilizados geralmente para a medição de volumes de líquidos, mas sim para a preparação de soluções de concentração rigorosamente conhecida.

A utilização de pipetas requiere sempre o uso de ‘pompete’ ou propipetas para a aspiração do líquido. Recordar que *é proibido pipetar líquidos com a boca*.

Quando se faz a leitura do nível de líquido contido numa proveta, pipeta, bureta ou balão, deve ler-se sempre pela linha tangente ao menisco do líquido, que geralmente é concavo. A leitura correcta do nível do líquido é a mostrada na figura seguinte:

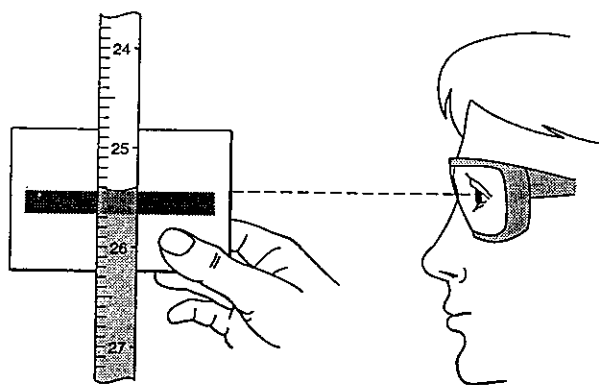


Figura 11. Leitura correcta do nível de líquido em material de laboratório

Mais promenores sobre a determinação do volume de líquidos serão indicados no 1º trabalho laboratorial (ver sebenta de Trabalhos laboratoriais de Química).

Pressão

A pressão constitui com a temperatura o par de grandezas termodinâmicas consideradas como variáveis independentes em química, pois é relativamente simples controlar estas variáveis num laboratório ou instalação industrial.

A pressão é uma força exercida por unidade de área. Mede-se em várias unidades. A unidade de pressão do Sistema Internacional (SI) é o *Pascal*. O Pascal é uma unidade derivada deste sistema, e representa a pressão exercida pela força de 1 N actuando numa área de 1 m², isto é:

$$1 \text{ Pa} = 1 \text{ N m}^{-2}$$

Esta unidade é pouco prática pois representa uma quantidade muito pequena. A sua relação com unidades mais práticas é a seguinte:

$$1 \text{ bar} = 100 \text{ kPa}$$

$$1 \text{ atm} = 101325 \text{ Pa}$$

Usam-se ainda unidades mais pequenas como o torr, que é muito aproximadamente igual ao milímetro de mercúrio, mmHg:

$$1 \text{ torr} = 133.322 \text{ Pa}$$

Da relação anterior deriva outra igualdade importante que relaciona a atmosfera com esta última unidade:

$$1 \text{ atm} = 760 \text{ torr}$$

O método mais simples de medida da pressão para zonas entre ≈ 10 mbar e 1 bar é o manómetro de mercúrio. Um exemplo é a medida da pressão atmosférica com um

barómetro. O princípio básico desta medida é o equilíbrio entre uma coluna de mercúrio e uma coluna de ar à superfície líquida do mercúrio. Considere-se a figura 12:

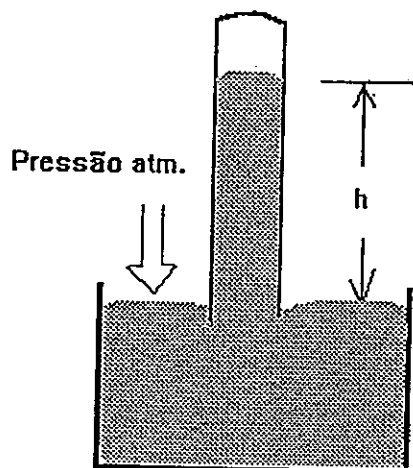


Figura 12. Barómetro de mercúrio

Se o espaço acima da coluna de mercúrio for um vácuo perfeito, a pressão atmosférica, p , pode ser relacionada com a altura da coluna de mercúrio, h , da seguinte forma:

$$p = F/A = mg/A = \rho \pi r^2 h g / \pi r^2 = \rho h g$$

onde F é a força exercida pela coluna de mercúrio por unidade de área, A , m é a massa de mercúrio, g é a aceleração da gravidade, e ρ é a densidade do mercúrio.

Os manómetros mais simples são em forma de U. O tubo em forma de U encontra-se cheio de mercúrio, como mostra a figura 13:

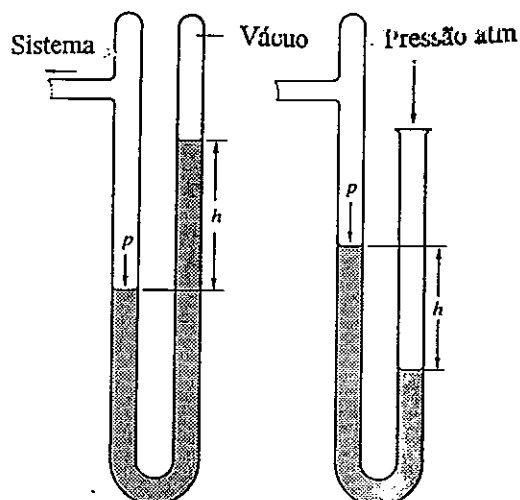


Figura 13. Manómetro de mercúrio

Um dos braços do manómetro encontra-se ligado ao sistema ao qual se pretende medir a pressão. O outro braço está fechado em vácuo, ou aberto. Se está aberto, a pressão medida no sistema é relativa, isto é:

$$P_{\text{sist}} = P_{\text{man}} + P_{\text{atm}}$$

Se o tubo estiver fechado, $P_{\text{sist}} = P_{\text{man}}$.

Os manómetros de mercúrio são utilizados em linhas de vácuo, para operações de controle e medida de pressões relativamente baixas. Para pressões mais reduzidas, na zona do vácuo primário temos de recorrer a manómetros do tipo Pirani. Estes manómetros utilizam um filamento aquecido de um metal com um coeficiente de variação da resistência com a temperatura elevado. A temperatura do filamento depende da condutibilidade térmica do gás residual que, a baixas pressões, varia linearmente com a pressão. Estes manómetros necessitam de calibração. Para o alto vácuo utilizam-se manómetros de ionização.

Para pressões mais elevadas recorre-se frequentemente a manómetros de tubo de Bourdon como o da figura seguinte:

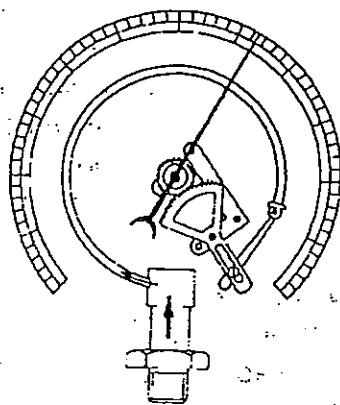


Figura 14. Manómetro de tubo de Bourdon

O tubo de Bourdon é um tubo fechado na extremidade e enrolado. Quando a pressão é aplicada o tubo tende a desenrolar provocando o movimento de um mecanismo com ponteiro.

Utilização de cilindros com gases

É muito frequente a utilização de gases no laboratório, armazenados em *cilindros* de aço, também designados por *garrafas*. Tipicamente a pressão inicial no cilindro é de cerca de 136 atm. Por vezes a pressão inicial é ainda mais elevada. A medida correcta da pressão e o correcto manuseamento do cilindro são muito importantes, até em termos de segurança.

A figura seguinte mostra a cabeça de um cilindro de gases, com o respectivo redutor:

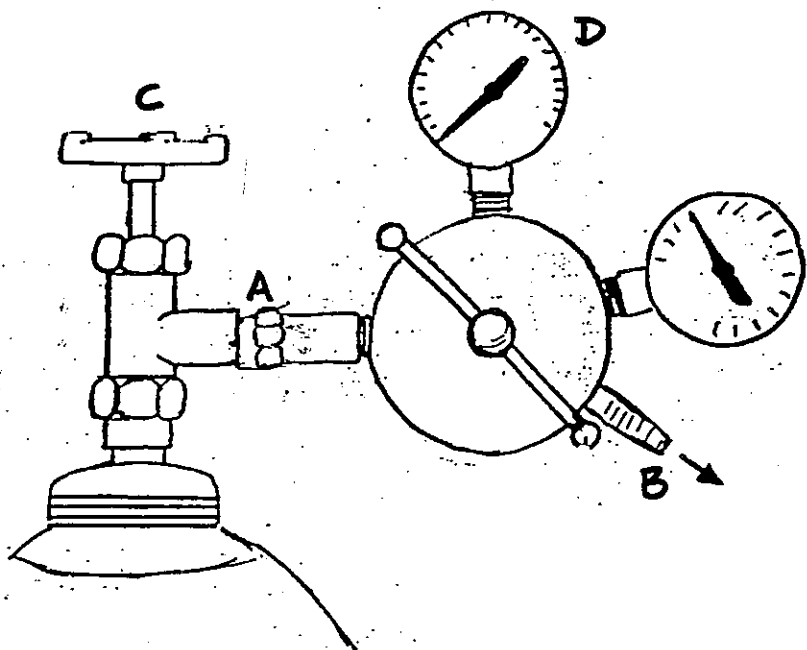


Figura 15. Cabeça de um cilindro de gases.

O cilindro deve estar correctamente instalado, nomeadamente bem fixo. É necessária extrema precaução com a cabeça do cilindro (um cilindro de gás cuja cabeça tenha sido removida é semelhante a um foguetão em arranque!!).

Depois de o cilindro estar fixado pode-se retirar a tampa de protecção e ligar o regulador de pressão-reductor. A ligação efectua-se por encaixe e enroscamento de uma porca (A). Deve-se verificar nesta fase se a válvula do reductor (de pressão de saída), está fechada (B). Esta válvula no sentido contrário ao dos ponteiros do relógio, até se sentir uma folga. Em ambos os manómetros deve-se ler zero.

Nesta altura pode-se abrir a válvula de segurança do cilindro (C). Esta operação deve-se efectuar manualmente e não com chave. O manómetro do cilindro (D) deve indicar a pressão do gás no interior do cilindro. Em seguida deve-se rodar a válvula do reductor para a pressão desejada, que determina o fluxo de saída do gás. Eventualmente pode existir uma terceira válvula que regula finamente aquele fluxo.

Para terminar a saída do gás as válvulas devem ser fechadas pela mesma ordem que foi seguida na abertura. Em primeiro lugar a válvula do cilindro e, deixando que todo gás residual no reductor saia, pode-se então fechar a válvula do reductor.

Não convém nunca deixar esvaziar completamente um cilindro de gases.

Temperatura

Todos sabemos intuitivamente o significado de temperatura, mas definir correctamente o termo é um pouco mais complicado. Podemos afirmar que a temperatura é a propriedade que nos indica a direcção de um fluxo de energia. Se o calor flui de um corpo A para um corpo B dizemos que A está mais quente, ou com temperatura mais elevada do que B. Se não há fluxo de energia quando os corpos A e B estão em contacto então dizemos que estão em equilíbrio térmico. Supondo agora um corpo A em equilíbrio térmico com B e B em equilíbrio térmico com C então C e A estão também em equilíbrio térmico. Isto é a base da Lei Zero da Termodinâmica:

Se A está em equilíbrio térmico com B e B em equilíbrio térmico com C, então C está também em equilíbrio térmico com A

A lei zero da termodinâmica é o princípio fundamental que permite construir termómetros. Estes são instrumentos que indicam uma variação de temperatura em função de uma propriedade física qualquer (como por exemplo o comprimento de uma coluna de mercúrio).

Nos primórdios da termometria as temperaturas foram relacionadas com o comprimento de uma coluna de líquido, e as diferenças de comprimento observadas em contacto com gelo e em contacto com água em ebulição foram divididas em 100 partes iguais, atribuindo-se 0 graus ao valor mais baixo. Esta é a escala em graus Celsius. Esta escala depende pois do fluido utilizado.

Pelo contrário, o volume de um gás é aproximadamente independente do tipo de gás, à medida que a densidade tende para zero. Esta propriedade permite estabelecer a escala de temperaturas termodinâmicas. As temperaturas termodinâmicas são designadas por T e medem-se em graus kelvin, K. A relação entre a escala termodinâmica de temperatura e a escala mais vulgarmente utilizada, ou escala em graus Celsius, °C, é:

$$T/K = t/^{\circ}\text{C} + 273.15$$

Nesta escala 0 °C corresponde exactamente a 273.15 K.

A temperatura pode ser medida utilizando um termómetro de gases. A temperatura é medida comparando a pressão do gás quando está em contacto térmico com a amostra à qual se pretende medir a temperatura, e com um padrão adequado. Um padrão adequado é a água no seu ponto triplo, a condição única de p e T em que a água coexiste simultâneamente nos três estados de agregação, sólido, líquido e vapor. A temperatura do ponto triplo é definida exactamente como:

$$T_3 = 273.16 \text{ K}$$

Se a pressão medida quando o termómetro de gás está em contacto com a amostra é p, e a pressão quando está em contacto com T_3 é p_3 , então a temperatura da amostra é dada por:

$$T \approx (p/p_3)T_3$$

A relação anterior é exacta apenas quando o gás se comporta idealmente, isto é, na zona das baixas pressões. Na figura seguinte mostra-se um termómetro de gás a volume constante:

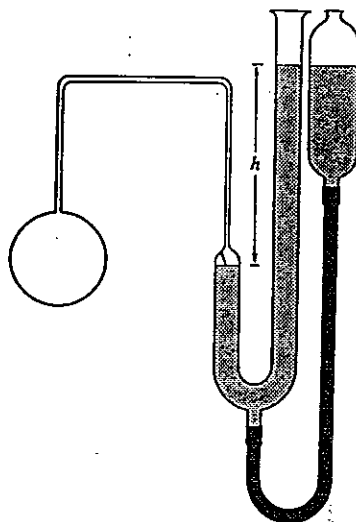


Figura 16. Termómetro de gás a volume constante

O termómetro anterior é evidentemente pouco prático. Os termómetros de expansão fazem uso da dilatação das substâncias como propriedade termométrica. O exemplo mais comum é o termómetro de mercúrio. Estes termómetros são previamente calibrados, pois a dilatação da coluna de mercúrio também depende do vidro utilizado.

Para maior rigor das medidas de temperatura utilizam-se outros tipos de termómetros. Nos termómetros de resistência de Platina é medida a resistência da platina em contacto com a amostra, que por sua vez é função da temperatura. Outro tipo de termómetros são os termopares. Estes consistem em duas junções de condutores diferentes (existem vários tipos). Uma das junções coloca-se a uma temperatura t_0 conhecida (pode ser o gelo em fusão) e a outra à temperatura t que se pretende medir. A força electromotriz gerada é função da diferença de temperaturas, podendo assim determinar-se t .

Para altas temperatura pode ainda utilizar-se um pirómetro óptico, em que é medida a radiação emitida pela fonte, num dado comprimento de onda, que por sua vez é função da temperatura.

Índice

Introdução	1
Localização das instalações laboratoriais do DEQI	2
Funcionamento dos laboratórios	4
Segurança no laboratório	5
Reconhecimento do material de laboratório	22
Como elaborar um relatório de uma experiência laboratorial de química	26
Unidades de medida do Sistema Internacional	29
Algumas constantes fundamentais	32
Determinação da massa	33
Determinação do volume de líquidos	36
Pressão	38
Temperatura	43