

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
INSTITUTO DE QUÍMICA
CURSO DE LICENCIATURA EM QUÍMICA

ALINE DA SILVEIRA NECTOUX

**REESTRUTURAÇÃO DE MATERIAL DIDÁTICO PARA ATIVIDADES PRÁTICAS
DE QUÍMICA ANALÍTICA SEGUNDO OS PRINCÍPIOS DOS 3R'S**

Porto Alegre, 2016

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
INSTITUTO DE QUÍMICA
CURSO DE LICENCIATURA EM QUÍMICA

ALINE DA SILVEIRA NECTOUX

**REESTRUTURAÇÃO DE MATERIAL DIDÁTICO PARA ATIVIDADES PRÁTICAS
DE QUÍMICA ANALÍTICA SEGUNDO OS PRINCÍPIOS DOS 3R'S**

Trabalho de conclusão apresentado junto à atividade de ensino “Trabalho de Conclusão de Curso de Licenciatura em Química”, como requisito parcial para obtenção de grau de Licenciado em Química

Orientadora

Profa. Dra. Carla Sirtori

Co-orientadora

Profa. Dra. Camila Greff Passos

Porto Alegre, 2016

RESUMO

O presente trabalho analisa a viabilidade da utilização de um material didático de apoio para a disciplina de Análise Química I, em um curso técnico de química da cidade de Porto Alegre onde foi implementado um Projeto de Gestão de Resíduos. O material elaborado consiste em um roteiro de aulas práticas que aborda temas fundamentais como: noções de segurança, gestão de resíduos, identificação e funções das principais vidrarias, bem como formas de lavagem e manuseio desses materiais, entre outros. Após os conceitos fundamentais, iniciam-se as atividades experimentais que são compostas por uma breve introdução e algumas questões a serem respondidas ao longo do trabalho. Todos os experimentos foram desenvolvidos de modo a atender os princípios dos 3R's (Reduzir, Reutilizar, Reciclar) e de forma a fazer com que os estudantes adquiram a consciência de sua responsabilidade perante a sociedade quanto aos resíduos gerados durante as atividades experimentais. Na elaboração do Roteiro de Aulas Práticas, buscou-se uma linguagem simples e explicativa, com exemplos para elucidação dos conceitos. Para sua avaliação, o material aqui elaborado foi analisado por professores de Química Analítica Qualitativa e por professores da área de Educação em Química em nível de Ensino Superior, por um professor de Curso Técnico em Química e por um profissional Técnico em Química habituado com o preparo de atividades práticas na área de Química Geral e Química Analítica Qualitativa. A maioria dos avaliadores apontou que o Roteiro de Aulas Práticas elaborado apresenta clareza e simplicidade na explanação dos conceitos e a abordagem dos princípios dos 3R's foi realizada de forma satisfatória através da redução do volume de reagentes utilizados. Além disso, este roteiro foi considerado adequado para o nível técnico. As sugestões feitas pelos avaliadores foram, em sua grande maioria, consideradas para aperfeiçoamento e correção do material.

Palavras-chave: Atividades Práticas. Química Analítica Qualitativa. Gestão de Resíduos. Ensino de Química. Formação Profissional.

ABSTRACT

The present work analyzes the feasibility of the use of a teaching material for the discipline of chemical analysis I in a chemical technician course in the city of Porto Alegre where it was implemented a waste management Project. The material produced is the fundamental issues for a good development of practical activities in a chemistry lab, as notions of safety, waste management, identification and functions of the leading glassware, as well as forms of washing and handling of these materials, among others. After the fundamental concepts, initiated experimental activities that consist of a brief introduction and some questions to be answered throughout the work. All the experiments were developed in order to meet the principles of 3R's (Reduce, reuse, recycle) and in order to make students acquire awareness of its responsibility towards society as for the waste generated during experimental activities. In drawing up the Roadmap of practical activities, a simple and explanatory language was sought, with examples for elucidation of the concepts. For its evaluation, the elaborated handout was analyzed by Qualitative Analytical Chemistry teachers and professors of education in chemistry at higher education level, by a Chemical Technician Course teacher and a technical professionals in chemistry used to prepare practical activities of Qualitative Analytical Chemistry. Most reviewers pointed out that the script of practical activities designed features clarity and simplicity in the explanation of the concepts and approach the 3Rs principles was addressed satisfactorily by reducing the volume of reagent used. In addition, this script was considered suitable for the technical level. The suggestions made by the reviewers were, for the most part, considered for improvement and correction of the material.

Keywords: Experimental activities. Qualitative Analytical Chemistry. Waste management. Chemistry teaching. Vocational Training.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Escola pública que oferta o curso técnico em química.....	19
Figura 2. Laboratório com diversos reagentes químicos.....	20
Figura 3. Almojarifado da escola pública que oferta o curso técnico em química.....	20
Figura 4. Sala de preparação de reagentes.....	21
Figura 5. Experimento sobre bico de Bunsen contido no material da escola técnica.....	22
Figura 6. Experimento sobre bico de Bunsen contido no Roteiro de Aulas Práticas.....	23
Figura 7. Experimentos de Técnicas de Análise Qualitativa contido no material da escola técnica.....	24
Figura 8. Introdução sobre Técnicas de Análise Qualitativa do Roteiro de Aulas Práticas.....	25
Figura 9. Experimento de Técnicas de Análise Qualitativa contido no Roteiro de Aulas Práticas.....	26
Figura 10. Experimento de identificação de cátions utilizando grandes quantidades de reagentes.....	27
Figura 11. Experimento de identificação de cátions baseado no Princípio dos 3R's.....	28
Figura 12. Questionário do Roteiro de Aulas Práticas.....	29
Figura 13. Marcha Analítica realizada pela Escola com Curso Técnico.....	30
Figura 14. Marcha Analítica do Carbonato.....	31
Figura 15. Caso investigativo sobre coprocessamento do Roteiro de Aulas Práticas.....	35
Figura 16. Caso investigativo sobre incineração do Roteiro de Aulas Práticas.....	36
Figura 17. Caso investigativo sobre aterros do Roteiro de Aulas Práticas.....	36
Figura 18. Caso investigativo sobre caso Celobar® do Roteiro de Aulas Práticas.....	37
Figura 19. Quadro com aviso sobre precauções a serem tomadas ao longo das atividades experimentais.....	38

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	7
2. OBJETIVOS.....	9
3. REFERENCIAL TEÓRICO.....	10
3.1. A importância da construção de material didático para a formação dos professores.....	10
3.2. Gestão de resíduos químicos em laboratórios de ensino.....	12
3.3. O princípio dos 3R's.....	13
4. METODOLOGIA.....	15
4.1. Primeiro contato com as professoras do Curso Técnico em Química.....	15
4.2. Contexto Escolar.....	16
4.3. Elaboração do Roteiro.....	16
4.4. Avaliação do Roteiro.....	17
5. APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS.....	18
5.1. Diagnóstico.....	18
5.2. O Roteiro de Aulas Práticas.....	22
5.3. Questionário com Professores e Técnico em Química.....	33
6. CONCLUSÃO.....	39
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	40
APÊNDICES.....	42

1. INTRODUÇÃO

Atualmente, seja pela conscientização ambiental, seja pela severidade e ampliação da legislação ambiental brasileira, houve uma demanda crescente por desenvolver e ampliar sistemas de gestão mais eficientes desde o ponto de vista ambiental, econômico e social em diferentes âmbitos (industrial, educacional, etc.).

Inúmeras universidades brasileiras, conscientes de sua responsabilidade social e do papel que exercem na formação dos futuros profissionais e cidadãos, bem como dos danos ambientais provocados por um descarte inadequado dos resíduos perigosos nela gerados durante diferentes atividades, implantaram, desde a década de 90, programas de gerenciamento de resíduos. Contudo, até o dia de hoje, o mesmo tipo de programa não é fomentado nas escolas de ensino fundamental, médio e/ou técnico das redes de ensino público/privado do nosso país. Tal fato, associado à precária infraestrutura física disponível nas escolas, falta de técnicos qualificados e materiais/insumos adequados, pode favorecer que as aulas de Ciências/Química sejam, majoritariamente, teóricas.

No contexto da Educação Básica, muitas vezes os professores encontram dificuldades logísticas e estruturais para dispor de forma adequada os resíduos gerados. Acrescido a esta realidade, o Conselho Regional de Química (CRQ) aponta que não compete ao Licenciado em Química o desempenho de atividades como a produção, tratamentos prévios e complementares de produtos e resíduos. Desta forma, na maioria dos casos os resíduos químicos acabam sendo descartados na pia do laboratório ou permanecem estocados por um longo período até que sejam descartados de forma adequada.

Como uma forma de não causar danos ao meio ambiente, deve-se prioritariamente evitar a geração de resíduos, minimizar a sua produção e reaproveitar, sempre que possível, os resíduos gerados. Nesse sentido, deverá existir um empenho na recuperação dos resíduos gerados por vários tipos de processos, objetivando torná-los úteis novamente. Caso a reutilização não seja possível, deve-se tratar ou dispor de forma eficaz todo o resíduo gerado.

Diante da problemática apresentada, as instituições que oferecem o curso técnico em química, como a escola que será investigada neste estudo, precisam desenvolver ações conscientes e responsáveis para gerenciar os rejeitos ou insumos produzidos nos laboratórios de ensino. Portanto o presente estudo visa a reelaboração do material utilizado nas atividades práticas da área da Química Analítica Qualitativa de uma escola de ensino Técnico em Química (TQ) da rede pública do estado do Rio Grande do Sul, com o intuito de fomentar a diminuição

e, quando possível, a substituição de reagentes perigosos, a reutilização dos resíduos gerados, bem como destinação correta dos mesmos.

Conforme o Plano Pedagógico do referido Curso Técnico em Química (TQ), os Técnicos em Química receberão a formação adequada para: manusear as matérias primas, reagentes e produtos de forma correta e segura; conhecer regras de segurança tendo em vista os aspectos toxicológicos dos reagentes empregados; atuar na implementação e manutenção dos sistemas de gestão ambiental levando em consideração a importância e aspectos práticos de preservação ambiental, no impacto dos processos ambientais e no tratamento adequado dos resíduos; conhecer a legislação ambiental e desempenhar atividades como controle de qualidade, de pesquisa e desenvolvimento de produtos químicos, bem como identificar, operar, aperfeiçoar e controlar processos químicos e equipamentos industriais cuja base científico-tecnológica seja a química ou áreas afins.

Desta forma, justifica-se este trabalho como uma análise sistemática do contexto escolar do Curso Técnico em Química em questão, da reestruturação do material didático contendo as atividades práticas e da discussão sobre a necessidade de conscientização dos técnicos em química sobre a gestão e tratamento de resíduos. Conforme apontamentos da literatura, a maioria das instituições de ensino técnico brasileiras não tem uma política institucional clara que permita um tratamento global do problema.

Cabe destacar, que este trabalho é parte integrante de uma investigação maior em nível de mestrado que visa à implementação de um projeto de gestão de resíduos na escola estudada. Neste sentido, o objetivo maior deste TCC é o de reestruturar o material didático que contém os roteiros das práticas realizadas com os alunos na disciplina de Análise Química I, utilizando estratégias simples como a substituição do uso de uma substância perigosa por uma não perigosa, redução do volume de reagentes empregados nas práticas, com a consequente redução dos resíduos químicos produzidos, conscientização dos estudantes através de informações adicionais e questionamentos relacionados com a possibilidade de realizar a recuperação e/ou reciclagem dos resíduos.

2. OBJETIVOS

O objetivo geral deste trabalho é a reestruturação do material didático que contém os roteiros das práticas da disciplina Análise Química I de um Curso Técnico em Química, para que este aborde tanto aspectos teóricos quanto práticos da análise química qualitativa baseada nos princípios dos 3R's (Reduzir, Reutilizar, Reciclar)

Os objetivos específicos são:

- Observar o contexto escolar e as rotinas das aulas experimentais bem como o material que era empregado;
- Avaliação do material didático aqui mencionado, acima no objetivo geral, por professores de química da Educação Superior e de Curso Técnico, assim como um técnico em química atuante na preparação de aulas experimentais da área de Química Geral e Química Analítica no ensino superior.

3. REFERENCIAL TEÓRICO

3.1. A importância da construção de material didático para a formação dos professores

Os materiais didáticos podem ser considerados um meio ou instrumento para condução da prática docente (ARAN, 1999). Em geral, devem integrar um ciclo mais completo de ensino-aprendizagem, ou seja, por mais bem elaborados que sejam, não garantem, por si só, a qualidade e efetividade do processo de ensino e aprendizagem, por isso, cumprem um papel de mediação e não podem ser utilizados como se fossem começo, meio e fim de um processo didático (FREITAS, 2009).

Diversos materiais didáticos têm sua aplicação em certas estratégias de ensino inviabilizadas, pois possuem certa rigidez, por esse motivo, algumas vezes, o professor se recusa a adotar fielmente esses manuais didáticos do mercado, fazendo adaptações, tentando moldá-los à sua realidade escolar e convicções pedagógicas (SANTOS, 2007). Outra forma de tornar esses materiais um recurso de apoio para o desenvolvimento e planejamento das unidades de aprendizagem, tanto para docentes quanto discentes, é o desenvolvimento de materiais didáticos por parte dos docentes, a fim de que se obtenha algo mais específico para as características de uma determinada disciplina.

Nogueira (2012, p. 102) mostra a importância dos materiais didáticos como um projeto global, que poderá utilizar-se de outros materiais complementares. A concepção do ato de elaborar um material didático engloba as fases de planejamento, construção, produção e o seu uso, visto sob essas duas perspectivas: conteúdo didático e material didático enquanto objeto. Para que esse projeto global seja atendido de forma eficaz, deverá contemplar as seguintes características:

- Seu planejamento enquanto objeto: questões financeiras, tipo de mídia a ser disponibilizado, perfil do público a ser atingido;
- Seu planejamento enquanto conteúdo: Possibilidades de uso do material didático, objetivos de aprendizagem, estrutura do conteúdo, atividade e avaliação, complexidade (o problema do instrucionismo), linguagem, ritmo, direitos autorais;
- Sua construção: divisão do conteúdo, elementos visuais e sonoros, metodologia de construção e cronograma;
- Suas questões técnicas de produção: orçamento, técnicas de produção e características do objeto a ser produzido;
- Suas questões em relação ao uso do material (avaliação do objeto): contexto no qual o material didático será utilizado, formas de utilização e feedback.

Mais especificamente, as explicações básicas que um material didático deve conter são (ATIENZA, 1994):

- Justificação teórica, rigorosa e argumentativa das ações práticas (justificativa dos objetivos, conteúdos, materiais, atividades, etc.);
- Relação entre aspectos teóricos e práticos;
- Relação ou articulação entre as atividades, conteúdos e objetivos;
- Indicações acerca da maneira de atuação e suas razões;
- Inclusão de dados para a observação e reflexão sobre as ações.

O material didático deve ser desenvolvido de forma a estar de acordo com o Plano Político Pedagógico da escola. De acordo com Veiga, *et al.* (2008), o Plano Político Pedagógico é mais do que agrupar planos de ensino e atividades diversas. Ele é construído e vivenciado em todos os momentos, por todos os envolvidos com o processo educativo da escola. O projeto possui o compromisso sociopolítico com os interesses reais e coletivos da população majoritária e na dimensão pedagógica está engajado na formação do cidadão participativo, responsável, compromissado, crítico e criativo. Nesse sentido, se o Plano Político Pedagógico do Curso Técnico em Química estipula requisitos básicos que os Técnicos em Química devem possuir em sua formação, é fundamental que sejam desenvolvidos materiais didáticos que contribuam para tal formação e princípios. Sejam eles (ESCOLA, 2011):

- Manusear adequadamente matérias primas, reagentes e produtos;
- Conhecer técnicas de manuseio e armazenamento de amostras, matérias primas, reagentes e produtos;
- Reconhecer os aspectos toxicológicos relacionados aos reagentes;
- Conhecer regras de segurança e higiene; atuar na implantação e manutenção de sistemas de gestão ambiental;
- Dimensionar a importância e os aspectos práticos de preservação do ambiente, no impacto dos processos industriais e de tratamento de resíduos;
- Conhecer legislação ambiental e, finalmente, desempenhar atividades de analista de laboratórios de controle de qualidade, de pesquisa e de desenvolvimento de produtos químicos, bem como de identificar, operar, aperfeiçoar e controlar processos químicos e equipamentos industriais cuja base científico-tecnológica das matérias-primas, insumos, produtos e processos sejam a química ou áreas afins.

A produção de material didático faz com que o professor deixe de ser apenas “consumidor” de materiais já existentes para ser produtor de conhecimento, adequando esse material à realidade da escola e ao perfil escolar de seus alunos, atingindo-se dessa forma os objetivos propostos.

3.2. Gestão de resíduos químicos em laboratório de ensino

O gerenciamento de resíduos em laboratórios de ensino e pesquisa no Brasil começou a ser mais discutido a partir de 1990. Diversos fatores, como a falta de órgãos responsáveis pelo controle do descarte de resíduos, falta de conscientização e descarte inadequado, levaram a contaminações ambientais e desperdícios de reagentes pois esses resíduos gerados no laboratório eram, muitas vezes, descartados na pia sem qualquer tratamento prévio ou preocupação com a contaminação à biota aquática e aos seres humanos (AFONSO *et al.*, 2003)

A implementação de programas de gestão de resíduos traz resultados a médio e longo prazo, pois necessita da mudança de atitudes através da reeducação e persistência (JARDIM, 1998).

Com o intuito de facilitar a gestão de resíduos, alguns passos podem ser seguidos (CUNHA, 2001; JARDIM, 1998, p. 672):

1. Prevenir a geração de resíduos, modificando ou substituindo o experimento por outro.
2. Utilização de menores quantidades de reagentes, gerando assim menores quantidades de resíduos (BAADER, *et al.*, 2001).
3. Segregar e concentrar quantidades de resíduos de modo a tornar viável e economicamente possível a atividade gerenciadora (AMARAL, *et al.*, 2001; BAADER, *et al.*, 2001).
4. Reciclar, quando possível, os resíduos gerados.
5. Tratar o resíduo gerado da forma mais adequada, estocando-o pelo menor tempo possível.
6. Dispor o resíduo de forma segura.

Para que esses itens da gestão de resíduos sejam inseridos no cotidiano da Escola com Curso Técnico em Química, é de suma importância que inicialmente o material de apoio, empregado nas aulas experimentais, venha a corroborar com esses princípios.

Nesse sentido, devem ser priorizados a não geração, a minimização da geração e o reaproveitamento dos resíduos, a fim de evitar os efeitos negativos sobre o meio ambiente (UFPA, 2009). Como afirma Gerbase *et al* (2005), qualquer tipo de resíduo necessita de um tratamento eficaz ou de uma adequada disposição final. Sempre que possível, existe um

empenho na recuperação dos resíduos gerados por vários tipos de processos, objetivando torná-los úteis novamente.

Diante da problemática apresentada, as instituições que oferecem o curso técnico em química precisam desenvolver ações conscientes e responsáveis para gerenciarem os rejeitos ou insumos gerados nos laboratórios de ensino. Uma forma de tornar isso possível é através do desenvolvimento de materiais didáticos que, além de servirem como materiais de apoio e conhecimento, sirvam para promover a conscientização em relação à quantidade, separação e correto descarte dos resíduos químicos gerados nas atividades práticas do Curso Técnico em Química.

3.3.O princípio dos 3R's (Reduzir, Reutilizar e Reciclar)

Nos cursos profissionais em Química, um dos objetivos fundamentais é que os estudantes tenham conhecimento e estejam aptos para lidarem com materiais perigosos de maneira correta e responsável. Porém, muitas vezes, não há a preocupação com a quantidade de resíduos gerados e a forma como eles serão tratados e descartados. Nesse sentido, a prática de gerenciamento de resíduos químicos em laboratórios de ensino e pesquisa é de extrema importância, tanto do ponto de vista ambiental quanto econômico.

O gerenciamento de resíduos permite ao aluno uma melhor conscientização acerca da problemática que é a geração, processamento e o descarte de resíduos químicos, tendo a oportunidade de ampliar e consolidar os conhecimentos químicos levando em consideração as questões ambientais. Uma das formas de se implementar a consciência ambiental no cotidiano das escolas e cursos técnicos é através da utilização da política dos “3R’s” (Reduzir, Reutilizar e Reciclar). Essa política refere-se a um princípio voltado para a gestão dos resíduos sólidos, sugerido na Conferência da Terra (Rio de Janeiro, 1992), com o intuito de diminuir o consumo desmedido pela população. Os principais objetivos são: a redução ao mínimo dos resíduos e a maximização ambientalmente saudável do reaproveitamento e da reciclagem dos resíduos (HIRATA *et al.*, 2015).

As aulas experimentais realizadas nas instituições de ensino devem ser planejadas de forma a reduzir-se ao máximo a escala de trabalho a fim de que se obtenham as menores quantidades de resíduos possíveis, sem comprometer a realização da prática e o entendimento da mesma por parte dos alunos. Além disso, as atividades práticas devem priorizar a utilização de reagentes menos tóxicos e causadores de problemas ambientais e à saúde humana bem como

serem executadas de modo a permitirem a reutilização dos resíduos em outros experimentos. Essa atividade ajuda a despertar a responsabilidade socioambiental e a promover o desenvolvimento de uma consciência ética, se opondo à prática comum e não sustentável de descartar inadequadamente (jogar na pia ou no lixo) qualquer resíduo/rejeito gerado em aulas experimentais (MACHADO; MÓL, 2008)

De acordo com Paim, Palma e Eifler-Lima (2002, p. 24), as atividades implementadas num laboratório de ensino devem seguir uma determinada hierarquia e procedimentos padronizados, que podem ser assim definidos:

- 1- Prevenir a geração de resíduos;
- 2- Minimizar a proporção de resíduos perigosos que são inevitavelmente gerados;
- 3- Segregar e concentrar correntes de resíduos de modo a tornar viável a atividade gerenciadora;
- 4- Reusar internamente ou externamente;
- 5- Reciclar o material ou componente energético do resíduo;
- 6- Manter todo o resíduo produzido na forma mais passível de tratamento;
- 7- Tratar e dispor o resíduo de maneira segura.

4. METODOLOGIA

O trabalho foi realizado em uma escola pública de Porto Alegre, no curso Técnico em Química. A escola apresenta duas modalidades de curso técnico: integrado ao ensino médio, no período diurno, e subsequente ao ensino médio, no período noturno.

A realização do estudo aqui detalhado consistiu na execução de etapas relacionadas com: o contato com o professor regente da disciplina no Curso Técnico; a observação do contexto escolar e das rotinas das aulas experimentais; a elaboração do roteiro e avaliação do material didático por professores de química da Educação Superior e de Curso Técnico, assim como por um técnico em química atuante na preparação de aulas experimentais da área de Química Geral e Química Analítica no ensino superior. A seguir, nas seções 4.1, 4.2, 4.3 e 4.4 são detalhadas cada uma destas etapas.

Também é importante destacar que a pesquisa realizada se caracteriza como um estudo de caráter qualitativo já que apresenta um enfoque descritivo e interpretativo, sem apresentar a necessidade de recursos estatísticos para a análise de dados e também, não busca enumerar e/ou medir os eventos estudados (LUDKE; ANDRE, 1986). Nas pesquisas qualitativas, a obtenção de dados se dá através de contato direto e interativo do pesquisador com a situação em estudo, sendo necessário o empenho do pesquisador em entender os fenômenos, segundo as perspectivas dos participantes da situação em estudo, estabelecendo então sua interpretação dos fenômenos estudados.

4.1. Primeiro contato com as professoras do Curso Técnico em Química

Inicialmente, foram realizadas reuniões com as professoras de Química do Curso Técnico com o intuito de verificar o material didático que era utilizado na disciplina Análise Química I e investigar as necessidades de modificações e aperfeiçoamento do referido material.

Diversos apontamentos foram realizados pelas professoras em diferentes momentos da reestruturação do material didático, para que o roteiro permitisse organizar e unificar as atividades já em uso e que pudesse atualizar alguns experimentos de modo a englobar os princípios dos 3R's de uma forma simples e clara.

4.2. Contexto escolar

A etapa de estudo do contexto escolar está baseada em um trabalho realizado por Ramm, Sirtori e Passos (2016), no qual foram avaliados os documentos oficiais da escola, como o Projeto Político Pedagógico, para que fossem verificados os objetivos principais do Curso Técnico em Química. Nesse trabalho, foi verificado com as professoras a necessidade e importância do gerenciamento de resíduos na escola técnica e de que forma isso poderia ser abordado nas aulas práticas.

Partindo dos objetivos centrais contidos no Plano Político Pedagógico e atendendo as necessidades expostas pelas professoras, de acordo com a realidade da escola, ou seja, compatível com a estrutura do laboratório de ensino, com os reagentes disponíveis, com a situação econômica da escola e com a disponibilidade e envolvimento dos professores no gerenciamento de resíduos, iniciou-se o processo de elaboração do roteiro. No capítulo de discussão dos dados o contexto escolar (seção 5.1) será apresentado de forma mais detalhada.

4.3. Elaboração do Roteiro

Os roteiros de aulas práticas elaborados consistem em uma adaptação das atividades práticas a partir do material que era utilizado pelas professoras de química do Curso Técnico, acrescido de uma complementação teórica baseada em pesquisa bibliográfica onde se buscaram diferentes abordagens de cada tópico em livros de Química Analítica Qualitativa do ensino superior, apostilas de Química Analítica Qualitativa de outros cursos técnicos em química, em artigos e em materiais didáticos alternativos disponíveis tanto na forma impressa quanto em *sites* da internet. Esses materiais estão referenciados no próprio material didático elaborado (Apêndice A). O Roteiro de Aulas Práticas desenvolvido foi impresso no formato folheto, assim há algumas páginas em branco, para que as unidades iniciem sempre em página ímpar.

O material utilizado como referência para este trabalho, que é utilizado pelas professoras na Escola com Curso Técnico, consiste em folhas soltas e arquivos antigos de materiais elaborados pela própria docente regente da disciplina, ou retirados de diversos livros didáticos, que são impressos e distribuídos aos alunos ao longo do semestre letivo. Algumas dessas folhas já se encontram impressas e são apenas fotocopiadas. Esse material é composto por roteiros para a realização dos experimentos, em geral, sem uma introdução antes da realização das

atividades práticas e sem uma reflexão sobre os princípios dos 3R's, além de possuir, cada qual, uma formatação diferente.

Visando contemplar os princípios dos 3R's e seu uso como material de apoio, o roteiro foi elaborado usando uma linguagem simples e explicativa, com ilustrações e questionários que visam despertar o interesse e envolver o aluno em situações de aprendizagem que o farão consolidar os conceitos fundamentais vistos durante as unidades do roteiro de aulas práticas.

No capítulo 5.2 serão demonstrados alguns exemplos desses materiais utilizados pela Escola com Curso Técnico e as modificações realizadas no Roteiro de Aulas Práticas desenvolvido neste trabalho.

4.4. Avaliação do Roteiro

O material elaborado foi submetido à avaliação de professores de química do ensino superior atuantes em disciplinas de química analítica, professores da área de educação química e professor de cursos técnicos, assim como um técnico em química familiarizado com o preparo de aulas experimentais da área de analítica que atua em instituição que utiliza os princípios dos 3R's.

A avaliação do material pelos professores e pelo técnico em química foi realizada através de instrumento orientador de avaliação específico elaborado por Silva (2015), apresentado no Apêndice B, que foi adaptado para as especificidades desta pesquisa. Este instrumento de pesquisa consiste em um questionário composto por questões discursivas que foi enviado aos professores e técnico através de correio eletrônico, com uma breve introdução dos principais objetivos deste trabalho e as motivações, bem como o termo de consentimento para a participação da avaliação. Participaram da pesquisa 4 professores de química (Ensino superior, Educação em Química e Curso Técnico) e 1 Técnico em Química.

As perguntas formuladas tiveram por objetivo verificar a forma como foram abordados os conceitos no roteiro, bem como a clareza e interpretação do texto e das atividades experimentais, além da efetivação dos princípios dos 3R's com as práticas e atividades propostas. Com isto, é possível a realização de uma análise crítica do material para a correção de eventuais falhas e aprimoramento do texto.

5. APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

5.1 Contexto Escolar

A escola pública onde é ofertado o curso técnico em Química (Figura 1) está localizada na cidade de Porto Alegre e foi criada pelo decreto 2143 de 16 de novembro de 1946. Iniciou suas atividades com 48 candidatos na primeira série ginásial.

Em virtude da Lei 5692/71, o Colégio passou a oferecer as habilitações de Secretariado, Publicidade, Auxiliar de escritório, Desenhista de Publicidade e Auxiliar de Laboratório de Análises Químicas, autorizadas pela portaria SEC 407 de 04 de janeiro de 1974. A habilitação de Química foi autorizada pela portaria SEC 6039 de 04 de julho de 1975.

O curso ginásial cessou suas atividades em 1975 e a partir de 1976, o estabelecimento passou a oferecer somente o antigo 2º grau, hoje Ensino Médio.

Com a vigência da Lei 7044/82, a partir de 1984 a Escola passou a oferecer o Ensino de 2º grau na Modalidade de Preparação para o Trabalho, em substituição às habilitações, mantendo, o entanto, o curso Técnico em Química (TQ), como complementação de estudos após a conclusão do Ensino Médio. O curso Técnico em Química é o único da rede estadual em Porto Alegre.

A escola investigada possui Ensino Médio Politécnico e os Cursos Técnicos em Química e Informática na modalidade subsequente. Para o ingresso no TQ é necessário que o aluno tenha concluído o Ensino Médio e faça sua inscrição via sistema SEDUC (Secretaria da Educação). Quando o número de candidatos for superior às vagas ofertadas pela escola, é realizado sorteio público. Tendo sido classificado no processo seleção, o candidato deverá realizar todas as etapas da matrícula, nas datas estabelecidas pelo calendário de matrícula, sob a pena de perder a sua vaga.

O TQ está estruturado em três etapas de formação, de 400 horas cada uma totalizando 1200 horas e mais 400 horas de estágio supervisionado na quarta etapa. O currículo está organizado por Competências que estão relacionadas ao Perfil Profissional das atividades de um Técnico em Química (ESCOLA, 2011).

Dessa maneira, as competências do profissional e as suas habilidades específicas estão organizadas de acordo com a seguinte estrutura:

- ETAPA I
 1. Realizar técnicas básicas experimentais em substâncias químicas, utilizando normas de segurança e higiene.
 2. Executar análise química qualitativa inorgânica e orgânica.

- ETAPA II
- 3. Elaborar, executar e apresentar projetos de pesquisa aplicando metodologia científica, visando o empreendedorismo e a busca de novas tecnologias.
- 4. Realizar procedimentos analíticos quantitativos em matérias-primas, produtos acabados e amostras diversas.
- 5. Administrar e executar programas de qualidade e melhorias no ambiente de trabalho.
- ETAPA III
- 6. Realizar análises químicas instrumentais no controle de qualidade de produtos e em laboratórios de prestação de serviços.
- 7. Realizar processos analíticos de controle microbiológico.
- 8. Monitorar e controlar processos industriais químicos e sistemas de utilidades, executando operações em equipamentos industriais e operações de proteção de instalações.
- ETAPA IV
- 9. Estágio Supervisionado (ESCOLA, 2011, p. 3).

No segundo semestre letivo do ano de 2016, a escola conta com 30 alunos matriculados na Etapa I, 11 alunos frequentando a Etapa II, e 11 alunos frequentando a Etapa III, referentes ao curso Técnico em Química. Em geral, a etapa I inicia com aproximadamente de 30 a 35 alunos e são aprovados em torno de uma dezena de alunos para a etapa II.

Figura 1. Escola pública que oferta o curso Técnico em Química.



A escola possui dois laboratórios. O laboratório 1 (Figura 2) é composto por bancadas, armários para vidrarias, vidrarias e materiais diversos para uso em laboratório, balanças analíticas, medidor de pH, chapas de aquecimento e centrífuga, enquanto o laboratório 2 é composto por bancadas, armários para vidrarias, vidrarias para laboratório, autoclave, estufa, bomba de vácuo e rotavapor. É importante salientar a inexistência de capelas nos laboratórios.

Figura 2. Laboratório da escola pública que oferta o curso Técnico em Química.



No almoxarifado (Figura 3) é possível encontrar aproximadamente 300 reagentes químicos inorgânicos e orgânicos e na sala de preparação de reagentes (Figura 4), encontra-se um refrigerador e um destilador.

Figura 3. Almoxarifado com diversos reagentes químicos.



Figura 4. Sala de preparação de reagentes



As três salas de aulas onde se concentram as atividades teóricas e práticas do Curso Técnico em Química são equipadas com 24 cadeiras e classes para os alunos, mesa e cadeira para o professor, quadro branco, mural e projetor multimídia. Além das salas de aula, há uma sala de informática com 9 computadores.

O corpo docente é formado por 5 professores formados em Licenciatura Plena em Química em diferentes universidades. Muitos desses docentes possuem a formação como técnicos em Química e, outros, também atuaram, no passado, como profissionais técnicos em Química em diferentes indústrias.

O trabalho desenvolvido por Ramm, Sirtori e Passos (2016) mostrou que os resíduos não são recolhidos, ou seja, são descartados diretamente na pia ou lixo comum. Nesse mesmo trabalho, salienta-se que os professores da escola julgam importante e fundamental a mudança dos roteiros experimentais (substituição e/ou exclusão de reagentes tóxicos, etc.) para a formação de cidadãos críticos e conscientes de seu papel como profissionais e na sociedade. Dessa forma, unindo os objetivos da escola com as necessidades apresentadas pelas professoras de Química, levando em consideração a estrutura e realidade da escola, as atividades práticas desenvolvidas foram planejadas de modo a contemplar os princípios dos 3R's.

5.2 O Roteiro de Aulas Práticas

O Roteiro de Aulas Práticas (APÊNDICE A) elaborado visou contemplar os princípios dos 3R's e seu uso como material de apoio às aulas teóricas da disciplina de Análise Química I. Desta forma, demonstramos alguns exemplos dos materiais utilizados pela Escola com Curso Técnico e as modificações realizadas no Roteiro de Aulas Práticas desenvolvido neste trabalho.

Conforme se verifica na Figura 5, no experimento sobre o Bico de Bunsen, não há uma introdução teórica que permita ao aluno um direcionamento no momento da atividade experimental, não são ditos os objetivos do experimento e não há figuras para facilitar a correspondência com o que o estudante está verificando na prática. Essa questão foi aprimorada pela adição de imagens e breves explicações sobre as partes de um Bico de Bunsen, suas características e forma de uso, para que dessa forma o experimento seja realizado de forma mais correta e segura (Figura 6). Esta reestruturação foi realizada em todas as unidades, de forma a permitir ao professor maior subsídio teórico para a introdução das atividades experimentais. Além de organizar as atividades em sequência previamente discutida com a professora regente da disciplina.

Figura 5. Experimento sobre Bico de Bunsen contido no material da Escola Técnica.

PRÁTICA 1 – Bico de Bunsen – estudo

Material : Bico de gás, agarrador de madeira e cápsula de porcelana.

Procedimento

- 1) Observar as diversas partes do bico de gás do laboratório. Ligue o gás (observe que existe uma torneira na bancada que permite o acesso do gás da tubulação para a mangueira do bico, na base do bico existe uma válvula que, quando aberta, permite o acesso do gás no interior do bico) e acenda o queimador do bico com um palito de fósforo ACESO!!!. Gire lentamente o anel que regula a abertura das janelas (em bicos pequenos aconselha-se regular as janelas antes de acender o queimador, pois o calor da chama se transmite para o anel do bico, esquentando-o em demasia). Anote o que acontece com a chama nas seguintes situações:
 - a) com as janelas abertas
 - b) com as janelas fechadas
 - c) com as janelas semi-abertas
- 2) Desligue o bico. Feche as janelas e acenda o bico de gás. Com um agarrador de madeira segure uma cápsula de porcelana com sua base sobre a chama durante uns 20 segundos. Observe a superfície que ficou exposta à chama.
 - a) Explique o que ocorreu.
 - b) Como se denomina esta chama?
- 3) Abra as janelas do bico, ligue o gás e acenda a chama. Coloque uma cápsula limpa na chama como anteriormente e observe.
 - a) Como ficou a superfície da cápsula exposta à chama?
 - b) Como se denomina esta chama?
 - c) Qual a finalidade do anel que rodeia a haste?
- 4) Coloque um palito de fósforo (sem cabeça) numa chama luminosa e outro em uma chama não-luminosa. Observe. Em qual deles o palito queima mais rápido? Por quê?
- 5) A chama não-luminosa possui uma região quente e outra menos quente. Coloque um palito de fósforo nas duas zonas e verifique se existe diferença na velocidade de queima do palito. Observe.

Figura 6. Experimento sobre Bico de Bunsen contido no Roteiro de Aulas Práticas

Experimento: Bico de Bunsen

O bico de Bunsen é utilizado no laboratório como fonte de calor para diversas finalidades, como: aquecimento de soluções, estiramento e preparo de peças de vidro, entre outros. Possui como combustível normalmente GLP (Gás Liquefeito de Petróleo) – que é uma mistura de butano e propano – e como comburente o oxigênio do ar atmosférico, que em proporção adequada permite obter uma chama de alto poder energético.

I) Conhecendo o bico de Bunsen: Os principais objetivos deste experimento estão vinculados ao contato dos alunos com o bico de Bunsen, ao modo correto de manuseá-lo e ao reconhecimento das diferentes regiões da chama.

Materiais:

- Agarrador de madeira
- Bico de Bunsen
- Cápsula de porcelana
- Fósforo

Procedimento:

1. Observar as diversas partes do bico de Bunsen.
2. Ligar o gás (Deverá existir uma torneira que permite o acesso do gás da tubulação para a mangueira do bico e na base do bico há uma válvula que permite o acesso ao gás no interior do bico).
3. Fechar completamente a entrada de ar primário ("janelas") do bico.
4. Acender o fósforo.
5. Abrir lentamente a válvula do gás e aproximar a chama do fósforo lateralmente, obtendo uma chama grande e luminosa, de cor amarelada.
6. Abrir vagarosamente a entrada de ar primário (janelas). Anotar o que ocorre nas seguintes situações:

No material até então utilizado pela docente do curso Técnico, em especial nos experimentos referentes às técnicas de análise qualitativa (Figura 7), pode-se perceber que uma mesma atividade prática está distribuída em diferentes técnicas, gerando certa confusão na interpretação dos procedimentos. Observa-se que não há indicação dos objetivos a serem alcançados e não há informações sobre gerenciamento dos resíduos gerados durante o experimento. No roteiro de aulas práticas elaborado nesse trabalho de conclusão de curso, inicialmente foram abordadas as principais características das técnicas de análise qualitativas (Figura 8) e posteriormente, foram desenvolvidas tabelas que representam um único experimento contendo diversas técnicas de análise qualitativa (Figura 9). Dessa maneira, o aluno pode perceber claramente as diferentes técnicas empregadas em um mesmo experimento. A tabela identifica os materiais e reagentes que serão utilizados para a realização do experimento, o protocolo de reagentes que deverá ser pesquisado pelo aluno antes da realização

da atividade prática e registrado em seu caderno de protocolo de reagentes, o procedimento experimental, um espaço para que sejam anotadas as observações e por fim, identificado pelo triângulo dos 3R's, o tipo de resíduo que está sendo gerado.

Figura 7. Experimentos de Técnicas de Análise Qualitativa contidos no material da escola técnica

TÉCNICAS DE ANÁLISE QUALITATIVA

1 – AGITAÇÃO – Em análises químicas, os resultados podem muitas vezes depender do simples ato de agitar. Quando se misturam duas soluções, elas não difundem rapidamente. Por isso, a menos que seja dito o contrário, TODAS as soluções devem ser agitadas quando ocorrer adição de reagentes (na maioria das vezes a agitação será feita com pequenas batidas na palma da mão, em casos que se exigir um contato mais íntimo, deve-se usar um bastão de vidro).

2 – PRECIPITAÇÃO – Se, ao reagirem duas soluções, houver a formação de um sólido (substância insolúvel), o processo é denominado de *precipitação*. Em escala semimicro, as precipitações são efetuadas em tubos de centrífuga. Os reagentes devem ser adicionados lentamente (gota a gota) e agitados.

Prática: Em um tubo de centrífuga coloque 5 gotas de cloreto de bário – BaCl_2 1N. Adicione 1 gota de ácido sulfúrico – H_2SO_4 3N e agite. Observe a formação de sólido (precipitado) branco. Reserve este tubo na estante. Escreva a reação de precipitação:

3 – CENTRIFUGAÇÃO – Quando uma mistura que contém um sólido é centrifugada, o sólido é forçado para o fundo do tubo da centrífuga, ficando compactado no fundo. O líquido sobrenadante é chamado de *centrifugado* e o sólido é o precipitado (ppt).

Prática: Coloque o tubo de centrífuga da prática anterior na centrífuga por aproximadamente 1 minuto (cuide para contrabalançar os pesos na centrífuga).

4 – PRECIPITAÇÃO COMPLETA – Nas reações de precipitação, devemos executar testes para verificar se as precipitações foram completas (o sucesso das análises sistemáticas depende de precipitações completas em cada etapa). O teste é feito adicionando, gota a gota, mais reagente precipitante ao centrifugado e observando se há ou não novas turvações (sempre que houver turvação deve-se centrifugar novamente e retestar se a precipitação foi completa).

Prática: Verifique se a precipitação de BaSO_4 foi completa, mediante a adição de 1 gota de H_2SO_4 1N (se houver turvação, centrifugar e testar novamente o centrifugado).

5 – REMOÇÃO DO CENTRIFUGADO – Em análises sistemáticas, após as centrifugações, os centrifugados são removidos e guardados em tubos de ensaio ou de centrífuga (a menos que seja dito o contrário). Esta remoção pode ser feita com uma micropipeta, tomando o cuidado para não remover o precipitado.

Prática: Remover o centrifugado da precipitação completa do BaSO_4 .

6 – EVITE EXCESSO DE REAGENTE – A adição de reagente precipitante deve ser feita gota a gota, porque em alguns casos, o excesso de reagente pode solubilizar os precipitados.

Prática: Em um tubo de ensaio, colocar 3 gotas de solução de nitrato de chumbo II – $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$. Adicionar 1 gota de HCl 6N (ou 1:1) e observar. Adicionar logo em seguida, mais gotas de HCl (o ppt solubiliza-se pela formação do ânion complexo tetracloreto de chumbo). Escreva as reações de precipitação e de solubilização do precipitado:

7 – LAVAGEM DO PRECIPITADO – Após a remoção do centrifugado (separação que nunca é perfeita), o precipitado remanescente no tubo está "molhado" com a solução original e conseqüentemente está contaminado pelos íons presentes no centrifugado. Tais íons podem causar interferências na análise do precipitado e são comumente removidos por lavagens.

A lavagem é feita adicionando a quantidade requerida de solução de lavagem e mexendo o sólido e a solução com um bastão de vidro. A mistura é então centrifugada e o líquido de lavagem é removido com micropipeta.

Prática: Recolher em um tubo de centrífuga 5 gotas de solução de BaCl_2 1N. Adicionar 5 gotas de cromato de potássio – K_2CrO_4 a 10%. Observar a formação de um precipitado amarelo. Faça a reação:

Centrifugar. Remover o líquido de lavagem para um outro tubo de ensaio. Observar que o líquido de lavagem tornou-se amarelado, indicando que houve remoção de íons cromato da superfície do precipitado. Confirme a presença dos íons cromato no líquido de lavagem pela adição de 3 gotas de acetato de chumbo II 0,1N (ou 5%), observando a formação de um precipitado amarelo de cromato de chumbo II. Faça a reação:

8 – AQUECIMENTO DE SOLUÇÕES – Uma solução contida em um pequeno tubo de ensaio não pode ser aquecida com segurança diretamente na chama (podem ocorrer projeções causando a perda de parte ou de todo o líquido contido no tubo, prejudicando todo o trabalho de análise). O método mais satisfatório de aquecimento de soluções em tubos de ensaio é o banho-maria.

Prática: Recolher em um tubo 5 gotas de solução que contenha cátion cobre II. Adicione 3 gotas de tioacetamida e aqueça o tubo em banho-maria. Observe a formação de um precipitado preto de CuS (sulfeto de cobre II ou sulfeto cúprico).

9 – TESTE DE ACIDEZ E ALCALINIDADE – Soluções aquosas quando ácidas tornam vermelho o papel de tornassol azul (se for vermelho, continuam vermelho). As soluções alcalinas tornam azul o papel de tornassol vermelho (se for azul, continuam azul). Quando a solução estiver em um tubo de ensaio ou outro pequeno recipiente, é inconveniente mergulhar o papel na solução. Em tais casos, coloque pequenos pedaços de papel tornassol sobre um vidro de relógio e teste o pH (ácido ou básico) da solução, agitando a solução com um bastão de vidro e tocando uma tira de papel com a ponta molhada do bastão.

Prática:

9.1 – Recolher em um tubo de ensaio 5 gotas de uma solução de Cu^{+2} . Adicionar NH_4OH (hidróxido de amônio) 3N até que a solução se torne alcalina (testar com papel tornassol vermelho). Observe a mudança de cor da solução. Adicione HCl 3N gota a gota até tornar a solução ácida (testar com tornassol azul), observe a cor da solução.

9.2 – Recolher em um tubo de ensaio 5 gotas de uma solução de Bi^{+3} . Alcalinizar com NH_4OH (hidróxido de amônio) 3N e depois acidifique com H_2SO_4 3N. Observe que haverá formação de ppt em meio alcalino.

Figura 8. Introdução sobre Técnicas de Análise Qualitativa do Roteiro de Aulas Práticas

6.1. Técnicas de análise química empregadas na Química Analítica Qualitativa

a) Agitação: Em análises químicas, os resultados podem, muitas vezes, depender do simples ato de agitar. Quando se mistura duas soluções, elas não se difundem rapidamente. Portanto, a menos que se diga o contrário, todas as soluções devem ser agitadas quando ocorrer adição de reagentes. A agitação poderá ser realizada manualmente com ou sem o auxílio de um bastão de vidro ou por meio de um agitador magnético.

b) Precipitação: Chamamos de precipitação a formação de um sólido (insolúvel) após uma reação. Em escala de semimicroanálise as precipitações são efetuadas em tubos de centrífuga. Os reagentes devem ser adicionados lentamente (gota a gota) e agitados.

c) Centrifugação: Quando uma mistura que contém um sólido é centrifugada, o sólido é forçado para o fundo do tubo de centrífuga. O líquido sobrenadante é chamado de *centrifugado* e o sólido é o *precipitado*.

d) Precipitação completa: Nas reações de precipitação, devemos executar testes para verificar se as precipitações foram completas (o sucesso das análises sistemáticas depende de precipitações completas em cada etapa). O teste é feito adicionando-se, gota a gota, o reagente precipitante ao centrifugado e observando se há turvação. Sempre que o sobrenadante estiver turvo deve-se fazer nova centrifugação). Fazer o teste para verificar se a precipitação foi completa.

e) Remoção do centrifugado: Após a centrifugação, os centrifugados são removidos e guardados em tubos de ensaio ou de centrífuga. Essa remoção é realizada com auxílio de uma pipeta Pasteur, tomando-se o cuidado de não remover o precipitado. Para facilitar a separação recomenda-se que o tubo de ensaio seja inclinado em 45° para assim realizar a separação. Também deve-se observar que a borracha de sucção acoplada à parte superior da pipeta Pasteur deve estar pressionada antes da pipeta Pasteur entrar em contato com o centrifugado.

f) Evitar excesso de reagentes: A adição de reagente precipitante deve ser feita gota a gota pois, em alguns casos, o excesso de reagente pode solubilizar o precipitado.

g) Lavagem do precipitado: Após a remoção do precipitado (separação que nunca é completa em sua totalidade), o precipitado remanescente no tubo está "molhado" com a solução original e, conseqüentemente, está contaminado pelos íons presentes no centrifugado. Tais íons podem causar interferências na análise do precipitado e são comumente removidos pelas lavagens. A lavagem é realizada adicionando-se uma quantidade requerida de solução de lavagem e, após, agitando-se o sólido e a solução com um bastão de vidro. A mistura é então centrifugada e o líquido de lavagem é removido utilizando-se pipeta Pasteur.

Figura 9. Experimento de Técnicas de Análise Qualitativa contido no Roteiro de Aulas Práticas.

I) Agitação, precipitação, centrifugação, precipitação completa e remoção do centrifugado

<p><i>Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Tubos de centrifuga • Centrifuga • Pipeta Pasteur • Tubos de ensaio 	<p><i>Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Solução de Cloreto de Bário (BaCl_2 (aq)) 1 mol L⁻¹ • Acido Sulfúrico (H_2SO_4 (aq)) 3 mol L⁻¹ • Acido Clorídrico (HCl (aq)) 6 mol L⁻¹
<p> <i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do BaCl_2 (vide Unidade 4), H_2SO_4 e HCl (vide Unidade 4).</p>	
<p><i>Procedimento:</i> Em um tubo de centrifuga, colocar 5 gotas de cloreto de bário 1 mol L⁻¹. Adicionar 1 gota de ácido sulfúrico 3 mol L⁻¹ e agitar. Observar a formação de um precipitado branco. Colocar o tubo na centrifuga tomando o cuidado de contrabalançar o peso com um tubo de centrifuga com a mesma quantidade de água. Se necessário, comparar os pesos de ambos os tubos em uma balança semi-analítica (precisão de 0,01 mg ou 0,1 mg). Verificar se a precipitação do BaSO_4 foi completa pela adição de 1 gota de H_2SO_4 1 mol L⁻¹. Se o centrifugado (solução superior ao precipitado) ficar turva, centrifugar e testar novamente o centrifugado. Com o auxílio de uma pipeta Pasteur, remover o centrifugado.</p> $\text{BaCl}_2 \text{ (aq)} + \text{H}_2\text{SO}_4 \text{ (aq)} \rightleftharpoons \text{BaSO}_4 \text{ (s)} + 2\text{HCl} \text{ (aq)}$	
<p><i>Observações:</i></p>	
<p> Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESIDUO AQUOSO com metais".</p>	

No material convencionalmente utilizado pela Escola com Curso Técnico nota-se uma utilização de grandes quantidades de reagentes (Figura 10), implicando em maiores quantidades de resíduos gerados.

Já no Roteiro de Aulas Práticas aqui elaborado, pode ser observado o princípio de Redução dos 3R's em todas as atividades experimentais através da utilização de quantidades muito menores de reagentes (Figura 11). Verifica-se uma redução do volume de reagentes de 15 mL para a utilização de 10 a 12 gotas. Nesse mesmo sentido, com o intuito de que o gerenciamento de resíduos seja assumido como uma rotina habitual durante a execução de atividades experimentais e, também, que o aluno se conscientize de sua responsabilidade como profissional técnico em química, foram adicionados questionamentos com um sinal indicativo que seja facilmente reconhecido (Figura 12) ao término de algumas atividades experimentais, quando julgado necessário. Esta adaptação permitiu atingir o princípio da redução significativa de resíduos gerados nas aulas experimentais, pois foi realizada da Unidade 5 a 12 do Roteiro de Aulas Práticas.

Figura 10. Experimento de identificação de cátions utilizando grandes quantidades de reagentes.

ANÁLISE POR VIA ÚMIDA – IDENTIFICAÇÃO DE CÁTIONS

Os principais cátions existentes na natureza são separados em grupos, de acordo com propriedades químicas semelhantes que estes elementos apresentam frente a determinados reagentes. Cada grupo de cátions precipita em presença de uma determinada substância química que é chamada reagente precipitante do grupo em questão. Para separar e identificar cátions pertencentes a diferentes grupos, necessita-se submetê-los a uma série de operações analíticas (sucessivas precipitações, filtrações ou centrifugações) que devem ser executadas de acordo com uma ordem pré-estabelecida baseada no método empregado.

Uma das classificações destes cátions segue abaixo (existem outras divisões com pequenas variações dos elementos dos grupos em função de escolhas de outros reagentes precipitantes).

GRUPO	CÁTIONS	REAGENTE PRECIPITANTE
Grupo I	Ag^+ , Pb^{++} , Hg_2^{++} (ou Hg^+)	HCl diluído
Grupo II	Hg^{++} , Pb^{++} , Bi^{+++} , Cu^{++} , Cd^{++} , Sn^{++} , As^{+3} , Sb^{+3} , Sn^{+4}	H_2S em meio ácido (HCl diluído)
Grupo III	Al^{+3} , Cr^{+3} , Fe^{+3} , Ni^{+2} , Co^{+2} , Mn^{+2} , Zn^{+2}	H_2S em meio básico (NH_4OH com NH_4Cl)
Grupo IV	Ba^{++} , Ca^{++} , Mg^{++} , Sr^{++}	$(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$
Grupo V	Na^+ , K^+ , Li^+ , NH_4^+	Sem reagente precipitante específico

SEPARAÇÃO E IDENTIFICAÇÃO DOS CÁTIONS DO GRUPO I

A solução problema (15 mL) contendo amostra dos cátions desconhecidos, deve ser tratada em primeiro lugar com HNO_3 concentrado (3 mL), pois o HNO_3 destrói possíveis materiais orgânicos que poderiam interferir; evita a hidrólise do cátion mercurioso (possível erro no Grupo I); elimina o cátion NH_4^+ que formaria com a prata um complexo solúvel (possível erro no Grupo I); neutraliza o NaOH que com chumbo pode formar ânion plumbito (PbO_2^{-2}) ou plumbato (PbO_3^{-2}) solúveis (possível erro do Grupo I).

Após a acidificação com HNO_3 , trata-se a amostra com HCl diluído ao meio (HCl 1:1 ou 6N) em excesso. Formar-se-á um precipitado branco que contém PbCl_2 , AgCl , Hg_2Cl_2 (cloreto mercurioso). Os cloretos dos demais metais não precipitam, justificando, portanto que o HCl seja chamado reagente precipitante do Grupo I, pois apenas os metais deste grupo precipitam, isto é, formam cloretos praticamente insolúveis. Filtrar para separar os cátions dos demais grupos.

O precipitado que está no filtro deve ser lavado 3 vezes com pequenas quantidades de água fria, desprezando-se as águas de lavagem. A seguir, passar cerca de 6 mL de água quente (em ebulição) para solubilizar o PbCl_2 , já que este composto apresenta baixa solubilidade a frio, mas considerável solubilidade à quente (o AgCl e o Hg_2Cl_2 permanecem insolúveis no filtro). O filtrado deve ser dividido em 3 tubos de ensaio para se identificar o cátion Pb^{++} .

1. No primeiro tubo de ensaio contendo cerca de 2 mL de filtrado adicionar 1 mL de cromato de potássio – K_2CrO_4 . Forma-se um precipitado amarelo.
2. No segundo tubo, contendo cerca de 2 mL do filtrado, adicionar 1 mL de H_2SO_4 2M. Forma-se um precipitado branco.

Figura 11. Experimento de identificação de cátions baseado nos princípios dos 3R's.

UNIDADE 9. Identificação dos Cátions do Grupo I

Os cátions do Grupo I (Prata, Chumbo e Mercúrio I) consistem em íons que formam cloretos insolúveis. Podem ser identificados em uma solução por meio de reações de identificação onde as propriedades, como a solubilidade dos elementos permitem a formação de precipitados, desprendimento de gases ou mudança de coloração.

Reações de precipitação do Grupo I:



Experimento: Análise Sistemática de Cátions do Grupo I

I) Separação dos cátions do Grupo I: Seguindo uma análise sistemática (Figura 10), é possível a partir de uma amostra desconhecida, a separação e identificação dos cátions do Grupo I utilizando-se como reagente precipitante do grupo o ácido clorídrico diluído.

A atividade prática a seguir, tem como objetivo a separação qualitativa dos cátions do grupo I e identificação através de seus reagentes específicos.

<p><i>Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Pipeta Pasteur • Tubo de centrifuga 	<p><i>Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Solução problema que contenha os cátions Ag^+, Pb^{2+}, Hg_2^{2+} • Acido Nítrico ($\text{HNO}_3_{(aq)}$) 3 mol L^{-1} • Acido Clorídrico ($\text{HCl}_{(aq)}$) 3 mol L^{-1} • Solução de Cromato de Potássio ($\text{K}_2\text{CrO}_4_{(aq)}$) 1 mol L^{-1} • Acido Sulfúrico ($\text{H}_2\text{SO}_4_{(aq)}$) 2 mol L^{-1} • Solução de Iodeto de Potássio ($\text{KI}_{(aq)}$) 1 mol L^{-1} • Solução de Hidróxido de Amônio ($\text{NH}_4\text{OH}_{(aq)}$) 3 mol L^{-1} • Solução de Cloreto de Estanho II ($\text{SnCl}_2_{(aq)}$) 1 mol L^{-1}
<p> <i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme Item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do HNO_3, SnCl_2, HCl (vide Unidade 4), K_2CrO_4 (vide Unidade 6), H_2SO_4 (vide Unidade 6), KI (vide Unidade 5) e NH_4OH (vide Unidade 6)</p>	
<p><i>Procedimento:</i> A solução problema (10 a 12 gotas) contendo os cátions do Grupo I, deve ser tratada inicialmente com 3 gotas de HNO_3 3 mol L^{-1} pois provocará a destruição de possíveis interferentes oriundos de materiais orgânicos. Também, o HNO_3 evita a hidrólise do cátion mercurioso, elimina o cátion NH_4^+ que formaria com a prata um complexo solúvel e neutraliza o NaOH que com o chumbo pode formar o ânion plumbito (PbO_2^{2-}) ou plumbato (PbO_3^{2-}) solúveis.</p> <p>Após a acidificação com HNO_3, trata-se a amostra com 3 gotas de HCl 3 mol L^{-1}. Formar-se-á um precipitado branco que contém PbCl_2, AgCl e Hg_2Cl_2. Os cloretos dos demais metais não precipitam, justificando, portanto, que o HCl seja chamado reagente precipitante do</p>	

Figura 12. Questionário do Roteiro de Aulas Prática



Questionário

1. Qual a propriedade comum a todos os cátions do grupo I?
2. Como separar os cátions do grupo I dos demais grupos? Explique e dê as equações.
3. Porque se usa HCl diluído na precipitação do grupo I? O que pode resultar o emprego de HCl concentrado nesse precipitado? Porque deve-se evitar o excesso desse reagente?
4. Qual a função do uso de água quente e fervura no precipitado obtido na reação com o ácido clorídrico?
5. Quais as reações de identificação que foram realizadas para o íon chumbo? Justifique cada uma escrevendo a reação.
6. Ao precipitado formado por cloreto de prata e cloreto de mercúrio foi adicionado hidróxido de amônio, justifique o procedimento e escreva as reações.
7. A partir da resposta acima confirme como se identifica o cátion mercúrio.
8. Como foi então identificado o cátion prata? Escreva as reações e justificativas.
9. Por que os papéis filtro utilizados na experiência devem ser recolhidos separadamente?



PESQUISE !!!

Coprocessamento é a técnica que permite a queima de resíduos em fornos de cimento mediante dois critérios básicos: reaproveitamento de energia, para que o material seja utilizado como substituto ao combustível, ou reaproveitamento como substituto da matéria-prima, de forma que o resíduo a ser eliminado apresente características similares às dos componentes normalmente empregados na produção de clínquer.

Com base nas referências indicadas abaixo, faça uma pesquisa sobre a técnica de coprocessamento, abordando os seguintes tópicos:

- Em que consiste o coprocessamento;
- Como é realizado;
- Quais suas vantagens e desvantagens;
- Que tipo de resíduos químicos podem ser tratados por coprocessamento;
- Qual metal não pode estar presente no resíduo tratado por coprocessamento.

Referências:

1. Cunha, C.J. O Programa de Gerenciamento de Resíduos Laboratoriais do Depto de Química da UFPR. Química Nova, v. 24, n. 3, p. 424-427, 2001.
2. Mazzer, C.; Cavalcanti, O. A. Introdução a Gestão Ambiental de Resíduos. Infarma, v. 16, n. 11-12, p. 67-77, 2004.

Outro exemplo de modificação realizada no material didático utilizado pela Escola com Curso Técnico em Química é a inclusão de uma marcha analítica alternativa à Marcha Analítica Clássica: a Marcha Analítica do Carbonato. Na Marcha Analítica Clássica (Figura 13), a tioacetamida irá hidrolisar em meio básico e ácido originando S^{2-} . De acordo com a classificação da união europeia, o H_2S é considerado extremamente tóxico, extremamente inflamável e perigoso para o meio ambiente (PARLAMENTO EUROPEU, 2008).

Na marcha analítica do carbonato (Figura 14), tem-se como benefício a possibilidade de identificar 25 cátions considerados mais importantes e também incluir alguns cátions raros, evitando os inconvenientes da Marcha Analítica Clássica. Utiliza-se para precipitação dos grupos o Na_2CO_3 que apresenta toxicidade muito inferior à toxicidade do H_2S , apresentando apenas irritabilidade das mucosas e pele.

Figura 13. Marcha Analítica Clássica realizada pela Escola com Curso Técnico

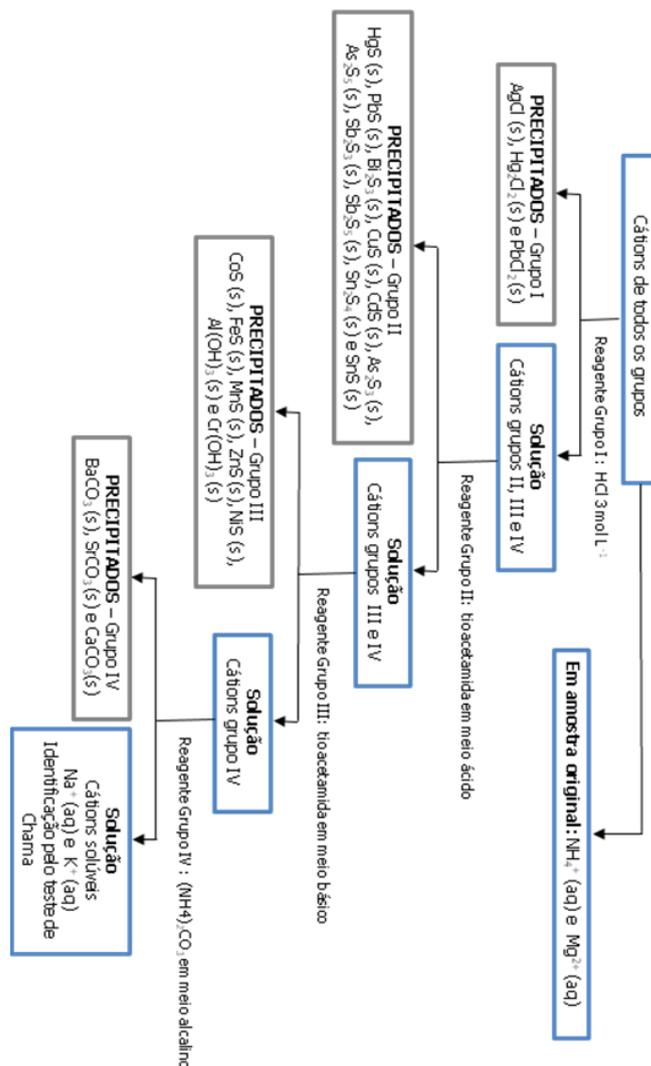
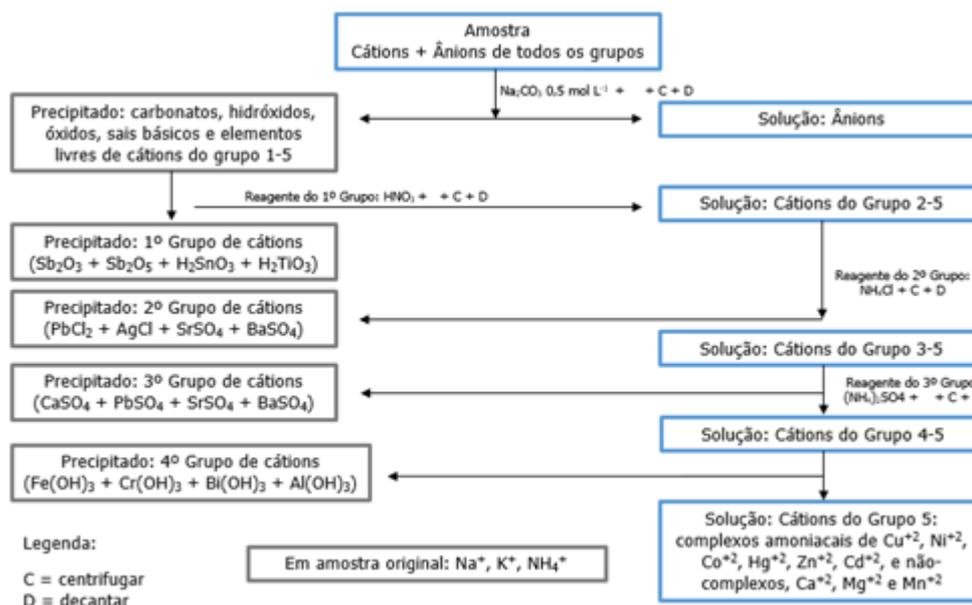


Figura 14. Marcha Analítica do Carbonato



Um estudo anterior desenvolvido por Oliveira *et al.* (2014), referente ao Subprojeto Químico do Programa Institucional de Bolsa de Iniciação à Docência (PIBID) da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS) existente na escola onde foi desenvolvido este estudo, mostrou a necessidade e importância da elaboração de materiais didáticos e investigação sobre como estruturar aulas contextualizadas e relacionadas à atividade profissional do técnico em química. Nesse sentido, buscou-se elaborar um roteiro de aulas práticas que atenda às necessidades identificadas previamente e que aprimore o trabalho que vem sendo desenvolvido por elas, respeitando-se os conteúdos e ordem das atividades práticas realizadas por estas.

Assim, o roteiro de aulas práticas foi dividido em 13 unidades que foram pensadas de modo a permitir que sejam trabalhadas de forma individual e aleatória. Dessa forma, torna-se viável a utilização deste material por outros docentes que não sejam professores da Escola com Curso Técnico objeto deste trabalho.

As duas primeiras unidades do material elaborado, apresentam ao aluno um laboratório químico tendo em vista que estas serão as primeiras atividades práticas do aluno na escola técnica. São abordadas questões básicas e fundamentais para um trabalho seguro e eficiente durante as atividades experimentais, além de apresentar através de ilustrações e explicações as vidrarias, materiais e equipamentos comumente utilizados, bem como suas formas de manuseio, lavagem e formas de aquecimentos. A abordagem do descarte dos resíduos químicos e

orientação para a elaboração de um caderno ou pasta de protocolo de reagentes foram solicitados pelas professoras de química do curso técnico e são adaptadas de Amaral *et al.* (2001). Nesse sentido, a busca de informações sobre cada um dos reagentes químicos empregados nas diferentes práticas, permitirá ao aluno ter mais autonomia de trabalho e conhecimento acerca dos riscos, forma correta de manipulação, estratégias em caso de acidentes, dentre outros.

A terceira e quarta unidades são a inserção do aluno ao laboratório pois trazem as primeiras atividades experimentais nas quais o aluno poderá verificar algumas técnicas básicas empregadas nas atividades práticas, como pesagem, fontes de aquecimento, reações de combustão e as técnicas de análise por via úmida e seca que serão retomadas constantemente ao longo do roteiro. Da mesma forma, a unidade 5 fará com que o aluno observe as características de diferentes reações químicas, a fim de torná-lo apto a identificar nos demais experimentos a ocorrência de reações químicas, permitindo distingui-las de outros tipos de transformações.

A unidade 6 distingue a química analítica qualitativa da química analítica quantitativa e aborda as principais técnicas empregadas na análise qualitativa, objetivo deste trabalho. Cada técnica poderá ser verificada experimentalmente.

A identificação de ânions é abordada de forma teórica e experimental na unidade 7 através do desenvolvimento de reações utilizando métodos convencionais empregando a análise por via úmida.

Das unidades 8 a 12 são apresentadas uma breve introdução sobre a identificação e separação dos cátions e suas respectivas atividades experimentais. São abordados os cátions do grupo I, II, III, IV, íons NH_4^+ e Mg^{2+} de acordo com a marcha analítica clássica. Os fluxogramas são apresentados para que o aluno possa visualizar de uma forma ampla e simplificada como separar e identificar cada um dos diferentes grupos de cátions.

Por fim, a unidade 13 traz um método alternativo para a marcha analítica clássica: a marcha do carbonato, que foi adaptada de Mueller e Souza (2010).

Ao término de cada unidade há um questionário no qual são retomados os conceitos vistos e alguns questionamentos que visam a utilização dos conhecimentos dos princípios dos 3R's, como forma de consolidar as novas práticas que estão sendo desenvolvidas quanto ao descarte dos resíduos. As questões envolvendo os princípios dos 3R's são recorrentes para que o descarte correto dos resíduos e o pensamento crítico acerca desta problemática se torne um hábito para os estudantes. Questões de cunho investigativo também foram adicionadas para que os

estudantes sejam capazes de transferir e correlacionar os conhecimentos obtidos nas aulas teóricas com as aulas experimentais, para situações reais do cotidiano, fazendo-os refletir sobre seus atos e responsabilidades como futuros profissionais técnicos em química.

O desenvolvimento de um material que auxilie as aulas teóricas, retomando alguns conceitos antes da realização das atividades práticas, permitirá aos docentes uma maior organização e agilidade no preparo de suas aulas, além de permitir aos estudantes melhor compreensão dos conteúdos estudados, de uma forma mais clara e organizada.

5.3 Questionário com Professores e Técnico em Química

A avaliação do material desenvolvido foi realizada por 4 professores de química. Um deles do ensino superior atuante em disciplinas de química analítica, dois professores da área de educação química e um professor de cursos técnicos, além de um técnico em Química atuante em instituição que implementa os princípios dos 3R's.

As respostas fornecidas pelos professores avaliadores (APÊNDICE C) não indicaram erros conceituais ou a falta de conceitos necessários à compreensão dos procedimentos realizados.

Metade dos docentes considerou o texto bastante claro e objetivo, no entanto a outra metade considerou o texto longo e repetitivo, conforme verifica-se nas respostas:

“A apostila está construída com conceitos pertinentes a um Curso Técnico em Química...” (Professor da Área de Ensino em Química 2).

“O material apresentado foi escrito de forma clara e objetiva, bem elaborado”. (Professor de Química do Ensino Superior).

“Por vezes, achei o texto longo e com muitas informações (Unidade I). Por outras, de difícil entendimento. E por outras, um pouco repetitivo”. (Professor de Escola Técnica em Química)

Os avaliadores não receberam a informação de que o roteiro elaborado é um material auxiliar às aulas teóricas, ou seja, diversos conceitos serão abordados em aulas teóricas anteriores à prática. Porém, a retomada de conceitos, a repetição e introdução mais prolongada sobre determinado conceito foram necessidades apontadas pelas professoras da Escola com Curso Técnico a fim de que os estudantes possam relembrar e correlacionar o que foi visto nas

aulas teóricas e complementar o que eventualmente não tenha sido abordado. Em razão disso, obteve-se a seguinte resposta:

“De uma maneira geral, algumas vezes são mencionados os termos ou conceitos sem a referida explicação do que é... Como não há informação se esse seria o único material que os alunos teriam acesso, fiquei na dúvida de como seria executado na prática essa proposta”. (Professor de Escola Técnica em Química)

É pertinente salientar que este roteiro de práticas foi pensado para atender à realidade escolar do curso técnico e as concepções pedagógicas das professoras que o utilizarão, indo ao encontro com os relatos da literatura (SANTOS, 2007).

Em sua maioria, as atividades práticas foram consideradas adequadas a um curso técnico, porém algumas respostas indicaram que alguns conceitos não precisavam ser tão explorados, como toxicologia, além de estarem em mesmo grau de aprofundamento com que a química analítica é abordada no ensino superior. Os capítulos introdutórios do roteiro abordam questões básicas para trabalho em um laboratório de uma forma mais aprofundada pois este material será utilizado em um primeiro contato dos alunos com atividades experimentais, sendo assim, é fundamental que eles estejam cientes dos riscos e de suas responsabilidades. Referente ao grau de aprofundamento, este roteiro de aulas práticas está baseado em materiais já utilizados pelas professoras da Escola com Curso Técnico, portanto respeitou-se a ordem das atividades práticas, o aprofundamento dos conceitos, as necessidades apontadas pelas professoras bem como a realidade da escola e de seus alunos como pontos norteadores para o desenvolvimento do material.

A escala e forma de trabalho (volumes, reagentes, sequência das atividades experimentais) foram consideradas apropriadas para atingir os princípios dos 3R's conforme verifica-se nos seguintes trechos de respostas fornecidas pelos avaliadores:

“Entre os aspectos positivos, destaca-se a inclusão de questionários no final de cada capítulo (porém faltando em alguns), a disposição dos resíduos e a conscientização da geração de menor quantidade de rejeitos, a elaboração do protocolo de reagentes”. (Professor de Química do Ensino Superior)

“Os reagentes são utilizados em pequenas porções, os experimentos são realizados em tubos de ensaio, há indicações precisas a respeito das normas de segurança a serem seguidas e a respeito da necessidade de se conhecer as propriedades das substâncias que são utilizadas e é dada bastante atenção e destaque à adequada disposição dos rejeitos químicos”. (Professor da Área de Educação em Química I)

No entanto, um avaliador considerou inexistente a abordagem dos princípios Reciclagem e Reutilização, como cita em sua resposta ao questionário:

“A escala é apropriada. Ou seja, a REDUÇÃO está contemplada. Já a REUTILIZAÇÃO e a RECICLAGEM dos resíduos gerados não foram mencionados”. (Professor de Escola Técnica em Química)

Neste roteiro, as características das atividades propostas impossibilitam a reutilização e reciclagem dos resíduos gerados, no entanto, como julga-se fundamental o entendimento de tais princípios, foram adicionadas novos itens aos questionários, após a realização das atividades experimentais, referentes à separação e identificação de cátions, para que desta forma os estudantes possam refletir sobre a possibilidade de reutilizar e reciclar os rejeitos gerados, bem como ao tipo de tratamento que será dado a estes rejeitos, através de pesquisas e trabalho com casos investigativos, conforme verifica-se nas Figuras 15, 16, 17 e 18. Estes casos investigativos podem ser encontrados nas páginas 114, 128, 139 e 145 deste trabalho (APÊNDICE C).

Figura 15. Caso investigativo sobre coprocessamento do Roteiro de Aulas Práticas

PESQUISE !!!

Coprocessamento é a técnica que permite a queima de resíduos em fornos de cimento mediante dois critérios básicos: reaproveitamento de energia, para que o material seja utilizado como substituto ao combustível, ou reaproveitamento como substituto da matéria-prima, de forma que o resíduo a ser eliminado apresente características similares às dos componentes normalmente empregados na produção de clínquer.

Com base nas referências indicadas abaixo, faça uma pesquisa sobre a técnica de coprocessamento, abordando os seguintes tópicos:

- Em que consiste o coprocessamento;
- Como é realizado;
- Quais suas vantagens e desvantagens;
- Que tipo de resíduos químicos podem ser tratados por coprocessamento;
- Qual metal não pode estar presente no resíduo tratado por coprocessamento.

Referências:

1. Cunha, C.J. O Programa de Gerenciamento de Resíduos Laboratoriais do Depto de Química da UFPR. Química Nova, v. 24, n. 3, p. 424-427, 2001.
2. Mazzer, C.; Cavalcanti, O. A. Introdução a Gestão Ambiental de Resíduos. Infarma, v. 16, n. 11-12, p. 67-77, 2004.

Figura 16. Caso investigativo sobre incineração do Roteiro de Aulas Práticas

PESQUISE !!!

Incineração é o processo pelo qual os resíduos químicos são decompostos por oxidação térmica a altas temperaturas (1200°C) objetivando destruir a fração orgânica do resíduo e reduzir o seu volume.

Com base nas referências indicadas abaixo, faça uma pesquisa sobre a técnica de incineração, abordando os seguintes tópicos:

- Em que consiste a incineração?
- Como é realizada?
- Quais suas vantagens e desvantagens?
- Que tipo de resíduos químicos podem ser tratados por incineração?

Referências:

1. Eifler-Lima, V. L.; Palma, E. C.; Paim, C. P. Gerenciar Resíduos Químicos: Uma Necessidade. Caderno de Farmácia, v. 18, n. 1, p. 23-31, 2002.
2. Incineração de resíduos – uma tecnologia a desaparecer, disponível em <<http://www.portalresiduossolidos.com/incineracao-de-residuos-uma-tecnologia-desaparecer/>>

Figura 17. Caso investigativo sobre aterros do Roteiro de Aulas Práticas

PESQUISE !!!

O aterro industrial é uma técnica de disposição de resíduos sólidos tóxicos, que, fundamentado em critérios de engenharia e normas técnicas e operacionais específicas, permite, à menor área possível, um confinamento seguro em termos de controle de proteção ambiental e saúde pública.

Com base nas referências indicadas abaixo, faça uma pesquisa sobre os aterros sanitários, abordando os seguintes tópicos:

- Em que consiste um aterro industrial e qual a diferença de um aterro industrial em relação a um aterro sanitário?
- Que tipos de resíduos um aterro industrial pode receber:
- Como podem ser classificados os resíduos industriais?
Quais suas vantagens e desvantagens?

Referências:

1. Pinto, D. P. S. CONTRIBUIÇÃO À AVALIAÇÃO DE ATERROS DE RESÍDUOS INDUSTRIAIS, dissertação de Mestrado, COPPE-UFRJ, 2011, Rio de Janeiro. Disponível em <http://www.getres.ufrj.br/pdf/PINTO_DPS_11_T_M_.pdf>
2. Destinação de Resíduos, disponível em <<http://www.infoescola.com/ecologia/destinacao-de-residuos/>>

Figura 18. Caso investigativo sobre o caso Celobar® do Roteiro de Aulas Práticas

PESQUISE !!!

Presidente de laboratório pega 20 anos no caso Celobar

Da Agência Estado

O diretor-presidente do laboratório Enila, Márcio D'Carahy, e o chefe da Divisão Química, Antônio Carlos da Fonseca Silva, foram condenados a 20 e 22 anos de prisão, respectivamente, pela contaminação do medicamento Celobar, que causou a morte de pelo menos nove pessoas em 2003. A decisão do juiz Jorge Luiz Le Cocq D'Oliveira foi publicada hoje. Os réus poderão recorrer em liberdade.

Em 2003, o Enila fez experiências químicas para transformar carbonato de bário em sulfato de bário - princípio ativo do Celobar, importado da Alemanha -, sem ter o registro necessário da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (Anvisa). O carbonato de bário é usado como veneno de rato e impróprio para uso humano.

Em maio, o setor de farmácia do Enila encontrou colônias de bactéria próximo ao limite recomendado no lote nº 3040068 e determinou que os 4.500 frascos não fossem comercializados até novo teste. Quando o exame conclusivo apontou para contaminação, os medicamentos já haviam sido distribuídos para todo o País. De acordo com a ação, o químico Silva autorizou a venda do medicamento.

Reportagens da época apontavam para 22 mortes relacionadas ao remédio, usado em contraste radiológico. Na ação que correu na 38.ª Vara Criminal, o juiz D'Oliveira se refere a nove mortes - uma no Rio de Janeiro e oito em Goiás. D'Carahy e Silva negaram que as experiências químicas tivessem por objetivo substituir a matéria-prima do Celobar, importada. Disseram que pretendiam obter nova substância para outro medicamento. Não convenceram o juiz.

No ano de 2003, a população brasileira acompanhou, alarmada, o noticiário sobre a morte de mais de 20 pessoas após terem ingerido o produto Celobar®, usado para fins de contraste em exames radiológicos. Este produto, assim como outros, provenientes de fabricantes diversos, consiste essencialmente em uma suspensão de sulfato de bário em água. Embora os íons bário sejam extremamente tóxicos ao organismo humano, a ingestão desta suspensão é inócua. Os sintomas do envenenamento por bário são dores abdominais, diarreia, vômitos, náuseas, agitação, ansiedade, astenia, lipotimia (desmaio), sudorese, tremores, fibrilação (tremor) muscular, hipertonia (aumento da tensão) dos músculos da face e pescoço, dispnéia (dificuldade respiratória), arritmia cardíaca, parestesias (desordens nervosas caracterizadas por sensações anormais e alucinações sensoriais) de membros inferiores e superiores, crises convulsivas, coma.

Com base no texto acima e tendo em conta todos os conhecimentos adquiridos nas aulas teóricas e experimentais, pesquise e elabore uma resenha crítica relacionando os seguintes tópicos:

- Qual o uso do produto Celobar®? Explique;
- Quais as principais propriedades do $BaSO_4$ e $BaCO_3$?
- A partir dos dados de Kps, e de solubilidade de ambos os sais, pode-se observar que ambos são pouco solúveis. Por que, mesmo apresentando baixa solubilidade em água, o carbonato de bário, indevidamente presente no Celobar, provocou a intoxicação de dezenas de pessoas? Justifique sua resposta;
- Por que a suspensão de sulfato de bário, usada como contraste em exames radiológicos, costuma ser preparado em solução de sulfato de potássio (K_2SO_4), sal bastante solúvel em água?
- Indique quais os erros cometidos e, explique quimicamente como o erro poderia ser previsto.

Referências:

1. Como elaborar uma resenha, disponível em <<http://pucri.br/gpt/resenha.php>>
2. Matthieu, T.; Simoni, J. A. Refletindo sobre o caso Celobar. Química Nova, v. 30, n. 2, p. 505-506, 2007.
3. Oliveira, R. B.; Cunha, L. C.; Valadares, M. C.; Filho, M. J. P.; Araújo, D. M. Acidente Celobar: A Toxicologia Experimental como Ferramenta no Estabelecimento de Nexos Causais de Intoxicação Medicamentosa. Revista Eletrônica de Farmácia Suplemento, v. 2, n. 2, p. 140-142, 2005.

Além disso, de acordo com Paim, Palma e Eifler-Lima (2002), a prevenção da geração de resíduos nas atividades implementadas num laboratório de ensino são consideradas de maior hierarquia frente às demais.

Adicionalmente, espera-se que em uma oportunidade futura os roteiros de aulas práticas das demais disciplinas e, em especial na disciplina subsequente, que aborda a área de Química Analítica Quantitativa, também sejam revistos e adequados aos princípios dos 3R's.

Um avaliador (Técnico em Química) sugeriu que fossem adicionados os tipos e utilidades dos extintores de incêndio, porém esta temática não está contida no cronograma da disciplina além de haver a necessidade de treinamento para seu uso, por isso, este tópico será levado até a escola como uma sugestão de nova disciplina que englobe os conceitos gerais de segurança em laboratório químico. Adicionalmente, este assunto poderá ser realizado através de um curso de extensão para os professores de química da Escola com Curso Técnico com o intuito de adquirirem subsídios para o momento de lecionar esse conteúdo, reforçando também a interação universidade/escola.

Dois avaliadores (Técnico em Química e Professor da Área de Educação em Química 2) sugeriram a introdução de notas que chamem a atenção para os cuidados e orientações gerais que devem ser seguidos para a realização das atividades práticas, por isso, tendo em vista que as atividades experimentais iniciam na Unidade 4, foi adicionado um quadro com coloração diferenciada, antes do início dos experimentos, para que os estudantes fiquem atentos às precauções que devem ter ao longo de todo o roteiro de aulas práticas, conforme verifica-se na Figura 19.

Figura 19. Quadro com aviso sobre precauções a serem tomadas ao longo das atividades experimentais

Antes da realização dos experimentos, verificar os cuidados e orientações gerais que devem ser seguidas, conforme descritos detalhadamente no item 5.1 deste Roteiro de Atividades Práticas.

Na versão final do roteiro, apresentada neste trabalho, todos os erros de digitação e formatação apontados pelos docentes e técnico foram devidamente corrigidos.

Diversas sugestões foram consideradas para aprimoramento do material elaborado, como a inclusão de situações-problema e questões de cunho investigativo. O acréscimo deste tipo de atividade poderá tornar o aprendizado mais significativo e favorecerá que o estudante consiga aplicar em diferentes situações os conteúdos e conceitos vistos ao longo do roteiro.

6. CONCLUSÃO

O roteiro de aulas práticas desenvolvido neste trabalho atendeu às necessidades apontadas pelas professoras da Escola com Curso Técnico através da organização dos materiais que já estavam sendo utilizados, associados com a redução do volume de reagentes e adaptação das atividades experimentais tendo em vista a realidade da escola. Adicionalmente, a adequação do material utilizado com os alunos facilitou o contato dos discentes com questões de coleta, separação e tratamento dos resíduos gerados durante as aulas práticas da disciplina de Análise Química I, permitindo assim que uma das competências necessárias para o futuro Técnico em Química, segundo o Conselho Regional de Química, pudesse ser vivenciada.

As avaliações dos professores avaliadores do nível superior e do técnico em química foram bastante semelhantes, com aprovação na abordagem dos conceitos e na modificação das atividades experimentais de modo a contemplar os princípios dos 3R's. Em geral, o texto foi considerado simples e claro e seu aprofundamento adequado para o nível técnico.

Ademais, as atividades propostas (textos, roteiros das práticas e os questionários) foram consideradas eficazes para o desenvolvimento de atitude consciente sobre o tratamento e disposição de resíduos, no entanto algumas modificações foram realizadas, conforme solicitado pelos avaliadores, com o intuito de tornar o material mais completo e distinto dos materiais já existentes, através de abordagens mais reflexivas.

A criação de um roteiro que contemple não apenas conceitos químicos, mas também questionamentos de cunho investigativo, envolvendo situações reais, tornam o aprendizado mais significativo e auxiliam o processo de ensino-aprendizagem. Dessa forma, pode-se desenvolver novos hábitos e ações que conscientizam acerca da responsabilidade ambiental na qual estão envolvidos os técnicos em química.

Sendo assim, o material elaborado neste trabalho pode contribuir com a formação de futuros profissionais em química, proporcionando-lhes um conjunto de informações e ferramentas fundamentais que poderão utilizar na sua vida profissional.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AFONSO, J.C.; NORONHA, L.A.; FELIPE, R.P.; FREIDINGER, N. Gerenciamento de resíduos laboratoriais: Recuperação de elementos e preparo para descarte final. **Química Nova**, v. 26, n. 4, p. 602-611, 2003.
- AMARAL, S.T; MACHADO, P.F.L.; PERALBA, M.C.R.; CAMARA, M.R.; SANTOS, T.; BERLEZE, A.L.; FALCÃO, H.L.; MARTINELLI, M.; GONÇALVES, R.S.; OLIVEIRA, E.R.; BRASIL, J.L.; ARAÚJO, M.A.; BORGES, A.C.A. Relato de uma experiência: recuperação e cadastramento de resíduos dos laboratórios de graduação do Instituto de Química da Universidade Federal do Rio Grande do Sul. **Química Nova**, v. 24, n. 3, p. 419-423, 2001.
- ARAN, A. P. **Materiales Curriculares: Cómo elaborarlos, seleccionarlos y usarlos**. 4. Ed. Barcelona: Graó, 1999, 158 p.
- ATIENZA, J. Materiales Curriculares, ¿Para qué?. **Signos**, n. 11, p. 12-21, 1994.
- BAADER, W.J.; FARIA, D.L.A.; MARZORATI, L, DI VITA, C.; SERRANO, S.H.P.; BERTOTTI, M.; BAPTISTA, M. Programa de gerenciamento de resíduos no Instituto de Química da Universidade de São Paulo. In: 24a. Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química, Poços de Caldas, 2001.
- CUNHA, W.F. O programa de gerenciamento dos resíduos laboratoriais do Depto de Química da UFPR. **Química Nova**, v. 24, n. 3, p. 424-427, 2001.
- ESCOLA. Projeto Político Pedagógico do Curso Técnico em Química do Colégio Estadual Dom João Becker, 2011.
- FREITAS, O. **Equipamentos e materiais didáticos**. Brasília: Ed. Universidade de Brasília, 2009. 132 p. (Apostila de Curso Técnico - Formação para os Funcionários da Educação, Técnico em Meio Ambiente e Manutenção de Infraestrutura Escolar).
- GERBASE, A. E.; COELHO, F. S.; MACHADO, P. F. L.; FERREIRA, V. F. Gerenciamentos de resíduos químicos em instituições de ensino e pesquisa. **Química Nova**, v. 18, n. 3, p. 3, 2005.
- HIRATA, S.; PANTALEÃO, E. O.; PIRES, W. L. R.; BRESSAN, I. **Ecoeficiência e Inovação nas Micro e Pequenas Empresas: Um Estudo na Prillav Lavanderia**. In: Simpósio Internacional de Gestão de Projetos, Inovação e Sustentabilidade, 4., 2015, São Paulo, SP. **Anais...** São Paulo: Universidade Nove de Julho, 2015, p. 1-10.
- JARDIM, W.F. Gerenciamento de resíduos químicos em laboratórios de ensino e pesquisa. **Química Nova**, v. 21, n. 5, p. 671-675, 1998.
- LÜDKE, M.; ANDRÉ, M. E. D. A. **Pesquisa em educação: abordagens qualitativas**. 1. ed. São Paulo: Pedagógica e Universitária, 1986. 108 p.
- MACHADO, P. F. L.; MÓL, G. S. Resíduos e Rejeitos de Aulas Experimentais: O que fazer? **Química Nova na Escola**, n. 29, p. 38-41, 2008.

MUELLER, H.; SOUZA, D. **Química Analítica Qualitativa Clássica**. 2. ed. Blumenau: Edifurb, 2010. 408 p.

NOGUEIRA, M. L. **Reflexões sobre a elaboração de material didático para educação a distância [recurso eletrônico]: uma experiência CEAD-UNIRIO**. 2012. 145 f. Dissertação de Mestrado (Mestrado em Design). Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2012.

OLIVEIRA, C.; RAMM, J.; ENDRES, G.; PASSOS, C. G.; SALGADO, T. D. M. **Programa Institucional de Bolsa de Iniciação à Docência (PIBID) da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS) no Ensino Técnico em Química**. In: Encontro de Debates Sobre o Ensino de Química – EDEQ, 34., 2014, Santa Cruz do Sul, RS. **Anais...**Santa Cruz do Sul: Universidade Federal de Santa Cruz do Sul, 419-425, 2014.

PAIM, C. P.; PALMA, E. C.; EIFLER-LIMA, V. L. Gerenciar Resíduos Químicos: Uma necessidade. **Caderno de Farmácia**, v. 18, n. 1, p. 23-31, 2002.

RAMM, J. G.; SIRTORI, C.; PASSOS, C. G. **Percepções de docentes e discentes de Curso Técnico em Química sobre a implementação de um Programa de Gestão de Resíduos Químicos**. In: Encontro de Debates sobre o Ensino de Química, 36. Pelotas, RS. 2016.

SANTOS, F. M. T. Unidades Temáticas - Produção de material didático por professores em formação inicial. **Experiências em Ensino de Ciências**, v. 2, n. 1, p. 01-11, 2007.

SILVA, S. A. **Elaboração e avaliação de material didático para apoio no ensino de cálculo estequiométrico em um curso técnico de química**. 2015. 86 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Licenciatura em Química). Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2015.

UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ (UFPA). **Plano de gerenciamento de resíduos de saúde do HUBFS**. Belém, PA. 2009. 86 p.

VEIGA, I.P.A.; SANTIAGO, A.R.F; BUSSMANN, A.C.; NEVES, C.M.C.; FALKEMBACH, E.M.F.; RESENDE, L.M.G.; MARQUES, M.O.; ZASSO, S.M.B. **Projeto político-pedagógico da escola: uma construção possível**. 29. ed., São Paulo: Papyrus, 2011. 192 p.

APÊNDICE A – ROTEIRO DE AULAS PRÁTICAS ELABORADO

Roteiro de Aulas Práticas de Análise Química I

Porto Alegre
2016

Sumário

PREFÁCIO.....	7
INTRODUÇÃO	9
UNIDADE 1. <i>Conhecendo um laboratório químico</i>.....	11
1. Tópicos Essenciais para trabalho em um laboratório químico.....	11
1.1. Regras de segurança em laboratório químico.....	11
1.1.2. Noções de Toxicologia.....	14
1.1.3. Efeitos no organismo.....	15
a) Efeitos mutagênicos.....	16
b) Efeitos carcinogênicos.....	16
c) Efeitos teratogênicos.....	16
d) Efeitos organogênicos.....	16
e) Efeitos imunotóxicos.....	16
1.2. Primeiros Socorros.....	16
1.3. Descarte de Produtos Químicos.....	18
1.4. Caderno ou Pasta de Protocolo de Reagentes.....	21
Questionário.....	22
UNIDADE 2. <i>Vidrarias e equipamentos de Laboratório</i>.....	23
2.1. Manuseio dos materiais de vidro.....	28
a) Lavagem.....	28
b) Vidro quebrado.....	28
c) Aquecimento.....	28
2.2. Limpeza de Vidrarias.....	29
a) Limpeza Física.....	29
b) Limpeza Química.....	29
c) Limpeza Bacteriológica.....	29
UNIDADE 3. <i>Técnicas empregadas em laboratório</i>.....	31
3.1. Pesagem.....	31
3.1.1. Método Direto.....	32
3.1.2. Método Indireto.....	32
3.2. Fontes de Aquecimento.....	32
3.2.1. Mantas de Aquecimento.....	33
3.2.2. Chapas de Aquecimento.....	33
3.2.3. Banhos de Areia.....	33
3.2.4. Bico de Bunsen.....	34

3.2.4.1. Regiões da Chama.....	34
3.2.4.2. Aquecimento com Bico de Bunsen.....	35
3.3. Reações de Combustão.....	36
Experimento: Bico de Bunsen.....	37
I) Conhecendo o Bico de Bunsen.....	37
II) Utilização do Bico de Bunsen em reações.....	38
Questionário.....	40
UNIDADE 4. Técnicas de Análise por via seca e úmida.....	41
4.1. Análise por via seca.....	41
4.1.1. Ação pelo calor.....	41
4.1.2. Análise pela chama (Teste de Chama).....	41
4.1.3. Análise pela pérola de Bórax.....	42
4.2. Análise por via úmida.....	43
Experimento: Técnicas de análise por via seca.....	44
I) Ação pelo calor.....	44
II) Teste de Chama.....	45
III) Pérola de Bórax.....	46
UNIDADE 5. Observando as Reações Químicas.....	47
5.1. Cuidados e orientações gerais.....	47
Experimento: Reações Químicas.....	47
Questionário.....	50
UNIDADE 6. O que é Química Analítica?.....	51
6.1. Técnicas de Análise Qualitativa.....	52
a) Agitação.....	52
b) Precipitação.....	52
c) Centrifugação.....	52
d) Precipitação completa.....	52
e) Remoção do centrifugado.....	52
f) Evitar excesso de Reagentes.....	52
g) Lavagem do Precipitado.....	52
h) Aquecimento de Soluções.....	52
i) Teste de Acidez e Alcalinidade.....	52
Experimento: Reações semimicro análise.....	53
I) Agitação, precipitação, centrifugação, precipitação completa e remoção do centrifugado.....	53
II) Efeito do excesso de Reagentes.....	54

III) Lavagem do Precipitado.....	54
IV) Aquecimento de Soluções.....	55
V) Teste de Acidez e Alcalinidade.....	55
UNIDADE 7. Identificação de Ânions.....	57
7.1. Esquema de Classificação.....	57
Experimento: Reações para identificação de alguns ânions.....	57
I) Identificação de Cloreto.....	57
II) Identificação de Brometo e Iodeto.....	58
III) Identificação de Carbonato.....	59
IV) Identificação do Hidrogenocarbonato ou Bicarbonato.....	60
V) Identificação de Cromato e Dicromato.....	61
VI) Identificação de Sulfato.....	63
VII) Identificação de Nitrato.....	64
UNIDADE 8. Identificação de Cátions.....	67
8.1. Marcha Analítica Clássica.....	67
Questionário.....	70
UNIDADE 9. Identificação dos Cátions do Grupo I.....	71
Experimento: Análise sistemática de cátions do Grupo I.....	71
I) Separação dos cátions do Grupo I.....	71
II) Identificação dos cátions do Grupo I.....	73
Questionário.....	75
UNIDADE 10. Identificação dos Cátions do Grupo II.....	77
Experimento: Análise sistemática de cátions do Grupo II.....	77
I) Separação dos cátions do Grupo IIA e IIB.....	77
II) Identificação dos cátions do Grupo IIA e IIB.....	80
a) Identificação do Hg II.....	80
b) Identificação do Pb.....	81
c) Identificação do Bi.....	82
d) Identificação do Cu ²⁺	83
e) Identificação do Cd ²⁺	84
f) Identificação do Sn.....	84
g) Identificação do Sb.....	85
h) Identificação do As.....	86
Questionário.....	89
UNIDADE 11. Identificação dos Cátions do Grupo III.....	91

Experimento: Análise sistemática de cátions do Grupo III.....	91
I) Separação dos cátions do Grupo III.....	91
II) Identificação dos cátions do Grupo III.....	93
a) Identificação do Fe.....	93
b) Identificação do Cr.....	94
c) Identificação do Al.....	95
d) Identificação do Co.....	96
e) Identificação do Ni.....	96
f) Identificação do Zn.....	97
g) Identificação do Mn.....	98
Questionário.....	100
UNIDADE 12. Identificação dos Cátions do Grupo IV, íon NH_4^+ e Mg^{2+}	101
Experimento: Análise do íon NH_4^+ (amônio).....	101
Experimento: Análise do íon Mg^{2+}	102
Experimento: Análise sistemática de cátions do Grupo IV.....	102
I) Separação dos cátions do Grupo IV.....	102
II) Identificação dos cátions do Grupo IV.....	103
a) Identificação do Ba.....	103
b) Identificação do Ca.....	104
c) Identificação do Sr.....	105
Questionário.....	105
UNIDADE 13. Identificação de Cátions pela Marcha Analítica do Na_2CO_3	108
BIBLIOGRAFIA.....	110

Prefácio

Este Roteiro de Aulas Práticas de Química Analítica Qualitativa foi desenvolvida para a disciplina de Análise Química I e aborda tanto aspectos teóricos quanto práticos da análise química qualitativa. As práticas apresentadas foram elaboradas com o objetivo de desenvolver atitude responsável e consciente em relação aos resíduos produzidos nos laboratórios. Desta forma, considerou-se os princípios dos 3R para a escolha dos reagentes e volumes utilizados, visando a redução, reutilização e reciclagem dos resíduos gerados. O roteiro encontra-se estruturado em unidades. A primeira unidade trata sobre os tópicos essenciais para o trabalho em um laboratório químico, abordando aspectos de segurança, noções de toxicologia, bem como o descarte e manuseio adequados dos reagentes químicos. Em seguida apresenta os mais diversos materiais e vidrarias comumente encontrados em um laboratório químico e algumas informações sobre seu uso, manuseio adequado e lavagem. Também, algumas unidades sobre atividades práticas através das análises por via seca (ação pelo calor, teste de chama e análise com a pérola de bórax), bem como práticas relacionadas às técnicas de análise qualitativa, como agitação, precipitação e precipitação completa, centrifugação, remoção e lavagem do precipitado, evitar excessos de reagentes, aquecimento de soluções e testes de acidez e alcalinidade). Na sequência há unidades nas quais são propostas práticas sobre algumas reações químicas e finalmente, análises por via úmida, nas quais serão investigados ânions e cátions (utilizando a Marcha Analítica Clássica). Ao final deste roteiro apresenta-se uma alternativa à marcha analítica clássica: a Marcha Analítica dos Carbonatos.

Introdução

Historicamente, o desenvolvimento da análise qualitativa, esteve relacionado à ênfase que era dada à análise de minerais e à determinação de suas composições. Desde a década de 30 acreditava-se que a Química Analítica Qualitativa seria capaz de desenvolver no aluno uma atitude de pesquisador, ao trabalhar com amostras "desconhecidas". De acordo com Benedetti-Pichler, Schneider e Steinbach (1957) o processo de descobrir a composição química de uma amostra requer uma abordagem semelhante à usada em pesquisa. Nesse mesmo sentido, Frank (1957) afirma que a sequência "pensar e agir" envolvida é bastante similar à que se espera de um futuro pesquisador. Senise (1982) destaca a função pedagógica desempenhada pela Química Analítica Qualitativa de estimular o estudante a pensar e a raciocinar criativamente. Dessa forma, busca-se um ensino verdadeiramente formativo, onde o estudante seja estimulado a pensar, a raciocinar com base nos conhecimentos que vai aperfeiçoando e a desenvolver sua capacidade criativa. A disciplina de Análise Química I, pode assim, contribuir para a realização desses objetivos.

Neste sentido, este material tem por finalidade orientar o trabalho dos alunos no decorrer das aulas práticas de Química Analítica Qualitativa, fazendo com que o estudante aprenda e se familiarize com as técnicas básicas da análise qualitativa e compreenda os fundamentos teóricos em que elas se baseiam. Ademais, o roteiro visa desenvolver a consciência crítica dos estudantes do curso técnico em química sobre a importância da correta segregação e tratamento dos resíduos químicos para a preservação do ambiente.

Assim, aconselha-se o estudante a realizar um planejamento prévio dos procedimentos da aula de laboratório, a fim de facilitar o aprendizado e utilizar adequadamente o tempo destinado às aulas práticas. Além disso, o aluno deve ter noções prévias, através de pesquisas e consultas bibliográficas, sobre todos os reagentes químicos com os quais irá trabalhar na aula seguinte, para que se evitem acidentes ou saiba como proceder diante de alguma adversidade.

É importante dispor de um caderno de anotações de laboratório. Todos os dados, observações, cálculos, e questionamentos devem nele ser anotados direta e organizadamente. Esse procedimento facilitará a elaboração dos relatórios. Nesse caderno também devem estar inseridas as fichas de informações de segurança dos produtos químicos, para que, a qualquer momento, possam ser consultadas.

Este material foi avaliado por profissionais da área que contribuíram com diversas sugestões.

UNIDADE 1. *Conhecendo um laboratório químico*

1. Tópicos essenciais para trabalho em um laboratório químico

O trabalho que se realiza em aulas práticas de Laboratório de Química requer, ao lado de grande dedicação e interesse, muito cuidado e atenção. É essencial que o aluno assuma uma postura responsável durante as experiências. Estes cuidados têm o objetivo não só de evitar acidentes, como também de diminuir o gasto de reagentes.

Deve-se ter cautela ao manusear os reagentes, vidrarias ou equipamentos, para que sejam minimizados os riscos do trabalho. Além disso, é fundamental que se tenha o conhecimento dos riscos, toxicidade, melhor forma de manuseio e estocagem, bem como a concentração de todos os reagentes de trabalho.

1.1. Regras de segurança em laboratório químico

Para evitar eventuais acidentes no laboratório são detalhadas, a seguir, algumas instruções que, devidamente observadas, conduzirão a bons resultados, a saber:

- É obrigatório o uso de jaleco nos trabalhos de laboratório e expressamente proibido o uso de bermudas, chinelos e sandálias.
- Use sempre óculos de proteção ao trabalhar no laboratório.
- Em caso de cabelos compridos, prenda-os para evitar qualquer tipo de acidente.
- É expressamente proibido fumar e ingerir alimentos e bebidas de qualquer natureza no laboratório.
- Não se distraia, durante o trabalho no laboratório, com conversas, jogos ou ouvindo música.
- Tenha completa consciência da localização do chuveiro de emergência, dos lavadores de olhos e extintores de incêndio, tomando conhecimento de como usá-los corretamente.
- Nunca trabalhe sozinho no laboratório. Trabalhos perigosos devem ser realizados em presença de, pelo menos, duas pessoas presentes no mesmo local. É expressamente proibido realizar qualquer trabalho no laboratório sem a presença do estagiário ou do professor (ou sem consentimento por escrito deste último).
- Qualquer dúvida que surgir durante a análise técnica, dirija-se ao professor e não ao colega para obter esclarecimentos.
- Ao término de cada jornada de trabalho e antes de retirar-se do laboratório, guarde todo o material que esteja sob sua responsabilidade, limpo e em perfeito estado de uso.
- Terminados os trabalhos práticos e antes de retirar-se do laboratório, limpe sua bancada.
- Siga as instruções desta apostila quanto ao descarte de substâncias químicas que serão empregadas nas práticas subsequentes (insumos), resíduos e lixo comum.
- Evite o desperdício de reagentes, material, gás, luz, água e água destilada.
- Tome o máximo cuidado para não contaminar os reagentes. Nunca retorne os reagentes aos frascos de origem, mesmo que não tenham sido usados; coloque os sólidos em um recipiente especial para resíduos químicos. Os inflamáveis devem ser colocados em um recipiente a prova de fogo que será esvaziado no final de cada jornada de trabalho.
- Use sempre água destilada ou deionizada ao preparar uma solução ou ao realizar uma diluição.
- Lubrifique os tubos de vidro, termômetros, entre outros, antes de inseri-los em rolha. Proteja as mãos com luvas apropriadas ou enrole a peça de vidro em uma toalha nessa operação.
- Quando utilizar aquecimento, faça-o de maneira adequada, pois, caso contrário, o conteúdo poderá ser lançado para fora do recipiente que o contém, provocando acidentes com perdas que inutilizam

por completo a análise em andamento. As substâncias inflamáveis não devem ser aquecidas em fogo direto, utilize chapa elétrica ou manta de aquecimento.

- Sempre que estiver procedendo ao aquecimento de material de vidro ou de porcelana, conserve o rosto afastado, a fim de evitar que, pela quebra acidental, venha a ocorrer acidente grave, principalmente para os olhos.
- Nunca dirija a abertura de frascos contra si ou outrem, dirija-o para dentro da capela.
- Todas as operações onde há desprendimento de gases tóxicos ou irritantes devem ser executadas na capela, assim como evaporação de soluções ácidas, amoniacais, aberturas de amostras, entre outras. As substâncias tóxicas devem ser manipuladas na capela e, se as mesmas forem voláteis, use máscara adequada.
- Jamais trabalhe com substâncias das quais não conheça todas as propriedades. Nesse caso, recomenda-se que o estudante realize uma consulta prévia, em bibliografia confiável (Fichas de Informações de Segurança de Produtos Químicos – FISPQs), as propriedades das substâncias desconhecidas, bem como sua toxicidade e os cuidados que devem ser tomados na manipulação, armazenagem e descarte das mesmas, bem como as medidas de primeiros socorros.
- É indispensável tomar o maior cuidado possível quando se trabalha com ácidos, em particular com ácido sulfúrico concentrado. Sempre adicione ácidos à água, e nunca a água aos ácidos pois ocorre aquecimento do sistema. Utilizar a capela.
- Ácidos e bases concentrados atacam a pele e os tecidos, deve-se, pois, usá-los com todo o cuidado, principalmente na neutralização de um com o outro, evitando reações violentas. Preste a máxima atenção a qualquer operação onde haja aquecimento ou em que reaja violentamente.
- Apague os bicos de Bunsen e maçaricos quando não os estiver usando. Lembre-se sempre que frascos que contenham líquidos inflamáveis, devem ser afastados das proximidades do local de trabalho.
- Não brinque com produtos químicos. Nunca cheire o conteúdo de qualquer frasco, pois pode tratar-se de substância tóxica.
- Não pipete quaisquer líquidos com a boca pois poderão ser cáusticos ou venenosos. Utilize as pipetas.
- Ao executar um trabalho que requer aquecimento, controle, atentamente, a sua temperatura e pressão. Os recipientes para aquecimento não devem ficar totalmente fechados.
- Tenha cuidado com reagentes incompatíveis.
- Não abandone seu experimento sem identificá-lo e encarregar alguém qualificado pelo seu acompanhamento caso ainda não estiver concluído.
- Em aparelhos que funcionam a vácuo, não use recipientes de paredes finas e nem empregue os de superfícies planas.
- No caso de acidentes, queimaduras e outros, é dever do estudante procurar imediatamente o professor.
- Tenha muita cautela quando for testar um produto químico por odor; não coloque o produto ou frasco diretamente sob o nariz, o correto é fazer movimento que tragam o odor até o nariz com as mãos.
- Improvisações são o primeiro passo em direção a um acidente, use material adequado.
- Ao locomover-se no laboratório, faça-o com cuidado, a fim de não provocar qualquer acidente e/ou tumultuar o ambiente de trabalho. Nunca corra no laboratório!
- Rotule sempre qualquer solução que venha a preparar, identificando-a quanto à substância química utilizada, sua provável concentração, o nome do técnico que a preparou e a data de preparo da mesma. Guarde a solução em recipiente adequado e evite deixá-la armazenada em balões volumétricos.
- Certifique-se sempre a voltagem do equipamento eletroeletrônico que fará uso no laboratório, antes de ligá-lo à respectiva corrente elétrica.

- Acondicione em recipientes separados o lixo comum e os vidros quebrados e outros materiais perfuro cortantes, como agulhas, lâminas, etc.
- Frascos vazios de solventes e reagentes devem ser limpos e descartados de forma adequada.
- Leia atentamente o rótulo dos produtos químicos antes de utilizá-los pois eles trazem informações na forma de pictogramas (símbolos) relativos ao perigo à saúde e ao meio ambiente. Alguns dos principais pictogramas encontrados estão apresentados na Figura 1.

Figura 1 – Exemplos de pictogramas dos riscos químicos encontrados em rótulos de produtos químicos.

	<p style="text-align: center;">Explosivo</p> <p>Embalagem sob pressão – gases comprimidos, liquefeitos, dissolvidos - que podem explodir sob a ação do calor.</p>
	<p style="text-align: center;">Explosivo</p> <p>Pode explodir em contato com uma chama, faísca, eletricidade estática, exposição ao calor ou ao ser sujeito a choque ou fricção. Perigo grave de projeções.</p>
	<p style="text-align: center;">Inflamável</p> <p>Gases, aerossóis, líquidos, sólidos inflamáveis. Pode incendiar em contato com uma chama, faísca, eletricidade estática ou exposição ao calor.</p>
	<p style="text-align: center;">Comburente</p> <p>Gases, líquidos, sólidos comburentes. Pode provocar ou agravar um incêndio.</p>
	<p style="text-align: center;">Corrosivo</p> <p>Pode provocar queimaduras graves na pele e lesões nos olhos. Também é corrosivo para metais.</p>

<p style="text-align: center;">Tóxico</p> <p>Altamente tóxico em contato com a pele, e pode ser fatal se inalado ou ingerido.</p>
--



Irritante ou Nocivo

Provoca a sensibilização cutânea e irritação ocular. Irritante para as vias respiratórias. Narcótico, provoca sonolência ou tonturas.



Perigos para o ambiente



Perigos graves para a saúde

Pode provocar efeitos graves a longo prazo na saúde, tais como cancro, anomalias genéticas e reprodutivas ou sensibilização respiratória, como alergias, asma ou dificuldades respiratórias. Pode ser fatal por ingestão ou penetração nas vias respiratórias.

Fonte: Normativa Europeia n.º 689/2008 do Parlamento Europeu, artigo 23º.

1.1.2. Noções de Toxicologia

Os principais meios de penetração das substâncias químicas nos organismos podem ocorrer pela:

- Inalação: Maior grau de risco em função da rapidez com que as substâncias químicas serão absorvidas pelos pulmões. A inalação é a principal via de intoxicação no ambiente de trabalho, daí a importância que deve ser dada aos sistemas de ventilação.
- Absorção: Contato das substâncias químicas com a pele. A absorção é extremamente crítica quando se lida com produtos lipossolúveis, que são absorvidos através da pele. Quando uma substância química entra em contato com a pele, a pele e a gordura que a protege podem atuar como barreiras efetivas. O agente pode agir apenas a nível superficial causando irritação primária ou a substância combina-se com as proteínas da pele causando maior sensibilização ou ainda a substância pode penetrar através da pele provocando danos maiores.
- Ingestão: Representa uma via secundária de ingresso de substâncias químicas no organismo. Isto pode acontecer de forma acidental.

Por sua vez, o conceito e classificação dos gases e vapores tóxicos segue os critérios detalhados a seguir. Nesse sentido tanto gases e vapores podem ser:

- Irritantes: provoca ação tóxica que resulta em processo inflamatório das superfícies com as quais elas entram em contato. Geralmente afetam trato respiratório, pele e olhos.
- Irritantes Primários: Quando exercem apenas ação local. Estas substâncias atuam sobre a membrana mucosa do aparelho respiratório e sobre os olhos, levando à inflamação, avermelhamento, desidratação, destruição da parede celular, necrose e ao edema (inchaço). Dentro do aparelho respiratório, o local da ação dos irritantes primários dependerá da solubilidade dos mesmos em água. Os mais solúveis são absorvidos pelas vias aéreas superiores, dissolvendo-se na água presente nas mucosas, causando irritação. Os menos

solúveis serão pouco absorvidos pelas vias aéreas superiores, alcançando o tecido pulmonar, onde produzem seu efeito. Na exposição imediata ou aguda, estes agentes provocam nas vias aéreas superiores: rinite, faringite, laringite, com quadro clínico de dor, coriza, espirros, tosse e irritação. Nas vias aéreas inferiores, eles provocam: bronquite, broncopneumonia e edema pulmonar, com quadro clínico de tosse e dispneia (dificuldade para respirar). Na exposição prolongada a baixas concentrações, os gases e vapores irritantes provocam: bronquite crônica, conjuntivite, queratite, entre outros.

- Irritantes Secundários: Quando ao lado da ação irritante local há uma ação geral, sistêmica. São substâncias químicas que, além de ocasionarem irritação primária em mucosas de vias respiratórias e conjuntivas, são absorvidas e distribuídas, indo atuar em outros sítios do organismo, como sistema nervoso e sistema respiratório. Exemplo de substância química com efeito irritante secundário: gás sulfídrico (H_2S).
- Asfixiantes: São substâncias químicas que levam o organismo à deficiência ou privação de oxigênio, sem que haja interferência direta na mecânica da respiração. Exemplos de substâncias químicas com efeitos asfixiantes são: etano, metano, propano, butano, GLP, acetileno, nitrogênio, hidrogênio, monóxido de carbono, etc.
- Anestésicos: São substâncias capazes de provocar depressão do sistema nervoso central. Estas substâncias deprimem a atividade do sistema nervoso central, interferindo com o sistema neurotransmissor. Em consequência, ocorrem perda da consciência, parada respiratória e morte. Os hidrocarbonetos derivados do petróleo, pela sua alta afinidade pelo sistema nervoso, rico em gordura, possuem esta propriedade.

Em resumo, os efeitos tóxicos dependem:

- Da dose;
- Da via de penetração;
- Da relação dose-efeito;
- Do metabolismo;
- Do estado de saúde;
- Das condições do momento – fadiga, stress;
- De sua interação com outros produtos – sinergia.

1.1.3. Efeitos no organismo

Alguns produtos químicos podem apresentar propriedades tóxicas ou outros riscos à saúde. Um produto químico é considerado perigoso para a saúde quando pelo menos um estudo mostrou evidências estatisticamente significantes sobre os efeitos deletérios (agudos ou crônicos) às pessoas ou organismos expostos. Produtos químicos podem afetar a saúde de muitas maneiras distintas. Dependendo dos efeitos observados podem ser considerados: alérgenos e sensibilizadores, irritantes, corrosivos, asfixiantes, anestésicos, agentes hepatotóxicos, agentes nefrotóxicos, agentes que agem sobre o sistema hematopoiético, indutores de fibrose, carcinógenos, mutagênicos ou teratogênicos, etc.

a) Efeitos mutagênicos

São efeitos causados por determinadas substâncias que atuam diretamente sobre o genoma. Estima-se que 80% das substâncias mutagênicas também são carcinogênicas. Como exemplos de produtos mutagênicos podemos citar: azida sódica, hidroxilamina, entre outros.

b) Efeitos carcinogênicos

São efeitos que favorecem o aparecimento de câncer. Para se conhecer a potencialidade carcinogênica de uma substância, é necessária a experimentação *in vivo*. Os resultados obtidos com uma espécie animal nem sempre podem ser reproduzidos para a espécie humana. Exemplos de substâncias reconhecidas cancerígenas para o homem: aflatoxinas, asbesto, benzeno, benzidina, cloreto de vinila, etc.

c) Efeitos teratogênicos

São efeitos causados diretamente sobre o feto por via transplacentária, pela exposição a substâncias tóxicas. A teratogênese geralmente ocorre na fase inicial do desenvolvimento embrionário (7 a 14 dias). As mulheres grávidas não devem manipular produtos genotóxicos ou teratogênicos durante os primeiros meses de gravidez. Exemplos de substâncias teratogênicas: dimetil mercúrio, cloreto de vinila, sais de lítio, etc.

d) Efeitos organotóxicos

São efeitos que algumas substâncias causam diretamente a determinados órgãos, gerando efeitos neurotóxicos (sistema nervoso), hematológicos (sangue), hepatotóxicos (fígado) e sobre o aparelho reprodutor.

e) Efeitos imunotóxicos

São efeitos que algumas substâncias causam diretamente ao sistema imunológico, gerando hipersensibilidade, imunodepressão e processos autoimunes.

1.2. Primeiros Socorros

É muito importante que todo estudante que for realizar experimentos em um laboratório, tenha noções básicas de primeiros socorros para que possam ser tomadas atitudes o mais rápido possível a fim de impedir um agravamento do estado do sinistrado até a chegada da assistência médica.

Os itens de primeiros socorros que devem constar em um laboratório são: chuveiros e lava olhos, extintores de incêndio, caixas com areia, manta de amianto e caixa de primeiros socorros, devidamente identificada e colocada em local de fácil acesso.

Todos os medicamentos, ataduras, entre outros, contidos na caixa de primeiros socorros devem ser periodicamente revisados para que se verifique as datas de validade e armazenamento dos itens, bem como para reposição quando necessário.

A caixa de primeiros socorros deve conter, no mínimo:

- Algodão, ataduras e compressas esterilizadas;
- Curativos;
- Rolo adesivo;
- Tesoura e pinça;
- Alfinetes de segurança;

- Álcool;
- Pomada para queimaduras

As categorias da maioria dos acidentes são:

- Golpes (batidas e cortes);
- Salpicos na pele e queimaduras químicas;
- Salpico nos olhos;
- Inalação de gases, poeiras ou vapores;
- Ingestão de sólidos ou líquidos;
- Queimaduras

Até que a assistência médica especializada seja acionada, alguns procedimentos podem ser tomados para evitar agravamento da situação, tais como:

- *Golpes:* Se o ferimento não for muito profundo, deixe sangrar durante alguns segundos. Verificar se não ficaram estilhaços de vidro ou outros corpos estranhos no ferimento. Lavar com água corrente, desinfetando depois com álcool. Proteger a ferida com gaze e esparadrapo. Se o ferimento for mais profundo e houver muito sangramento, aplicar pressão imediatamente acima do corte, mas NUNCA durante mais de 5 minutos. Nesse caso, exigem atenção médica.
- *Salpicos na pele e queimaduras químicas:* Os salpicos perigosos são geralmente corrosivos (ácidos ou básicos) causando queimaduras químicas, ou tóxicos (fenol, anilina) por absorção através da pele. É essencial que se lave abundantemente e continuamente com água corrente até que todo reagente seja removido. Para ácidos e bases fortes concentradas é recomendável utilizar uma solução 15% de bicarbonato de sódio enquanto para diluídos, muita água. Remover todas as vestimentas que estiverem contaminadas. Se a substância for insolúvel em água, lavar a área com água e sabão.
 Não utilizar outras substâncias na área afetada pois podem ocorrer outras reações que provocariam agravamento das lesões.
 Caso o reagente causar queimadura química, recomenda-se secar a zona afetada após a lavagem. Se a queimadura for superficial, podem ser aplicadas pomadas indicadas para queimaduras.
- *Salpico nos olhos:* Após contato com substâncias corrosivas e irritantes, lavar abundantemente os olhos com água corrente ou água destilada. Não aplicar jato de água muito forte pois podem provocar lesões.
 Quando uma substância irritante entra em contato com os olhos, há uma contração das pálpebras, mantendo os olhos fechados. Para que a limpeza dos olhos seja eficiente, segurar as pálpebras abertas com os dedos e lavar abundantemente. Todas as lesões nos olhos exigem cuidados médicos.
- *Inalação de gases, vapores e poeiras:* Afastar imediatamente a pessoa da área contaminada. A pessoa que presta assistência deve tomar o cuidado se não ser também vitimada pela atmosfera contaminada, utilizando, por exemplo, uma máscara apropriada.
 Aliviar roupas no peito e pescoço da vítima.
 Se a vítima estiver consciente, deve-se mantê-la deitada, aquecida e constantemente vigiada até a chegada do médico.
 Se a vítima estiver inconsciente, virá-la de bruços com a boca voltada para baixo para que as vias respiratórias sejam desobstruídas, impedindo ingestão de vômito ou de objetos estranhos. Nunca faça com que uma pessoa inconsciente ingira líquidos!!!
 Se a vítima estiver em parada respiratória, deve-se administrar imediatamente respiração artificial até que a respiração natural se reestabeleça até a chegada do médico. Nunca aplicar

respiração boca a boca se a substância ou vapores inalados forem desconhecidos pois a pessoa que presta os primeiros socorros também poderá ser afetada.

Em todos os casos de envenenamento por inalação, deve-se administrar oxigênio ao afetado, desde que haja equipamento apropriado e pessoa treinada à sua utilização.

- *Ingestão de sólidos ou líquidos:* É o acidente mais incomum em laboratórios pois dificilmente ocorrerá a ingestão deliberada de grandes quantidades de sólidos ou líquidos nocivos.

Caso ocorra a ingestão de algum sólido ou líquido nocivo, procurar evitar engolir a substância.

Se a substância ingerida for corrosiva, poderá provocar queimaduras na boca. Nesse caso, recomenda-se bochechar repetidamente com água.

Quando houver ingestão de substância venenosa ou corrosiva, a vítima deverá ingerir grandes quantidades de água ou leite e ser removido imediatamente ao hospital. JAMAIS PROVOQUE VÔMITO pois isso provocaria um agravamento das lesões internas.

Observação: Para que acidentes desta natureza não ocorram, JAMAIS PIPETE COM A BOCA !!! Essa prática é totalmente proibida em um laboratório.

- *Queimaduras:* As queimaduras químicas devem ser tratadas conforme descrito anteriormente.

Queimaduras causadas por chama, água quente, placas elétricas ou recipientes quentes devem ser tratadas conforme sua gravidade. Em qualquer situação deve-se reduzir ao máximo os perigos de infecções, evitando manter contato com a área afetada. Recomenda-se manter a região queimada coberta com uma compressa esterilizada seca, deixada à vontade. Quando a queimadura for apenas superficial, pode-se aplicar pomadas indicadas para este fim.

Todas as queimaduras não triviais exigem cuidado médico.

1.3. Descarte de produtos químicos

Todos os resíduos químicos necessitam de mecanismos seguros para o seu tratamento e/ou disposição final. É importante salientar que estes resíduos químicos requerem um procedimento de tratamento/descarte muito distinto daquele dado ao lixo ou efluente doméstico. Também é conhecido que quando incorretamente gerenciados, os resíduos químicos tornam-se uma grave ameaça ao meio ambiente e à saúde humana.

No Colégio Dom João Becker foi implementado um Projeto de Gestão de Resíduos (PGR) com o objetivo principal de minimizar e orientar a destinação adequada dos resíduos químicos gerados nas atividades experimentais. Nesse documento foram definidas as normas e procedimentos, de maneira a garantir que as atividades experimentais desenvolvidas pelos docentes e discentes, não contaminem diretamente o meio ambiente através da emissão indevida de resíduos poluentes, nem impactem sobre a saúde da comunidade escolar.

Caso você tenha interesse em conhecer o documento final do Plano de Gestão de Resíduos (PGR), verifique com o seu professor a cópia física do mesmo que deve estar no laboratório onde você realizará as práticas descritas nesse material!

O projeto elaborado para a escola fundamenta-se nos princípios dos 3Rs: reduzir, reutilizar e reciclar, visando adequar a segregação dos resíduos na origem e formar recursos humanos capazes de atuar na gestão de resíduos químicos. Assim, será feita uma gestão eficiente dos resíduos gerados, nas rotinas nos laboratórios, despertando nos discentes a responsabilidade de se destinar corretamente esses resíduos químicos, seja na minimização efetuada na própria atividade geradora, seja na segregação e encaminhamento desses resíduos químicos para a disposição final.

O PGR pôde se tornar viável devido à vigência de um Protocolo de Cooperação entre a Universidade do Rio Grande do Sul (UFRGS) e o Estado do Rio Grande do Sul, por intermédio da Secretaria da Educação. Por essa razão, os resíduos químicos gerados no DJB seguirão as normas adotadas pelo Centro de Gestão e Tratamento de Resíduos Químicos (CGTRQ) do Instituto de Química (IQ) da UFRGS para segregação, coleta, identificação, transporte e disposição final.

Nesse contexto, a segregação de resíduos químicos consiste na separação dos mesmos, de acordo com suas propriedades químicas e físicas, com seu estado físico e seus tratamentos ou utilizações futuras. Assim, os resíduos químicos devem ser separados em diferentes categorias, sendo:

- Resíduo Aquoso - quando o solvente majoritário é a água com solutos orgânicos ou inorgânicos dissolvidos. O resíduo não pode ser inflamável e não pode conter sólidos não dissolvidos (passíveis de filtração simples); óleos vegetais, minerais, querosene; fases orgânicas imiscíveis com água; agrotóxicos na sua composição. Esse tipo de resíduo será majoritário nessa disciplina.
- Resíduo Sólido - resíduo no estado sólido, semissólido, pastoso ou de iodo; materiais sólidos impregnados com produtos químicos tóxicos, provenientes das atividades laboratoriais, de difícil descontaminação ou economicamente inviável. Não pode conter líquidos livres; substâncias reativas com água ou ar; substâncias inflamáveis e/ou explosivas.
- Resíduo de Solvente Orgânico Halogenado e Benzeno (SOH) - mistura de dois ou mais solventes orgânicos, desde que um seja organoclorado (ex. clorofórmio, diclorometano, tetracloreto de carbono); benzeno ou algum outro solvente organohalogenado (bromofórmio, iodometano). Também se inclui nesta categoria os resíduos contendo agrotóxicos e os resíduos quimioterápicos citostáticos.
- Resíduo de Solvente Orgânico não Halogenado (SOñH) - mistura de dois ou mais solventes orgânicos. A mistura deve ser inflamável (ex.: álcoois, hidrocarbonetos, éteres, ésteres, cetonas, etc.)
- Reagente não Desejável (RñD) – reagente químico que não é mais útil no laboratório, passível de recuperação ou reaproveitamento, conforme avaliação da Divisão Técnica do CGTRQ. A embalagem original deve estar íntegra, com boa vedação, do contrário a mesma deverá ser substituída pela fonte geradora. Utiliza-se caixa de papelão com divisória fornecida pelo CGTRQ para a coleta e transporte.
- Resíduo Líquido Desconhecido – quando a natureza do resíduo não é conhecida.

Os resíduos químicos segregados deverão ser acondicionados em recipientes estanques, fisicamente resistentes e quimicamente compatíveis com os resíduos. Estes recipientes deverão ser apropriadamente rotulados e tampados e deverão, ainda, ser armazenados sobre bandejas de contenção para, no caso de vazamentos/derramamentos, prevenir possíveis acidentes, evitando também a contaminação do meio ambiente. Isso significa que os resíduos químicos devem ser acondicionados em embalagens íntegras, bem vedadas e limpas (ex. bombona de plástico, frasco de vidro âmbar com boca larga, saco plástico transparente de material resistente, caixa de papelão) não devendo ultrapassar o limite de 80% da capacidade máxima do recipiente.

Os recipientes utilizados para o acondicionamento de resíduos deverão ser devidamente identificados utilizando rótulos padronizados e disponibilizados pelo CGTRQ na sua página virtual (<http://www.iq.ufrgs.br/cgtrq/>), confeccionados em material resistente ao manuseio e armazenagem do resíduo. As informações nos rótulos devem apresentar meios para um fácil conhecimento e

entendimento sobre as substâncias, os quais devem fornecer uma ideia geral do material, assim como de seu grau de periculosidade. Os recipientes nunca devem ser rotulados apenas com a identificação "Resíduos" ou "Lixo". Recipientes que não apresentam informações necessárias para a identificação dos rejeitos podem dificultar e, até mesmo, invalidar as etapas do gerenciamento.

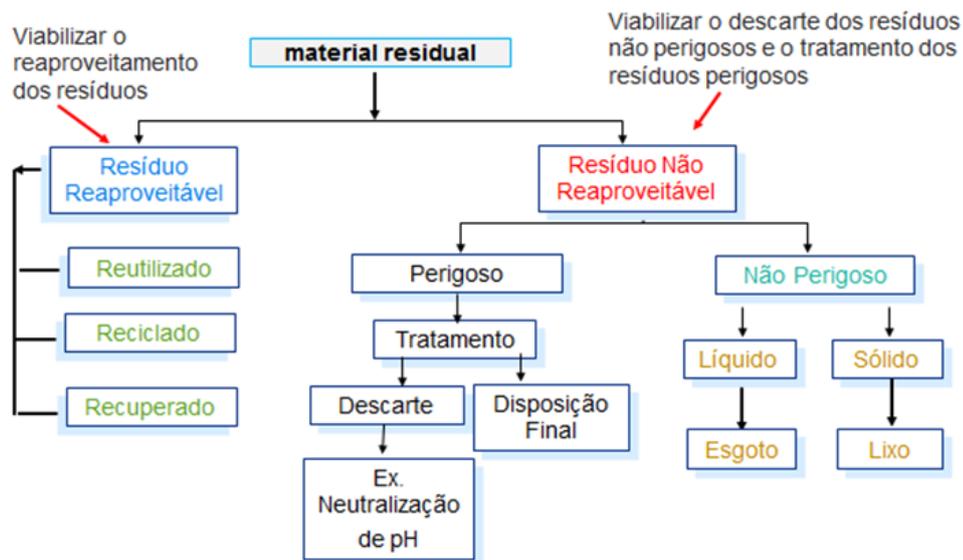
Quadro 1 – Regras gerais para coleta e segregação de resíduos químicos

Regras Gerais para coleta e segregação de resíduos químicos:

- 1. Deve ser uma atividade diária, após a realização dos experimentos realizados em laboratório. A responsabilidade pela coleta e segregação dos resíduos é de quem o gerou.***
- 2. Separar os resíduos não perigosos daqueles considerados perigosos***
- 3. Avaliar a possibilidade de reciclagem, reutilização ou doação dos resíduos.***
- 4. Evitar combinações químicas e formação de compostos mais complexos. Antes de misturar compostos, verificar suas compatibilidades químicas.***
- 5. Não acumular por muito tempo recipientes contendo materiais residuais (sólidos ou líquidos) dentro do laboratório.***

A seguir, na Figura 2, estão descritas as etapas que devem ser analisadas para a correta disposição dos resíduos químicos gerados nos laboratórios.

Figura 2 – Diagrama esquemático com as etapas que devem ser analisadas para a correta disposição dos resíduos químicos.



Fonte: adaptado de Universidade Federal de Uberlândia
Disponível em < www.sustentavel.ufu.br/sites/...ufu.../Gestão%20Resíduos%20Químicos%20UFU.ppt > Acesso em Agosto 2016.

1.4. Caderno ou Pasta de Protocolo de Reagentes

O Protocolo de Reagentes deve ser elaborado em um caderno ou em pasta do tipo arquivo, com folhas removíveis, exclusivamente destinado a isso, sendo a primeira página reservada para o sumário e, após, iniciando a descrição de cada reagente químico em uma nova página. O caderno ou pasta arquivo devem ser organizados individualmente e devem conter os seguintes itens para cada reagente químico:

- Nome do reagente
- Fórmula e propriedades físicas e químicas (nomenclatura na IUPAC, número CAS, estado físico, Ponto de fusão, Ponto de Ebulição, estabilidade, solubilidade, pH);
- Cuidados de manuseio (Equipamentos de Proteção Individual (EPI's), local);
- Cuidados de armazenagem (incompatibilidades, recipientes, local de armazenamento indicado);
- Informações sobre toxicidade (referentes à inalação, contato com a pele e olhos, ingestão);
- Informações sobre primeiros socorros (inalação, contato com a pele e olhos, ingestão);
- Informações sobre passivação/neutralização e descarte apropriado dos resíduos;
- Bibliografia consultada. Nesse caso, se realizar a busca eletrônica, tenha o cuidado de consultar sites com informações confiáveis!!



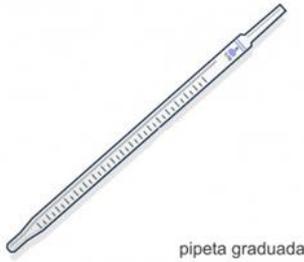
Questionário

1. Quais são os cuidados que devemos ter ao diluirmos um ácido concentrado? Justifique sua resposta.
2. Quais as medidas que devem ser tomadas no caso de ingestão acidental de produtos químicos?
3. Como se deve proceder se os olhos forem atingidos por respingos de ácido ou álcalis?
4. Quais os EPI's básicos para trabalho em um laboratório químico?
5. Como devem ser utilizados os extintores de incêndio?
6. Qual a função de uma "capela" em um laboratório químico? Quando devemos utilizá-la?
7. Qual a importância da consulta às Fichas de Informações de Segurança de Produtos Químicos – FISPQs antes da realização de um experimento?
8. Todos os produtos químicos utilizados no laboratório devem estar devidamente rotulados. Quais as informações mais importantes que devem existir nestes rótulos?
9. Indique um motivo pelo qual se devem prender os cabelos compridos quando se trabalha num laboratório de química.
10. Qual a importância do descarte adequado dos resíduos produzidos em um laboratório?

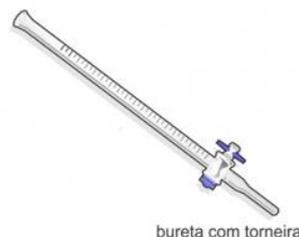
UNIDADE 2. Vidrarias e equipamentos de Laboratório

São chamados de “vidraria” todos os instrumentos fabricados em vidros e que são utilizados para medições e experiências dentro de um laboratório, tais como buretas, almofarizes, cálices e condensadores, cubas para coloração, frascos e pipetas. Ademais, as vidrarias de laboratório devem ser tratadas com o maior cuidado possível para que se evitem acidentes. Existem também materiais de metal, porcelana, de borracha ou plástico, entre outros. A seguir, no quadro 1, são apresentadas as principais vidrarias e equipamentos utilizados em um laboratório.

Quadro 2 – Principais vidrarias e materiais utilizados em um laboratório químico.

<p>Uso de pipetas em geral: Depois de perfeitamente limpa, a pipeta é ambientada lavando-se com pequenas quantidades da solução a medir para remoção de possíveis gotas de água destilada que provocariam uma pequena diluição na solução. Em seguida, é introduzida na solução, tendo o cuidado de evitar a formação de bolhas; faz-se sucção até acima da marca do zero. Seca-se a parte externa da pipeta com papel filtro. Depois, deixa-se escoar lentamente o líquido para zerar e, só então, procede-se o escoamento desejado. Aguarda-se poucos segundos até completo escoamento. Se ainda persistir uma gota na posição inferior da pipeta, deve-se encostar a pipeta contra a parede do recipiente no qual a solução foi depositada.</p>	
<p>• PIPETA GRADUADA</p> <p>A pipeta graduada é utilizada para medir pequenos volumes. Mede volumes variáveis, portanto não apresenta precisão em suas medidas.</p>  <p style="text-align: center;">pipeta graduada</p>	<p>• PIPETA VOLUMÉTRICA</p> <p>A pipeta volumétrica é usada para medir e transferir volume de líquidos com grande precisão de medida.</p>  <p style="text-align: center;">pipeta volumétrica</p>
<p>• PIPETA PASTEUR</p> <p>Usada para lavagem de vidrarias com solventes não aquosos ou então para transferências.</p>	 <p style="text-align: right;">pipeta pasteur</p>
<p>• BÉQUER</p> <p>É de uso geral em laboratório, servindo para dissolver substâncias, efetuar reações químicas, aquecer líquidos, etc. Também pode ser aquecido utilizando o bico de Bunsen em conjunto com o tripé e a tela de amianto.</p>	 <p style="text-align: right;">becker</p>
<p>• BURETA</p>	

São cilindros de vidro graduados que apresentam torneiras que servem como dispositivos de controle de vazão. Antes do seu uso, ela deve ser limpa com KOH alcoólico ou soluções de limpeza especiais. Com a bureta limpa (sem gotículas internas após o escoamento), lava-se três vezes com aproximadamente 5mL de solução, que é adicionada com o auxílio de um funil, de forma que o fluxo descendente lave as paredes da mesma. Depois de lavada com a solução, enche-se a bureta com a solução até um pouco acima do zero, verificando se não há vazamento e/ou bolhas de ar na porção da bureta abaixo da torneira.



bureta com torneira

• BALÃO VOLUMÉTRICO

São balões de fundo chato, gargalo comprido e calibrados. O gargalo deve ser estreito para que uma pequena variação de volume provoque uma sensível diferença na posição do menisco. Os balões volumétricos são usados na preparação de soluções de concentração conhecida. O reagente é devidamente pesado e passado para um béquer onde é dissolvido, a solução assim obtida é passada para o balão volumétrico. O béquer é lavado inúmeras vezes com pequenas porções de água para que ocorra uma transferência quantitativa do reagente, cuidando-se para que não ultrapasse a marca do gargalo. Completa-se o volume até um pouco abaixo da marca do gargalo. Se o gargalo estiver molhado, espera-se tempo suficiente para que o volume escoe pelas paredes, secando-se por fim com o auxílio de um bastão de vidro envolto em papel filtro. Completa-se o volume final com o auxílio de uma pipeta Pasteur de tal maneira que o menisco fique tangente ao traço de referência. Em seguida agita-se vigorosamente a solução para homogeneizá-la.



balão volumétrico

Em caso de diluições de soluções concentradas, se esse processo for exotérmico, procede-se uma diluição inicial em um béquer com pouco volume de água. Espera-se esfriar e então repete-se o procedimento para reagentes sólidos, conforme citado anteriormente.

• CADINHO

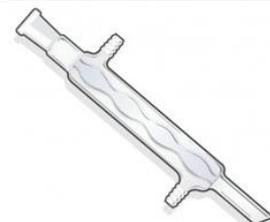
Geralmente é feito de porcelana. Serve para calcinação (aquecimento a seco e muito intenso) de substâncias. Pode ser colocado em contato direto com a chama do bico de Bunsen com o auxílio de um triângulo de porcelana. Suporta altas temperaturas (acima de 500°C), dependendo do material que foi constituído, ferro, chumbo, platina ou porcelana.



cadinho

• CONDENSADOR

Utilizado na destilação, tem como finalidade condensar vapores gerados pelo aquecimento de líquidos. Os mais comuns são os de Liebig (retos), mas há também o de bolas (representado no desenho ao lado) e de serpentina. É comumente utilizado em conjunto com o balão de destilação.



condensador

• FUNIL DE BUCHNER

Acoplado ao kitassato e munido de papel de filtro é usado nas filtrações a vácuo.



funil de bunchner

• KITASSATO

Utilizado em conjunto com o funil de Büchner em filtrações a vácuo. Compõe a aparelhagem das filtrações a vácuo. Sua saída lateral se conecta a uma trompa de vácuo. É utilizado para uma filtragem mais veloz, e também para secagem de sólidos precipitados.



kitassato

• ERLLENMEYER

Tem as mesmas finalidades que o béquer ao fazer titulações, aquecer líquidos e dissolver substâncias, dentre outras, mas tem a vantagem de permitir a agitação manual – o seu afinilamento em cima anula o risco de perda de material.



erlenmeyer

• PROVETA GRADUADA

A proveta é um instrumento preciso e, portanto, altamente recomendado para medição de líquidos. Não pode ser aquecida.



proveta graduada

• FUNIL DE SEPARAÇÃO

É utilizado para separar líquidos não miscíveis, ou seja, através da decantação. A torneira embutida nele permite que seja separado com facilidade.



funil de separação

• TUBO DE ENSAIO

Nele podem ser feitas reações em pequena escala e pode ser aquecido em banho-maria e, com cuidado, diretamente sob a chama do bico de Bunsen. Também é bastante empregado para a centrifugação de soluções que contenham precipitados.



tubo de ensaio

• **ESPÁTULAS E COLHERES**

Utilizadas para transferência de sólidos, são encontradas em aço inox, porcelana, níquel, osso e plástico.



espátula e colher

• **ALMOFARIZ COM PISTILO**

Usado na trituração e pulverização de sólidos em pequena escala. Pode ser de porcelana e também de granito. Para materiais mais duros e quebradiços pode-se fazer uso de um almofariz Plattner de diamante.



almofariz

• **VIDRO DE RELÓGIO**

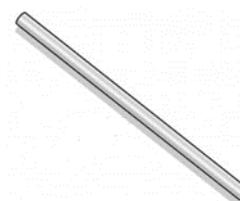
Peça de vidro de forma côncava é usado em análises e evaporações em pequena escala, além de auxiliar na pesagem de substâncias não voláteis e não higroscópicas. Não pode ser aquecido diretamente.



vidro de relógio

• **BASTÃO DE VIDRO**

Serve para agitar ou transferir líquidos de um recipiente a outro. Está constituído por vidro para não causar uma reação química com as substâncias de trabalho.



bastão de vidro

• **CÁPSULA DE PORCELANA**

Peça de porcelana usada para evaporar líquidos das soluções e na secagem de substâncias. Podem ser utilizadas em estufas desde que se respeite o limite de 500°C.



cápsula de porcelana

• **DESSECADOR**

Usado para guardar substâncias em atmosfera com baixo índice de umidade. Nele se guardam substâncias sólidas para secagem. Sua atmosfera interna deve conter baixo teor de umidade, para isso, em seu interior são colocados agentes secantes, como sílica gel.



dessecador

• **FUNIL DE VIDRO**

Ele é feito de vidro e é utilizado na transferência de substâncias entre recipientes e na filtragem de substâncias com o auxílio de um filtro de papel.



funil

• **MANTA AQUECEDORA**

Equipamento usado juntamente com um balão de fundo redondo; é uma fonte de calor que pode ser regulada quanto à temperatura.



manta aquecedora

• **PAPEL FILTRO**

Serve para separar sólidos de líquidos em sistemas de filtração. Deve ser disposto corretamente no funil.



papel filtro

• **PIPETADOR TIPO PÊRA**

Deve ser acoplado a uma pipeta para auxiliar na sucção e liberação de pequenos volumes de líquidos.



pipetador tipo pêra

• **PLACA PETRI**

Peças de vidro ou plástico. Utilizadas para desenvolver meios de cultura bacteriológicos e para reações em escala reduzida e também para observar a germinação das plantas e de grãos de pólen ou o comportamento de pequenos animais, entre outros usos.



placa de petri

• **PISETA OU FRASCO LAVADOR**

Frasco de plástico usado para armazenamento de água e solventes com elevada pureza, empregados nas lavagens de materiais ou recipientes através de jatos.



pisseta

• **CENTRÍFUGA**

São empregadas na separação de mistura heterogênea (sólido + líquido). O material a ser analisado é colocado em tubos destinados à centrífuga (possuem as paredes mais espessas do que um tubo de ensaio comum), e alocados no equipamento. Com a rotação é possível a separação entre a parte sólida e a líquida. Deve-se ter o cuidado para contrabalancear o peso dentro da centrífuga para que não ocorra a quebra dos tubos durante a centrifugação. Além disso, a centrífuga somente deve ser aberta no momento em que a rotação interna cessar.



centrífuga

• AGITADOR MAGNÉTICO

Utilizado no preparo de soluções e em reações químicas quando se faz necessário uma agitação constante ou aquecimento.



agitador magnético

Fontes: Disponível em <www.vidrariasdelaboratorio.com.br>. Acesso em maio 2016; Disponível em <www.splabor.com.br>, Acesso em Maio 2016.

2.1. Manuseio dos materiais de vidro

a) Lavagem

Todo material de vidro, que tenha sido usado, deve ser lavado imediatamente, com muita cautela. Nunca reaproveitar um recipiente sem antes lavá-lo. Evite o choque das peças de vidro pois os estilhaços poderão ocasionar cortes. O uso de luvas além de evitar a dermatite pelo contato contínuo com vários produtos químicos, pode evitar o deslizamento das peças de vidro entre as mãos.

b) Vidro Quebrado

Não há meio de impedir que o material se quebre, mas devem-se tomar providências para que o fato seja reduzido. Podem ser observadas algumas práticas para minimizar as quebras, tais como forrar o balcão e as pias com lâminas de borracha, não utilizar vidrarias trincadas, não forçar peças de vidro com espessuras menores ou mais frágeis e tomar o cuidado ao inserir rolhas em frascos de vidro. Quando houver possibilidade de consertar as peças quebradas, estas devem ser provisoriamente recolhidas em recipientes especialmente destinados a esta finalidade existentes no próprio laboratório para, posteriormente, terem o destino final adequado.

c) Aquecimento

Apesar de a maior parte dos materiais de vidro de laboratório serem resistentes ao calor, é necessário um cuidado especial do aluno no que se refere à forma de aquecimento. Sempre deverá haver um material intermediário entre o recipiente de vidro e a chama, a não ser em casos especiais, como tubos de ensaio e tubos de vidro. Este material é normalmente a tela de amianto. Além de isolar o ataque do fogo ao vidro, a tela dispersa o calor e o aquecimento é uniforme em toda a superfície de contato tela-vidro.

2.2. Limpeza de Vidrarias

Por se tratarem de instrumentos aplicados em análises que exigem precisão, a higienização destes materiais é fundamental para obter resultados corretos e confiáveis.

O primeiro passo para realizar uma limpeza correta de vidrarias e materiais de laboratório é saber quais os tipos de substâncias que foram utilizados. Isso porque existem métodos, produtos e tipos de limpezas específicos para soluções químicas comuns ou orgânicas.

Existem diferentes tipos de limpeza que podem ser empregados. Os principais são:

a) Limpeza Física: É o procedimento mais simples. Em geral são utilizados detergentes comerciais e/ou de uso domésticos, sabões neutros, escovas, etc.

b) Limpeza Química: Procedimento que envolve processos de neutralização das soluções manipuladas em uma vidraria com outra solução, além de soluções desengordurantes. Algumas soluções bastante utilizadas são:

- ✓ Solução de ácidos: consiste em uma mistura de ácido sulfúrico e ácido nítrico fumegante. Utilizado em vidrarias bastante sujas e engorduradas. Deve ser manipulado em capela devido a liberação de vapores tóxicos.
- ✓ Solução de base, álcool e água: consiste em uma mistura de hidróxido de sódio em água e álcool metílico. É uma solução desengordurante que possui ação mais rápida e eficaz que a solução sulfocrômica.
- ✓ KOH alcoólico: consiste em uma solução 10% ou 5% de KOH e água em etanol comercial. Bastante utilizado para limpeza de balões volumétricos, pipetas e buretas (antes da realização de titulações).

c) Limpeza Bacteriológica: Procedimento que tem como objetivo eliminar microrganismos, como as bactérias, empregando um processo de esterilização. Este procedimento é realizado em autoclave.

Etapas para limpeza e conservação de vidrarias:

1. Lavagem: Conforme mencionado anteriormente, a limpeza das vidrarias é fundamental para que a análise seja realizada de forma correta e confiável. Se possível, lavar as vidrarias imediatamente após utilização ou deixá-las imersas em solução adequada.
2. Enxague: Momento para remoção das soluções de limpeza. Enxaguar abundantemente em água corrente e por fim, em água deionizada ou destilada.
3. Secagem: É fundamental evitar secar as vidrarias de laboratório com pano, toalha ou secador de ar, devido a impurezas e pequenas fibras que podem grudar na vidraria e influenciar diretamente uma futura medição. As vidrarias comuns podem ser secas em estufa, mas vidrarias volumétricas só devem ser secas naturalmente, suspensas por ganchos ou sobre superfícies capazes de absorver a água pois podem descalibrar.
4. Armazenamento: a estocagem da vidraria deve ser realizada em locais apropriados, fechados para evitar o acúmulo de poeira. Cuidar ao acumular muitas vidrarias em um mesmo local ou empilhá-las pois o choque mecânico pode provocar acidentes e avarias.

UNIDADE 3. *Técnicas empregadas em laboratórios*

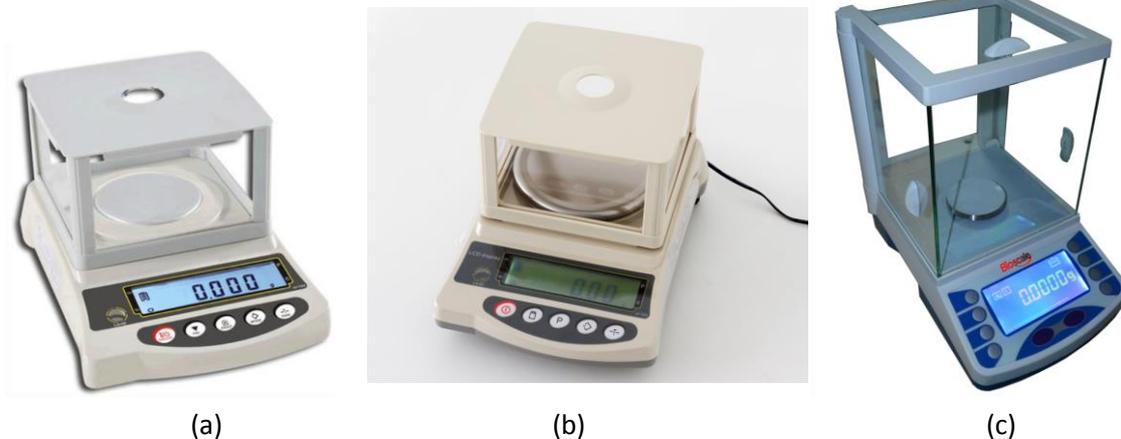
3.1. Pesagem

A balança é um dos instrumentos mais importantes do laboratório. O manuseio de uma balança requer muitos cuidados por ser um equipamento de precisão. Os principais cuidados são: manter a balança sempre limpa; não colocar reagentes diretamente sobre o prato do equipamento; o material a ser pesado deve estar limpo, seco e a temperatura ambiente; deve-se aguardar alguns minutos até que se tenha uma estabilização; antes de iniciar a pesagem deve ser verificado o nivelamento da balança, observando através de um nível em forma de bolha, contido na balança. Além disso, o material deve ser retirado e colocado com uma pinça ou luvas sobre o prato de pesagem/vidro de relógio; o operador não deve se apoiar na mesa em que a balança está colocada; após a pesagem, a balança deve ser zerada e removidos os resíduos que tenham caído no seu interior.

Quando se necessita da utilização da balança com frequência deve-se deixá-la ligada para reduzir o tempo de aquecimento. Se a mesma for utilizada por pouco tempo é recomendado que desligue a fonte de energia sempre com o equipamento desligado.

Alguns tipos de balança (Figura 3) nos fornecem resultados pouco precisos enquanto outros nos dão resultados mais precisos. Este segundo tipo de balança é chamada balança analítica. As balanças analíticas geralmente pesam até décimo de milésimo, ou seja, até a quarta casa decimal. A balança semi-analítica é menos precisa que a balança analítica (precisão de 0,001g).

Figura 3 – Balanças (a) e (b) semi-analíticas, (c) analítica



Fonte: Disponível em < <http://www.spinlab.com.br/balancas/> > Acesso em Outubro 2016.

Quando usamos uma balança devemos, antes de tudo, verificar qual a capacidade máxima da mesma. A balança, sendo um aparelho de precisão delicado, não pode suportar carga excessivas, o que danificaria o seu sistema interno. Normalmente, as capacidades máxima e mínima das balanças analíticas vêm impressas na própria balança.

Métodos de pesagem:

3.1.1. Método direto:

Colocar o recipiente de recolha de produto no prato da balança, previamente seco numa estufa (vidro de relógio, béquer, etc.).

Caso seja uma balança de precisão deve-se fechar as abas laterais antes de continuar para o próximo passo.

Tarar ou zerar a balança – esta função recalibra a balança fazendo com que esta leia 0,000..0 g (dependendo da precisão), independentemente da massa de material que estiver no prato da balança, tornando mais fácil a tarefa de pesagem.

Adicionar lentamente o composto a pesar até se chegar à massa desejada.

3.1.2. Método indireto:

Tarar ou zerar a balança.

Após, colocar um recipiente (em geral se utilizam erlenmeyers ou béqueres), com uma massa do produto a pesar em excesso, no prato da balança.

Registrar a massa lida no mostrador e calcular o valor de massa que deverá ser mostrado após se retirar a quantidade desejada de composto (No caso de uma balança analítica este passo deve ser realizado com as abas laterais fechadas).

Retirar para um recipiente apropriado a massa desejada de composto, tendo atenção ao valor no mostrador da balança. Lembre-se que em balanças analíticas deve-se fechar as abas laterais sempre que se quer ler o valor da massa no prato.

Para ambos os métodos se ultrapassar a massa desejada durante uma pesagem, a amostra deve ser descartada e deve-se iniciar novamente o processo.

3.2. Fontes de Aquecimento

O aquecimento é uma operação muito comum em um laboratório. Com essa finalidade, são utilizadas mantas e placas elétricas, lamparinas e queimadores a gás (mais usado o bico de Bunsen). Alguns cuidados devem ser tomados no momento de realizar um aquecimento:

- No aquecimento de substâncias voláteis e inflamáveis deve-se cuidar a possibilidade de causar incêndios.
- Para temperaturas inferiores a 100°C, usar preferencialmente banho-maria ou banhos de vapor.
- Para temperaturas superiores a 100°C, usar banhos de óleo. Parafina aquecida possui bom aquecimento até 220°C; glicerina pode ser aquecida até 150°C sem desprendimento apreciável de vapores desagradáveis. Banhos de silicone são os melhores, porém mais caros.

3.2.1. Mantas de aquecimento

É uma alternativa bastante segura para aquecimento. O aquecimento é rápido e uniforme, mas o controle de temperatura não é tão eficiente como no uso de banhos de aquecimento. Mantas de aquecimento não são recomendadas para destilação de produtos muito voláteis e inflamáveis. Nas

mantas as resistências de aquecimento estão revestidas (habitualmente com material incombustível) de modo a evitar gradientes de temperatura excessivos. A Figura 4 apresenta uma manta comumente empregada nos laboratórios. Além disso, as mantas possuem dispositivos de resistência variável para diferentes níveis de aquecimento.

Figura 4 – Manta de aquecimento.



Fonte: Disponível em <<http://www.splabor.com.br/equipamentos-laboratorio/manta-aquecedora.html>> Acesso em Maio 2016.

3.2.2. Chapas de aquecimento

A chapa de aquecimento é um equipamento que possui uma plataforma aquecida confeccionada em aço ou vitrocerâmica, dependendo do modelo e aplicação desejada, tendo como função aquecer amostras de forma uniforme com temperatura constante, podendo ser controlada de forma analógica ou digital. Comumente são empregadas para aquecimento de substâncias menos voláteis e inflamáveis. Na Figura 5 é apresentada uma chapa de aquecimento.

Figura 5 – Chapa de aquecimento.



Fonte: Disponível em <<http://www.prolab.com.br/equipamentos-para-laboratorio/agitador-magnetico/agitador-magnetico-com-aquecimento>> Acesso em Maio 2016.

3.2.3. Banhos de areia

Emprega-se para temperaturas altas (acima de 200°C). Nesse caso o aquecimento e resfriamento do banho devem ser realizados lentamente. A Figura 6 apresenta um banho de areia.

Figura 6 – Banho de areia.

Fonte: Disponível em <http://www.duosystem.pt/1/banho_de_areia_ovan_678488.html> Acesso em Maio 2016.

3.2.4. Bico de Bunsen

O Bico de Bunsen, Figura 7, é um aparelho idealizado pelo químico alemão Robert W. Bunsen (1811-1899), professor de química da Universidade de Heidelberg, em 1852. É usado para aquecer objetos ou soluções não inflamáveis até 800°C. O bico de Bunsen possui em sua base um regulador de entrada de ar para controlar o tipo de chama. Ao fechar a entrada de ar, a chama torna-se amarela e relativamente “fria”, pois a combustão é incompleta. Ao abrir a entrada de ar a cor azul da chama indica que a mistura gasosa foi otimizada, e, portanto, a chama está na temperatura mais quente possível.

Figura 7 – Bico de Bunsen

Fonte: Disponível em <<https://hurtwoodscience.wordpress.com/category/science/>> Acesso em Maio 2016.

3.2.4.1 Regiões da Chama

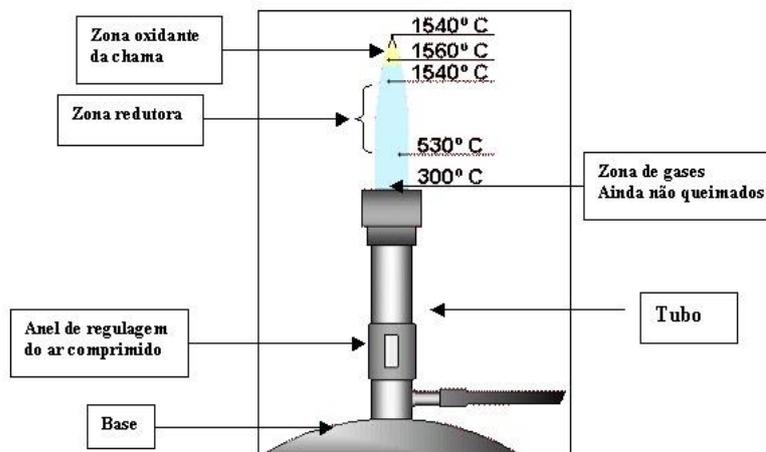
A chama é constituída por três diferentes regiões, ilustradas na Figura 8:

a) Zona externa ou oxidante violeta pálida, quase invisível, onde os gases estão expostos ao oxigênio do ar, sofrem combustão completa, resultando em CO_2 e H_2O .

b) Zona intermediária ou redutora luminosa, caracterizada por combustão incompleta, devido à deficiência do suprimento de oxigênio. O carbono forma CO (monóxido de carbono) o qual se decompõe pelo calor, resultando diminutas partículas de C (carbono elementar) que, incandescentes dão luminosidade à chama.

c) Zona interna limitada região azulada, contendo gases que ainda não sofreram combustão, mistura carburante.

Figura 8 – Regiões da chama de um bico de Bunsen.



Fonte: Disponível em <profalexquimicafacil.blogspot.com> Acesso em Maio 2016.

Chama: A chama é a combustão de um gás. O fenômeno de combustão ou queima é a reação de uma substância com o oxigênio. Uma mistura de gases (propano e butano), ao saírem do bico de Bunsen, quando em contato com o oxigênio inflamam os gases, produzindo calor, conforme reação abaixo:



3.2.4.2 Aquecimento com bico de Bunsen

Nos aquecimentos em tubo de ensaio, manter o tubo sempre inclinado (45 graus) e em movimento, procurando distribuir o calor da chama.

- Segurar o tubo de ensaio com pinça de madeira o mais próximo possível da extremidade aberta do tubo de ensaio.
- Dirigir a boca do tubo de ensaio para longe de qualquer pessoa.

Ao aquecer líquidos em tubos de ensaio, observe os seguintes procedimentos:

- O tubo de ensaio submetido a aquecimento deve conter sempre menos da metade de seu volume de líquido;
- Segura-se o tubo de ensaio com um prendedor de madeira e leva-se o tubo à chama, inclinándolo com pequena, mas constante agitação;
- O vidro do tubo não deve estar molhado na parte de fora para evitar a quebra do material;
- Se o aquecimento não for realizado de forma adequada, pode ocorrer superaquecimento localizado na superfície do tubo, podendo provocar projeções de seu conteúdo, por isso jamais deve-se manter a boca do tubo de ensaio virada para as pessoas.

Aquecimentos de líquidos em copos de Béquer:

- O béquer não deve ser aquecido diretamente na chama do bico de Bunsen. Deve-se utilizar uma tela de amianto sustentada por um tripé de ferro;
- Durante o aquecimento deve-se evitar olhar diretamente para o líquido pois podem ocorrer formação de gases tóxicos ou respingos de líquidos, principalmente no momento da ebulição.
- Os mesmos procedimentos e cuidados devem ser realizados para aquecimentos em erlenmeyers.

Aquecimento de sólidos:

- O aquecimento de sólidos geralmente ocorre em tubos de ensaio, cadinhos ou cápsulas de porcelana, dependendo da finalidade do aquecimento e das quantidades de sólido a serem aquecidas.

Nas unidades seguintes, veremos que o bico de Bunsen também será utilizado para a análise por via seca.

3.3. Reações de Combustão

São reações químicas que envolvem a queima completa de um combustível. Os principais elementos que constituem um combustível são carbono, hidrogênio e, em alguns casos, enxofre, que reagirão com o oxigênio.

Combustível - É toda substância capaz de queimar e alimentar a combustão. Ele serve de campo de propagação ao fogo. Os combustíveis podem ser, sólidos, líquidos ou gasosos. Ex.: madeira, papel, tinta, algodão, álcool, gasolina, etc.

Comburente - É o elemento que dá vida às chamas e intensifica a combustão. O mais comum é que o oxigênio desempenhe este papel, porém não é o único, existindo outros gases.

Calor - Forma de energia que eleva a temperatura. Gerada da transformação de outra energia, através de processo físico ou químico. É a condição favorável causadora da combustão.

Reação em cadeia - É a queima autossustentável. É a união dos três itens acima descritos, gerando uma reação química. Quando o calor irradiado das chamas atinge o combustível e este é decomposto em partículas menores, que se combinam com o comburente e queimam, irradiando outra vez calor para o combustível, formando um ciclo constante.

Formas de combustão:

Combustão Completa: É aquela em que a queima produz calor e chamas. Se processa em um ambiente rico em comburente.

Combustão Incompleta: É aquela em que a queima produz calor e pouca ou nenhuma chama e se processa em ambiente pobre em comburente.

Combustão Espontânea: É aquela gerada de maneira natural, podendo ser pela ação de bactérias que fermentam materiais orgânicos, produzindo calor e liberando gases. Alguns materiais entram em combustão sem fonte externa de calor. Ocorre, também, na mistura de determinadas substâncias químicas, quando a combinação gera calor e libera gases.

Explosão: É a queima de gases ou partículas sólidas em altíssima velocidade, em locais confinados.

Experimento: Bico de Bunsen

O bico de Bunsen é utilizado no laboratório como fonte de calor para diversas finalidades, como: aquecimento de soluções, estiramento e preparo de peças de vidro, entre outros. Possui como combustível normalmente GLP (Gás Liquefeito de Petróleo) – que é uma mistura de butano e propano

– e como comburente o oxigênio do ar atmosférico, que em proporção adequada permite obter uma chama de alto poder energético.

I) Conhecendo o bico de Bunsen: Os principais objetivos deste experimento estão vinculados ao contato dos alunos com o bico de Bunsen, ao modo correto de manuseá-lo e ao reconhecimento das diferentes regiões da chama.

Materiais:

- Agarrador de madeira
- Bico de Bunsen
- Cápsula de porcelana
- Fósforo

Procedimento:

1. Observar as diversas partes do bico de Bunsen.
2. Ligar o gás (Deverá existir uma torneira que permite o acesso do gás da tubulação para a mangueira do bico e na base do bico há uma válvula que permite o acesso ao gás no interior do bico).
3. Fechar completamente a entrada de ar primário (“janelas”) do bico.
4. Acender o fósforo.
5. Abrir lentamente a válvula do gás e aproximar a chama do fósforo lateralmente, obtendo uma chama grande e luminosa, de cor amarelada.
6. Abrir vagarosamente a entrada de ar primário (janelas). Anotar o que ocorre nas seguintes situações:
 - a. Com as janelas abertas
 - b. Com as janelas fechadas
 - c. Com as janelas semiabertas
7. Desligar o bico. Fechar as janelas e acender o bico de gás. Com um agarrador de madeira, segurar uma cápsula de porcelana e colocar sua base sobre a chama por aproximadamente 20 segundos. Observar a superfície que ficou exposta à chama.
 - a. Explicar o fenômeno que ocorreu.
 - b. Como se denomina essa chama?

8. Abrir as janelas do bico. Ligar o gás e acender a chama. Colocar uma cápsula limpa conforme realizado no item 7 e observar.

a. Como ficou a superfície exposta à chama?

b. Como se denomina essa chama?

c. Qual a finalidade do anel que rodeia a haste?

9. Colocar um palito de fósforo (sem cabeça) em uma chama luminosa e em uma chama não luminosa. Observar.

a. Em qual das chamas o palito queima mais rápido? Explicar o motivo.

10. A chama não luminosa possui duas regiões, uma quente e uma menos quente. Colocar um palito de fósforo na região quente e na região menos quente da chama.

a. Há diferença na velocidade de queima dos palitos?

11. Para apagar o bico, simplesmente fechar a válvula de gás do bico e a torneira que permite o acesso do gás da tubulação. Lembrar que sempre antes de sair de um laboratório, após um dia de trabalho, deve-se confirmar que a válvula geral de gás esteja fechada!

II) Utilização do bico de Bunsen em reações químicas: Para que o bico de Bunsen seja utilizado em toda sua potencialidade e de forma segura, é fundamental que se conheçam as formas adequadas para aquecimento de soluções e sólidos. Por isso, os principais objetivos deste experimento estão vinculados ao contato dos alunos com o aquecimento de diferentes materiais e definição de fenômenos químicos e físicos.

Materiais:

- Tubos de ensaio fechados
- Bico de Bunsen
- Copo de béquer de 100 ou 250 mL
- Cápsula de porcelana

Reagentes:

- Ácido Clorídrico ($\text{HCl}_{(aq)}$) 6 mol L^{-1}
- Magnésio ($\text{Mg}_{(s)}$)
- Cloreto de Sódio ($\text{NaCl}_{(s)}$)
- Iodo ($\text{I}_2_{(s)}$)
- Açúcar



Protocolo de Reagentes: Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do NaCl, Mg, HCl e I₂.

Procedimento:

1. Em um tubo de ensaio, colocar cerca de 2mL de HCl 6 mol L⁻¹. Adicionar um pequeno pedaço de Mg. Observar. Após a reação completa, aquecer o tubo evaporando todo o líquido. Observar. Entre o Mg e o HCl ocorreu um processo químico ou físico? Explicar.
2. Em um béquer (100 ou 250mL), colocar uma pequena porção de NaCl (meia colher pequena). Adicionar água suficiente e agitar até dissolver completamente o sal. Observar a solução obtida. Aquecer cuidadosamente até secar. Observar. A dissolução do NaCl é um fenômeno químico ou físico? Explicar.
3. Aquecer um pequeno cristal de iodo em um tubo de ensaio limpo e seco. Observar. Qual a cor do sólido? E dos vapores de iodo? Ocorreu um fenômeno químico ou físico neste aquecimento? Explicar.
4. Aquecer uma pequena porção de açúcar numa cápsula de porcelana até carbonização. Deixe esfriar e observe. A carbonização do açúcar é um processo químico ou físico? Explicar.



5. Quais resíduos gerados nos itens 1 a 4 poderiam ser descartados no lixo comum? Justificar.



Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO QUÍMICO SÓLIDO".



Questionário

1. Explique o que é fenômeno físico e fenômeno químico.

2. Cite um exemplo de reação química que ocorre no seu dia a dia.
3. Qual cuidado devemos ter ao aquecermos uma substância muito volátil?
4. Qual a diferença da queima nas diferentes regiões do bico de Bunsen?
5. Como escolher a balança mais adequada para pesagem de uma determinada substância (analítica, semi analítica, uso geral, etc.)? No que implicaria a escolha da balança errada?
6. Como devemos escolher o método para aquecimento de uma determinada substância (manta de aquecimento, bico de Bunsen, etc.)?
7. Porque não devemos secar vidrarias volumétricas em estufa?
8. Qual a importância de uma lavagem cuidadosa das vidrarias utilizadas após um experimento em Química Analítica?
9. Quais os cuidados que devemos ter ao realizarmos reações de combustão?

UNIDADE 4. *Técnicas de Análise por via seca e úmida*

4.1. Análise por via seca

Esses métodos são utilizados para análise de amostras que se apresentam no estado sólido. São métodos rápidos e podem dividir-se em:

- a) Ação pelo calor: fusibilidade e volatilidade;
- b) Análise pela chama: cor produzida na chama pelo aquecimento do material analisado;
- c) Análise pela pérola de bórax: cor produzida pela pérola ao ser aquecida em contato com o material;
- d) Análise sobre carvão: observações sobre fenômenos ocorridos com um dado material ao ser aquecido sobre carvão (pequenos estalos chamados de crepitações);
- e) Análise pela pérola de fosfatos: constatações semelhantes à análise da pérola de bórax.

Os métodos de análise por via seca dão indícios sobre os componentes principais do material analisado (análises mais precisas e completas requerem outros métodos de análise), ou seja, esses métodos de análise são preliminares para auxílio em posteriores conclusões ou posteriores análises de determinados materiais.

4.1.1. Ação pelo calor

Pode ser realizada em tubos abertos ou fechados.

Em tubos fechados, coloca-se a substância a ser analisada em um tubo de ensaio e procede-se aquecimento na chama de bico de Bunsen. Inicialmente o aquecimento deve ser realizado suavemente e posteriormente, poderá ser realizado com maior intensidade. O tubo deve ser mantido em posição de 45 graus durante o aquecimento. Observar alterações na substância, tais como: fusão, sublimação, decomposição acompanhada de mudanças na coloração ou desprendimento de gás. Tais observações fornecem pistas importantes na identificação do material analisado. Por exemplo, sais de cobre enegrecem em altas temperaturas; sais de Pb e PbO são amarelados tanto a quente quanto a frio; sais de Zn e ZnO são amarelos a quente e brancos a frio e o iodo produz um sublimado com vapores característicos violetas.

Em tubos abertos, as observações são as mesmas realizadas em tubos fechados, porém, observa-se mais facilmente a condensação de vapores na sua extremidade. O tubo aberto consiste em um tubo de vidro com as duas extremidades abertas, apresentando uma dobra onde será colocada a amostra a ser analisada em aquecimento na presença de oxigênio.

4.1.2. Análise pela chama (Teste de Chama)

Muito utilizada em análises químicas qualitativas tradicionais por ser muito útil para a identificação de alguns metais, em especial os alcalinos e alcalino terrosos. O teste de chama consiste na absorção de energia pelos elétrons da camada de valência, passando a um estado excitado (nível de energia mais alto) quando uma quantidade de energia é fornecida através de uma chama (calor). Ao retornar para o estado fundamental, o elétron libera energia na forma de luz em um comprimento de onda característico. A radiação liberada por alguns elementos possui comprimento de onda na faixa do espectro visível, ou seja, o olho humano é capaz de enxergá-las através de cores. Assim, é possível identificar a presença de certos elementos devido à cor característica que eles emitem quando aquecidos em uma chama. O teste de chama pode ser realizado diretamente com o sólido ou em solução.

Para o método da solução, dissolve-se cada sal em metanol e borrifa-se diretamente na chama, que apresentará modificação de sua coloração conforme os diferentes metais. Utilizando-se diretamente o sólido, pode-se empregar um fio de platina com alça ou, como alternativa, palitos longos de madeira. Molha-se a alça do fio em HCl concentrado (serve também para limpar o fio) e toca-se em pequena porção da substância a ser analisada, que fica assim aderida ao fio. Introduce-se a alça na zona oxidante ou redutora da chama luminosa do bico de Bunsen, observando a coloração da chama.

Veja alguns exemplos das cores de alguns metais no teste de chama no Quadro 3:

Quadro 3 - Cores conferidas à chama pelos diferentes metais.

Li	Vermelho carmim
Sr	Vermelho escarlata
Ca	Amarelo avermelhado
Mo	Amarelo esverdeado
Ba	Verde amarelado
K, Cs, Rb	Violácea
Na	Amarelo ouro
Cu	Verde esmeralda
Tl	Verde
Sb	Azul esverdeado
Bi, As, Pb	Azul pálido

Fonte: Adaptado de Krieger (2000).

4.1.3. Análise pela pérola de Bórax

Baseia-se na formação de boratos coloridos através da reação de alguns sais de cátions metálicos com o metaborato de sódio, obtido pelo aquecimento de bórax deca-hidratado no fio de platina. Para poder identificar os produtos da oxidação ou de redução é requerido um meio que seja capaz de absorver estas espécies; se a substância tem cor utiliza-se o bórax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), mas se a mesma é incolor ou branca usa-se o sal de fosfato de sódio e amônio ($\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$).

O fio de platina é aquecido na chama do bico de Bunsen ao rubro e logo se introduz o mesmo rapidamente no bórax ($\text{Na}_4\text{B}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$). O sal aderido é colocado na parte mais quente da chama, onde irá dilatar-se por perder sua água de cristalização e logo este irá se contrair no fio formando uma pérola vítrea incolor, composta de uma mistura de metaborato de sódio e anidrido bórico, conforme a reação a seguir:



Em seguida, a pérola é umedecida e levada ao sal a ser analisado. Em contato com partículas da amostra, a pérola as absorve e ao esquentar atua como ácido, formando os boratos e ortofosfatos dos cátions com quem se combina. Se o cátion tem vários números de oxidação, a cor que se produz na pérola na zona oxidante pode ser diferente ao que se produz na zona redutora; estas cores são características de cada cátion.

É importante empregar uma pequena quantidade da substância pois a pérola vai tornando-se escura e opaca devido ao aquecimento posterior. A pérola com a substância aderida é aquecida primeiro na chama redutora; espera-se esfriar e observa-se a cor. Depois aquece-se na chama oxidante inferior, deixa-se esfriar e novamente observa-se a cor. Obtém-se cores características conforme descrito no Quadro 4.

Quadro 4 - Efeitos observados na análise com a pérola de Bórax para diferentes metais.

Metal	Chama oxidante	Chama redutora
Cobre	Verde (quente), Azul (fria)	Incolor (quente), Avermelhada (fria)
Ferro	Marrom amarelado e avermelhado, Amarelo (fria)	Amarelo (quente), Incolor para verde (fria)
Cromo	Verde (quente e fria)	Verde (quente e fria)
Manganês	Violeta (quente e fria)	Incolor (quente e fria)
Cobalto	Azul (quente e fria)	Azul (quente e fria)
Níquel	Marrom avermelhado (quente e fria)	Cinza ou preta opaca (quente e fria)

Fonte: Adaptado de Krieger (2000).

4.2. Análise por via úmida

Nas análises por via úmida parte-se de uma amostra já no estado líquido (solução) ou transforma-se a amostra sólida em uma solução, normalmente pela ação de ácidos minerais concentrados ou a misturas destes, para que a mesma esteja em uma condição adequada para ser submetida aos processos de análise posteriores. Esses processos de dissolução das amostras sólidas (abertura da amostra), associados a etapas de separação e identificação dos cátions e ânions presentes nas diferentes amostras, normalmente implicam em longas sequências de etapas que permitem chegar a certas conclusões no final das operações. Tratando-se da identificação de cátions, essas sequências são chamadas de marcha analítica para cátions que são divididos em grupos, de acordo com suas semelhanças frente a determinados reagentes, ou seja, de acordo com a sua reatividade.

As propriedades organolépticas de um componente são importantes auxiliares na identificação de substâncias em análises químicas. A visão é muito utilizada em análise qualitativa pois muitas reações químicas são percebidas visualmente. Sabe-se que se produziu uma reação química quando:

- Há a formação de um precipitado;
- Há mudança de cor ou
- Há desprendimento de gás.

Este tema será abordado detalhadamente nas Unidades 7 a 13 desta apostila.

Antes da realização dos experimentos, verificar os cuidados e orientações gerais que devem ser seguidas, conforme descritos detalhadamente no item 5.1 deste Roteiro de Atividades Práticas.

Experimento: Técnicas de análise por via seca

Quando aquecemos uma amostra pulverizada, em um tubo de ensaio, devemos observar se ocorreu mudança de coloração, desprendimento de gases ou a cor do sublimado. Portanto, essa prática tem como objetivo verificar experimentalmente os efeitos da: ação pelo calor, teste de chama e pérola de Bórax.

I) Ação pelo calor: Verifica-se os diferentes efeitos produzidos após aquecimento de determinado composto (crepitação, liberação de vapores, mudança de sua coloração, etc.).

<p><i>Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Tubos de ensaio fechados • Bico de Bunsen 	<p><i>Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Sulfato de cobre pentaidratado ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (s)) • Iodo (I_2 (s)) • Cloreto de amônio (NH_4Cl (s))
<p> <i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do CuSO_4, I_2 e NH_4Cl.</p>	
<p><i>Procedimento:</i> Colocar uma ponta de espátula de cada sólido dentro de um tubo de ensaio e aquecer no bico de Bunsen de maneira lenta (em posição quase horizontal).</p>	
<p><i>Observações:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$: • I_2: • NH_4Cl: 	
<p> Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO QUÍMICO SÓLIDO".</p>	

II) Teste de Chama: Este experimento consiste na realização de testes, ou ensaios de chama, frequentemente utilizados na identificação de determinados íons metálicos através da técnica do fio com alça de platina.

<p><i>Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Fio de platina com alça 	<p><i>Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Cloreto de Bário (BaCl_2 (s))
--	--

<ul style="list-style-type: none"> • Tubo de ensaio • Bico de Bunsen 	<ul style="list-style-type: none"> • Cloreto de Cálcio (CaCl_2 (s)) • Cloreto de Potássio (KCl (s)) • Cloreto de Sódio (NaCl (s)) • Ácido Clorídrico concentrado (HCl (aq)) 12 mol L⁻¹
 <p><i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do BaCl_2, CaCl_2, KCl, NaCl e HCl.</p>	
<p><i>Procedimento:</i> Colocar aproximadamente 5mL de HCl concentrado no tubo de ensaio e passar o fio de platina para limpar a alça. Aquecer o fio de platina no bico de Bunsen. A chama não deve apresentar nenhuma coloração; caso apresente, repetir a operação até total limpeza da alça do fio de platina. Quando o fio estiver limpo, mergulhar a alça em um sólido e levar ao bico de Bunsen na chama não fuliginosa e zona oxidante (quente). Observar a coloração da chama. Repetir o procedimento para cada sólido, lembrando de efetuar a limpeza a cada troca de sólido.</p>	
<p><i>Observações:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • KCl: • NaCl: • BaCl_2: • SrCl_2: • CaCl_2: 	
 <p>Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO QUÍMICO SÓLIDO".</p>	

III) Pérola de Bórax: Permite a identificação de cátions através da coloração produzida na chama quando se utiliza uma pérola de bórax. Quando uma amostra sólida inorgânica é submetida a um aquecimento na chama ela se oxida ou se reduz. Estas duas substâncias ao esquentar-se desidratam-se e fundem produzindo umas pérolas vítreas transparentes.

Ao finalizar esta prática, o aluno identificará alguns cátions com base na coloração que eles fornecem a uma pérola de bórax, na zona oxidante e redutora da chama.

<p><i>Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Fio de platina com alça • Bico de Bunsen 	<p><i>Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Bórax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (s)) • Sulfato de Cobre (CuSO_4 (s))
--	---

<ul style="list-style-type: none"> • Tubo de ensaio 	<ul style="list-style-type: none"> • Sulfato de Níquel (NiSO_4 (s)) • Sulfato de Cromo ($\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ (s)) • Ácido Clorídrico concentrado (HCl (aq)) 12 mol L^{-1}
 <p><i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do CuSO_4, NiSO_4, $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ e HCl.</p>	
<p><i>Procedimento:</i> Limpar sucessivamente a alça de um fio de platina com HCl concentrado e aquecendo-a em chama oxidante em rubro. A chama não deve apresentar coloração. Para a obtenção da pérola de bórax, introduzir imediatamente o fio de platina retirado da chama ao bórax ($\text{Na}_4\text{B}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$). O sal aderido deve ser colocado na parte mais quente da chama, onde irá dilatar-se e contrair-se no fio de Platina formando uma pérola vítrea incolor. Uma vez formada a pérola de bórax, esta deve entrar em contato com o sal a ser analisado e exposta ao aquecimento. Observar a coloração da pérola na chama oxidante e redutora, quente e fria.</p>	
<p><i>Observações:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • CuSO_4: • NiSO_4: • $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$: 	
	<p>Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".</p>

UNIDADE 5. *Observando as Reações Químicas*

A cada instante que passa ocorrem transformações a nossa volta. É um fruto que apodrece, é a água dos rios que se transforma em nuvens, é o nosso próprio organismo que transforma os alimentos.

Muitas dessas transformações são reações químicas, muitas outras não o são. Então, como é possível identificar as reações químicas?

Nessa unidade veremos os principais conceitos envolvidos, além de cuidados e orientações gerais para visualizar experimentalmente diferentes reações químicas.

5.1. Cuidados e orientações gerais

1. Trabalhe com segurança, evite que as soluções atinjam sua pele e se isto ocorrer lave imediatamente o local afetado com bastante água;
2. Não ingira nenhuma solução que esteja no laboratório;
3. Evite queimaduras manuseando com cuidado os materiais quentes;
4. Cada bancada possui os reagentes e vidrarias específicas para realização dos testes. NÃO TROQUE OS MATERIAIS DE VIDRO UTILIZADOS EM UM FRASCO PARA OUTRO QUE CONTENHA OUTRO REAGENTE. ASSIM, EVITA-SE CONTAMINAÇÕES DOS REAGENTES E SOLUÇÕES;
5. Execute apenas os testes indicados pelo professor seguindo rigorosamente os procedimentos. Mantenha a ordem e a limpeza do laboratório. LAVE OS TUBOS DE ENSAIO ANTES E APÓS A PRÁTICA;
6. EXECUTE OS SEGUINTE PROCEDIMENTOS: Anote as observações, para a realização do relatório, deixe os tubos de ensaio dos testes devidamente IDENTIFICADOS e em repouso na estante para realizar as observações durante e no final da prática.
7. Finalmente, lembre-se dos Equipamentos de Proteção Individual (EPIs) tais como óculos de segurança, luvas adequadas, jaleco e vestimentas apropriadas para o ambiente de laboratório.

Experimento: Reações Químicas

A identificação da ocorrência de reação química implica na transformação de uma substância em um composto novo que possui propriedades características. Esta transformação chama-se reação química. Sabe-se que houve uma reação quando há:

1. Formação de um precipitado;
2. Desprendimento de gás;
3. Mudança de coloração;
4. Liberação ou absorção de calor (exotérmica/endotérmica).

Neste experimento, serão investigados vários sistemas com o objetivo de identificar quais as propriedades dos mesmos que facilitam o reconhecimento da ocorrência de reações químicas, permitindo distingui-las de outros tipos de transformações.

<i>Materiais:</i>	<i>Reagentes:</i>
<ul style="list-style-type: none"> • Pinça metálica • Bico de Bunsen • Tubo de ensaio • Bastão de vidro • Palito de fósforo 	<ul style="list-style-type: none"> • Magnésio metálico (Mg _(s)) • Zinco metálico (Zn _(s)) • Cobre metálico (Cu _(s)) • Ácido Clorídrico (HCl _(aq)) 3 mol L⁻¹ • Solução de Sulfato de Cobre (CuSO₄ _(aq)) 0,1 mol L⁻¹

<ul style="list-style-type: none"> • Cápsula de porcelana 	<ul style="list-style-type: none"> • Solução de Nitrato de Chumbo II ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ (aq)) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ • Solução de Iodeto de Potássio (KI (aq)) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ • Solução de Nitrato de Prata (AgNO_3 (aq)) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ • Solução de Nitrato de Sódio (NaNO_3 (aq)) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ • Solução de Cloreto de Ferro III (FeCl_3 (aq)) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ • Solução de Cloreto de Sódio (NaCl (aq)) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ • Solução de Hidróxido de Sódio (NaOH (aq)) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ • Solução de Dicromato de Amônio ($(\text{NH}_4)_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (aq)) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$
	<p><i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do Mg, Zn, Cu, HCl (vide Unidade 4), CuSO_4 (vide Unidade 4), $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, KI, AgNO_3, NaNO_3, FeCl_3, NaCl (vide Unidade 4), NaOH e $(\text{NH}_4)_2\text{Cr}_2\text{O}_7$</p>
<p><i>Procedimento:</i> 1. Aquecimento do magnésio: Segurar um pedaço de magnésio com uma pinça metálica e aproximar da chama. Descrever o que ocorreu.</p> <p>2. Adição de magnésio à solução aquosa de sulfato de cobre II: Observar as características do sulfato de cobre II e do magnésio. Anotar. Colocar o metal em um tubo de ensaio e após, adicionar a solução de sulfato de cobre II até cobri-lo. Agitar e observar o que ocorre. Esta reação é um pouco lenta e deve ser observada no final da aula. Anotar as observações.</p> <p>3. Adição de zinco à solução aquosa de ácido clorídrico: Colocar 1mL ou 10 gotas de ácido clorídrico em um tubo de ensaio e adicionar o zinco. Anotar o que ocorre. Tampar o tubo de ensaio e em seguida testar o gás liberado com um palito de fósforo aceso. Anotar.</p> <p>4. Adição de cobre ao ácido clorídrico: Colocar 3mL ou 20 gotas de ácido clorídrico e adicionar o cobre (na forma de fio). Deixar em repouso na estante e no final da prática anotar o que ocorre.</p> <p>5. Adição de ácido clorídrico ao nitrato de chumbo II: Observar as características das duas soluções separadamente e anotar. Colocar em um tubo de ensaio 5 gotas de ácido clorídrico. Adicionar 5 gotas da solução de nitrato de chumbo II e agitar. Anotar o que ocorreu.</p> <p>6. Adição de solução aquosa de iodeto de potássio à solução de nitrato de chumbo II: Observar as características das duas soluções separadamente e anotar. Colocar em um tubo de ensaio 5 gotas de iodeto de potássio e adicionar 5 gotas de nitrato de chumbo II. Agitar. Anotar o que ocorreu.</p> <p>7. Adição de solução aquosa de sulfato de cobre à solução aquosa de nitrato de sódio: Observar as características das duas soluções separadamente e anotar. Colocar em um tubo de ensaio 5 gotas de sulfato de cobre e adicionar 5 gotas da solução de nitrato de sódio. Agitar. Anotar o que ocorreu.</p> <p>8. Adição de solução de nitrato de prata à solução de cloreto de sódio: Colocar em um tubo de ensaio 5 gotas da solução de nitrato de prata e 5 gotas de solução de cloreto de sódio. Agitar. Anotar o que ocorreu.</p> <p>9. Decomposição de um sal através do calor: Colocar uma ponta de espátula do dicromato de amônio em uma cápsula de porcelana, inflamar com auxílio de fonte de aquecimento. Observar a reação e os produtos formados durante a reação e após o término da reação.</p>	

10. Adição de solução de cloreto férrico à solução de hidróxido de sódio: Colocar em um tubo de ensaio 5 gotas de solução de hidróxido de sódio. Adicionar 5 gotas de cloreto férrico sem agitar. Observar o que ocorre.

Observações:

1.

2.

3.

4.

5.

6.

7.

8.

9.

10.



Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".



Questionário

1. Como você observou a ocorrência das reações químicas em cada experimento?

2. Escrever as equações balanceadas das reações de cada experimento (mostre o NOX dos átomos).
3. Classificar as reações químicas realizadas conforme a teoria já estudada.
4. Justificar a ocorrência de cada reação conforme as regras para as reações de deslocamento e dupla-troca. Caso a reação não ocorra justifique também embasado na teoria.
5. A reação realizada é do tipo REDOX? Justifique. Mostre o número de oxidação (NOX) dos átomos e identifique quem irá oxidar e quem irá reduzir.



6. Os resíduos gerados na prática podem ser descartados diretamente na pia? Justifique.

UNIDADE 6. *O que é Química Analítica?*

A Química Analítica envolve métodos voltados para a determinação da composição da matéria. Os métodos qualitativos geram informações sobre a identidade das espécies atômicas ou moleculares ou mesmo grupos funcionais na amostra. Já os métodos quantitativos proporcionam resultados

numéricos relacionados à quantidade dos componentes que compõem amostra. Assim, a Química Analítica pode ser dividida em:

- a) Química Analítica Qualitativa:** analisa as amostras no aspecto qualitativo, ou seja, sua composição química. Ela determina quais íons (cátions ou ânions) ou radicais fazem parte da amostra e infere que substâncias químicas devem constituir-la. Apesar de métodos instrumentais contemporâneos serem mais utilizados, a análise qualitativa serve de apoio para a aprendizagem e alternativa laboratorial ou de campo (análises imediatas). O procedimento para identificar uma espécie química consiste em provocar uma variação das propriedades de modo que possa ser facilmente observada e que corresponda com a constituição da substância. O agente que provoca a variação chama-se reagente pois reage quimicamente com o produto que se deseja reconhecer. Pode-se trabalhar com o reagente dissolvido ou não. Portanto existem dois tipos de ensaio: análise por via seca e análise por via úmida.

A análise qualitativa pode ser realizada em diversas escalas. A macroanálise emprega técnicas e materiais clássicos de grande capacidade, como erlenmeyers, copos graduados, cápsulas de porcelana, funil de filtração, etc. Por sua vez, a semimicroanálise utiliza materiais como tubos de ensaio, tubos de centrifuga, copos graduados menores, pequenas cápsulas de porcelana, etc. Finalmente, a microanálise e ultramicroanálise requerem o emprego de materiais e técnicas especiais pelo volume e massa reduzidos que são empregados. No Quadro 5, pode-se observar as escalas comumente empregadas na Química Analítica Qualitativa.

Quadro 5 - Escalas de trabalho empregadas na Química Analítica Qualitativa.

Escala empregada	Amostra	
	Volume (mL)	Massa (mg)
Macroanálise	>10	>100
Semimicroanálise	1-10	10-100
Microanálise	0,01-1	0,1-10
Ultramicroanálise	<0,01	<0,1

Fonte: Adaptado de Mueller e Souza (2010)

Nesse contexto, a escala de semimicroanálise é a mais adequada para análises qualitativas pois apresenta menor consumo de reagentes, reações mais rápidas, maior eficiência nas separações analíticas, menores tempos de análise, entre outros.

- b) Química Analítica Quantitativa:** analisa as amostras no aspecto da quantidade existente de cada substância química, íons, radicais, etc. Inclui os princípios e práticas da análise qualitativa, agregando o aspecto quantitativo e alguns métodos especiais para fins específicos.

6.1. Técnicas de análise química empregadas na Química Analítica Qualitativa

- a) Agitação:** Em análises químicas, os resultados podem, muitas vezes, depender do simples ato de agitar. Quando se mistura duas soluções, elas não se difundem rapidamente. Portanto, a menos que se diga o contrário, todas as soluções devem ser agitadas quando ocorrer adição de reagentes. A agitação poderá ser realizada manualmente com ou sem o auxílio de um bastão de vidro ou por meio de um agitador magnético.

b) Precipitação: Chamamos de precipitação a formação de um sólido (insolúvel) após uma reação. Em escala de semimicroanálise as precipitações são efetuadas em tubos de centrífuga. Os reagentes devem ser adicionados lentamente (gota a gota) e agitados.

c) Centrifugação: Quando uma mistura que contém um sólido é centrifugada, o sólido é forçado para o fundo do tubo de centrífuga. O líquido sobrenadante é chamado de *centrifugado* e o sólido é o *precipitado*.

d) Precipitação completa: Nas reações de precipitação, devemos executar testes para verificar se as precipitações foram completas (o sucesso das análises sistemáticas depende de precipitações completas em cada etapa). O teste é feito adicionando-se, gota a gota, o reagente precipitante ao centrifugado e observando se há turvação. Sempre que o sobrenadante estiver turvo deve-se fazer nova centrifugação). Fazer o teste para verificar se a precipitação foi completa.

e) Remoção do centrifugado: Após a centrifugação, os centrifugados são removidos e guardados em tubos de ensaio ou de centrífuga. Essa remoção é realizada com auxílio de uma pipeta Pasteur, tomando-se o cuidado de não remover o precipitado. Para facilitar a separação recomenda-se que o tubo de ensaio seja inclinado em 45° para assim realizar a separação. Também deve-se observar que a borracha de sucção acoplada à parte superior da pipeta Pasteur deve estar pressionada antes da pipeta Pasteur entrar em contato com o centrifugado.

f) Evitar excesso de reagentes: A adição de reagente precipitante deve ser feita gota a gota pois, em alguns casos, o excesso de reagente pode solubilizar o precipitado.

g) Lavagem do precipitado: Após a remoção do precipitado (separação que nunca é completa em sua totalidade), o precipitado remanescente no tubo está "molhado" com a solução original e, conseqüentemente, está contaminado pelos íons presentes no centrifugado. Tais íons podem causar interferências na análise do precipitado e são comumente removidos pelas lavagens. A lavagem é realizada adicionando-se uma quantidade requerida de solução de lavagem e, após, agitando-se o sólido e a solução com um bastão de vidro. A mistura é então centrifugada e o líquido de lavagem é removido utilizando-se pipeta Pasteur.

h) Aquecimento de soluções: Uma solução contida em um tubo de ensaio não pode ser aquecida, com segurança, diretamente na chama pois podem ocorrer projeções causando a perda de parte ou de todo o líquido contido no tubo. O método mais eficiente e seguro para aquecimento de soluções em tubos de ensaio é através do banho-maria.

i) Teste de acidez e alcalinidade: Soluções aquosas ácidas tornam vermelho o papel de tornassol azul. As soluções alcalinas tornam azul o papel de tornassol vermelho. Quando a solução estiver em tubo de ensaio ou outro recipiente pequeno, é inconveniente mergulhar o papel na solução. Em tais casos, agite a solução com auxílio de um bastão de vidro, e retire o mesmo encostando o bastão ainda úmido com a solução no papel de tornassol que está disposto sobre um vidro de relógio.

Experimento: Reações semimicroanálise

A análise qualitativa para escala semimicro apresenta vantagens em comparação a outras técnicas, como economia de reagentes, aumento na eficiência de separação, facilidade na manipulação, entre outros. Porém pode-se destacar que um dos pontos mais importantes é que o trabalho nessa escala reduz significativamente os resíduos gerados. Lembre-se que o descarte de todas as soluções, ao final das práticas, dessa e das demais unidades, ocorrerá conforme descrito no item 1.3 desta apostila. Se você tiver dúvidas a respeito releia esse item e/ou consulte o seu professor!

As práticas a seguir objetivam conhecer e executar experimentalmente as principais técnicas laboratoriais utilizadas em análises qualitativas em escala semimicro.

I) Agitação, precipitação, centrifugação, precipitação completa e remoção do centrifugado

<p><i>Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Tubos de centrífuga • Centrífuga • Pipeta Pasteur • Tubos de ensaio 	<p><i>Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Solução de Cloreto de Bário (BaCl_2 (aq)) 1 mol L⁻¹ • Ácido Sulfúrico (H_2SO_4 (aq)) 3 mol L⁻¹ • Ácido Clorídrico (HCl (aq)) 6 mol L⁻¹
<p> <i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do BaCl_2 (vide Unidade 4), H_2SO_4 e HCl (vide Unidade 4).</p>	
<p><i>Procedimento:</i> Em um tubo de centrífuga, colocar 5 gotas de cloreto de bário 1 mol L⁻¹. Adicionar 1 gota de ácido sulfúrico 3 mol L⁻¹ e agitar. Observar a formação de um precipitado branco. Colocar o tubo na centrífuga tomando o cuidado de contrabalançar o peso com um tubo de centrífuga com a mesma quantidade de água. Se necessário, comparar os pesos de ambos os tubos em uma balança semi-analítica (precisão de 0,01 mg ou 0,1 mg). Verificar se a precipitação do BaSO_4 foi completa pela adição de 1 gota de H_2SO_4 1 mol L⁻¹. Se o centrifugado (solução superior ao precipitado) ficar turva, centrifugar e testar novamente o centrifugado. Com o auxílio de uma pipeta Pasteur, remover o centrifugado.</p> $\text{BaCl}_2 \text{ (aq)} + \text{H}_2\text{SO}_4 \text{ (aq)} \rightleftharpoons \text{BaSO}_4 \text{ (s)} + 2\text{HCl} \text{ (aq)}$	
<p><i>Observações:</i></p>	
<p> Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".</p>	

II) Efeito do excesso de Reagentes

<p><i>Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Pipeta Pasteur • Tubo de ensaio 	<p><i>Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Solução de Nitrato de Chumbo II ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ (aq)) 0,1 mol L⁻¹ • Ácido Clorídrico (HCl (aq)) 6 mol L⁻¹
---	--

	<i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ (vide Unidade 5) e HCl (vide Unidade 4).
<i>Procedimento:</i> Em um tubo de ensaio, colocar 3 gotas de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$. Adicionar 1 gota de HCl 6 mol L^{-1} e observar. Adicionar logo em seguida mais gotas de HCl e notar a solubilização do precipitado pela formação do ânion complexo tetracloreto de chumbo ($[\text{Pb}(\text{Cl})_4]^{2-}$). Escrever as reações de precipitação e de solubilização do precipitado.	
<i>Observações:</i>	
	Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".

III) Lavagem do Precipitado

<i>Materiais:</i>	<i>Reagentes:</i>
<ul style="list-style-type: none"> • Pipeta Pasteur • Tubo de centrífuga • Centrífuga 	<ul style="list-style-type: none"> • Solução de Cloreto de Bário (BaCl_2 (aq)) 1 mol L^{-1} • Solução de Cromato de Potássio (K_2CrO_4 (aq)) 1 mol L^{-1} • Solução de Acetato de Chumbo ($\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2$ (aq)) 1 mol L^{-1}
 <i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do BaCl_2 (vide Unidade 4), K_2CrO_4 e $\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2$	
<i>Procedimento:</i> Recolher em um tubo de centrífuga 5 gotas da solução de BaCl_2 1 mol L^{-1} . Adicionar 5 gotas de K_2CrO_4 a 10%. Observar a formação de um precipitado amarelo. Escrever a reação. Centrifugar. Remover o líquido de lavagem para outro tubo de ensaio. Observar que o líquido de lavagem se tornou amarelado, indicando que houve a formação de íons cromato na superfície do precipitado. Confirmar a presença de íons cromato no líquido de lavagem pela adição de 3 gotas de acetato de chumbo II 0,1 mol L^{-1} ou 5%, observando a formação de um precipitado amarelo de cromato de chumbo II. Escrever a reação.	
<i>Observações:</i>	

	Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificados, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".
---	---

IV) Aquecimento de Soluções

<i> Materiais:</i>	<i> Reagentes:</i>
<ul style="list-style-type: none"> • Tubo de ensaio • Béquer • Bico de Bunsen • Tela de amianto 	<ul style="list-style-type: none"> • Solução de Nitrato de Cobre ($\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ (aq)) 1 mol L⁻¹ • Solução de Tioacetamida ($\text{C}_2\text{H}_5\text{NS}$ (aq)) 1 mol L⁻¹
	<i> Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ e $\text{C}_2\text{H}_5\text{NS}$
<i> Procedimento:</i> Recolher em um tubo de ensaio 5 gotas de solução de nitrato de cobre. Adicionar 3 gotas de tioacetamida e aquecer o tubo em banho-maria. Observar a formação de um precipitado preto (CuS – sulfeto de cobre II).	
<i> Observações:</i>	
	Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".

V) Teste de Acidez e Alcalinidade

<i> Materiais:</i>	<i> Reagentes:</i>
<ul style="list-style-type: none"> • Papel de Tornassol Azul • Papel de Tornassol Vermelho • Bastão de vidro • Tubo de ensaio 	<ul style="list-style-type: none"> • Solução de Nitrato de Cobre ($\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ (aq)) 1 mol L⁻¹ • Solução de Hidróxido de Amônio (NH_4OH (aq)) 3 mol L⁻¹ • Ácido Clorídrico 3 mol L⁻¹ (HCl (aq)) • Solução de Nitrato de Bismuto ($\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ (aq)) 1 mol L⁻¹ • Ácido Sulfúrico 3 mol L⁻¹ (H_2SO_4 (aq))
	<i> Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$, NH_4OH , HCl (vide Unidade 4), $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ e H_2SO_4 .

Procedimento:

1. Recolher em um tubo de ensaio 5 gotas de uma solução contendo cobre II. Adicionar NH_4OH 3 mol L^{-1} até que a solução se torne alcalina (testar com papel de tornassol vermelho). Adicionar HCl 3 mol L^{-1} , gota a gota, até tornar a solução ácida (testar com papel de tornassol azul). Observar a cor da solução.
2. Recolher em um tubo de ensaio 5 gotas de uma solução contendo bismuto III. Alcalinizar com NH_4OH 3 mol L^{-1} e depois acidificar com H_2SO_4 3 mol L^{-1} . Observar a formação de um precipitado em meio alcalino.

Observações:

1.

2.



Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".

UNIDADE 7. Identificação de Ânions

7.1. Esquema de classificação

A determinação analítica de ânions encontra extensa aplicação em vários segmentos da indústria (química, farmacêutica, alimentícia, etc.), bem como na caracterização de amostras biológicas e ambientais.

É possível realizar a separação dos ânions comuns em grupos principais e subsequente separação inequívoca, em cada grupo, de seus componentes independentes. A separação dependerá da solubilidade de seus sais de prata, de cálcio ou de bário e dos sais de zinco. O esquema de classificação abaixo não é rígido pois alguns ânions poderão encontrar-se em mais de uma subdivisão. Essencialmente os processos empregados podem ser divididos em:

A) os que envolvem a identificação por produtos voláteis obtidos por tratamento com ácidos. Essa classe se subdivide em:

- I) gases desprendidos com ácido clorídrico diluído ou ácido sulfúrico diluído. São exemplos dessa subclasse: carbonato, hidrogenocarbonato (bicarbonato), sulfito, tiosulfato, sulfeto, nitrito, hipoclorito e cianeto;
- II) gases ou vapores desprendidos por tratamento com ácido sulfúrico concentrado. Estes incluem os ânions de I e mais os seguintes: fluoreto, hexafluorsilicatos, cloreto, brometo, iodeto, nitrato, clorato, perclorato, permanganato, bromato, borato, hexacianoferrato (II), hexacianoferrato (III), tiocianato, formiato, acetato, oxalato, tartarato e citrato.

B) os que dependem de reações em solução. A classe B é subdividida em:

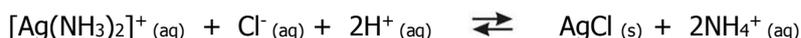
- I) reações de precipitação. São exemplos os precipitados formados por; sulfato, persulfato, fosfato, fosfito, hipofosfito, arseniato, arsenito, cromato, dicromato, silicato, hexafluorsilicato, salicilato, benzoato e succinato.
- II) oxidação e redução em solução. São exemplos desse tipo de reações, reações que ocorram com manganato, permanganato, cromato e dicromato.

Experimento: Reações para a identificação de alguns ânions

As práticas a seguir possuem como objetivo principal o desenvolvimento de reações para a identificação de alguns ânions através de métodos convencionais empregando a análise por via úmida.

I) Identificação de Cloreto

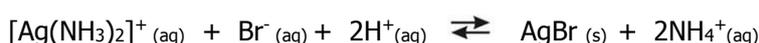
Formação de um precipitado branco, floculento, de cloreto de prata, AgCl, insolúvel em água e em ácido nítrico diluído, mas solúvel em solução diluída de amônia, formando um sal complexo, chamado de cloreto de diaminprata - [Ag(NH₃)₂Cl].



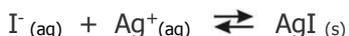
<p><i> Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Pipeta Pasteur • Tubo de ensaio 	<p><i> Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Solução de Cloreto de Sódio (NaCl (aq)) 1 mol L⁻¹ • Solução de Nitrato de Prata (AgNO₃ (aq)) 0,1 mol L⁻¹ • Solução de Hidróxido de Amônio (NH₄OH (aq)) 1 mol L⁻¹
<p> <i> Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do NaCl (vide Unidade 4) AgNO₃ (vide Unidade 5) e NH₄OH (vide Unidade 6)</p>	
<p><i> Procedimento:</i> Colocar cerca de 5 gotas de uma solução de NaCl em um tubo de ensaio. Com o auxílio de uma pipeta Pasteur, acrescentar 3 gotas de solução de AgNO₃. Agitar e observar. Juntar, gota a gota, com agitação constante, 5 gotas de NH₄OH 1:1 e observar. Escrever a reação entre o AgCl e NH₄OH (forma-se o complexo cloreto de diaminprata e água).</p>	
<p><i> Observações:</i></p>	
<p> Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".</p>	

II) Identificação de Brometo e Iodeto

Brometos: Formação de um precipitado floculento, amarelo-pálido, de brometo de prata, AgBr, escassamente solúvel em solução de amônia diluída, mas prontamente solúvel em solução de amônia concentrada. O precipitado é insolúvel em ácido nítrico diluído.



Iodetos: Formação de um precipitado amarelo, floculento, de iodeto de prata, AgI, insolúvel em solução de amônia e em ácido nítrico diluído.



$$K_{\text{ps}}(\text{AgI}) = 1,7 \times 10^{-16}$$

<p><i> Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Pipeta Pasteur • Tubo de ensaio 	<p><i> Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Solução de Brometo de Potássio ($\text{KBr}_{(\text{aq})}$) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ • Solução de Iodeto de Potássio ($\text{KI}_{(\text{aq})}$) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ • Solução de Nitrato de Prata ($\text{AgNO}_3_{(\text{aq})}$) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ • Solução de Hidróxido de Amônio ($\text{NH}_4\text{OH}_{(\text{aq})}$) 3 mol L^{-1}
 <p><i> Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do KBr, KI (vide Unidade 5), AgNO_3 (vide Unidade 5) e NH_4OH (vide Unidade 6)</p>	
<p><i> Procedimento:</i> Adicionar 5 gotas de solução de brometo de potássio com 3 gotas de solução de nitrato de prata. Observar a cor e aparência do precipitado. Após, testar a solubilidade do precipitado com hidróxido de amônio diluído, caso não solubilize, testar com hidróxido de amônio concentrado.</p> <p>Realizar o mesmo procedimento com o iodeto de potássio.</p>	
<p><i> Observações:</i></p>	
 <p>Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".</p>	

III) Identificação do Carbonato

Os carbonatos reagem com ácidos minerais fortes (HCl , HNO_3 e H_2SO_4) liberando dióxido de carbono (CO_2), com efervescência característica. O dióxido de carbono introduzido em água de cal ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) ou água de barita ($\text{Ba}(\text{OH})_2$) produzem um precipitado branco de fórmula CaCO_3 ou BaCO_3 , respectivamente.

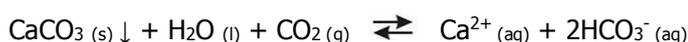
A adição de solução de cloreto de bário ou de cálcio em soluções de carbonatos neutros leva à formação de precipitado. Da mesma forma, a adição de solução de nitrato de prata a uma solução de carbonatos neutros produz precipitado.

<p><i> Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Tubo de ensaio • Pipeta Pasteur • Tubo em U com rolha 	<p><i> Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Solução de Hidróxido de Cálcio ($\text{Ca}(\text{OH})_2_{(\text{aq})}$) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ • Carbonato de Sódio ($\text{Na}_2\text{CO}_3_{(\text{s})}$) • Ácido Clorídrico ($\text{HCl}_{(\text{aq})}$) 3 mol L^{-1}
---	---

	<i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do $\text{Ca}(\text{OH})_2$, Na_2CO_3 e HCl (vide Unidade 4).
<p><i>Procedimento:</i></p> <p>Teste 1. Colocar 20 gotas ou 2 mL de água de cal no tubo de ensaio 1. Em outro tubo de ensaio (tubo 2) colocar 1 ponta de espátula ou 0,25 g de carbonato de sódio e, posteriormente, acrescentar a esse tubo 15 gotas ou 1,5 mL de HCl 3 mol L^{-1}. RADIPAMENTE, fechar o tubo 2 com uma rolha provida de um tubo de desprendimento (tubo em U). Aquecer suavemente o tubo 2, borbulhando o gás desprendido no interior da solução do tubo 1. Observar. Escrever a reação entre o dióxido de carbono e hidróxido de cálcio, sublinhando o composto insolúvel que é formado na reação.</p> <p>Teste 2. Adicionar 5 gotas de solução de carbonato de sódio com 5 gotas de solução de cloreto de bário. Escrever a reação.</p> <p>Teste 3. Adicionar 5 gotas de solução de carbonato de sódio e 5 gotas de solução de nitrato de prata. Escrever a reação.</p>	
<p><i>Observações:</i></p>	
	Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".

IV) Identificação do Hidrogenocarbonato ou Bicarbonato

Os hidrogenocarbonatos ou bicarbonatos de cálcio, estrôncio, bário, magnésio e possivelmente de ferro existem em solução aquosa e são formados pela ação do excesso de ácido carbônico sobre os carbonatos, tanto em solução aquosa como em suspensão, e decompostos por ebulição de suas soluções, conforme a reação a seguir:



Os hidrogenocarbonatos (bicarbonatos) dos metais alcalinos são solúveis em água, mas são menos solúveis que os carbonatos correspondentes.

<p><i>Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Tubo de ensaio • Papel tornassol azul 	<p><i>Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Bicarbonato de Cálcio ($\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2 (\text{s})$) • Ácido Clorídrico diluído ($\text{HCl} (\text{aq})$) 1 mol L^{-1}
---	---

	<i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do $(\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2)$ e HCl (vide Unidade 4).
<i>Procedimento:</i>	
<p>Teste 1 – Ebulição - Ferver a solução de bicarbonato. Observar o desprendimento de dióxido de carbono. Identificar o dióxido de carbono com papel tornassol azul, água de cal ou barita. Proceder-se como no experimento 1 do ânion carbonato.</p> <p>Teste 2 - Ensaio com a amostra sólida - Aquecer um pouco de bicarbonato sólido em tubo de ensaio seco. Observar o desprendimento de dióxido de carbono. Escrever a reação.</p>	
<p>O gás pode ser testado também com água de cal e barita. O resíduo desprende dióxido de carbono se tratado com ácido clorídrico diluído.</p>	
<i>Observações:</i>	
	Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".

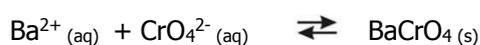
V) Identificação de Cromato e Dicromato:

Os ânions cromato e dicromato, quando em solução, se apresentam em equilíbrio de acordo com a equação:

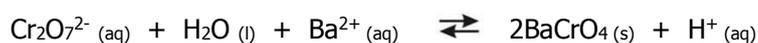


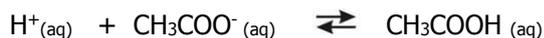
Quando se aumenta a concentração de íons H^+ na solução (adicionando ácidos), o equilíbrio se desloca para o lado esquerdo da reação, ou seja, aumentando a concentração de íons dicromato. Quando diminui a concentração dos íons H^+ (adicionando bases), o equilíbrio se desloca para a direita, ou seja, aumentando a concentração de íons cromato.

Os cromatos se apresentam em soluções na coloração amarela enquanto os dicromatos formam soluções alaranjadas. Os cromatos reagem com sais solúveis de bário (nitratos) formando cromato de bário insolúvel (precipitado amarelo).

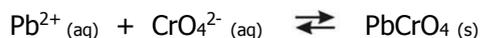


Os dicromatos reagem com sais solúveis de bário, na presença de acetatos, cuja função é neutralizar os íons H^+ formados, formando cromato de bário, insolúvel e amarelo.

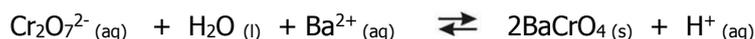




Os cromatos reagem com sais solúveis de Pb^{+2} formando cromato de chumbo insolúvel e amarelo, conforme a equação:



Os dicromatos reagem com sais solúveis de Pb^{+2} , na presença de acetatos, formando um precipitado amarelo de cromato de chumbo.



<p><i> Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Tubo de ensaio • Pipeta Pasteur 	<p><i> Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Solução de cromato de sódio ($\text{Na}_2\text{CrO}_4_{(\text{aq})}$) 0,1 mol L⁻¹ • Ácido clorídrico ($\text{HCl}_{(\text{aq})}$) 3 mol L⁻¹ • Solução de dicromato de potássio ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7_{(\text{aq})}$) 1 mol L⁻¹ • Solução de hidróxido de sódio ($\text{NaOH}_{(\text{aq})}$) 0,1 mol L⁻¹ • Solução de cloreto de bário ($\text{BaCl}_2_{(\text{aq})}$) 0,1 mol L⁻¹ • Solução de acetato de sódio ($\text{NaCH}_3\text{COO}_{(\text{aq})}$) 1 mol L⁻¹ • Solução de nitrato de chumbo II ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2_{(\text{aq})}$) 1 mol L⁻¹
<p> <i> Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do Na_2CrO_4, HCl (vide Unidade 4), $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, NaOH (vide Unidade 5), BaCl_2 (vide Unidade 4), NaCH_3COO e $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ (vide Unidade 5)</p>	
<p><i> Procedimento:</i></p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Colocar 5 gotas de solução de Na_2CrO_4 em um tubo de ensaio. Observar a cor. Juntar, gota a gota, com agitação constante, 5 gotas de NaOH e observar. Escrever as duas reações e seus equilíbrios, em termos de íons H^+ e OH^-. 2. Colocar 5 gotas de solução de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ em um tubo de ensaio. Observar a cor. Juntar, gota a gota, com agitação constante, 5 gotas de NaOH e observar. 3. Colocar 5 gotas de solução de Na_2CrO_4 em um tubo de ensaio. Acrescentar gotas de BaCl_2. Agitar e observar. Juntar 5 gotas de NaCH_3COO. Agitar e observar. Escrever a reação ocorrida. 4. Colocar 5 gotas de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ em um tubo de ensaio e acrescentar gotas de BaCl_2. Agitar e observar. Juntar 5 gotas de NaCH_3COO. Agitar e observar. Qual a função do acetato de sódio na experiência? 5. Colocar 10 gotas de solução de Na_2CrO_4 em um tubo de ensaio e acrescentar 5 gotas de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$. Agitar e observar. 	

6. Colocar 10 gotas de $K_2Cr_2O_7$ em um tubo de ensaio e acrescentar 5 gotas de $Pb(NO_3)_2$. Agitar e observar.

Escrever as reações.

Observações:

1.

2.

3.

4.

5.

6.



Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".

VI) Identificação do Sulfato

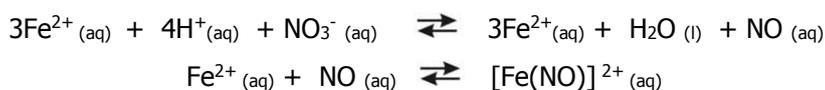
O íon sulfato é o ânion do ácido sulfúrico H_2SO_4 que não o cede senão dificilmente aos ácidos halogenados: HCl, HBr, HI e ao HNO_3 .

Entre os sais de ácido sulfúrico, os de bário, de estrôncio e de chumbo são pouco solúveis na água; o sal de cálcio é um pouco mais solúvel. Os outros sulfatos metálicos são hidrossolúveis. Alguns sulfatos básicos, tais como os de mercúrio, bismuto e cromo são também insolúveis em água, mas se dissolvem em HCl ou HNO_3 diluídos.

<p><i> Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Tubo de ensaio • Pipeta Pasteur 	<p><i> Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Solução de Sulfato de Sódio (Na_2SO_4 (aq)) 1 mol L⁻¹ • Ácido Clorídrico (HCl (aq)) 1 mol L⁻¹ • Solução de Cloreto de Bário (BaCl_2 (aq)) 1 mol L⁻¹
<p> <i> Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do Na_2SO_4, HCl (vide Unidade 4) e BaCl_2 (vide Unidade 4)</p>	
<p><i> Procedimento:</i> Colocar em um tubo de ensaio 5 gotas de solução de sulfato de sódio, gotas de ácido clorídrico diluído e a seguir, gotas da solução de cloreto de bário (os carbonatos, sulfitos e fosfatos não são precipitados nestas condições).</p> <p>Como sal pouco solúvel de ácido forte, o sulfato de bário é insolúvel nos ácidos, o que distingue este sal dos sais de bário de todos os outros ânions. Escrever a reação de precipitação.</p>	
<p><i> Observações:</i></p>	
<p> Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".</p>	

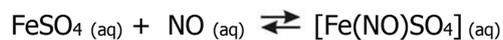
VII) Identificação de Nitrato

Os nitratos reagem com solução de sulfato ferroso na presença de ácido sulfúrico concentrado, formando o sal complexo $[\text{Fe}(\text{NO})\text{SO}_4]$ que apresenta coloração castanho escura característica.



<p><i> Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Tubo de ensaio • Pipeta Pasteur 	<p><i> Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Solução de Nitrato de Sódio (NaNO_3 (aq)) 0,1 mol L⁻¹ • Solução de Sulfato de Ferro II (FeSO_4 (aq)) 1 mol L⁻¹ • Ácido Sulfúrico (H_2SO_4 (aq)) 1 mol L⁻¹ • Ácido Sulfúrico (H_2SO_4 (aq)) 6 mol L⁻¹
<p> <i> Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do NaNO_3 (vide Unidade 5), FeSO_4 e H_2SO_4 (vide Unidade 6)</p>	
<p><i> Procedimento:</i> Colocar em um tubo de ensaio 5 gotas de NaNO_3. Juntar 5 gotas de FeSO_4 preparado adicionando o sal de Ferro (II) sólido em água destilada. Agitar e observar. Juntar 5 gotas de H_2SO_4 diluído. Em seguida, acrescentar lenta e cuidadosamente 10 gotas de H_2SO_4</p>	

concentrado, fazendo-o escorrer lentamente pela parede interna do tubo de ensaio que deverá ser mantido com máxima inclinação, de modo que o ácido concentrado forme uma camada inferior (manter o tubo na vertical sem agitação para que se formem duas fases). Aguardar aproximadamente 2 minutos e observar a formação de um anel castanho na superfície de separação das duas fases.



Observações:



Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".

Os principais cátions existentes na natureza são separados em grupos, de acordo com propriedades químicas semelhantes frente a determinados reagentes. Cada grupo de cátions precipita na presença de uma determinada substância química que é chamada *reagente precipitante* do grupo em questão. Para separar e identificar cátions pertencentes a diferentes grupos é necessário submetê-los a uma série de operações analíticas que devem ser executadas de acordo com uma ordem pré-estabelecida baseada no método empregado.

Uma das classificações desses cátions é mostrada abaixo, no Quadro 6. Deve-se considerar, porém que existem outras divisões com pequenas variações dos elementos dos grupos em função da escolha de outros reagentes precipitantes. Nesse sentido, uma alternativa pode ser vista em detalhes na Unidade 13, chamada Marcha Analítica do Bicarbonato de Sódio.

Quadro 6 - Classificação dos cátions em grupos e seus respectivos reagentes precipitantes.

Grupo	Cátions	Reagente Precipitante
I	$\text{Ag}^+, \text{Pb}^{2+}, \text{Hg}_2^{2+}$	HCl diluído
II	$\text{Hg}^{2+}, \text{Pb}^{2+}, \text{Bi}^{3+}, \text{Cu}^{2+}, \text{Cd}^{2+}, \text{Sn}^{2+}, \text{As}^{3+}, \text{Sb}^{3+}, \text{Sn}^{4+}$	H_2S ou tioacetamida em meio ácido (HCl diluído)
III	$\text{Al}^{3+}, \text{Cr}^{3+}, \text{Fe}^{2+}, \text{Ni}^{2+}, \text{Co}^{2+}, \text{Mn}^{2+}, \text{Zn}^{2+}$	H_2S ou tioacetamida em meio básico (NH_4OH com NH_4Cl)
IV	$\text{Ba}^{2+}, \text{Ca}^{2+}, \text{Sr}^{2+}$	$(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$
V	$\text{Na}^+, \text{K}^+, \text{Li}^+, \text{NH}_4^+$	Sem reagente precipitante específico

Fonte: Adaptado do material de Endres, [199?].

8.1. Marcha Analítica Clássica

Na análise qualitativa sistemática pela marcha analítica clássica, os cátions são divididos em cinco grupos analíticos. Como reagentes de grupo são empregados sequencialmente quatro reagentes: HCl (aq) diluído, H_2S (aq) em meio ácido, H_2S (aq) em meio alcalino e $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ (aq) em meio alcalino tamponado.

A partir desses reagentes é possível agrupar os cátions em cinco grupos analíticos:

Grupo I: cátions separados na forma de cloretos insolúveis: $\text{Ag}^+, \text{Pb}^{2+}, \text{Hg}_2^{2+}$

Grupo II: cátions separados na forma de sulfetos insolúveis utilizando tioacetamida em meio ácido: $\text{Hg}^{2+}, \text{Pb}^{2+}, \text{Bi}^{3+}, \text{Cu}^{2+}, \text{Cd}^{2+}, \text{Sn}^{2+}, \text{Sn}^{4+}, \text{As}^{3+}, \text{As}^{5+}, \text{Sb}^{3+}, \text{Sb}^{5+}$. Esse grupo é subdividido em dois subgrupos para facilitar a identificação dos cátions.

Grupo III: cátions separados na forma de sulfetos insolúveis utilizando tioacetamida em meio alcalino ou $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ em meio alcalino: $\text{Al}^{3+}, \text{Cr}^{3+}, \text{Fe}^{2+}, \text{Ni}^{2+}, \text{Co}^{2+}, \text{Mn}^{2+}, \text{Zn}^{2+}$

Grupo IV: cátions separados na forma de carbonatos insolúveis pelo $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ em meio alcalino tamponado ($\text{NH}_3/\text{NH}_4\text{Cl}$): Ba^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+}

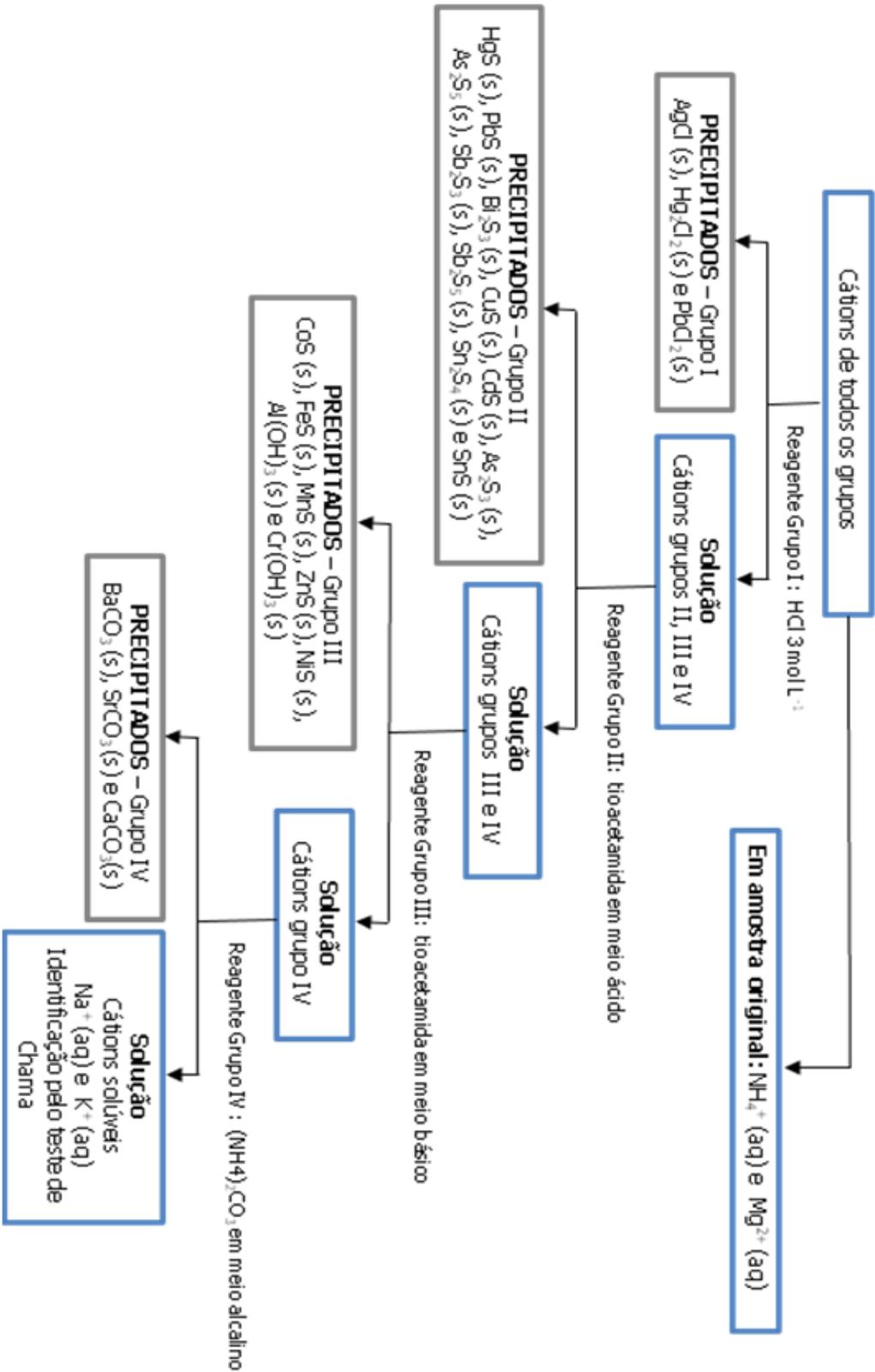
Grupo dos cátions solúveis: cátions não separados em nenhum dos grupos anteriores. Formam o chamado grupo solúvel: Na^+ , K^+ e NH_4^+ .

Apesar da Marcha Analítica Clássica ser a mais estudada, aplicada e difundida, apresenta algumas desvantagens:

- Cheiro desagradável e toxicidade do H_2S ;
- Tendência a formar soluções coloidais, durante e após o uso do H_2S , prejudicando a separação dos cátions;
- Reações secundárias devido ao forte poder redutor do S^{2-} ou $\text{H}_2\text{S}_{(\text{aq})}$;
- Alguns ânions atuam como interferentes. Sua presença requer tratamento especial da amostra (PO_4^{3-} , F^- , $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$ e $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$).

A seguir, na Figura 9, é apresentado um esquema da separação de cátions em grupos analíticos de acordo com a Marcha Analítica Clássica.

Figura 9 – Fluxograma de separação dos cátions dos Grupos I, II, III, IV, íon amônio e íon magnésio.



Fonte: a autora (2016).

Questionário



1. O mercúrio encontra-se em mais de um grupo? Justifique.
2. Para todos os grupos de cátions utiliza-se o mesmo reagente precipitante? Justifique
3. Qual grupo não possui um reagente precipitante específico?
4. Qual a diferença na separação do grupo II e grupo III tendo em vista que ambos utilizam como reagente precipitante o H_2S ?
5. Porque os cátions NH_4^+ e o Mg^{2+} devem ser identificados a partir da retirada de alíquotas da amostra original?



6. Cite pelo menos duas razões para não descartar na pia as soluções obtidas ao final da Marcha Analítica Clássica.

UNIDADE 9. Identificação dos Cátions do Grupo I

Os cátions do Grupo I (Prata, Chumbo e Mercúrio I) consistem em íons que formam cloretos insolúveis. Podem ser identificados em uma solução por meio de reações de identificação onde as propriedades, como a solubilidade dos elementos permitem a formação de precipitados, desprendimento de gases ou mudança de coloração.

Reações de precipitação do Grupo I:



Experimento: Análise Sistemática de Cátions do Grupo I

I) Separação dos cátions do Grupo I: Seguindo uma análise sistemática (Figura 10), é possível a partir de uma amostra desconhecida, a separação e identificação dos cátions do Grupo I utilizando-se como reagente precipitante do grupo o ácido clorídrico diluído.

A atividade prática a seguir, tem como objetivo a separação qualitativa dos cátions do grupo I e identificação através de seus reagentes específicos.

<p><i> Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Pipeta Pasteur • Tubo de centrífuga 	<p><i> Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Solução problema que contenha os cátions Ag^+, Pb^{2+}, Hg_2^{2+} • Ácido Nítrico ($\text{HNO}_3_{(\text{aq})}$) 3 mol L^{-1} • Ácido Clorídrico ($\text{HCl}_{(\text{aq})}$) 3 mol L^{-1} • Solução de Cromato de Potássio ($\text{K}_2\text{CrO}_4_{(\text{aq})}$) 1 mol L^{-1} • Ácido Sulfúrico ($\text{H}_2\text{SO}_4_{(\text{aq})}$) 2 mol L^{-1} • Solução de Iodeto de Potássio ($\text{KI}_{(\text{aq})}$) 1 mol L^{-1} • Solução de Hidróxido de Amônio ($\text{NH}_4\text{OH}_{(\text{aq})}$) 3 mol L^{-1} • Solução de Cloreto de Estanho II ($\text{SnCl}_2_{(\text{aq})}$) 1 mol L^{-1}
<p><i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do HNO_3, SnCl_2, HCl (vide Unidade 4), K_2CrO_4 (vide Unidade 6), H_2SO_4 (vide Unidade 6), KI (vide Unidade 5) e NH_4OH (vide Unidade 6)</p> 	
<p><i>Procedimento:</i> A solução problema (10 a 12 gotas) contendo os cátions do Grupo I, deve ser tratada inicialmente com 3 gotas de HNO_3 3 mol L^{-1} pois provocará a destruição de possíveis interferentes oriundos de materiais orgânicos. Também, o HNO_3 evita a hidrólise do cátion mercurioso, elimina o cátion NH_4^+ que formaria com a prata um complexo solúvel e neutraliza o NaOH que com o chumbo pode formar o ânion plumbito (PbO_2^{-2}) ou plumbato (PbO_3^{-2}) solúveis.</p> <p>Após a acidificação com HNO_3, trata-se a amostra com 3 gotas de HCl 3 mol L^{-1}. Formar-se-á um precipitado branco que contém PbCl_2, AgCl e Hg_2Cl_2. Os cloretos dos demais metais não precipitam, justificando, portanto, que o HCl seja chamado reagente precipitante do Grupo I, pois apenas os metais deste grupo precipitam com esse reagente. Logo, os cloretos de cátions do grupo I que estarão na forma de precipitado.</p>	

Apenas ao precipitado (remover o sobrenadante do tubo), adicionar 8 gotas de água, agitar e aquecer para solubilizar o PbCl_2 , já que esse composto apresenta baixa solubilidade a frio mas grande solubilidade a quente (observe o Kps deste cloreto). Depois de aquecer, centrifugar e separar o centrifugado ainda quente, guardando esse centrifugado em outro tubo de ensaio. Realizar esse procedimento duas vezes e reunir os dois centrifugados em um mesmo tubo. Nesse centrifugado estará o cloreto de chumbo II solubilizado. Já no precipitado, estarão o AgCl e o Hg_2Cl_2 que permanecem insolúveis na forma de precipitado.

O centrifugado que foi separado e reunido em um único tubo de ensaio deve ser separado em três tubos de ensaio, para identificação do cátion Pb^{+2} . Após, realizar as identificações do chumbo II como indicado a seguir:

Tubo 1: Ao centrifugado, adicionar 2 gotas de cromato de potássio. A formação de um precipitado amarelo de PbCrO_4 indica a presença de chumbo II.

Tubo 2: Ao centrifugado, adicionar 2 gotas de H_2SO_4 2 mol L^{-1} . A formação de um precipitado branco de PbSO_4 indica a presença de chumbo II.

Tubo 3: Ao centrifugado, adicionar 2 gotas de iodeto de potássio 1 mol L^{-1} . A formação de um precipitado amarelo de PbI_2 indica a presença de chumbo II.

Escrever as reações que ocorreram nos três tubos de ensaio e que comprovam a existência do chumbo.

Tubo 1:

Tubo 2:

Tubo 3:

O precipitado contém AgCl e Hg_2Cl_2 . Lavar este precipitado diversas vezes com água quente para eliminar completamente o Pb^{+2} existente (testar as águas de lavagem até que 5 gotas recolhidas em um tubo de ensaio não forme mais precipitado amarelo quando se adicionam 2 gotas de dicromato de potássio). Ao precipitado, acrescentar 10 gotas de NH_4OH 3 mol L^{-1} , agitar e aquecer. Este procedimento fará com que o AgCl seja dissolvido, transformando-o em um complexo solúvel $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2\text{Cl}]$, chamado de cloreto de diaminprata. Centrifugar e dividir o centrifugado em dois tubos de ensaio:

Tubo 4: Acrescentar 2 gotas de HNO_3 3 mol L^{-1} . Obtém-se um precipitado branco de AgCl que comprova a presença da prata.

Tubo 5: Acrescentar 2 gotas de KI , formando um precipitado amarelo de AgI que confirma a presença de prata.

Escrever as reações que ocorreram nos dois tubos de ensaio e que confirmam a existência da prata.

Tubo 4:

Tubo 5:

O precipitado remanescente, com a adição de NH_4OH transforma-se em um resíduo negro e insolúvel, que é uma mistura de $\text{Hg}(\text{NH}_2)\text{Cl}$ e Hg^0 (cloro aminomercúrico e mercúrio metálico finamente dividido). Portanto, após tratamento com hidróxido de amônio, já existe condição

visual para constatação da existência do mercúrio pela alteração da coloração do precipitado de branco para negro.

Tratando-se o precipitado negro com água régia (1 gota de HNO_3 concentrado + 3 gotas de HCl concentrado) com posterior aquecimento, o precipitado se dissolve, obtendo-se HgCl_2 (aq) (note que o íon mercurioso, Hg_2^{+2} foi transformado no íon mercúrico Hg^{+2}). Colocando-se essa solução em contato com 3 gotas de solução de SnCl_2 , obtém-se um precipitado cinza de HgCl_2 que permite identificar o mercúrio (íon mercurioso) que estava inicialmente presente na solução problema.

Observações:

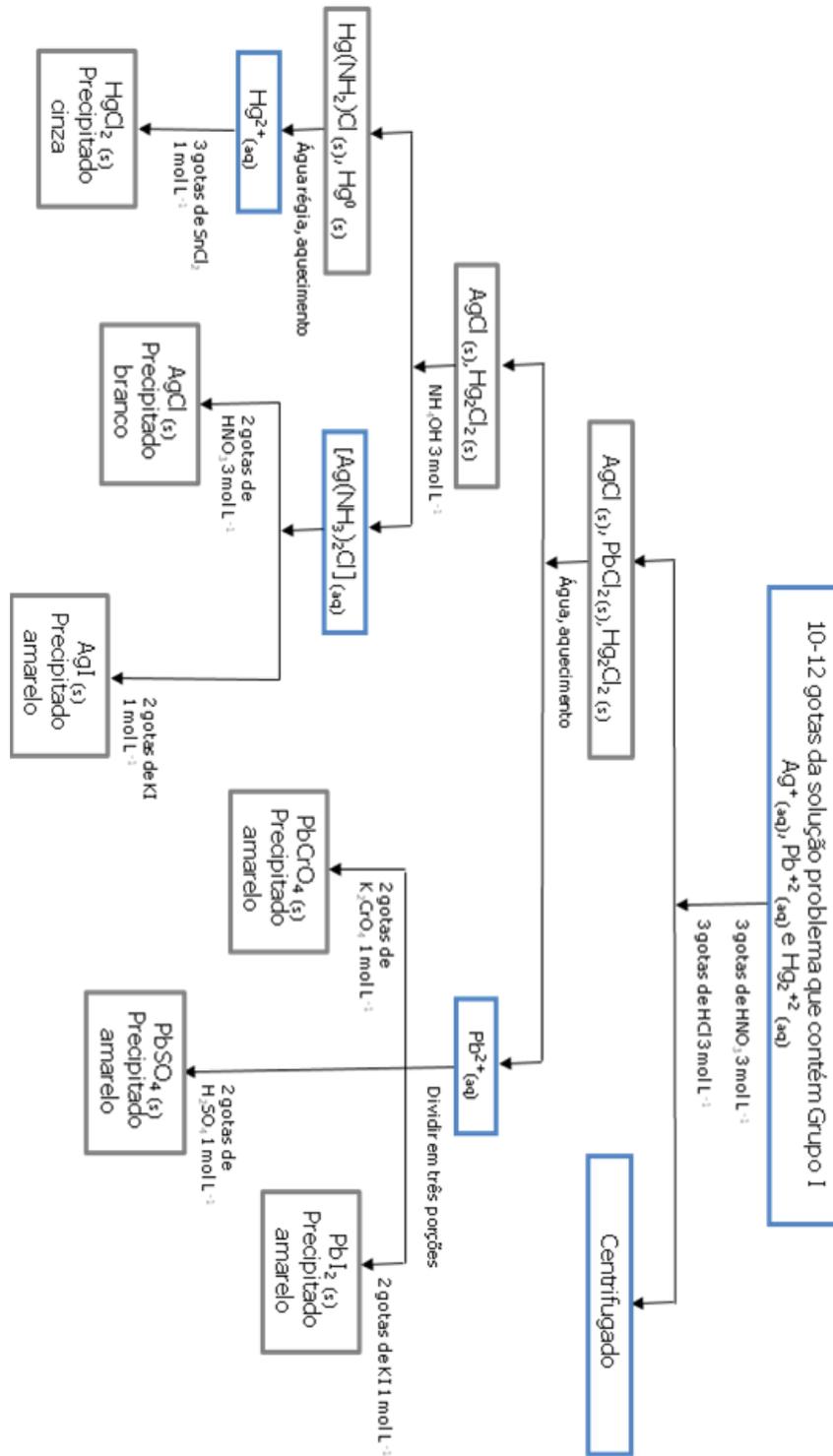


Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO SÓLIDO".

II) Identificação dos cátions do Grupo I: A atividade prática a seguir tem como objetivo a realização de reações que possibilitem identificar, separadamente, os diferentes cátions do Grupo I.

<p><i>Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Papel filtro • Bastão de vidro • Vidro de relógio 	<p><i>Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Solução de Iodeto de Potássio ($\text{KI}_{(aq)}$) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ • Solução de Nitrato de Mercúrio I ($\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2_{(aq)}$) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ • Solução de Nitrato de Prata ($\text{AgNO}_3_{(aq)}$) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ • Solução de Nitrato de Chumbo II ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2_{(aq)}$) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$
<p> <i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do KI (vide Unidade 5), $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$, AgNO_3 (vide Unidade 5) e $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ (vide Unidade 5).</p>	
<p><i>Procedimento:</i> Separar 3 pedaços de papel filtro sobre o vidro de relógio. Pingar uma gota de iodeto de potássio sobre cada pedaço de papel filtro. Sobre o iodeto de potássio, pingar, no papel filtro 1, uma gota da solução de nitrato de mercúrio I; sobre o iodeto de potássio do papel filtro 2 pingar uma gota da solução de nitrato de prata e sobre o iodeto de potássio do papel filtro 3 pingar uma gota da solução de nitrato de chumbo II. Verificar a cor formada em cada papel de filtro.</p>	
<p><i>Observações:</i></p> <p>Hg_2^{2+}: coloração</p> <p>Ag^+: coloração</p> <p>Pb^{2+}: coloração</p>	
<p> Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO SÓLIDO".</p>	

Figura 10 – Fluxograma de separação dos cátions do Grupo I.



Fonte: a autora (2016).

Questionário



1. Qual a propriedade comum a todos os cátions do grupo I?
2. Como separar os cátions do grupo I dos demais grupos? Explique e dê as equações.
3. Porque se usa HCl diluído na precipitação do grupo I? O que pode resultar o emprego de HCl concentrado nesse precipitado? Porque deve-se evitar o excesso desse reagente?
4. Qual a função do uso de água quente e fervura no precipitado obtido na reação com o ácido clorídrico?
5. Quais as reações de identificação que foram realizadas para o íon chumbo? Justifique cada uma escrevendo a reação.
6. Ao precipitado formado por cloreto de prata e cloreto de mercúrio foi adicionado hidróxido de amônio, justifique o procedimento e escreva as reações.
7. A partir da resposta acima confirme como se identifica o cátion mercúrio.
8. Como foi então identificado o cátion prata? Escreva as reações e justificativas.
9. Por que os papéis filtro utilizados na experiência devem ser recolhidos separadamente?



PESQUISE !!!

Coprocessamento é a técnica que permite a queima de resíduos em fornos de cimento mediante dois critérios básicos: reaproveitamento de energia, para que o material seja utilizado como substituto ao combustível, ou reaproveitamento como substituto da matéria-prima, de forma que o resíduo a ser eliminado apresente características similares às dos componentes normalmente empregados na produção de clínquer.

Com base nas referências indicadas abaixo, faça uma pesquisa sobre a técnica de coprocessamento, abordando os seguintes tópicos:

- Em que consiste o coprocessamento;
- Como é realizado;
- Quais suas vantagens e desvantagens;
- Que tipo de resíduos químicos podem ser tratados por coprocessamento;
- Qual metal não pode estar presente no resíduo tratado por coprocessamento.

Referências:

1. Cunha, C.J. O Programa de Gerenciamento de Resíduos Laboratoriais do Depto de Química da UFPR. Química Nova, v. 24, n. 3, p. 424-427, 2001.
2. Mazzer, C.; Cavalcanti, O. A. Introdução a Gestão Ambiental de Resíduos. Infarma, v. 16, n. 11-12, p. 67-77, 2004.

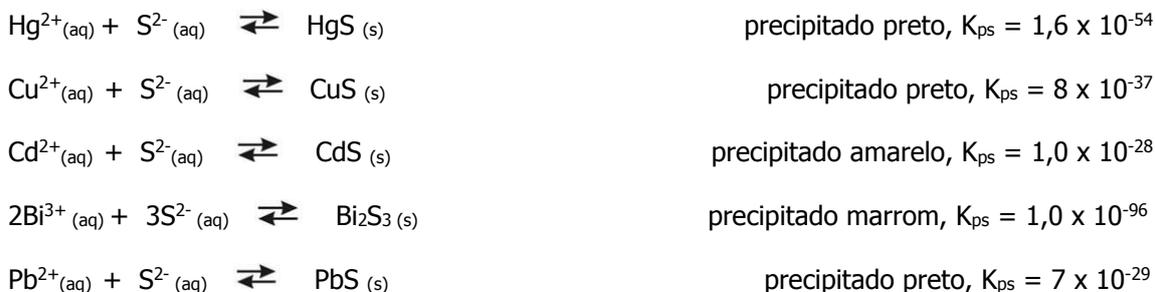
UNIDADE 10. *Identificação dos Cátions do Grupo II*

Os cátions do Grupo II (Mercúrio II, Cobre, Cádmio, Bismuto, Chumbo, Arsênio, Antimônio e Estanho) podem ser identificados em uma solução mediante reação com íon sulfeto (S^{2-}) em meio ácido.

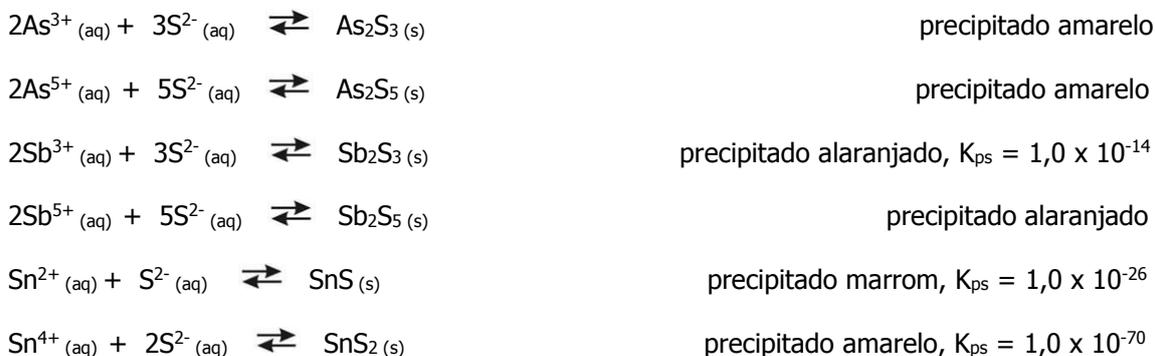
O grupo II de cátions apresenta uma subdivisão em "A" e "B". Para fins didáticos, os subgrupos IIA e IIB serão tratados isoladamente.

A atividade prática a seguir tem como objetivo a realização de reações que possibilitem separar e identificar os diferentes cátions do Grupo IIA e IIB, pela marcha analítica clássica.

Reações de precipitação do subgrupo IIA:

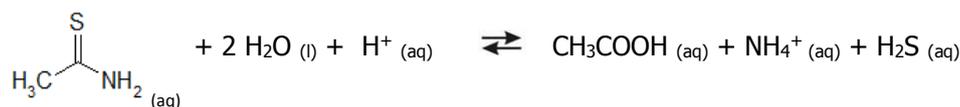


Reações de precipitação do subgrupo IIB:



Experimento: Análise Sistemática de Cátions do Grupo II

I) Separação dos cátions do Grupo II: Seguindo uma análise sistemática (Figura 11 e 12), é possível realizar a separação e identificação dos cátions do Grupo II utilizando-se como reagente precipitante do grupo a tioacetamida ($\text{C}_2\text{H}_5\text{NS}$) em meio ácido. Nesse caso, a tioacetamida em meio ácido produzirá H_2S , conforme apresentado a seguir:



tioacetamida

A atividade prática aqui descrita tem como objetivo a separação qualitativa dos cátions do grupo IIA e IIB e identificação através de seus reagentes específicos.

<i>Materials:</i>	<i>Reagentes:</i>
<ul style="list-style-type: none"> Bastão de vidro Tubo de centrífuga 	<ul style="list-style-type: none"> Ácido Clorídrico ($\text{HCl}_{(\text{aq})}$) 6 mol L^{-1} Ácido Clorídrico ($\text{HCl}_{(\text{aq})}$) 3 mol L^{-1}

<ul style="list-style-type: none"> • Pipeta Pasteur • Papel tornassol 	<ul style="list-style-type: none"> • Tioacetamida ($C_2H_5NS_{(aq)}$) 1 mol L^{-1} • Ácido Nítrico ($HNO_3_{(aq)}$) 6 mol L^{-1} • Ácido Nítrico ($HNO_3_{(aq)}$) 3 mol L^{-1} • Solução de Hidróxido de Amônio ($NH_4OH_{(aq)}$) 1 mol L^{-1} • Água régia ($HCl_{(aq)} 6 \text{ mol L}^{-1} + HNO_3_{(aq)} 6 \text{ mol L}^{-1}, 3:1 \text{ (v/v)}$) • Solução de Cloreto de Estanho II ($SnCl_2_{(aq)}$) $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ • Solução de Hidróxido de Potássio ($KOH_{(aq)}$) 2 mol L^{-1} • Benzoinoxima-Alfa – Cupron ($C_{14}H_{13}NO_2_{(aq)}$) 1 mol L^{-1} • Solução de Cianeto de Potássio ($KCN_{(aq)}$) 1 mol L^{-1} • Solução de Cinchonina/KI ($C_{19}H_{22}N_2O/KI_{(aq)}$) 1 mol L^{-1} • Ácido Acético ($CH_3COOH_{(aq)}$) 3 mol L^{-1}
	<p><i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do HCl (vide Unidade 4), C_2H_5NS (vide Unidade 6), HNO_3 (vide Unidade 9), NH_4OH (vide Unidade 6), $SnCl_2$ (vide Unidade 9), água régia, KOH, $C_{14}H_{13}NO_2$, KCN, $C_{19}H_{22}N_2O/KI$ e CH_3COOH.</p>
<p><i>Procedimento Grupo IIA:</i> A solução problema (10 a 12 gotas) contendo amostra com cátions do grupo IIA (Mercúrio II, Cádmiu, Cobre, Bismuto e Chumbo), deve ser tratada inicialmente com NH_4OH até que a solução tenha pH levemente alcalino (testar com papel de tornassol). Adicionar $HCl 3 \text{ mol L}^{-1}$ até a solução tornar-se levemente ácida e em seguida adicionar uma gota de $HCl 6 \text{ mol L}^{-1}$. Adicionar 5 gotas de tioacetamida, homogeneizar com bastão de vidro e aquecer em banho maria durante 3 minutos. Diluir com 25 gotas de água destilada. Acrescentar mais 5 gotas de tioacetamida, homogeneizar e aquecer em banho maria por mais 3 minutos. Centrifugar. Verificar se a precipitação foi completa através da adição de 3 gotas de tioacetamida e aquecendo por 2 minutos, sem agitação. Lembrar que caso a precipitação não tenha sido completa, após o processo anterior, o sobrenadante ficará levemente turvo (se tiver dúvida nessa etapa, releia o item 6.1 na Unidade 6). Caso necessário, repetir a operação até que seja verificada a precipitação completa. Esse precipitado conterá os sulfetos dos cátions do grupo IIA.</p> <p>Após, lavar o precipitado com 10 gotas de água e centrifugar. Desprezar o centrifugado. Adicionar 3 gotas de $HNO_3 3 \text{ mol L}^{-1}$, aquecer em banho maria por 2 minutos e centrifugar. Guardar o centrifugado. Ao precipitado, adicionar 5 gotas de $HNO_3 3 \text{ mol L}^{-1}$, centrifugar e juntar o centrifugado ao anterior. O centrifugado é composto dos cátions $Pb^{2+}_{(aq)}$, $Bi^{3+}_{(aq)}$, $Cu^{2+}_{(aq)}$ e $Cd^{2+}_{(aq)}$ e o precipitado corresponde aos sulfetos HgS (preto) ou $HgS.Hg(NO_3)_2$ (branco).</p> <p>O precipitado contendo o HgS deve ser dissolvido em água régia (1 gota de $HNO_3 6 \text{ mol L}^{-1} + 3 \text{ gotas de } HCl 6 \text{ mol L}^{-1}$) com posterior aquecimento em banho maria. Depois da solubilização do sólido, adicionar a essa solução, 5 gotas de $SnCl_2 0,5 \text{ mol L}^{-1}$. O aparecimento de um precipitado de coloração branca (pela formação de Hg_2Cl_2) ou cinza, após excesso de $SnCl_2$ (pela formação de Hg^0), indica a presença de mercúrio.</p> <p>O centrifugado guardado anteriormente deve ser tratado com $NH_4OH 1 \text{ mol L}^{-1}$ até que o meio se torne alcalino (testar com papel de tornassol). Centrifugar. O precipitado (1) pode conter $Pb(OH)_2_{(s)}$ (branco) e $Bi(OH)_3_{(s)}$ (branco) e o centrifugado (2) conterá os cátions $Cu^{+2}_{(aq)}$ e $Cd^{+2}_{(aq)}$.</p> <p>(1) Lavar o precipitado com 5 gotas de água destilada, centrifugar e desprezar o centrifugado que está constituído pela água de lavagem. Ao precipitado, adicionar 2 gotas de $KOH 2 \text{ mol L}^{-1}$, aquecer e diluir com 4 gotas de água destilada. Centrifugar. O precipitado pode conter</p>	

<p>Bi(OH)₃ (precipitado branco) e o centrifugado pode conter Pb⁺²_(aq). Lavar o precipitado com 5 gotas de água destilada, centrifugar e desprezar o centrifugado usado para lavagem. Dissolver o precipitado em 1 gota de HCl 3 mol L⁻¹ e adicionar 10 gotas de Cinchonina/iodeto de potássio. O aparecimento de uma coloração alaranjada confirma a presença de Bismuto. O centrifugado contendo Pb⁺² deve ser acidificado com ácido acético 3 mol L⁻¹ (verificar com papel tornassol). Acrescentar 2 gotas de K₂CrO₄ até verificar aparecimento de um precipitado amarelo, que caracteriza a presença de chumbo.</p> <p>(2) Dividir em duas porções o centrifugado que conterá os íons Cobre e Cádmio. Na primeira porção, adicionar 10 gotas de água destilada e 4 gotas de Cupron. A formação de um precipitado verde amarelado indica a presença de Cobre. Na segunda porção, adicionar KCN até que a solução se torne incolor. Após, adicionar 5 gotas de tioacetamida e aquecer. A formação de um precipitado amarelo indica a presença de Cádmio (pela formação de CdS).</p>	
<p><i>Observações:</i></p>	
	<p>Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".</p>

<p><i>Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Bastão de vidro • Tubo de centrífuga • Pipeta Pasteur • Papel tornassol • Prego limpo 	<p><i>Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Ácido Clorídrico concentrado (HCl_(aq)) 12 mol L⁻¹ • Ácido Clorídrico (HCl_(aq)) 6 mol L⁻¹ • Tioacetamida (C₂H₅NS_(aq)) 1 mol L⁻¹ • Ácido Nítrico concentrado (HNO_{3(aq)}) 12 mol L⁻¹ • Ácido Nítrico (HNO_{3(aq)}) 6 mol L⁻¹ • Ácido Nítrico (HNO_{3(aq)}) 3 mol L⁻¹ • Solução de Cloreto de Amônio (NH₄Cl_(aq)) 1 mol L⁻¹ • Acetato de Sódio (NaCH₃COO_(aq)) 2 mol L⁻¹ • Nitrato de Prata (AgNO_{3(aq)}) 0,2 mol L⁻¹ • Hidróxido de Potássio (KOH_(aq)) 3 mol L⁻¹
	<p><i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do HCl (vide Unidade 4), C₂H₅NS (vide Unidade 6), HNO₃ (vide Unidade 9), NH₄Cl (vide Unidade 4), NaCH₃COO (vide Unidade 7), AgNO₃ (vide Unidade 5) e KOH.</p>
<p><i>Procedimento Grupo IIB:</i> Recolher, em um tubo de ensaio, 5 a 6 gotas da solução problema que contenha os cátions do grupo IIB (Arsênio III e IV, Estanho II e IV e Antimônio III e V). Aquecer em banho maria a cápsula de porcelana até a secura e após, adicionar 7 gotas de HCl concentrado e 7 gotas de HNO₃ concentrado e aquecer novamente até a secura. Após, adicionar 10 gotas de água destilada e gotas de HCl 6 mol L⁻¹ até que o meio esteja fortemente ácido. Na sequência, acrescentar 7 gotas de tioacetamida e aquecer em banho maria durante 5 minutos. Centrifugar e retirar o centrifugado. Lavar o precipitado com 10 gotas de NH₄Cl e, após, com água. O precipitado conterá As₂S₅, Sb₂S₅ e SnS₂. A esse precipitado adicionar 10 gotas de HCl concentrado e aquecer em banho maria para eliminar o H₂S (g).</p>	

Após, centrifugar e separar o centrifugado que conterà SbCl_3 e SnCl_4 . O precipitado estará composto por As_2S_5 .

O precipitado deve ser dissolvido com 4 gotas de HNO_3 concentrado (12 mol L^{-1}) e 5 gotas de HCl concentrado (12 mol L^{-1}) com posterior aquecimento em banho maria até a secura. Depois, adicionar a essa solução 5 gotas de água destilada e 5 gotas de acetato de sódio 2 mol L^{-1} . Após, adicionar 3 gotas de AgNO_3 $0,2 \text{ mol L}^{-1}$. O aparecimento de um precipitado de coloração castanha (pela formação de Ag_3AsO_4) indica a presença de arsênio.

O centrifugado guardado anteriormente deve ser separado em duas porções. Na porção 1, adicionar um prego limpo (previamente lavado com HCl 6 mol L^{-1} e após com abundância de água destilada) e aquecer a solução de 3-5 minutos. O precipitado preto que será formado sobre o prego, indica a presença de antimônio.

Na porção 2, será identificado o estanho mediante a formação de um precipitado gelatinoso de coloração branca (pela formação de $\text{Sn}(\text{OH})_4$). Para tanto, adicionar à porção 2, 1 gota de KOH 3 mol L^{-1} e, caso não tenha sido formado o precipitado, adicionar, na sequência outra gota de KOH 3 mol L^{-1} . Tenha em conta que um excesso de KOH levará à formação de um complexo solúvel em excesso de KOH . Esse complexo solúvel é o hexahidroxiestanato ($[\text{Sn}(\text{OH})_6]^{2-}$).

Observações:



Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".

II) Identificação dos cátions do Grupo II: As atividades práticas a seguir têm como objetivo a realização de reações que possibilitem identificar separadamente os diferentes cátions do Grupo II(A e B).

a) Identificação do Hg II

<p><i>Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Bastão de vidro • Tubo de ensaio • Pipeta Pasteur 	<p><i>Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Solução de Nitrato de Mercúrio II ($\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ (aq)) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ • Solução de Sulfeto de Sódio (Na_2S (aq)) 2 mol L^{-1} • Solução de Hidróxido de Sódio (NaOH (aq)) 1 mol L^{-1} • Ácido Nítrico (HNO_3 (aq)) 3 mol L^{-1} • Solução de Iodeto de Potássio (KI (aq)) 1 mol L^{-1}
<p> <i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ (vide Unidade 9), Na_2S, NaOH (vide Unidade 5), HNO_3 (vide Unidade 9) e KI (vide Unidade 5).</p>	
<p><i>Procedimento:</i> 1) Colocar em um tubo de ensaio 5 gotas da solução de nitrato de mercúrio II e adicionar algumas gotas de Na_2S. Inicialmente haverá a formação de um precipitado branco que passará a pardo e no final será preto. Esse precipitado é solúvel em água régia (testar em pequenas porções essa solubilidade). Escrever a reação.</p>	

2) Em um tubo de ensaio, colocar 5 gotas de solução de nitrato de mercúrio II e adicionar 5 gotas de NaOH. Obtém-se um precipitado amarelo de HgO, solúvel em ácidos (testar a solubilidade desse precipitado, adicionando 3 gotas de HNO₃ 6 mol L⁻¹). Escrever a reação.

3) Em um tubo de ensaio, colocar 5 gotas de solução de nitrato de mercúrio II e 5 gotas de NH₄OH. Obtém-se um precipitado branco de cloreto amino-mercúrico (Hg(NH₂)Cl). Escrever a reação sabendo que forma-se um ácido e água.

4) Em um tubo de ensaio, colocar 5 gotas da solução de nitrato de mercúrio II e KI (iodeto de potássio). Essa reação é muito sensível. Obtém-se um precipitado vermelho de HgI₂. Aquecendo-se o precipitado, ele passará de vermelho a incolor, voltando novamente a vermelho após um tempo de resfriamento (testar). O HgI₂ é solúvel em excesso de KI pois forma o sal complexo solúvel K₂[Hg I₄] – iodeto duplo mercúrico-potássico.

Observações:



Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".

b) Identificação do Pb

<p><i>Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Bastão de vidro • Tubo de ensaio • Pipeta Pasteur 	<p><i>Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Solução de Nitrato de Chumbo II (Pb(NO₃)₂ (aq)) • Ácido Sulfúrico (H₂SO₄ (aq)) 2 mol L⁻¹ • Solução de Iodeto de Potássio (KI (aq)) 1 mol L⁻¹ • Solução de Sulfeto de Sódio (Na₂S (aq)) 2 mol L⁻¹ • Solução de Cromato de Potássio (K₂CrO₄ (aq)) 1 mol L⁻¹
	<p><i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do Pb(NO₃)₂ (vide Unidade 5), H₂SO₄ (vide Unidade 6), KI (vide Unidade 5), Na₂S e K₂CrO₄ (vide Unidade 6)</p>
<p><i>Procedimento:</i> 1) Colocar em um tubo de ensaio 5 gotas da solução de nitrato de chumbo II e adicionar algumas gotas de KI. Forma-se um precipitado amarelo. Escrever a reação identificando o precipitado formado.</p> <p>2) Colocar em um tubo de ensaio 5 gotas da solução de nitrato de chumbo II e adicionar algumas gotas de H₂SO₄. Forma-se um precipitado branco. Escrever a reação identificando o precipitado formado.</p>	

3) Colocar em um tubo de ensaio 5 gotas da solução de nitrato de chumbo II e adicionar algumas gotas de K_2CrO_4 . Forma-se um precipitado amarelo. Escrever a reação identificando o precipitado formado.

4) Colocar em um tubo de ensaio 5 gotas da solução de nitrato de chumbo II e adicionar 5 gotas de Na_2S . Aquecer em banho maria. Observar a cor formada e escrever a reação.

Observações:



Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".

c) Identificação do Bi

<p><i>Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Bastão de vidro • Tubo de ensaio • Pipeta Pasteur 	<p><i>Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Solução de Nitrato de Bismuto III ($Bi(NO_3)_3$ (aq)) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ • Solução de Hidróxido de Sódio ($NaOH$ (aq)) 2 mol L^{-1} • Solução de Sulfeto de Sódio (Na_2S (aq)) 2 mol L^{-1} • Solução de Hidróxido de Amônio (NH_4OH (aq)) 3 mol L^{-1}
	<p><i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do $Bi(NO_3)_3$ (vide Unidade 6), $NaOH$ (vide Unidade 5), Na_2S e NH_4OH (vide Unidade 6)</p>
<p><i>Procedimento:</i> 1) Colocar em um tubo de ensaio 5 gotas da solução de nitrato de bismuto III e 5 gotas de Na_2S. Aquecer suavemente em banho maria. Forma-se um precipitado preto de Bi_2S_3. Escrever a reação identificando o precipitado formado.</p> <p>2) Colocar em um tubo de ensaio 5 gotas da solução de nitrato de bismuto III e adicionar algumas gotas de $NaOH$. Forma-se um precipitado branco de $Bi(OH)_3$. Testar a solubilidade com excesso de reagente e, após, escrever a reação com $NaOH$.</p> <p>3) Colocar em um tubo de ensaio 5 gotas da solução de nitrato de bismuto III e adicionar algumas gotas de NH_4OH. Forma-se um precipitado branco que é insolúvel em excesso de reagente. Escrever a reação identificando o precipitado formado.</p>	

Observações:



Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".

d) Identificação do Cu

Materiais:

- Bastão de vidro
- Tubo de ensaio
- Pipeta Pasteur

Reagentes:

- Solução de Sulfato de Cobre II (CuSO_4 (aq)) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$
- Solução de Hidróxido de Sódio (NaOH (aq)) 2 mol L^{-1}
- Solução de Sulfeto de Sódio (Na_2S (aq)) 2 mol L^{-1}
- Solução de Hidróxido de Amônio (NH_4OH (aq)) 3 mol L^{-1}



Protocolo de Reagentes: Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do CuSO_4 (vide Unidade 4), NaOH (vide Unidade 5), Na_2S (vide Unidade 10) e NH_4OH (vide Unidade 6)

Procedimento: 1) Colocar em um tubo de ensaio 5 gotas da solução de sulfato de cobre II e 5 gotas de Na_2S . Aquecer suavemente em banho maria. Observar a coloração do produto formado CuS . Escrever a reação.

2) Colocar em um tubo de ensaio 5 gotas da solução de sulfato de cobre II e adicionar algumas gotas de NaOH . Forma-se um precipitado azul de $\text{Cu}(\text{OH})_2$ que ao ser aquecido passa a ser preto, pois forma-se óxido cúprico. Escrever a reação de formação do: (1) $\text{Cu}(\text{OH})_2$ e do (2) óxido cúprico.

Reação 1:

Reação 2:

3) Colocar em um tubo de ensaio 5 gotas da solução de sulfato de cobre II e adicionar algumas gotas de NH_4OH . Forma-se um precipitado verde azulado que é solúvel em excesso de reagente. Fazer o teste de solubilidade.



Observações:



Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".

e) Identificação do Cd

<p><i>Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Bastão de vidro • Tubo de ensaio • Pipeta Pasteur 	<p><i>Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Solução de Sulfato de Cádmio (CdSO_4 (aq)) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ • Solução de Hidróxido de Sódio (NaOH (aq)) 2 mol L^{-1} • Solução de Sulfeto de Sódio (Na_2S (aq)) 2 mol L^{-1} • Solução de Hidróxido de Amônio (NH_4OH (aq)) 3 mol L^{-1} • Ácido Nítrico (HNO_3 (aq)) 6 mol L^{-1}
	<p><i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do CdSO_4, NaOH (vide Unidade 5), Na_2S e NH_4OH (vide Unidade 6)</p>
<p><i>Procedimento:</i> 1) Colocar em um tubo de ensaio 5 gotas da solução de sulfato de cádmio e adicionar algumas gotas de NaOH. Forma-se um precipitado de $\text{Cd}(\text{OH})_2$ insolúvel em excesso de reativo mas solúvel em meio ácido. Testar essa solubilidade acrescentando 5 gotas de ácido nítrico. Escrever a reação.</p> <p>2) Colocar em um tubo de ensaio 5 gotas da solução de sulfato de cádmio e 5 gotas de Na_2S e aquecer suavemente em banho maria. Observar a coloração do produto formado. Escrever a reação identificando o precipitado formado.</p>	
<p><i>Observações:</i></p>	
	<p>Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".</p>

f) Identificação do Sn

<p><i>Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Bastão de vidro • Tubo de ensaio • Pipeta Pasteur 	<p><i>Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Solução de Cloreto de Estanho II (SnCl_2 (aq)) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ • Solução de Hidróxido de Sódio (NaOH (aq)) 2 mol L^{-1} • Solução de Sulfeto de Sódio (Na_2S (aq)) 2 mol L^{-1}
	<p><i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do SnCl_2 (vide Unidade 9), NaOH (vide Unidade 5) e Na_2S</p>

Procedimento: 1) Colocar em um tubo de ensaio 5 gotas da solução de cloreto de estanho II e 5 gotas de Na_2S . Aquecer suavemente em banho maria. Observar a coloração do produto formado e escrever a reação identificando o precipitado formado.

2) Colocar em um tubo de ensaio 5 gotas da solução de cloreto de estanho II e adicionar algumas gotas de NaOH . Forma-se um precipitado de $\text{Sn}(\text{OH})_2$ solúvel em excesso de reativo e solúvel em meio ácido. Testar essa solubilidade em excesso de reativo e em meio ácido. Escrever a reação.

Observações:



Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".

g) Identificação do Sb

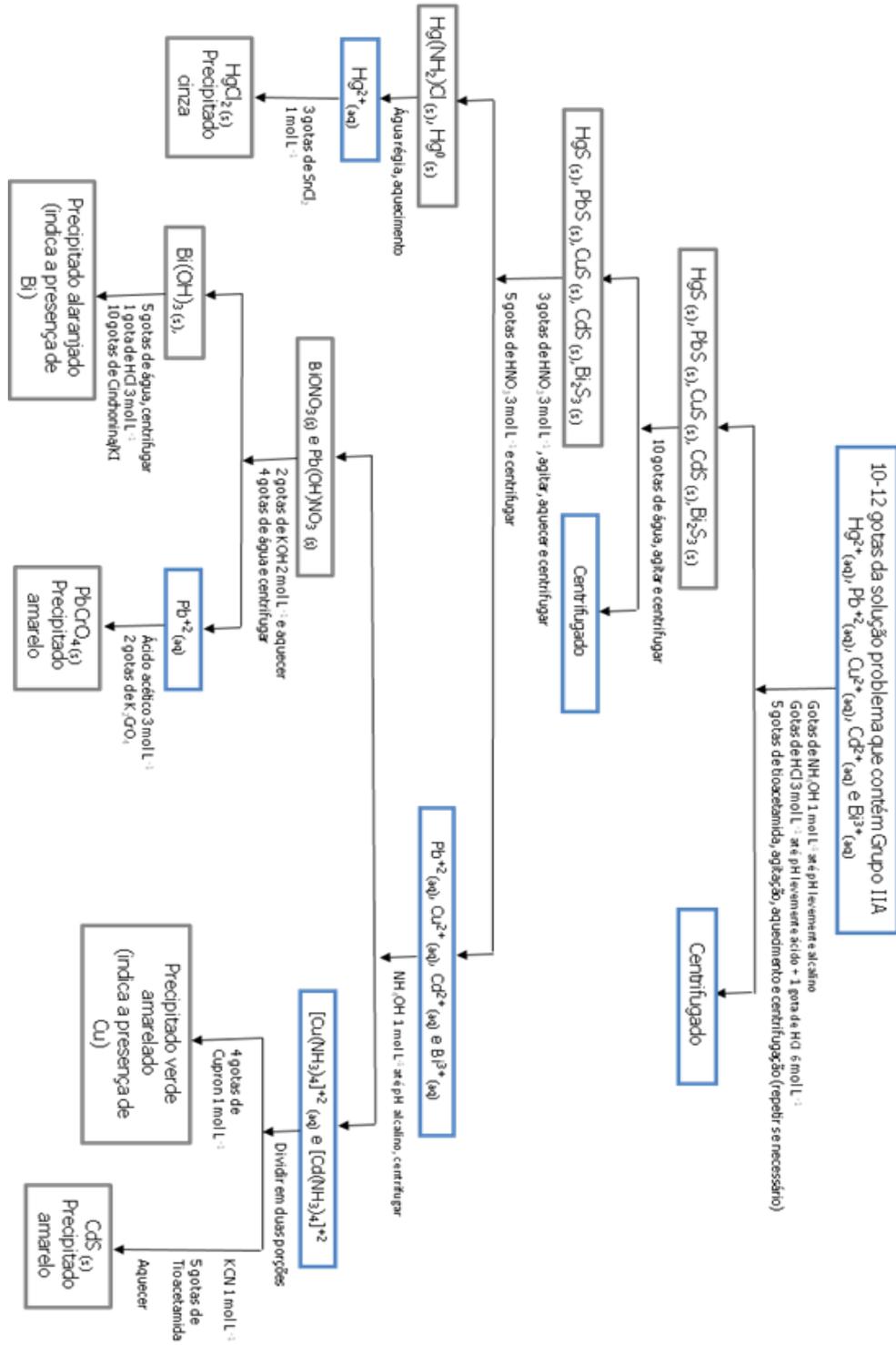
<p><i>Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Bastão de vidro • Tubo de ensaio • Pipeta Pasteur 	<p><i>Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Solução de Cloreto de Antimônio III (SbCl_3 (aq)) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ • Solução de Hidróxido de Sódio (NaOH (aq)) 2 mol L^{-1} • Solução de Sulfeto de Sódio (Na_2S (aq)) 2 mol L^{-1}
 <p><i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do SbCl_3, Na_2S e NaOH (vide Unidade 5)</p>	
<p><i>Procedimento:</i> 1) Colocar 5 gotas de uma solução de tricloreto de antimônio e 10 gotas de H_2O em um tubo de ensaio. Observar a formação de um precipitado branco de SbOCl (Oxicloreto de Antimônio) - reação 1. Acrescentando mais água, forma-se Ácido Antimonioso (H_3SbO_3) que é parcialmente solúvel - reação 2. Escrever as reações.</p> <p>Reação 1:</p> <p>Reação 2:</p> <p>2) Colocar em um tubo de ensaio 5 gotas da solução de tricloreto de antimônio e, na sequência 1 gota de NaOH e, após, 8 gotas de Na_2S. Observar a coloração vermelho alaranjada do precipitado formado (Sb_2S_3). Escrever a reação.</p> <p>3) Colocar em um tubo de ensaio 5 gotas da solução de tricloreto de antimônio e adicionar 5 gotas de NaOH. Forma-se um precipitado branco de óxido de antimônio III hidratado ($\text{Sb}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$). Escrever a reação.</p>	

<i>Observações:</i>	
	Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".

h) Identificação do As

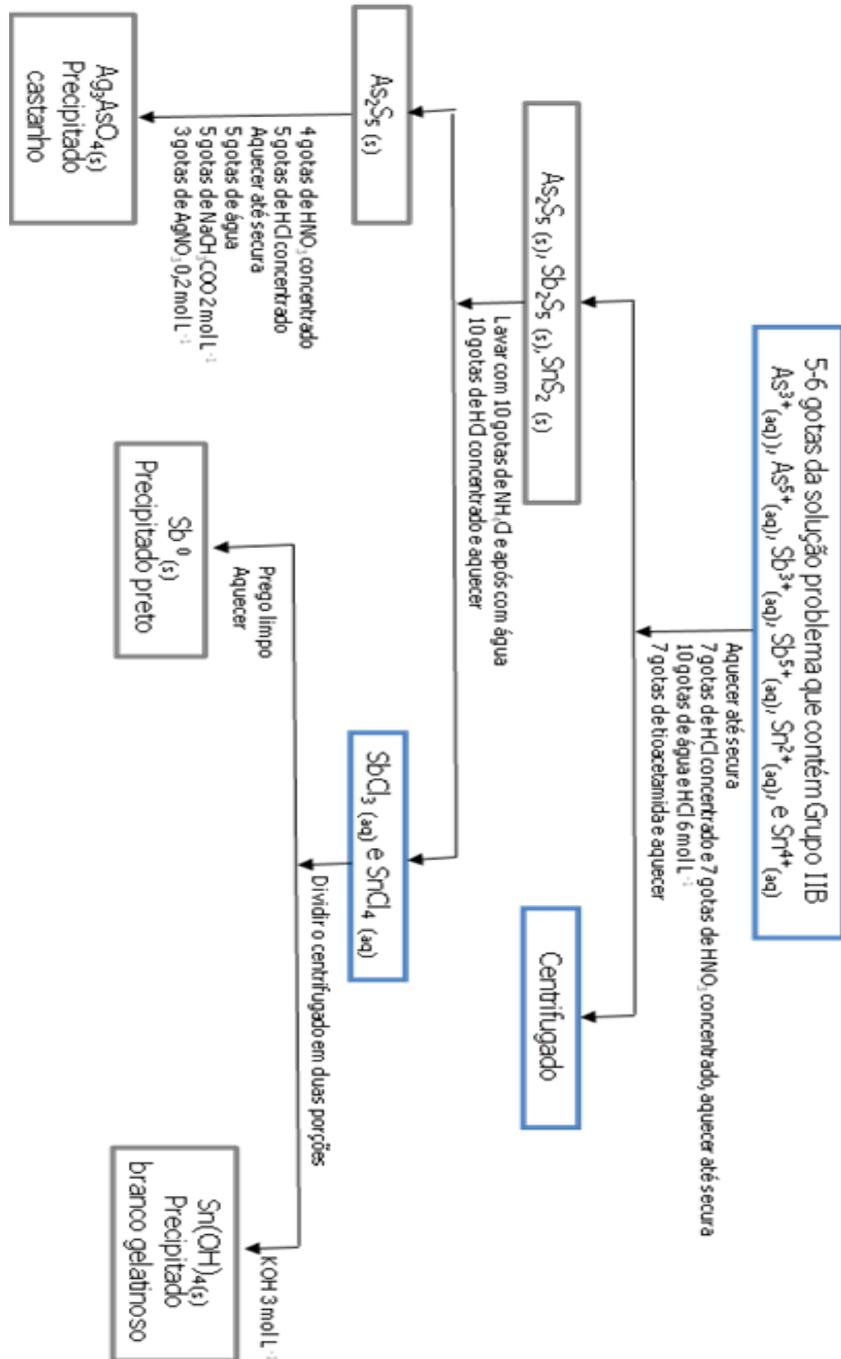
<i>Materiais:</i>	<i>Reagentes:</i>
<ul style="list-style-type: none"> • Bastão de vidro • Tubo de ensaio • Pipeta Pasteur 	<ul style="list-style-type: none"> • Solução de tricloreto de arsênio (AsCl_3 (aq)) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ • Solução de Hidróxido de Sódio (NaOH (aq)) 2 mol L^{-1} • Solução de Sulfeto de Sódio (Na_2S (aq)) 2 mol L^{-1} • Solução de Ácido Clorídrico (HCl (aq)) 6 mol L^{-1}
	<i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do AsCl_3 , NaOH (vide Unidade 5) e Na_2S
<i>Procedimento:</i> 1) Colocar 5 gotas de uma solução de tricloreto de arsênio e 8 gotas de ácido clorídrico em um tubo de ensaio. Após, acrescentar 5 gotas de Na_2S e observar a formação de um precipitado amarelo de sulfeto de arsênio III. Escrever a reação.	
<i>Observações:</i>	
	Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".

Figura 11 – Fluxograma de Separação dos cátions do Grupo IIA.



Fonte: a autora (2016).

Figura 12 – Fluxograma de Separação dos cátions do Grupo IIB.



Fonte: a autora (2016).

Questionário



1. Quais são os principais cátions do grupo IIA e IIB?

2. Qual é o comportamento dos cátions do Grupo II ao reagirem com o ânion sulfeto (S^{2-})?
3. Escreva as reações dos cátions Pb^{2+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} , e Cd^{2+} , com o ânion sulfeto e indique as respectivas cores dos precipitados.



4. Qual a razão de recolher a solução resultante nesta experiência e não descartá-la na pia?

PESQUISE !!!



Incineração é o processo pelo qual os resíduos químicos são decompostos por oxidação térmica a altas temperaturas ($1200^{\circ}C$) objetivando destruir a fração orgânica do resíduo e reduzir o seu volume.

Com base nas referências indicadas abaixo, faça uma pesquisa sobre a técnica de incineração, abordando os seguintes tópicos:

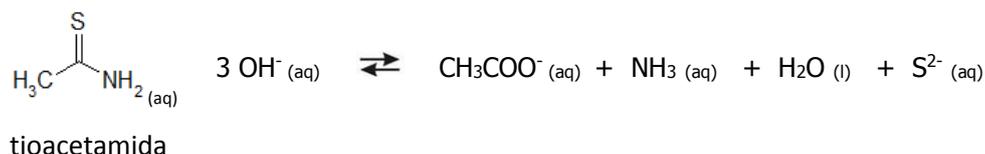
- Em que consiste a incineração?
- Como é realizada?
- Quais suas vantagens e desvantagens?
- Que tipo de resíduos químicos podem ser tratados por incineração?

Referências:

1. Eifler-Lima, V. L.; Palma, E. C.; Paim, C. P. Gerenciar Resíduos Químicos: Uma Necessidade. Caderno de Farmácia, v. 18, n. 1, p. 23-31, 2002.
2. Incineração de resíduos – uma tecnologia a desaparecer, disponível em <http://www.portalresiduossolidos.com/incineracao-de-residuos-uma-tecnologia-desaparecer/>

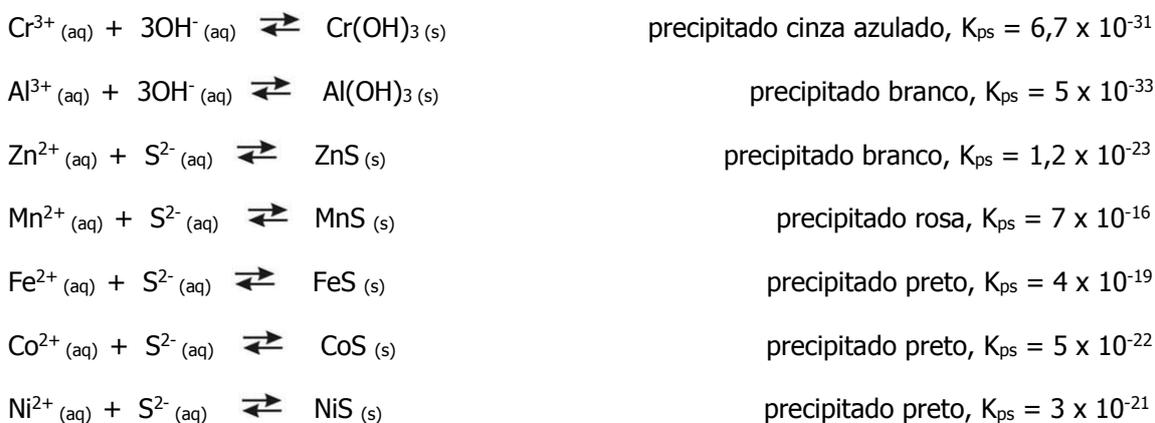
UNIDADE 11. Identificação dos Cátions do Grupo III

Os cátions do Grupo III (Cromo III, Alumínio, Zinco, Manganês II, Ferro II, Cobalto II e Níquel) podem ser separados mediante reação com tioacetamida em meio básico (vide reação a seguir) que leva à formação de sulfetos ou hidróxidos insolúveis.



A atividade prática a seguir tem como objetivo a realização de reações que possibilitem separar e identificar os diferentes cátions que compõem o Grupo III.

Reações de precipitação do Grupo III:



Experimento: Análise Sistemática de Cátions do Grupo III

I) Separação dos Cátions do Grupo III: Seguindo uma análise sistemática (Figura 13) é possível, a partir de uma amostra que contenha os cátions do Grupo III, a separação e identificação destes cátions utilizando-se como reagente precipitante do grupo a tioacetamida em meio básico ($\text{NH}_4\text{OH}/\text{NH}_4\text{Cl}$).

Esta atividade prática a seguir tem como objetivo a separação qualitativa dos cátions do grupo III e identificação através de seus reagentes específicos.

<p><i> Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Bastão de vidro • Tubo de centrífuga • Pipeta Pasteur • Papel tornassol azul • Papel tornassol vermelho 	<p><i> Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Ácido Nítrico (HNO_3 (aq)) 6 mol L⁻¹ • Ácido Clorídrico (HCl (aq)) 6 mol L⁻¹ • Solução de Hidróxido de Sódio (NaOH (aq)) 2 mol L⁻¹ • Peróxido de Sódio (Na_2O_2 (s)) • Ácido Sulfúrico (H_2SO_4 (aq)) 1,5 mol L⁻¹ • Solução de 1,5-Difenilcarbazida ($((\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{NHNH})_2\text{CO}$ (aq)) 1 mol L⁻¹ • Ácido Acético (CH_3COOH (aq)) 8 mol L⁻¹ • Ácido Acético (CH_3COOH (aq)) 3 mol L⁻¹ • Solução de Nitrato de Prata (AgNO_3 (aq)) 0,6 mol L⁻¹ • Solução de Tiocianato de Amônio (NH_4SCN (aq)) 3 mol L⁻¹ • Álcool Amílico ($\text{C}_5\text{H}_{11}\text{OH}$ (aq)) 1 mol L⁻¹ • Fluoreto de Sódio (NaF (s)) • Solução de Dimetilgloxima 0,1 mol L⁻¹ • Persulfato de Sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ (s)) • Solução de Cloreto de Amônio (NH_4Cl (aq)) 1 mol L⁻¹ • Solução de Hidróxido de Amônio (NH_4OH (aq)) 1 mol L⁻¹ • Solução de Hidróxido de Amônio (NH_4OH (aq)) 3 mol L⁻¹ • Solução de Ditizona 1 mol L⁻¹ preparada em CCl_4 • Solução de Aluminon 1 mol L⁻¹ • Solução de Tioacetamida ($\text{C}_2\text{H}_5\text{NS}$ (aq)) 1 mol L⁻¹
<p> <i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do HNO_3 (vide Unidade 9) NH_4Cl (vide Unidade 4), NH_4OH (vide Unidade 6), $\text{C}_2\text{H}_5\text{NS}$ (vide Unidade 6), HCl (vide Unidade 4), HNO_3 (vide Unidade 9), NH_4SCN, dimetilgloxima, ditizona, aluminon, NaOH (vide Unidade 5), Na_2O_2, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$, NaF, H_2SO_4 (vide Unidade 6), $((\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{NHNH})_2\text{CO}$, CH_3COOH (vide Unidade 10) e AgNO_3 (vide Unidade 5)</p>	
<p><i>Procedimento:</i> Acrescentar 10 a 12 gotas da solução que contém todos os cátions do Grupo III e, após, tratar a mesma com uma mistura 1:1 de NH_4Cl 1 mol L⁻¹ e NH_4OH 1 mol L⁻¹ até que o meio se torne alcalino (verificar com papel tornassol). Adicionar 5 gotas de tioacetamida e aquecer em banho maria durante 5 minutos. Centrifugar e verificar se a precipitação foi completa. O centrifugado pode ser desprezado. O precipitado é composto pelos sulfetos de manganês, ferro, níquel, cobalto, ferro e zinco, bem como os hidróxidos de alumínio e cromo. Lavar esse precipitado com uma mistura contendo 10 gotas de água destilada e 2 gotas de NH_4Cl 1 mol L⁻¹. Centrifugar e desprezar o centrifugado. Ao precipitado, adicionar 2 gotas de HCl 6 mol L⁻¹ e aquecer durante 2 minutos. Adicionar 2 gotas de HNO_3 6 mol L⁻¹ e 2 gotas de água destilada e aquecer até completa dissolução do precipitado. Alcalinizar a solução utilizando NaOH 2 mol L⁻¹. Lentamente, adicionar uma ponta de espátula generosa (aproximadamente 0,2 g) de Na_2O_2 e aquecer durante 3 minutos. Repetir o tratamento com</p>	

peróxido de sódio e aquecer novamente. Centrifugar. O centrifugado contém CrO_4^{2-} (aq), $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$ (aq) e $[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$ (aq) (Subgrupo anfótero) e será tratado conforme o processo (A). O precipitado contém $\text{MnO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (s), $\text{Fe}(\text{OH})_3$ (s), $\text{Co}(\text{OH})_3$ (s) e $\text{Ni}(\text{OH})_2$ (s) (Subgrupo básico) e será tratado conforme o processo (B).

Processo (A): O subgrupo anfótero deverá ser dividido em 3 porções:

1ª porção: Aquecer durante 1 minuto e após, adicionar água destilada até dobrar o volume. Adicionar H_2SO_4 1,5 mol L^{-1} até que a solução se torne levemente ácida. Acrescentar 2 gotas de 1,5-difenilcarbazida 1 mol L^{-1} . O aparecimento de uma coloração violeta avermelhada identifica a presença de cromo.

2ª porção: Adicionar ácido acético 3 mol L^{-1} até que a solução se torne ácida. Adicionar 8 gotas de aluminon e alcalinizar adicionando NH_4OH 3 mol L^{-1} . Aquecer. A formação de flocos vermelhos indica a presença de alumínio.

3ª porção: Adicionar água até que dobre o volume e acrescentar 10 gotas de ditizona. Vedar o tubo de ensaio e agitar vigorosamente. A coloração mudará para vermelho na fase superior (aquosa), indicando a presença de zinco.

Processo (B): O subgrupo básico deverá ser lavado com 10 gotas de água destilada. Centrifugar e desprezar o centrifugado. Dissolver o precipitado em 3 gotas de HCl 6 mol L^{-1} . Aquecer até dissolução do precipitado. Diluir ao dobro do volume, homogeneizar e dividir em 4 porções:

1ª porção: Adicionar 10 gotas de AgNO_3 0,6 mol L^{-1} , homogeneizar e centrifugar. Desprezar o precipitado. Repetir o tratamento com AgNO_3 até que não exista mais precipitado. Aquecer em banho maria durante 2 minutos. Adicionar uma ponta de espátula generosa (aproximadamente 0,2 g) de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ e aquecer. O aparecimento de uma coloração violeta indica a presença de manganês.

2ª porção: Adicionar NaF sólido até descorar a solução. Adicionar 5 gotas de NH_4SCN 3 mol L^{-1} e 10 gotas de álcool amílico. O aparecimento de uma coloração azul na fase alcoólica indica a presença de cobalto.

3ª porção: Adicionar NaF sólido até descorar a solução. Alcalinizar com NH_4OH 3 mol L^{-1} e adicionar 2 gotas de dimetilgloxima. O aparecimento de uma coloração vermelha indica a presença de níquel.

4ª porção: Adicionar 3 gotas de NH_4SCN 3 mol L^{-1} . O aparecimento de uma coloração vermelha indica a presença de ferro.

Observações:



Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".

II) Identificação dos cátions do Grupo III: As atividades práticas a seguir têm como objetivo a realização de reações que possibilitem identificar os diferentes cátions do Grupo III.

a) Identificação do Fe

<p><i>Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Bastão de vidro • Tubo de ensaio • Pipeta Pasteur 	<ul style="list-style-type: none"> • Solução de Cloreto de Ferro III (FeCl_3 (aq)) 0,1 mol L⁻¹ • Solução de Tiocianato de Potássio (KSCN (aq)) 3 mol L⁻¹ • Solução de Hidróxido de Sódio (NaOH (aq)) 2 mol L⁻¹ • Solução de Ferrocianeto de Potássio $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ (aq) 1 mol L⁻¹
	<p><i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do FeCl_3 (vide Unidade 5), KSCN, NaOH (vide Unidade 5) e $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$</p>
<p><i>Procedimento:</i> 1) Colocar 5 gotas da solução de Fe^{3+} em um tubo de ensaio limpo e seco. Adicionar algumas gotas de NaOH. Forma-se um precipitado pardo de $\text{Fe}(\text{OH})_3$ solúvel em ácidos. Testar essa solubilidade. Escrever a reação.</p> <p>2) Colocar em um tubo de ensaio 5 gotas da solução de Fe^{3+} e algumas gotas de KSCN. Obtém-se a coloração vermelha característica do $\text{Fe}(\text{SCN})_3$. Reação muito sensível e importante para a determinação de Fe^{3+}. Escrever a reação descrita.</p> <p>3) Colocar em um tubo de ensaio 5 gotas da solução de Fe^{3+} e algumas gotas da solução de $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Obtém-se um precipitado de cor azul, chamado Azul da Prússia (ferrocianeto férrico). Completar a reação:</p> $4 \text{FeCl}_3 \text{ (aq)} + 3 \text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \text{ (aq)} \rightleftharpoons$	
<p><i>Observações:</i></p>	
	<p>Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".</p>

b) Identificação do Cr

<p><i>Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Bastão de vidro • Tubo de ensaio • Pipeta Pasteur 	<p><i>Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Solução de Cromato de Sódio (Na_2CrO_4 (aq)) 0,1 mol L⁻¹ • Ácido Acético (CH_3COOH (aq)) 8 mol L⁻¹ • Solução de Acetato de Chumbo ($\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ (aq)) 1 mol L⁻¹ • Ácido Nítrico (HNO_3 (aq)) 0,5 mol L⁻¹ • Solução de Iodeto de Potássio (KI (aq)) 1 mol L⁻¹
--	---

	<i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do Na ₂ CrO ₄ (vide Unidade 7), KI (vide Unidade 5) Pb(CH ₃ COO) ₂ , CH ₃ COOH (vide Unidade 10), HNO ₃ (vide Unidade 9)
<i>Procedimento:</i> 1) Colocar 5 gotas de uma solução de Cr ⁶⁺ em um tubo de ensaio limpo e seco. Acidificar com algumas gotas de ácido acético. Acrescentar 5 gotas de acetato de chumbo. Ocorrerá a formação de um precipitado amarelo de PbCrO ₄ , comprovando a existência do íon Cromo na solução. As reações envolvidas são:	
$2 \text{Na}_2\text{CrO}_4 (\text{aq}) + 2 \text{CH}_3\text{COOH} (\text{aq}) \rightleftharpoons \text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 (\text{aq}) + 2 \text{NaCH}_3\text{COO} (\text{aq}) + \text{H}_2\text{O} (\text{l})$	
$\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 (\text{aq}) + 2\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 (\text{aq}) + \text{H}_2\text{O} (\text{l}) \rightleftharpoons 2\text{PbCrO}_4 + 2\text{NaCH}_3\text{COO} (\text{aq}) + 2\text{CH}_3\text{COOH} (\text{aq})$	
2) Reação especial de identificação de Cr ³⁺ via redução com iodeto de potássio: Colocar 5 gotas de solução de cromato de sódio em um tubo de ensaio, acrescentar algumas gotas de ácido nítrico 0,5 mol L ⁻¹ e 5 gotas de iodeto de potássio. Observar. Adicionar mais algumas gotas de iodeto de potássio e observar a mudança de coloração.	
$2\text{CrO}_4^{2-} (\text{aq}) + 6\text{I}^- (\text{aq}) + 16\text{H}^+ (\text{aq}) \rightleftharpoons 2\text{Cr}^{3+} (\text{aq}) + 3\text{I}_2 (\text{g}) + 8\text{H}_2\text{O} (\text{l})$	
<i>Observações:</i>	
	Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".

c) Identificação do Al

<i> Materiais:</i> <ul style="list-style-type: none"> • Bastão de vidro • Tubo de ensaio • Pipeta Pasteur 	<i> Reagentes:</i> <ul style="list-style-type: none"> • Solução de Sulfato de Alumínio (Al₂(SO₄)₃ (aq)) 0,1 mol L⁻¹ • Solução de Hidróxido de Sódio (NaOH (aq)) 2 mol L⁻¹ • Ácido Clorídrico (HCl (aq)) 3 mol L⁻¹ • Solução de Carbonato de Sódio (Na₂CO₃ (aq)) 2,5 mol L⁻¹
 <i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do Al ₂ (SO ₄) ₃ , NaOH (vide Unidade 5), HCl (vide Unidade 4) e Na ₂ CO ₃ (vide Unidade 7)	
<i>Procedimento:</i> 1) Colocar 5 gotas de uma solução de Al ₂ (SO ₄) ₃ em um tubo de ensaio limpo e seco. Adicionar 5 gotas de NaOH e observar a formação de um precipitado branco de hidróxido de alumínio solúvel em excesso de reativo e em meio ácido. Fazer o teste de solubilidade em ácidos, acrescentando 6 gotas de ácido clorídrico. O Al(OH) ₃ se comporta como ácido fraco na presença de bases fortes como o NaOH, formando aluminatos solúveis (lembrar o caráter anfótero do Al ₂ O ₃). Escrever as reações mencionadas.	

<i>Observações:</i>	
	Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".

d) Identificação do Co

<i>Materiais:</i>	<i>Reagentes:</i>
<ul style="list-style-type: none"> • Bastão de vidro • Tubo de ensaio • Pipeta Pasteur 	<ul style="list-style-type: none"> • Solução de Nitrato de Cobalto II ($\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ (aq)) 0,1 mol L⁻¹ • Solução de Hidróxido de Sódio (NaOH (aq)) 2 mol L⁻¹
	<i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ e NaOH (vide Unidade 5).
<p><i>Procedimento:</i> 1) Colocar 5 gotas de solução de nitrato de cobalto II em um tubo de ensaio e adicionar algumas gotas de NaOH. Ocorrerá a formação de um precipitado azul (reação 1). Após aquecimento, o precipitado torna-se vermelho (reação 2). Fazer o aquecimento e observar a mudança de coloração. Permanecendo em contato com o ar, o precipitado adquire coloração parda e é solúvel em ácidos. Testar a solubilidade em ácidos (reação 3).</p> <p>Reação 1: $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ (aq) + NaOH (aq) \rightleftharpoons $\text{Co}(\text{OH})\text{NO}_3$ (s) + NaNO_3 (aq)</p> <p>Reação 2: $\text{Co}(\text{OH})\text{NO}_3$ (s) + NaOH (aq) \rightleftharpoons $\text{Co}(\text{OH})_2$ (s) + NaNO_3 (aq)</p> <p>Reação 3: $2\text{Co}(\text{OH})_2$ (s) + $1/2 \text{O}_2$ (g) + H_2O (l) \rightleftharpoons $2\text{Co}(\text{OH})_3$ (s) (oxidação do Co^{2+} para Co^{3+})</p>	
<i>Observações:</i>	
	Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".

e) Identificação do Ni

<i>Materiais:</i>	<ul style="list-style-type: none"> • Solução de Sulfato de Níquel (NiSO_4 (aq)) 0,1 mol L⁻¹
-------------------	---

<ul style="list-style-type: none"> • Bastão de vidro • Tubo de ensaio • Pipeta Pasteur 	<ul style="list-style-type: none"> • Solução de Hidróxido de Sódio ($\text{NaOH}_{(aq)}$) 2 mol L^{-1} • Solução de Hidróxido de Amônio ($\text{NH}_4\text{OH}_{(aq)}$) 1 mol L^{-1} • Solução de Dimetilglioxima $0,1 \text{ mol L}^{-1}$
	<p><i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do NiSO_4 (vide Unidade 4), NaOH (vide Unidade 5), NH_4OH (vide Unidade 6) e dimetilglioxima.</p>
<p><i>Procedimento:</i> 1) Colocar 5 gotas da solução de sulfato de níquel em um tubo de ensaio e adicionar algumas gotas de NaOH. Ocorrerá a formação de um precipitado verde de $\text{Ni}(\text{OH})_2$ insolúvel em excesso de reagente mas solúvel em meio ácido. Fazer o teste de solubilidade em ácidos. Escrever a reação.</p> <p>2) Colocar 5 gotas da solução de sulfato de níquel, 1 gota de NH_4OH e 4 gotas de dimetilglioxima. Ocorrerá a formação de um precipitado vermelho em meio amoniacal.</p>	
<p><i>Observações:</i></p>	
	<p>Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".</p>

f) Identificação do Zn

<p><i>Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Bastão de vidro • Tubo de ensaio • Pipeta Pasteur 	<p><i>Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Solução de Sulfato de Zinco ($\text{ZnSO}_4_{(aq)}$) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ • Solução de Hidróxido de Sódio ($\text{NaOH}_{(aq)}$) 2 mol L^{-1} • Solução de Hidróxido de Amônio ($\text{NH}_4\text{OH}_{(aq)}$) 1 mol L^{-1} • Solução de Ferrocianeto de Potássio ($\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_{(aq)}$) 1 mol L^{-1}
	<p><i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do ZnSO_4, NaOH (vide Unidade 5), NH_4OH (vide Unidade 6) e $\text{K}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]$</p>
<p><i>Procedimento:</i> 1) Colocar 5 gotas da solução de sulfato de zinco em um tubo de ensaio e adicionar 5 gotas de NaOH. Ocorrerá a formação de um precipitado branco de $\text{Zn}(\text{OH})_2$. Escrever a reação.</p> <p>2) Colocar 5 gotas da solução de sulfato de zinco em um tubo de ensaio e adicionar 5 gotas de NH_4OH. Ocorrerá a formação de um precipitado branco de $\text{Zn}(\text{OH})_2$ solúvel em excesso de reagente e em meio ácido. Escrever a reação de precipitação.</p>	

3) Colocar 5 gotas da solução de sulfato de zinco em um tubo de ensaio e adicionar 5 gotas de $K_4[Fe(CN)_6]$. Ocorrerá a formação de um precipitado branco insolúvel em ácidos diluídos. Completar a reação:



Observações:

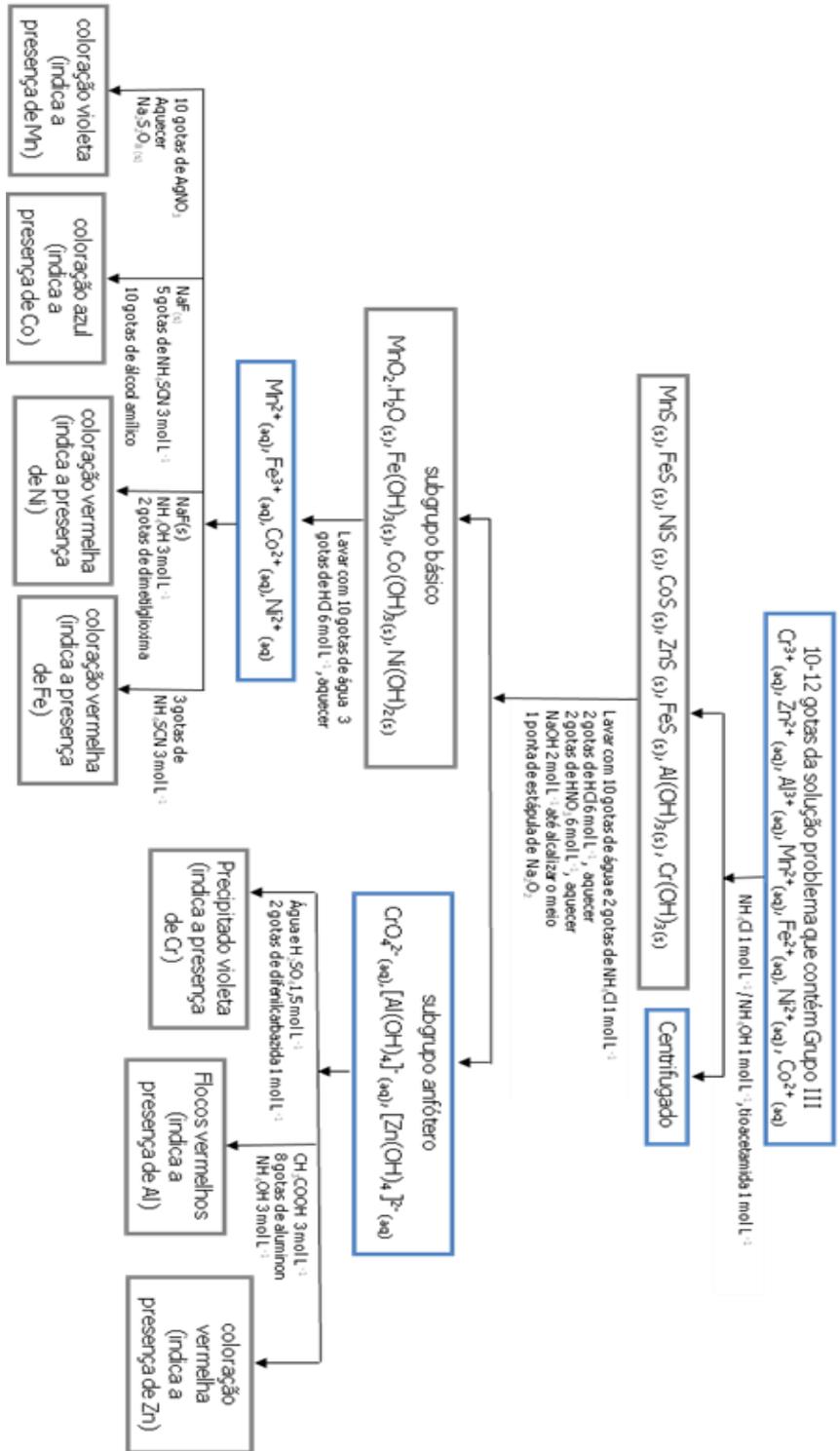


Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".

g) Identificação do Mn

<p><i>Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Bastão de vidro • Tubo de ensaio • Pipeta Pasteur 	<p><i>Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Solução de Cloreto de Manganês ($MnCl_2 (aq)$) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ • Hidróxido de Sódio ($NaOH (aq)$) 2 mol L^{-1}
<p> <i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do $MnCl_2$ e $NaOH$ (vide Unidade 5)</p>	
<p><i>Procedimento:</i> 1) Colocar 5 gotas de solução de cloreto de manganês em um tubo de ensaio e adicionar 5 gotas de $NaOH$. Ocorrerá a formação de um precipitado branco de $Mn(OH)_2$ que, em contato com o ar, passa rapidamente a pardo, formando dióxido de manganês hidratado ($MnO_2 \cdot H_2O$). Escrever a reação de precipitação.</p>	
<p><i>Observações:</i></p>	
<p> Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".</p>	

Figura 13 – Fluxograma de Separação dos cátions do Grupo III.



Fonte: a autora (2016).

Questionário



1. Qual o comportamento dos cátions do Grupo III ao reagir com bases fortes como NaOH? E como reagem com NH_4OH ?
 2. Cite duas reações de identificação específicas para o ferro, faça as reações e comente sobre as características dos produtos obtidos.
 3. Qual a reação de identificação exclusiva para o níquel. Comente as características.
 4. Faça as reações dos cátions ferro, alumínio, cobalto, níquel e zinco com NaOH, comentando as cores obtidas e a justificativa geral para a ocorrência de ditas reações.
-  5. Cite pelo menos duas razões para não descartar na pia a solução obtida ao final desta experiência.

PESQUISE !!!

O aterro industrial é uma técnica de disposição de resíduos sólidos tóxicos, que, fundamentado em critérios de engenharia e normas técnicas e operacionais específicas, permite, à menor área possível, um confinamento seguro em termos de controle de proteção ambiental e saúde pública.

Com base nas referências indicadas abaixo, faça uma pesquisa sobre os aterros sanitários, abordando os seguintes tópicos:

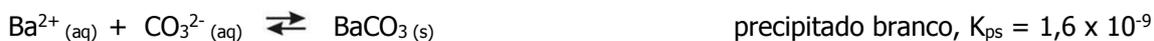
- Em que consiste um aterro industrial e qual a diferença de um aterro industrial em relação a um aterro sanitário?
- Que tipos de resíduos um aterro industrial pode receber:
- Como podem ser classificados os resíduos industriais?
Quais suas vantagens e desvantagens?

Referências:

1. Pinto, D. P. S. CONTRIBUIÇÃO À AVALIAÇÃO DE ATERROS DE RESÍDUOS INDUSTRIAIS, dissertação de Mestrado, COPPE-UFRJ, 2011, Rio de Janeiro. Disponível em <http://www.getres.ufrj.br/pdf/PINTO_DPS_11_T_M_.pdf>
2. Destinação de Resíduos, disponível em <<http://www.infoescola.com/ecologia/destinacao-de-residuos/>>

UNIDADE 12. Identificação dos Cátions do Grupo IV, íon NH_4^+ e Mg^{2+}

Os cátions deste grupo formam precipitados insolúveis com carbonato de amônio na presença de cloreto de amônio em meio neutro ou levemente ácido. Os cátions desse grupo são: Ba^{2+} , Ca^{2+} e Sr^{2+} . Todos precipitados formados são brancos.



Os cátions NH_4^+ e Mg^{2+} são especiais e por essa razão tem as suas reações de identificação realizadas a partir da solução inicial de forma separada, antes de iniciar a marcha analítica.

A atividade prática a seguir tem como objetivo a realização de reações que possibilitem identificar os diferentes cátions NH_4^+ e Mg^{2+} e do Grupo IV.

Experimento: Análise do íon NH_4^+ (amônio)

<p><i> Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Bastão de vidro • Tubo de ensaio • Papel tornassol vermelho 	<p><i> Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Solução de Cloreto de Amônio ($\text{NH}_4\text{Cl}_{(\text{aq})}$) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ • Solução de Hidróxido de Sódio ($\text{NaOH}_{(\text{aq})}$) 2 mol L^{-1}
 <p><i> Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do NH_4Cl (vide Unidade 4) e NaOH (vide Unidade 5)</p>	
<p><i> Procedimento:</i> 1) Colocar 3 gotas de solução de NH_4^+ em um tubo de ensaio e adicionar 5 gotas de NaOH. Colocar na boca do tubo um papel tornassol vermelho umedecido em água e aquecer. Escrever a reação.</p>	
<p><i> Observações:</i></p>	
 <p>Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".</p>	

Experimento: Análise do íon Mg^{2+}

<p><i> Materiais:</i></p>	<p><i> Reagentes:</i></p>
---------------------------	---------------------------

<ul style="list-style-type: none"> • Bastão de vidro • Tubo de ensaio • Pipeta Pasteur 	<ul style="list-style-type: none"> • Solução de Cloreto de Magnésio (MgCl_2 (aq)) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ • Solução de Hidróxido de Sódio (NaOH (aq)) 2 mol L^{-1}
 <p><i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do MgCl_2 e NaOH (vide Unidade 5).</p>	
<p><i>Procedimento:</i> 1) Colocar 5 gotas de solução de cloreto de magnésio em um tubo de ensaio e adicionar 5 gotas de NaOH. Ocorrerá a formação de um precipitado branco solúvel em meio ácido. Testar a solubilidade do precipitado obtido na condição anteriormente mencionada. Após, escrever a reação:</p>	
<p><i>Observações:</i></p>	
 <p>Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".</p>	

Experimento: Análise sistemática dos cátions do Grupo IV

I) Separação dos cátions do Grupo IV: Seguindo uma análise sistemática (Figura 14) é possível, a partir de uma amostra que contenha os cátions do grupo IV (bário, cálcio e estrôncio) separar e identificar os cátions deste grupo.

A atividade prática a seguir tem como objetivo a separação qualitativa dos cátions do grupo IV e identificação através de seus reagentes específicos.

<p><i>Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Bastão de vidro • Tubo de centrífuga • Pipeta Pasteur Papel tornassol vermelho 	<p><i>Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Solução de Hidróxido de Amônio (NH_4OH (aq)) $1,5 \text{ mol L}^{-1}$ • Solução de Hidróxido de Amônio (NH_4OH (aq)) 6 mol L^{-1} • Ácido Clorídrico (HCl (aq)) 6 mol L^{-1} • Ácido Acético (CH_3COOH (aq)) 3 mol L^{-1} • Solução de Dicromato de Potássio ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (aq)) $0,2 \text{ mol L}^{-1}$ • Solução de Sulfato de Amônio ($(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (aq)) $2,5 \text{ mol L}^{-1}$ • Solução de Carbonato de Amônio ($(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ (aq)) $1,5 \text{ mol L}^{-1}$ • Solução de Oxalato de Amônio ($(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ (aq)) $0,25 \text{ mol L}^{-1}$
 <p><i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do NH_4OH (vide Unidade 6), HCl (vide Unidade 4), CH_3COOH (vide Unidade 10), $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (vide Unidade 7), $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$.</p>	
<p><i>Procedimento:</i> Adicionar 5 gotas da solução de cátions do grupo IV em um tubo de ensaio. Acrescentar 5 gotas de HCl 6 mol L^{-1} e NH_4OH $1,5 \text{ mol L}^{-1}$, gota a gota, com agitação até o meio se tornar alcalino. Aquecer em banho-maria. Adicionar 15 gotas de $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ 1,5</p>	

mol L⁻¹ e homogeneizar com agitação. Aquecer com cuidado durante 2 minutos. Após o aquecimento, centrifugar e testar se houve precipitação completa pela adição de mais 3 gotas de (NH₄)₂CO₃ 1,5 mol L⁻¹. O centrifugado poderá ser descartado e o precipitado é composto por CaCO₃, SrCO₃ e BaCO₃.

Na sequência, o precipitado deve ser lavado com água, aquecido e centrifugado. Desprezar o líquido de lavagem. Ao precipitado, adicionar ácido acético 6 mol L⁻¹, gota a gota até a completa dissolução do mesmo. Em seguida, junta-se 5 gotas de acetato de sódio 3 mol L⁻¹ e 10 gotas de K₂Cr₂O₇ 0,2 mol L⁻¹. Agitar e aquecer a solução. Centrifugar. O precipitado amarelo confirmou a presença de bário. A metade do centrifugado deve ser transferido para outro tubo de ensaio. A esse tubo, adicionar 3 gotas de NH₄OH 6 mol L⁻¹ e 10 gotas de (NH₄)₂SO₄ 2,5 mol L⁻¹. Aquecer até a ebulição. Verificar se a precipitação foi completa. A formação de um precipitado branco indica a presença de estrôncio (poderá ser confirmado em teste de chama através de uma coloração vermelha carmim). Ao centrifugado, que conterà o cálcio, adicionar 3 gotas de oxalato de amônio 0,25 mol L⁻¹, agitar e deixar em repouso por cerca de 2 minutos. A formação de um precipitado branco de CaC₂O₄ indica a presença de cálcio (poderá ser confirmado em teste de chama através de uma coloração vermelha alaranjada).

Observações:



Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".

II) Identificação dos cátions do Grupo IV: As atividades práticas a seguir têm como objetivo a realização de reações que possibilitem identificar os diferentes cátions do Grupo IV.

a) Identificação do Ba

<p><i> Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Bastão de vidro • Tubo de ensaio • Pipeta Pasteur 	<p><i> Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Solução de Cloreto de Bário (BaCl₂ (aq)) 0,1 mol L⁻¹ • Solução de Carbonato de Sódio (Na₂CO₃ (aq)) 2,5 mol L⁻¹ • Solução de Oxalato de Amônio ((NH₄)₂C₂O₄ (aq)) 2 mol L⁻¹ • Ácido Sulfúrico (H₂SO₄ (aq)) 2 mol L⁻¹ • Ácido Acético (CH₃COOH (aq)) 3 mol L⁻¹
<p> <i> Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do BaCl₂ (vide Unidade 4), Na₂CO₃ (vide Unidade 7), H₂SO₄ (vide Unidade 6), CH₃COOH (vide Unidade 10) e (NH₄)₂C₂O₄</p>	
<p><i> Procedimento:</i> 1) Colocar 5 gotas de solução cloreto de bário em um tubo de ensaio e adicionar algumas gotas de Na₂CO₃. Ocorrerá a formação de um precipitado branco de BaCO₃ solúvel em ácidos inorgânicos. Testar essa solubilidade em ácidos. Escrever a reação.</p>	

2) Colocar 5 gotas de solução de Ba^{2+} em um tubo de ensaio e adicionar 5 gotas de oxalato de amônio. Ocorrerá a formação de um precipitado branco de oxalato de bário, ligeiramente solúvel em água, mas mais solúvel em ácido acético à quente. Testar a solubilidade na condição anteriormente mencionada. Escrever a reação.

3) Colocar 5 gotas de solução de Ba^{2+} em um tubo de ensaio e adicionar algumas gotas de ácido sulfúrico. Ocorrerá a formação de um precipitado branco. Escrever a reação.

Observações:



Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".

b) Identificação do Ca

<p><i> Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Bastão de vidro • Tubo de ensaio • Pipeta Pasteur 	<p><i> Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Solução de Cloreto de Cálcio ($CaCl_2$ (aq)) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ • Solução de Carbonato de Amônio ($(NH_4)_2CO_3$ (aq)) 2 mol L^{-1} • Solução de Oxalato de Amônio ($(NH_4)_2C_2O_4$ (aq)) 2 mol L^{-1}
<p> <i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do $CaCl_2$ (vide Unidade 4), $(NH_4)_2CO_3$ e $(NH_4)_2C_2O_4$</p>	
<p><i>Procedimento:</i> 1) Colocar 5 gotas de solução de cloreto de cálcio em um tubo de ensaio e adicionar 5 gotas de $(NH_4)_2CO_3$. Ocorrerá a formação de um precipitado branco solúvel em ácidos fortes. Testar essa solubilidade. Escrever a reação.</p> <p>2) Colocar 5 gotas de solução de cloreto de cálcio em um tubo de ensaio e adicionar algumas gotas de oxalato de amônio. Ocorrerá a formação de um precipitado branco insolúvel em ácido acético. Fazer o teste em ácido acético e, após, escrever a reação.</p>	
<p><i>Observações:</i></p>	
<p> Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".</p>	

c) Identificação do Sr

<p><i>Materiais:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Bastão de vidro • Tubo de ensaio • Pipeta Pasteur 	<p><i>Reagentes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Solução de Cloreto de Estrôncio (SrCl_2 (aq)) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ • Solução de Cromato de Potássio (K_2CrO_4 (aq)) 1 mol L^{-1}
 <p><i>Protocolo de Reagentes:</i> Conforme item 1.4 da página 21 dessa apostila, pesquise e registre o protocolo de reagentes do SrCl_2 e K_2CrO_4 (vide Unidade 6)</p>	
<p><i>Procedimento:</i> 1) Colocar 5 gotas de solução de cloreto de estrôncio em um tubo de ensaio e adicionar 4 gotas de K_2CrO_4. Ocorrerá a formação de um precipitado amarelo de cromato de estrôncio. Escrever a reação.</p>	
<p><i>Observações:</i></p>	
 <p>Os resíduos gerados nesta prática devem ser descartados em frasco apropriado, devidamente identificado, de forma visível, contendo o seguinte rótulo: "RESÍDUO AQUOSO com metais".</p>	



Questionário

1. A quantidade de amônia presente no meio deve ser suficiente para deslocar o equilíbrio do carbonato, de modo que alcance o K_{ps} dos carbonatos de Ca, Ba e Sr. Considerando o K_{ps} dos carbonatos, diga qual a influência do excesso e da ausência de amônia na precipitação dos cátions.

$$K_{ps}(\text{BaCO}_3) = 1,6 \times 10^{-5}$$

$$K_{ps}(\text{CaCO}_3) = 4,7 \times 10^{-9}$$

$$K_{ps}(\text{SrCO}_3) = 7,0 \times 10^{-10}$$

2. Um estudante precipitou os cátions do Grupo IV com $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, esqueceu a solução em aquecimento e o precipitado desapareceu. O que ocorreu?



3. Qual a razão de recolher a solução resultante nesta experiência e não descartá-la na pia?

PESQUISE !!!**Presidente de laboratório pega 20 anos no caso Celobar**

Da Agência Estado

O diretor-presidente do laboratório Enila, Márcio D'Carahy, e o chefe da Divisão Química, Antônio Carlos da Fonseca Silva, foram condenados a 20 e 22 anos de prisão, respectivamente, pela contaminação do medicamento Celobar, que causou a morte de pelo menos nove pessoas em 2003. A decisão do juiz Jorge Luiz Le Cocq D'Oliveira foi publicada hoje. Os réus poderão recorrer em liberdade.

Em 2003, o Enila fez experiências químicas para transformar carbonato de bário em sulfato de bário - princípio ativo do Celobar, importado da Alemanha -, sem ter o registro necessário da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (Anvisa). O carbonato de bário é usado como veneno de rato e impróprio para uso humano.

Em maio, o setor de farmácia do Enila encontrou colônias de bactéria próximo ao limite recomendado no lote nº 3040068 e determinou que os 4.500 frascos não fossem comercializados até novo teste. Quando o exame conclusivo apontou para contaminação, os medicamentos já haviam sido distribuídos para todo o País. De acordo com a ação, o químico Silva autorizou a venda do medicamento.

Reportagens da época apontavam para 22 mortes relacionadas ao remédio, usado em contraste radiológico. Na ação que correu na 38.ª Vara Criminal, o juiz D'Oliveira se refere a nove mortes - uma no Rio de Janeiro e oito em Goiás. D'Carahy e Silva negaram que as experiências químicas tivessem por objetivo substituir a matéria-prima do Celobar, importada. Disseram que pretendiam obter nova substância para outro medicamento. Não convenceram o juiz.

No ano de 2003, a população brasileira acompanhou, alarmada, o noticiário sobre a morte de mais de 20 pessoas após terem ingerido o produto Celobar®, usado para fins de contraste em exames radiológicos. Este produto, assim como outros, provenientes de fabricantes diversos, consiste essencialmente em uma suspensão de sulfato de bário em água. Embora os íons bário sejam extremamente tóxicos ao organismo humano, a ingestão desta suspensão é inócua. Os sintomas do envenenamento por bário são dores abdominais, diarreia, vômitos, náuseas, agitação, ansiedade, astenia, lipotimia (desmaio), sudorese, tremores, fibrilação (tremor) muscular, hipertonia (aumento da tensão) dos músculos da face e pescoço, dispneia (dificuldade respiratória), arritmia cardíaca, parestesias (desordens nervosas caracterizadas por sensações anormais e alucinações sensoriais) de membros inferiores e superiores, crises convulsivas, coma.

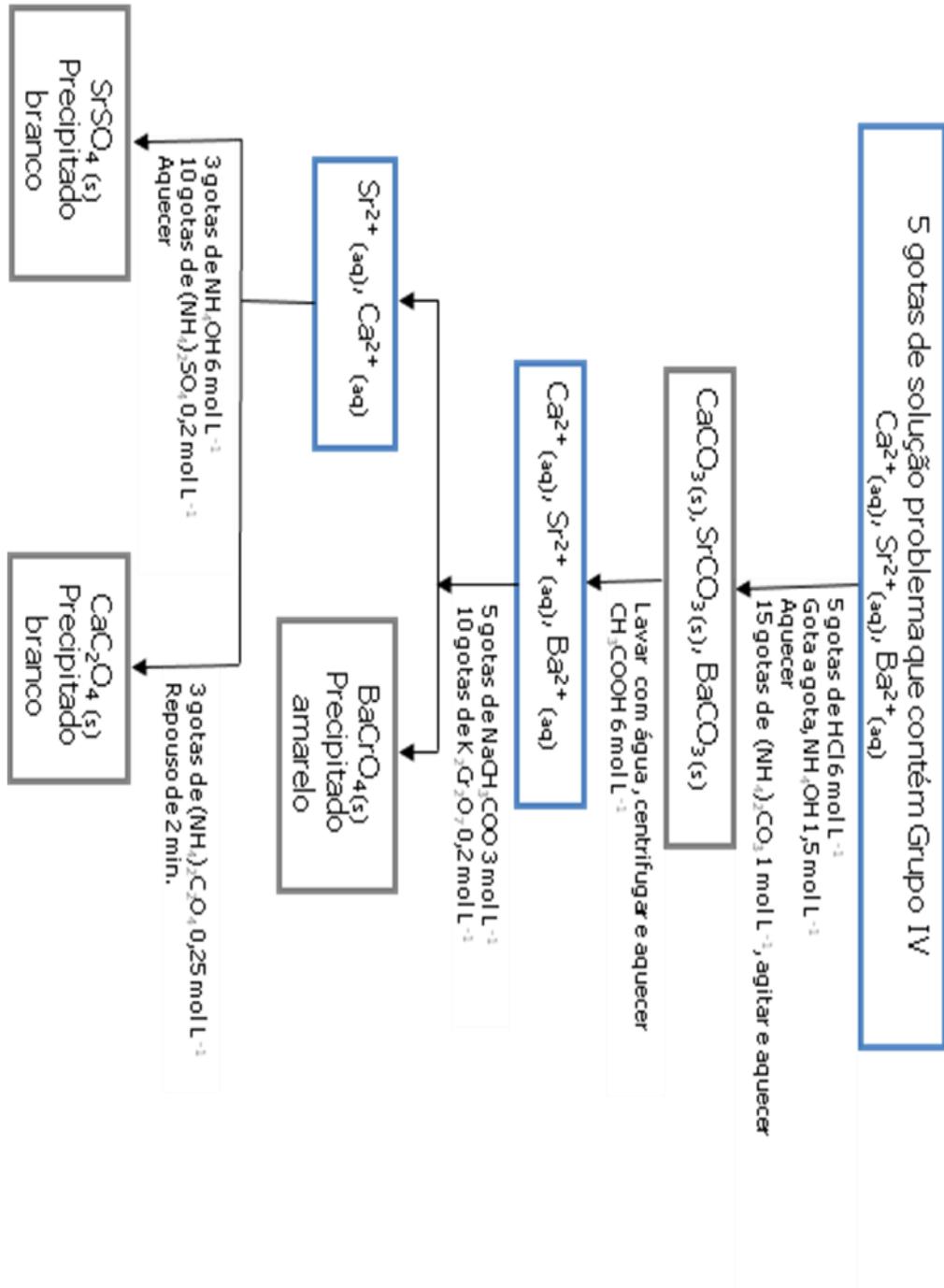
Com base no texto acima e tendo em conta todos os conhecimentos adquiridos nas aulas teóricas e experimentais, pesquise e elabore uma resenha crítica relacionando os seguintes tópicos:

- Qual o uso do produto Celobar®? Explique;
- Quais as principais propriedades do $BaSO_4$ e $BaCO_3$?
- A partir dos dados de Kps, e de solubilidade de ambos os sais, pode-se observar que ambos são pouco solúveis. Por que, mesmo apresentando baixa solubilidade em água, o carbonato de bário, indevidamente presente no Celobar, provocou a intoxicação de dezenas de pessoas? Justifique sua resposta;
- Por que a suspensão de sulfato de bário, usada como contraste em exames radiológicos, costuma ser preparado em solução de sulfato de potássio (K_2SO_4), sal bastante solúvel em água?
- Indique quais os erros cometidos e, explique quimicamente como o erro poderia ser previsto.

Referências:

1. Como elaborar uma resenha, disponível em <<http://puhrs.br/gpt/resenha.php>>
2. Matthieu, T.; Simoni, J. A. Refletindo sobre o caso Celobar. Química Nova, v. 30, n. 2, p. 505-506, 2007.
3. Oliveira, R. B.; Cunha, L. C.; Valadares, M. C.; Filho, M. J. P.; Araújo, D. M. Acidente Celobar: A Toxicologia Experimental como Ferramenta no Estabelecimento de Nexos Causais de Intoxicação Medicamentosa Maciça. Revista Eletrônica de Farmácia Suplemento, v. 2, n. 2, p. 140-142, 2005.

Figura 14 – Fluxograma de Separação dos cátions do Grupo IV.



Fonte: a autora (2016).

UNIDADE 13. *Identificação de Cátions pela Marcha Analítica do Na₂CO₃*

Essa marcha analítica traz como benefício a possibilidade de identificar 25 cátions considerados mais importantes e também incluir alguns cátions raros, evitando os inconvenientes da Marcha Analítica Clássica.

A linha geral nessa marcha analítica é o tratamento inicial a quente, da amostra com Na₂CO₃ 0,5 mol L⁻¹. Ocorre a precipitação de todos os cátions – formação do precipitado conjunto de cátions – com exceção de Na⁺, K⁺ e NH₄⁺. Em solução permanecem todos os ânions da amostra formando a solução amostra preparada para a sua posterior identificação.

A partir do precipitado conjunto de cátions, são usados quatro reagentes de grupo: HNO₃ concentrado, NH₄Cl 3 mol L⁻¹, (NH₄)₂SO₄ – solução saturada - e NH₄OH 6 mol L⁻¹ em meio tamponado.

Pelo uso sequencial desses reagentes de grupo, os cátions são classificados em cinco grupos analíticos:

Grupo I: grupo insolúvel no HNO₃. Inclui aqueles cátions do precipitado conjunto que são insolúveis ou insolubilizados no HNO₃ concentrado à quente: Sb³⁺, Sb⁵⁺, Sn⁴⁺ e Ti⁴⁺.

Grupo II: grupo dos cloretos insolúveis. São os cátions que a partir da solução ácida (nítrica) são separados pelo NH₄Cl 3 mol L⁻¹ na forma de cloretos insolúveis: Pb²⁺, Ag⁺ e Hg₂²⁺.

Grupo III: grupo dos sulfetos. Inclui os cátions precipitados, em meio ácido, por uma solução saturada de (NH₄)₂SO₄: Ca²⁺, Pb²⁺, Sr²⁺ e Ba²⁺.

Grupo IV: grupo dos hidróxidos. São os cátions que a partir do NH₄OH 6 mol L⁻¹ (meio tamponado) são precipitados na forma de hidróxidos insolúveis: Bi⁺³, Fe⁺³, Cr⁺³ e Al⁺³.

Grupo V: grupo dos complexos amoniacais. Formado pelos cátions que não precipitam no meio amoniacal tamponado do grupo IV e ainda por aqueles que são transformados em complexos amoniacais pelo NH₄OH. Como em todas as classificações, tem a característica de grupo solúvel: Mn²⁺, Cu²⁺, Co²⁺, Ni²⁺, Hg²⁺, Cd²⁺, Zn²⁺, Ca²⁺ e Mg²⁺.

Em amostra original, ou seja, em reações individuais, deverão ser identificados o Na⁺, K⁺ e NH₄⁺. A Figura 15 apresenta a separação dos cátions pela Marcha Analítica Alternativa à Marcha Analítica Clássica.

Dentro de cada grupo analítico, quando é necessário, são promovidas separações de cátions para facilitar ou melhorar suas reações de identificação. Na maioria das vezes, procura-se aplicar reações diretas (os chamados *Spot tests*), o que, de certa forma, agiliza o trabalho sistemático de identificação dos cátions.

Como em qualquer marcha analítica, a do Na₂CO₃, também apresenta vantagens e desvantagens. Dentre as vantagens destacam-se:

- Tratamento inicial da amostra elimina os ânions potencialmente interferentes na identificação dos cátions. Por outro lado, obtém-se a solução amostra preparada, que é própria para a identificação de ânions.
- O Na₂CO₃ solubiliza na amostra original alguns precipitados que resultam da hidrólise de cátions ou até da reação de cátion com ânion.
- Não usa reagentes tóxicos na formação dos grupos como H₂S_(g).

Como desvantagens podem ser citados:

- O K^+ não é precipitado pelo Na_2CO_3 e passa a solução amostra preparada de ânions.
- O Pb^{2+} e o Ca^{2+} precipitam parcialmente nos seus respectivos grupos devido à elevada solubilidade das suas formas precipitadas. Por esta razão reaparecem em grupos subsequentes.
- Ocorrem reações secundárias indesejáveis:

a) Perda parcial do Hg_2^{2+} na reação com o Na_2CO_3 1 mol L^{-1} :



Na reação do $Hg (s)$ com HNO_3 concentrado, é possível recuperar parte do Hg_2^{2+} , o que compromete a identificação deste cátion.

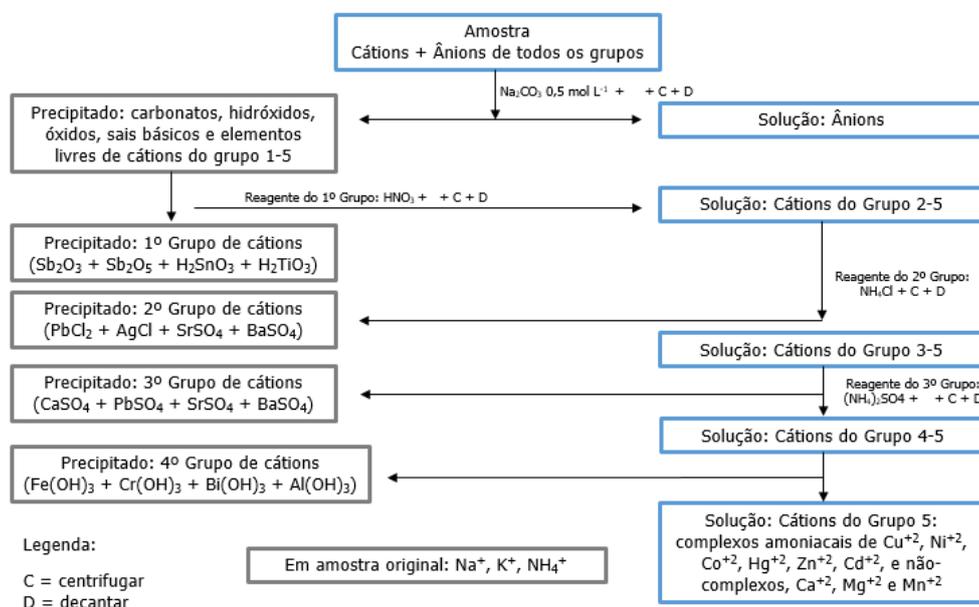
b) Oxidação do Fe^{+2} e Sn^{+2} na reação com o HNO_3 concentrado:



• O grupo V (dos complexos amoniacais) é formado por um número grande de cátions. Um número excessivo de cátions em um grupo analítico é indesejável, pois propicia, muitas vezes, interferências durante a identificação dos cátions.

Apesar das desvantagens, tendo-se clareza delas, é possível executar a identificação dos cátions sem maiores prejuízos na qualidade do trabalho.

Figura 15 – Fluxograma de separação dos diferentes cátions seguindo a Marcha Analítica do Carbonato.



Fonte: Adaptado de Mueller e Souza (2010).

Bibliografia

- ABREU, D. G.; COSTA, C. R.; DORES, M.; IAMAMOTO, Y. Uma proposta para o ensino da química analítica qualitativa. **Química Nova**, v. 29, n. 6, p. 1381-1386, 2006.
- ALEX. Química Fácil. 2011. Disponível em <profalexquimicafacil.blogspot.com>. Acesso em Maio de 2016.
- Apostila de Química Geral I (Cursos Técnicos). 2005. Disponível em <<http://www.geocities.ws/brcab/apqg1.pdf>>. Acesso em Agosto, 2016. 43 p.
- ARGUELLO, J., POMPÉU, D. **Roteiro das aulas práticas de Química Analítica Aplicada I-B**, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Instituto de Química, Porto Alegre. 27 p.
- Aterro Sanitário. Disponível em <<http://www.portalresiduossolidos.com/aterro-sanitario/>>. Acesso em Outubro, 2016.
- BENEDETTI-PICHLER, A. A.; SCHNEIDER, F.; STEINBACH, O. F. Qualitative analysis in the training of chemists. **J. Chem. Educ.**, v. 34, n. 8, p. 381, 1957.
- BIZZO, W., 2003. **Geração, Distribuição e Utilização de Vapor**, Apostila de Curso. Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, 2003. Cap. 1, p. 1-17.
- Cimi – Sistema Contra Incêndio, Conceitos: Combustão, Disponível em <<http://www.cimi.com.br/>>. Acesso em Agosto, 2016.
- COLLI, W. **Manual de Segurança para proteção química, microbiológica e radiológica**. Universidade de São Paulo, Instituto de Química, São Paulo, 2004, 52 p.
- CUNHA, C.J. O Programa de Gerenciamento de Resíduos Laboratoriais do Depto de Química da UFPR. **Química Nova**, v. 24, n. 3, p. 424-427, 2001.
- DIAS, S. L. P.; GONÇALVES, F. M.; LUCA, M. A; VAGHETTI, J. C. P.; BRASIL, J. L. **Análise Qualitativa em Escala Semimicro**. 1. ed. Porto Alegre: Bookman, 2016. 124 p.
- DuoSystem – Serviços e Equipamentos Científicos, LDA. Lisboa. Disponível em <http://www.duosystem.pt/1/banho_de_areia_ovan_678488.html>. Acesso em Maio, 2016.
- EIFLER-LIMA, V. L.; PALMA, E. C.; PAIM, C. P. Gerenciar Resíduos Químicos: Uma Necessidade. **Caderno de Farmácia**, v. 18, n. 1, p. 23-31, 2002.
- ENDRES, G. Apostila de Química Analítica Qualitativa do Curso Técnico em Química – Análise Química I, Colégio Estadual Dom João Becker, Porto Alegre, [199?], 20 p.
- FIGUERÊDO, D. V. Resíduos Químicos nas Instituições de Ensino, Universidade Federal de Uberlândia. Laboratório de Resíduos Químicos, Uberlândia, 2013. Disponível em <www.sustentavel.ufu.br/sites/...ufu.../Gestão%20Resíduos%20Químicos%20UFU.ppt>. Acesso em Agosto 2016.
- FRANK, R. E. Identification analysis, a stimulating revival of qualitative analysis. **J. Chem. Educ.** v. 34, n. 8, p. 383, 1957.
- Hurtwood Science – Help for new Science students to Hurtwood House. The Bunsen Burner. Holmbury St. Mary: Maio de 2014 Disponível em <<https://hurtwoodscience.wordpress.com/category/science/>>. Acesso em Maio, 2016.

- Incineração de resíduos – uma tecnologia a desaparecer. Disponível em <http://www.portalresiduossolidos.com/incineracao-de-residuos-uma-tecnologia-desaparecer/>
- KRIEGER, N. **Manual de Química Analítica Qualitativa**. Universidade Federal do Paraná, Paraná, 2000.
- MATTHIEU, T.; SIMONI, J. A. Refletindo sobre o caso Celobar. *Química Nova*, v. 30, n. 2, p. 505-506, 2007.
- MAZZER, C.; CAVALCANTI, O. A. Introdução a Gestão Ambiental de Resíduos. *Infarma*, v. 16, n. 11-12, p. 67-77, 2004.
- MUELLER, H.; SOUZA, D. **Química Analítica Qualitativa Clássica**. 1. ed. Blumenau: Edifurb, 2010. 408 p.
- OHLWEILER, O. A. **Química Analítica Quantitativa**, 3. ed., v. 1. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos S. A., 1981. 664 p.
- OLIVEIRA, R. B.; CUNHA, L. C.; VALADARES, M. C.; FILHO, M. J. P.; ARAÚJO, D. M. Acidente Celobar: A Toxicologia Experimental como Ferramenta no Estabelecimento de Nexo Causal de Intoxicação Medicamentosa Maciça. *Revista Eletrônica de Farmácia Suplemento*, v. 2, n. 2, p. 140-142, 2005.
- PARLAMENTO EUROPEU. Concerning the export and import of dangerous chemicals. Normativa Europeia nº 689/2008, artigo 23º de 17 de Junho de 2008. Disponível em <<https://echa.europa.eu/pt/chemicals-in-our-life/clp-pictograms>>. Acesso em Maio, 2016.
- PORTELLA, M. O.; RIBEIRO, J. C. J. Aterros Sanitários: Aspectos Gerais e Destino Final dos Resíduos. *Revista Direito Ambiental e sociedade*, v. 4, n. 1, p. 115-134, 2014.
- Prolab – Materiais para Laboratório. São Paulo. Disponível em <<http://www.prolab.com.br/equipamentos-para-laboratorio/agitador-magnetico/agitador-magnetico-com-aquecimento>>. Acesso em Maio, 2016.
- ROSA, G.; GAUTO, M.; GONÇALVES, F. **Química analítica: Práticas de Laboratório**. Porto Alegre: Bookman, Série Tekne, 2013. 128 p.
- RUSSEL, J. B. **Química Geral**. 2. ed., v. 1 e 2. São Paulo: Makron Books, 1994. 1268 p.
- SENESE, P. E. A. A Química Analítica na Formação do Químico. **Química Nova**. v. 5, n. 4, p. 137-143, 1982.
- SP Labor – Equipamentos para Laboratório. Presidente Prudente. Disponível em <www.splabor.com.br>. Acesso em Maio, 2016.
- VLab - Vidrarias de Laboratório. São Paulo: Novembro de 2012. Disponível em <www.vidrariasdelaboratorio.com.br>. Acesso em Maio, 2016.
- VIEIRA, F. T. **Laboratório de Química Tecnológica I** (Apostila de Curso). Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri, Instituto de Ciência e Tecnologia, Diamantina, 2013. 71 p.
- VOGEL, A. I. **Química Analítica Qualitativa**, 5. ed. São Paulo: Mestre Jou, 1981. 665 p.

APÊNDICE B – FORMULÁRIO DE AVALIAÇÃO DOS PROFESSORES E TÉCNICOS E TERMO DE CONSENTIMENTO

Apresentação da proposta

Prezados Professores,

O material didático que está sendo enviado para sua avaliação é uma Apostila de Química Analítica Qualitativa que foi desenvolvida para a disciplina Análise Química I de um Curso Técnico em Química, e, aborda tanto aspectos teóricos quanto práticos da análise química qualitativa. As práticas apresentadas foram elaboradas com o objetivo de desenvolver atitude responsável e consciente em relação aos resíduos produzidos nos laboratórios. Desta forma, considerou-se os princípios dos 3R para a escolha dos reagentes e volumes utilizados, visando a redução, reutilização e reciclagem dos resíduos gerados.

A elaboração e análise da apostila, objetivos deste Trabalho de Conclusão de Curso, correspondem a uma das etapas de uma investigação maior desenvolvida em nível de mestrado, no qual elaborou-se e implementou-se um Projeto de Gestão de Resíduos no Colégio Estadual que oferece o Curso Técnico em Química.

Neste sentido, gostaríamos de solicitar sua participação nesta pesquisa através da análise sobre a efetivação dos princípios dos 3R com as práticas e atividades propostas, assim como a forma como foram abordados os conteúdos na apostila. Com isto, teremos elementos adicionais para realizar uma análise crítica do material, procurar corrigir eventuais falhas e melhorar o texto. Este material também será avaliado pelos estudantes do Curso Técnico.

Caso você concorde em participar desta pesquisa e permita o uso de suas impressões e críticas a respeito do material, continue a partir deste ponto. Se não for de seu consentimento, não é necessário responder a pesquisa.

Expresse sua opinião livremente. Sinta-se à vontade para fazer qualquer comentário adicional. Desde já agradecemos a presteza em nos fornecer seu parecer. É pertinente salientar que se for de seu interesse, este material poderá ser disponibilizado através de solicitação por email (ninanectoux@yahoo.com.br).

Abaixo, listamos os pontos que consideramos críticos para análise da proposta, que pode servir de guia para o seu parecer.

1. Há necessidade de alguma correção conceitual? Qual(is)?
2. É observada a falta de algum conceito fundamental para compreensão e realização das práticas? Qual(is)?
3. Há clareza na explanação dos conceitos para compreensão e realização das práticas?
4. O aprofundamento do texto e das práticas propostas são adequadas para uso no Ensino Técnico?
5. Você acredita que a escala e forma de trabalho (volumes, reagentes e sequência de práticas) das atividades experimentais são apropriados para atingir os princípios dos 3R?
6. As atividades propostas (textos, roteiros das práticas e os questionários) favorecem o desenvolvimento de atitude consciente sobre o tratamento e disposição de resíduos? Se não, como este aspecto poderia ser abordado no seu ponto de vista?

APÊNDICE C – RESPOSTAS DO QUESTIONÁRIO APLICADO AOS PROFESSORES E TÉCNICO EM QUÍMICA

• Professor da Área de Educação em Química 1

Inicialmente parablenizo as autoras e a coordenação do curso, bem como o colégio, pela iniciativa de renovar seus procedimentos e seu material didático.

Envio, a seguir, minhas considerações.

No arquivo pdf fiz marcas e anotações com algumas (poucas) sugestões.

1. Quanto à correção conceitual:

Não observei incorreções nos conceitos apresentados. Mas não sou especialista na área de química analítica.

2. Quanto aos conceitos:

Não observei falta de conceitos necessários à compreensão dos procedimentos realizados.

3. Quanto à explanação dos conceitos:

Todos os conceitos me pareceram claramente explicados, sendo perfeitamente suficientes para compreender os processos que são realizados em cada prática.

4. Quanto ao aprofundamento dos conceitos

Pareceram-me adequados a um bom curso técnico de química. Apenas me pergunto se não está com exatamente o mesmo grau de aprofundamento com que a química analítica clássica é abordada no ensino superior. Mas novamente esclareço que não sou professora da área de química analítica, por isso não sou a melhor pessoa para opinar a esse respeito.

5. Quanto à escala e forma de trabalho

Acredito que a escala (especialmente os volumes dos reagentes) das práticas estão adequados para atender aos princípios dos 3R. Os reagentes são utilizados em pequenas porções, os experimentos são realizados em tubos de ensaio, há indicações precisas a respeito das normas de segurança a serem seguidas e a respeito da necessidade de se conhecer as propriedades das substâncias que são utilizadas e é dada bastante atenção e destaque à adequada disposição dos rejeitos químicos.

Apenas fiquei com uma dúvida sobre o aviso relativo à coleta dos resíduos que existe ao final de cada roteiro de experimento: vão todos os resíduos (por exemplo, líquidos) de um experimento em um só frasco, com a única identificação de Resíduo Aquoso com Metais (por exemplo)? Não vai ser usado o rótulo do CGTRQ? Não vão ser segregados os resíduos de cada

tipo em frascos diferentes? Se for assim, seria melhor explicar isso neste espaço. Pois que eu me lembre o CGTRQ solicita muitas informações sobre a natureza do resíduo nos rótulos (componente predominante, solvente, soluto...). Minha sugestão seria dizer que o frasco tem rótulo apropriado do CGTRQ. E mesmo assim, vão ser misturados os resíduos dos diferentes cátions de um experimento em um só frasco? Ou serão separados por cátion? Qual a recomendação do CGTRQ sobre isso?

O mesmo texto deveria aparecer em todas as vezes que esse tipo de aviso aparece após o roteiro da respectiva prática.

Adicionalmente:

- Encontrei alguns poucos equívocos de digitação. Assinalei-os em amarelo e anexei um comentário (no próprio pdf) com minha sugestão ou observação a respeito de cada marcação realizada.
- Como a apostila, provavelmente, comporá um Apêndice do TCC, sugiro que a bibliografia seja apresentada rigorosamente de acordo com a ABNT. Para isso, basta consultar as Normas para os TCCs, na página da Comgrad. Os artigos de periódicos não estão de acordo com ABNT e há pequenos ajustes a serem feitos também para os livros citados.

• Professor da Área de Educação em Química 2

Apontamentos Gerais da Apostila

- 1- A apostila está construída com conceitos pertinentes a um Curso Técnico em Química, porém senti a necessidade de um olhar mais investigativo sobre as práticas de laboratório. Parece que segue um roteiro tradicional de laboratório e, como sugestão, acredito que poderia acrescentar questões de cunho investigativo.
- 2- Todo o material foi elaborado a partir de materiais que já estão disponíveis na literatura, por isso deve acrescentar as devidas referências, tanto nos textos como nas práticas de laboratório.
- 3- Quanto à formatação deve cuidar a numeração de Figuras e Quadros (numeração corrida), como também ao apresentá-los usar letra maiúscula (ao descrevê-los nos parágrafos).
- 4- As referências no corpo do texto também devem estar no formato da ABNT.
- 5- Ao apresentar uma substância, ora coloca por extenso, ora apenas usa a fórmula química, sugiro deixar em um mesmo padrão.

- 6- Como sugestão, na página 36 apresenta a combustão completa e incompleta, sugiro acrescentar exemplos de reações químicas.
- 7- Quanto aos questionários ao final de cada unidade, não percebo questões investigativas, são questões que retomam conceitos e atividades experimentais da unidade. Essas também são pertinentes, mas sugiro acrescentar algumas de cunho investigativo, com questões mais abertas em que os estudantes possam fazer uso da pesquisa.
- 8- Todas as atividades que envolvem reagentes voláteis, ex. HCl, sugiro descrever uma nota de rodapé alertando sobre a importância em desenvolver o experimento na capela.
- 9- Na página 48, procedimento 1, acrescentar o uso de um cadinho de porcelana para recolher os resíduos da queima do magnésio, já que este libera muita energia em combustão.
- 10- Em todos os experimentos percebo que são bem tradicionais, sugiro que traga pelo menos questões investigativas após a prática, caso contrário, apenas estará reproduzindo as várias apostilas que são utilizadas atualmente no Ensino Técnico.
- 11- A escala e forma de trabalho (volumes, reagentes e sequência) das atividades experimentais estão apropriados para atingir os princípios dos 3R.
- 12- As atividades propostas favorecem o desenvolvimento de atitude consciente sobre o tratamento e disposição de resíduos, isso é evidenciado ao final de cada atividade experimental.

- **Professor de Química no Ensino Superior**

O material apresentado foi escrito de forma clara e objetiva, bem elaborado. Dividido em 13 unidades, aborda os principais conceitos e procedimentos utilizados na análise química qualitativa. Entre os aspectos positivos, destaca-se a inclusão de questionários no final de cada capítulo (porém faltando em alguns), a disposição dos resíduos e a conscientização da geração de menor quantidade de rejeitos, a elaboração do protocolo de reagentes. Por outro lado, há necessidade de revisão a respeito à ordem apresentada dos conteúdos, por exemplo, o título da Unidade 6 é “O que é Química Analítica?” fazendo a distinção entre química analítica qualitativa e quantitativa, sendo que na Unidade 4 já foi realizada a análise por via seca. O título da Unidade 1 “Conhecendo um laboratório químico” estaria indicando que esta é a primeira disciplina prática desses estudantes, se for o caso estaria correto, se não sugiro modificar. Qual o objetivo de descrever balança analítica? Os estudantes já não possuem experiência ao respeito da utilização da balança, da operação de pesagem? Os primeiros capítulos ficaram densos e

talvez até repetitivo na apresentação dos materiais, os quais poderiam estar no apêndice caso necessários. Não fica claro se este roteiro é uma versão melhorada de uma pré-existente ou é uma versão original, o nome do Colégio D. João Becker é mencionado na página 19 sob o subtítulo “Descarte de produtos químicos”. Embora seja apresentada uma lista de livros nas referências, há pouca menção da utilização ou adaptação dos mesmos, esse cuidado é importante visto que a maioria das reações já vem sendo utilizadas há muito tempo. Recomendo evitar utilizar fontes como sites comerciais (as imagens de aquecedores, agitadores, bico de Bunsen podem ser obtidas no próprio Instituto de Química – UFRGS) ou apostilas quando existem livros e artigos publicados.

- **Professor de Escola Técnica em Química**

1. Não que me lembre. No entanto, envio em anexo, um arquivo em três partes contendo observações diretamente na apostila.
2. De uma maneira geral, algumas vezes são mencionados termos ou conceitos sem a referida explicitação do que é. Assinalei durante a leitura e encontram-se nos arquivos em anexo. Como não há informação se este seria o único material que os alunos teriam acesso, fiquei na dúvida de como seria executado na prática esta proposta. Por exemplo, em nenhum momento apareceu no texto a diferença entre fenômeno físico e fenômeno químico, no entanto, pedia para os alunos diferenciarem. Como é tratado o conceito de Equilíbrio Químico e a sua relação com a marcha analítica.
3. Por vezes, achei o texto longo e com muitas informações (Unidade 1). Por outras, de difícil entendimento. E, por outras, um pouco repetitivo. As vezes senti falta de uma figura para auxiliar na visualização do que estava sendo explicado. Assinalei durante a leitura e encontram-se nos arquivos em anexo.
4. Tem partes que não precisariam avançar tanto (como as noções de toxicologia) e outras, como a parte de cálculos envolvendo os equilíbrios químicos, não foram apresentadas. Nem com exemplos.
5. Sim, a escala é apropriada. Ou seja, a REDUÇÃO está contemplada. Já a REUTILIZAÇÃO e a RECICLAGEM dos resíduos gerados não foram mencionadas.
6. Poderia explorar mais questões sobre o tema. Por exemplo, descrever uma situação-problema contendo um resíduo a ser destinado corretamente. Pedir para que o aluno sugeriria uma forma de descarte e/ou tratamento para neutralizar o impacto ambiental. Na verdade, está colocada na

apostila apenas a disposição dos resíduos, após a realização do experimento. Não é comentado nada (que eu me lembre) sobre como será realizado a tratamento. É importante que o aluno técnico saiba o que será feito futuramente com o resíduo que ele está gerando na prática. Como disse anteriormente, a reutilização e a reciclagem dos resíduos gerados não foi abordada.

- **Técnico em Química**

1. Sugestões final da folha.
2. Na Unidade 5 aparece Cuidados e Orientações Gerais que devem ser utilizadas em todas as práticas. Nas práticas anteriores não aparece esse tópico.
3. Sim.
4. Sim.
5. Sim, pois muitos experimentos usam gotas em vez de mL.
6. Sim. Gostei do modo como aparece ao final de cada experimento o descarte.
 - Poderia ter a figura clássica de alunos dentro do laboratório ilustrando procedimentos certos e errados.
 - Mesmo que já tenha sido explicado no texto-teórico, ler novamente antes da prática é bom. Logo utilizar o tópico 5.1 Cuidados e Orientações gerais na Unidade 4 também.
 - Poderia ter mais espaço no polígrafo para escrever as observações e as reações.
 - Na parte que fala da balança analítica exemplificar com figuras. Balança analítica
 - Classificação dos extintores e para tipo de incêndio. Importante falar de Na metálico e água como exemplo.