



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA  
CENTRO DE CIÊNCIAS FÍSICAS E MATEMÁTICAS  
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

**TRATAMENTO DOS RESÍDUOS QUÍMICOS E OTIMIZAÇÃO  
DOS EXPERIMENTOS PARA A MINIMIZAÇÃO E  
ELIMINAÇÃO DOS RESÍDUOS GERADOS NO  
LABORATÓRIO DE QUÍMICA GERAL (QMC106/QMC108)  
DO DEPARTAMENTO DE QUÍMICA DA UFSC**

**LARA MARTHOLLY DI MARTOS**

Florianópolis  
Dezembro/2011

**Lara Martholly Di Martos**

**TRATAMENTO DOS RESÍDUOS QUÍMICOS E OTIMIZAÇÃO  
DOS EXPERIMENTOS PARA A ELIMINAÇÃO E MINIMIZAÇÃO  
DOS RESÍDUOS GERADOS NO LABORATÓRIO DE QUÍMICA  
GERAL (QMC106/QMC108) DO DEPARTAMENTO DE QUÍMICA  
DA UFSC**

Relatório apresentado ao Departamento de Química  
da Universidade Federal de Santa Catarina,  
como requisito parcial da disciplina de  
Estágio Supervisionado II (QMC 5512)

**Orientador: Santiago Francisco Yunes**

Florianópolis  
dezembro/2011

**Lara Martholly Di Martos**

**TRATAMENTO DOS RESÍDUOS QUÍMICOS E OTIMIZAÇÃO  
DOS EXPERIMENTOS PARA A ELIMINAÇÃO E MINIMIZAÇÃO  
DOS RESÍDUOS GERADOS NO LABORATÓRIO DE QUÍMICA  
GERAL (QMC106/QMC108) DO DEPARTAMENTO DE QUÍMICA  
DA UFSC**

---

Prof. Dr. Luiz Augusto S. Madureira  
Coordenador de Estágios do Curso de Química-Bacharelado

Banca Examinadora:

---

Prof. Dr. Santiago Francisco Yunes  
Orientador

---

Prof. Dr. Marcos Aires Brito

---

Prof. Dr. Fábio Peres Gonçalves

Florianópolis  
dezembro/2011

*Aos meus pais, Sidney e Maria Helena (in memoriam)*

*Ao meu querido irmão, Yuri*

*À minha amada Aline*

## **Agradeço...**

*Às dificuldades que se fizeram presentes em meu caminho, por me proporcionarem crescimento, por me fazerem seguir em frente e pela oportunidade de aprender. Agradeço a todos os “erros” cometidos, pois hoje sei que se fizeram certos.*

*Ao meu orientador, Professor **Santiago Francisco Yunes**, pela sua confiança e paciência ao longo desses anos de graduação. Agradeço também, aos seus conselhos e importantes contribuições para a realização desse trabalho.*

*Aos meus colegas e amigos do Laboratório de Química Geral, **Natália, Paola, Carla, Leidiane, Otávio, Jadson e Rafael**, pelas trocas e discussões, por toda ajuda e apoio, por terem acreditado em mim e caminharem junto comigo no desenvolvimento deste projeto.*

*Á **Natália Caon Branco**, sem o seu estímulo e palavras de apoio quando a insegurança se fazia presente esse trabalho não poderia ter sido realizado. Obrigada por todos os seus conselhos e incentivos e especialmente por sua confiança em mim.*

*Ao pessoal do laboratório de **Química Analítica**, em especial à **Ligia Cleia Rosenbrock**, por estar sempre disposta a ajudar e pelo auxílio com as análises.*

*À **PRAE** pelos três anos de bolsa concedidos e à **UFSC** pelas bolsas para a elaboração e desenvolvimento desse trabalho*

*Ao meu pai, **Sidney Martos**, por todo apoio, dedicação e por acreditar em mim. Obrigada pai por todas as vezes que você se sacrificou para me dar tudo o que precisei, por ser essa pessoa simples e completa, você é a minha referência.*

*Ao meu irmão, **Yuri Martholly**, por sempre estar ao meu lado, por ser meu mais querido amigo e por alegrar a minha existência com a sua bondade.*

*À minha amiga, confidente, companheira e amada, **Aline Demantova**, por estar ao meu lado durante todos esses anos, por todo amor, carinho, compreensão e incentivo. Pelos momentos de angústias e preocupações causados por mim, pelas minhas ausências durante a realização deste trabalho, dedico-lhe essa conquista com amor e gratidão.*

*Por fim, agradeço por ter sempre algo para agradecer.*

*"Cada pessoa deve trabalhar para o seu aperfeiçoamento e, ao mesmo tempo, participar da responsabilidade coletiva por toda a humanidade."*

*Marie Curie*

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO .....</b>	<b>1</b>
<b>2. Revisão da Literatura .....</b>	<b>2</b>
<b>2.1. Programas de Gerenciamento de resíduos químicos laboratoriais.....</b>	<b>3</b>
<b>2.1.1. Hierarquização na gestão de resíduos laboratoriais.....</b>	<b>5</b>
<b>2.2. Química Ambiental e Química Verde .....</b>	<b>5</b>
<b>2.3. Tratamento Químico de Resíduos.....</b>	<b>6</b>
<b>2.3.1 Caracterização de resíduo sem identificação .....</b>	<b>7</b>
<b>3.1. Objetivo Geral .....</b>	<b>9</b>
<b>3.2. Objetivos Específicos.....</b>	<b>9</b>
<b>4. METODOLOGIA .....</b>	<b>10</b>
<b>4.1 Materiais e Reagentes .....</b>	<b>10</b>
<b>4.2. Estudo e revisão das práticas experimentais .....</b>	<b>11</b>
<b>4.3. Caracterização do resíduo sem identificação.....</b>	<b>11</b>
<b>4.3.1. Ensaio preliminares.....</b>	<b>11</b>
<b>4.3.1.1. Reatividade em água.....</b>	<b>12</b>
<b>4.3.1.2. Solubilidade em água e em outros solventes.....</b>	<b>12</b>
<b>4.3.1.3. Aspecto, cor e pH.....</b>	<b>12</b>
<b>4.3.2. Ensaio de identificação e confirmação.....</b>	<b>13</b>
<b>4.3.2.1. Análise de cátions.....</b>	<b>13</b>
<b>4.3.2.1.1. Ensaio da chama.....</b>	<b>13</b>
<b>4.3.2.1.2. Titulação potenciométrica com hidróxido de sódio.....</b>	<b>14</b>
<b>4.3.2.2. Análise de ânions.....</b>	<b>14</b>
<b>4.3.2.2.1. Ensaio utilizando solução de nitrato de prata para resíduos solúveis em água.....</b>	<b>16</b>
<b>4.3.2.2.2. Testes complementares para resíduos com formação de precipitado após a adição de <math>\text{AgNO}_3</math> <math>1 \text{ mol L}^{-1}</math>.....</b>	<b>16</b>
<b>4.3.2.2.3. Ensaio para resíduo insolúvel em água.....</b>	<b>18</b>

<b>4.4. Modificação de experiências para a utilização de reagentes de menor toxicidade e minimização de resíduos no laboratório.....</b>	<b>18</b>
<b>4.4.1. Modificações no experimento de Solubilidade.....</b>	<b>18</b>
<b>4.4.2. Modificações no experimento de Cromatografia em papel.....</b>	<b>19</b>
<b>4.5. Desenvolvimento e adaptação de metodologias para o tratamento dos resíduos no laboratório.....</b>	<b>19</b>
<b>4.5.1. Tratamento dos resíduos da experiência de Solubilidade.....</b>	<b>19</b>
<b>4.5.2. Tratamento dos resíduos da experiência de oxidação e redução.....</b>	<b>20</b>
<b>4.5.3. Tratamento dos resíduos da experiência Princípio de Le Chatelier e equilíbrio químico.....</b>	<b>21</b>
<b>4.5.4. Tratamento dos resíduos da prática de produção do alúmen e titulação ácido-base.....</b>	<b>22</b>
<b>4.5.5. Tratamento e destino dos reagentes fora de especificação.....</b>	<b>22</b>
<b>5. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>23</b>
<b>5.1. Análise dos experimentos oferecidos pelo laboratório.....</b>	<b>23</b>
<b>5.2. Classificação dos resíduos do laboratório de química geral.....</b>	<b>24</b>
<b>5.3. Resíduos Sem identificação.....</b>	<b>24</b>
<b>5.3.1. Levantamento dos resíduos sem identificação.....</b>	<b>25</b>
<b>5.3.2. Caracterização dos resíduos.....</b>	<b>25</b>
<b>5.3.2.1. Ensaio preliminares.....</b>	<b>25</b>
<b>5.3.2.2. Ensaio de identificação.....</b>	<b>26</b>
<b>5.3.2.2.1. Análise de cátions.....</b>	<b>26</b>
<b>5.3.2.2.2. Análise de ânions.....</b>	<b>28</b>
<b>5.3.3. Implantação um sistema de rotulagem padronizado.....</b>	<b>30</b>
<b>5.4. Reagentes fora de especificação para utilização.....</b>	<b>31</b>
<b>5.5. Resíduos dos experimentos.....</b>	<b>32</b>
<b>5.5.1. Solubilidade.....</b>	<b>32</b>
<b>5.5.1.1. Minimização da geração de resíduos da prática de solubilidade.....</b>	<b>33</b>

<b>5.6.1.2. Modificação para visualização da miscibilidade parcial entre 1-butanol e água .....</b>	<b>34</b>
<b>5.5.1.3. Tratamento dos resíduos experimentais .....</b>	<b>35</b>
<b>5.5.2. Cromatografia em papel.....</b>	<b>36</b>
<b>5.5.2.1. Modificação na prática de cromatografia com canetas hidrocor .....</b>	<b>37</b>
<b>5.5.3. Oxidação e Redução.....</b>	<b>38</b>
<b>5.5.4. Princípios de Le Chatelier e Equilíbrio Químico .....</b>	<b>39</b>
<b>5.5.5. Produção do Alúmen.....</b>	<b>41</b>
<b>5.5.6. Titulação Ácido-base.....</b>	<b>42</b>
<b>6. CONCLUSÃO .....</b>	<b>43</b>
<b>7. REFERÊNCIA.....</b>	<b>44</b>
<b>APÊNDICE.....</b>	<b>47</b>
<b>ANEXOS .....</b>	<b>48</b>

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1:</b> Etapas para a caracterização do resíduo.....	11
<b>Figura 2:</b> Composição dos ensaios preliminares.....	12
<b>Figura 3:</b> Análises realizadas para a identificação dos resíduos.....	13
<b>Figura 4:</b> Ensaios para a identificação de ânions para resíduos solúveis em água. ....	15
<b>Figura 5:</b> Ensaios para a identificação de ânions para resíduos insolúveis em água. ....	18
<b>Figura 6:</b> Etapas para a identificação de resíduos sem rótulos.....	24
<b>Figura 7:</b> Titulação potenciométrica do resíduo E. ....	27
<b>Figura 8:</b> Rótulos desenvolvidos e implantados para o preparo de soluções e gerenciamento dos resíduos após a prática experimental .....	31
<b>Figura 9:</b> Verificação da miscibilidade entre líquido por tubo (livro texto).....	33
<b>Figura 10:</b> Verificação da miscibilidade entre líquido por tubo (modificação) .....	34
<b>Figura 11:</b> Modificação da quantidade entre água e 1-butanol.....	35

## ÍNDICE DE TABELAS

<b>Tabela 1:</b> Materiais e reagentes utilizados .....	10
<b>Tabela 2:</b> Prática de solubilidade: volumes de solventes atuais e propostos .....	19
<b>Tabela 3:</b> Prática de solubilidade: composição dos frascos de resíduos.....	19
<b>Tabela 4:</b> Composição dos resíduos da prática de oxidação e redução.....	20
<b>Tabela 5:</b> Classificação dos experimentos oferecidos pelo laboratório. ....	23
<b>Tabela 6:</b> Levantamento dos resíduos sem identificação do laboratório. ....	25
<b>Tabela 7:</b> Resultado dos ensaios preliminares. ....	25
<b>Tabela 8:</b> Resultados do ensaio da chama.....	26
<b>Tabela 9:</b> Valores de concentração obtido na titulação para o resíduo. ....	27
<b>Tabela 10:</b> Resultado dos ensaios de identificação de ânions. ....	28
<b>Tabela 11:</b> Identificação do resíduo antes não caracterizado e destinação. ....	30
<b>Tabela 12:</b> Reagentes impróprios para utilização e suas quantidades.....	31
<b>Tabela 13:</b> Dados observados para o experimento de solubilidade. ....	33

## RESUMO

Os resíduos químicos gerados por instituições de ensino e pesquisa na área da química se diferenciam daqueles produzidos em unidades industriais por apresentarem elevada diversidade, baixo volume e alta complexidade. Estes fatores contribuem para que o tratamento ou disposição adequada dos resíduos seja relegado a um plano secundário. Neste trabalho são apresentadas as propostas para o tratamento e a minimização dos resíduos produzidos no Laboratório de Química Geral do Departamento de Química da Universidade Federal de Santa Catarina. As metodologias aplicadas incluem o levantamento dos tipos de resíduos do laboratório, a caracterização de compostos não identificados, a implantação de um sistema de rotulagem, o tratamento dos resíduos gerados nas práticas experimentais e a otimização das práticas objetivando eliminar ou minimizar a produção de resíduos. Os resultados obtidos comprovam que é possível minimizar a quantidade de resíduos gerada nos experimentos. Além disso, foi possível o tratamento dos resíduos produzidos utilizando reagentes e equipamentos disponíveis no laboratório. A identificação dos compostos foi realizada empregando métodos simples, baratos e de fácil execução. Para eliminar a geração do passivo não identificado foi implantado um sistema de rotulagem padronizado.

*Palavras-chave: tratamento de resíduos, gerenciamento de resíduos, química verde, modificação de práticas experimentais, resíduos laboratoriais.*

## 1. INTRODUÇÃO

Atividades laboratoriais, sejam aulas experimentais ou atividades de pesquisas, geralmente geram resíduos que podem oferecer riscos ao meio ambiente e à saúde. Durante os últimos anos, institutos e departamentos de química de diversas universidades brasileiras têm sido questionados a respeito dos problemas relacionados à disposição final dos resíduos gerados em seus laboratórios de ensino. Sendo as universidades, instituições responsáveis pela formação de profissionais cujas as ações irão refletir na sociedade como um todo, elas devem estar conscientes, atentas e preocupadas com esses problemas.

Fatores como, a falta de formação e conscientização no que diz respeito ao tratamento, armazenamento, disposição e descarte inadequado de resíduos, químicos levaram muitas universidades a poluir o meio ambiente e a promover o desperdício de materiais. Dentro desse contexto, diversas instituições de ensino vêm buscando gerenciar e tratar seus resíduos como forma de minimizar os impactos causados ao meio ambiente, agregando também à formação um alicerce para que os profissionais possam desenvolver suas atividades com consciência e responsabilidade.

O Departamento de Química da Universidade Federal de Santa Catarina possui diversos laboratórios de ensino que atendem cursos como química, farmácia, oceanografia, engenharias, entre outros. Dentre os laboratórios de ensino, o laboratório que recebe um maior número de alunos, e dos mais variados cursos, é o Laboratório de Química Geral, que oferece aulas experimentais na área de química geral. Em média, 400 alunos são atendidos por semestre pelo laboratório. Devido ao grande número de alunos, a quantidade de resíduos gerados ao final das experiências é significativa.

Assim, consciente da responsabilidade tanto ambiental, quanto educacional do Laboratório de Química Geral, este trabalho se propôs a desenvolver e adaptar rotas para tratamento e minimização dos resíduos gerados pelo laboratório, mostrar que é possível, com o gerenciamento de resíduos, alcançar benefícios do ponto de vista ambiental, social, econômico, científico e educacional e por fim, estimular uma discussão no Departamento de Química da UFSC concernente ao gerenciamento integrado de resíduos químicos laboratoriais.

## 2. REVISÃO DA LITERATURA

Ao longo do tempo, o homem desenvolveu a capacidade de criar instrumentos, transformar objetos e elaborar técnicas com a finalidade de se adaptar as características do meio natural, melhorando assim a sua qualidade de vida. Associado a este comportamento, o modelo de sistema econômico atual conduz a sociedade a uma intensa necessidade de consumo, tendo como uma das consequências, a geração de resíduos que transcendem a capacidade de adaptação do meio ambiente.<sup>1</sup>

Um dos grandes desafios da sociedade contemporânea é a conciliação de suas atividades econômicas com a preservação ambiental.<sup>2</sup> Nos últimos anos, a conscientização por parte das indústrias químicas a respeito dos resíduos produzidos, aumentaram consideravelmente, assim como o comprometimento para a minimização dos impactos causados, a disposição adequada, o tratamento e a recuperação dos resíduos gerados.<sup>2,3</sup>

A produção de rejeitos não é exclusiva de indústrias. Instituições de ensino e pesquisa são enquadradas como pequenas geradoras de resíduos químicos, e suas atividades são consideradas como não impactantes no que diz respeito ao meio ambiente, resultando em raras fiscalizações a respeito da disposição final dos resíduos químicos. Apesar do pequeno volume, os rejeitos gerados possuem elevada complexidade e diversidade, sendo necessário um controle eficiente destes resíduos.<sup>4,5</sup>

Nas últimas décadas, a conscientização e a mobilização da sociedade vêm pressionando o Estado para que, o mesmo grau de exigência dispensado às indústrias, seja aplicado aos pequenos geradores.<sup>4</sup> Tendo como base o elevado número de artigos e livros publicados nos últimos anos concernentes a este assunto, é notável a crescente preocupação de estudantes e professores universitários brasileiros com o destino dos resíduos químicos gerados nos laboratórios de ensino.<sup>6</sup> Encontra-se na literatura diversas experiências de universidades brasileiras com a implantação de programas de gerenciamento de resíduos e a conscientização da comunidade envolvida.<sup>2-12</sup>

As instituições de ensino tem como objetivo a formação de profissionais capacitados para o mercado de trabalho, assim, a conscientização ambiental se torna imprescindível no curso de química. A grade curricular dos cursos de química

contam cada vez mais com disciplinas de caráter ambiental, entretanto é necessário que além de discutida a importância da preservação ambiental, esta seja abordada nos experimentos realizados. O laboratório de ensino é o primeiro contato para muitos alunos com as rotinas de análise e pesquisa e a conscientização do tratamento de resíduos gerados é um diferencial na preparação do futuro profissional de química.<sup>13</sup>

Por definição, resíduos são materiais considerados sem utilidade por seu possuidor. De acordo com a Resolução do Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA) nº 358, resíduo químico é todo material ou substância com características de periculosidade quando não forem submetidas a processo de reutilização ou reciclagem, que podem apresentar riscos à saúde pública ou meio ambiente, dependendo de suas características de inflamabilidade, corrosividade, reatividade e toxicidade.<sup>13</sup>

### **2.1. Programas de Gerenciamento de resíduos químicos laboratoriais**

Os programas de gerenciamento de resíduos químicos de laboratórios de ensino e pesquisa começaram a ser amplamente discutidos no Brasil na década de 1990. Algumas universidades que implantaram programas de gerenciamento de resíduos voltados para a sua realidade estão listadas abaixo:<sup>14</sup>

- Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP): programa implantado pela comissão de segurança no instituto de Química.
- Instituto de Química da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS): programa possui atividades de coleta seletiva e tratamento de resíduos químicos de laboratórios de ensino e pesquisa. Realizado desde 1994.
- Departamento de Química da Universidade Federal do Paraná (UFPR): programa baseado na inertização dos matérias gerados nos laboratórios em fornos de co-processamento.
- Universidade Federal de São Carlos (UFSCar): programa de gerenciamento centrado na Unidade de Gestão de resíduos, com o tratamento e a disposição de resíduos sólidos e líquidos.
- Universidade Federal de Uberlândia (UFU): programa de tratamento de resíduos iniciado pelos departamentos de Química e Medicina.

Esses exemplos demonstram que uma nova mentalidade na questão dos rejeitos gerados no laboratório vem crescendo dentro das universidades, associando a formação de profissionais especializados à consciência e à responsabilidade ambiental.<sup>15</sup>

Para que um programa de gerenciamento de resíduos seja implantado com sucesso, é necessário que haja mudanças nas atitudes e hábitos de professores, alunos, técnicos e todos os servidores ligados diretamente e indiretamente ao programa.<sup>16</sup> Esse tipo de programa está intimamente conectado com fatores humanos, de forma que os resultados são de médio e longo prazo, requerendo assim, contínua persistência e uma reeducação do pessoal envolvido.<sup>10</sup>

Outro aspecto a ser analisado, concerne ao fato do programa contemplar dois tipos de resíduos: o ativo (gerado durante o ensino experimental) e o passivo (resíduo armazenado e não-identificado, como frascos sem rótulos ou rótulos ilegíveis). Resíduos corretamente rotulados são muito mais facilmente gerenciados do que os resíduos não caracterizados. Para estes, os testes de identificação nem sempre são suficientes para categorizá-los e diferenciá-los. Uma solução para a minimização do passivo, ou uma possível extinção deste, é a adoção de um sistema de rotulagem.<sup>10,11</sup>

### ***2.1.2 Resíduos Químicos da Universidade Federal de Santa Catarina***

A Coordenadoria de Gestão Ambiental CGA-UFSC mantém um Sistema de Gerenciamento de Resíduos Químicos implantado em 1997 pela Portaria do Reitor (0320/GR/97). O gerenciamento atende os laboratórios de ensino e pesquisa da UFSC. A CGA fornece aos laboratórios bombonas para o armazenamento. A coleta e destinação final desses resíduos é realizada por uma empresa terceirizada.<sup>17</sup> A empresa que presta esse serviço à UFSC é a Proactiva. O resíduo coletado pela empresa é pesado e encaminhado ao aterro sanitário de Biguaçu. Os resíduos que não podem ser descartados no aterro da empresa são enviados para aterros de outras empresas.<sup>11</sup>

### **2.1.1. Hierarquização na gestão de resíduos laboratoriais**

Para a gestão correta dos resíduos, é indispensável a mudança de atitudes e procedimentos. Essas são relacionadas abaixo em ordem de prioridade:<sup>11,16</sup>

- 1) Prevenir a produção de resíduos com a modificação ou substituição de experimentos por outros menos impactantes;
- 2) Minimizar a quantidade de resíduos gerados inevitavelmente, utilizando menores escalas diminuindo assim custos com reagentes e aumentando a segurança na realização dos experimentos;
- 3) Segregar resíduos: a coleta segregada dos resíduos facilita o trabalho de tratamento deste e permite que o rejeito possa ser empregado para tratar outros resíduos;
- 4) Reutilizar e reciclar o material gerado de uma maneira que seja segura ao meio ambiente;
- 5) Tratar o resíduo da forma mais adequada possível;
- 6) Estocar o resíduo pelo menor tempo possível e dispor esse de maneira segura.

Relacionadas a essas atividades estão a Química Ambiental e a Química Verde. Ambas envolvem a observação e o estudo das reações químicas que afetam o meio ambiente.<sup>18</sup>

## **2.2. Química Ambiental e Química Verde**

A Química Ambiental é uma das áreas da ciência que mais tem crescido nas últimas décadas. Segundo a Sociedade Brasileira de Química, a química ambiental é definida como o estudo dos processos químicos que ocorrem na natureza, sejam eles naturais ou antropogênicos, que comprometam a saúde humana e a saúde do planeta como um todo. Até o início da década de 80, as pesquisas na área de química ambiental se dedicavam ao estudo da poluição ambiental, consistindo, principalmente, no monitoramento de espécies químicas consideradas poluentes.<sup>18</sup>

Na atualidade, a química ambiental busca elucidar processos químicos no meio ambiente, utilizando como ferramenta a química analítica para a quantificação e a identificação de espécies na amostra e estudar os processos químicos que controlam o mecanismo de transporte e reatividade de substâncias no ambiente.<sup>18</sup>

A química ambiental é considerada como a química **do** ambiente e é responsável pela remediação dos impactos do homem nesse meio. Já a química verde, pode ser descrita como a química **para o** meio ambiente.<sup>18</sup> Segundo Paul Anastas, criador do termo química verde, a química verde *“consiste na utilização de um conjunto de princípios que reduzem ou eliminam o uso ou a geração de substâncias perigosas durante o planejamento, manufatura e aplicação de produtos químicos”*.<sup>1</sup>

A Química Verde é norteada por doze princípios:<sup>11,13,18,19</sup> 1- Prevenção; 2- Eficiência atômica; 3- Síntese de produtos menos perigosos; 4- Desenvolvimento de produtos seguros; 5- Uso de solventes auxiliares seguros; 6- Busca pela eficiência energética; 7- Uso de fontes de matéria-prima renováveis; 8- Evitar a formação de derivados; 9- Catálise; 10- Produtos degradáveis; 11- Análise em tempo real para a prevenção da poluição; 12- Química intrinsecamente segura para a prevenção de acidentes. Esses princípios precisam ser seguidos quando existe a intenção de incorporar a química verde em um local de trabalho.<sup>10</sup>

Uma opção ambientalmente correta nos laboratórios de química é a inclusão dos princípios da química verde. Tal ação minimiza ou elimina a produção de resíduos nesses locais. Quando, inevitavelmente, rejeitos são gerados, recorre-se ao tratamento destes. O tratamento de resíduos é considerado uma atividade de remediação, sustentada pela química ambiental. Diante o exposto, é perceptível, na prática de gestão de resíduos, a relação existente entre a química ambiental e a química verde.<sup>18</sup>

Tanto a química ambiental quanto a química verde estão relacionadas ao conceito de modernização ecológica, na qual os conhecimentos dos processos químicos, que ocorrem no meio ambiente, proporcionam uma (re)orientação da atividade química, contribuindo no aperfeiçoamento dos processos e proporcionando uma maior eficiência técnica, aliada a um menor impacto ambiental.<sup>10</sup>

### **2.3. Tratamento Químico de Resíduos**

O tratamento de resíduos laboratoriais exige a aplicação de todas as áreas de atuação da química e de conhecimentos básicos como: equilíbrio químico, reações de neutralização, reações de precipitação, reações de complexação, reações de oxidação e redução, solubilidade, métodos de separação físicos e químicos de

sólidos e líquidos, cinética de reações, estabilidade de compostos, entre outros. Conhecimentos a respeito de segurança no laboratório e na gestão dos resíduos, periculosidade, reatividade de resíduos, inflamabilidade, toxicidade e identificação de compostos, também são exigidos.<sup>2</sup>

Existem legislações que regulamentam o descarte de resíduos. O efluente final deve ser límpido e incolor, apresentar caráter redox indiferente, ter o pH em torno de 7 e se enquadrar nos requisitos do cap. IV da resolução 357 do CONAMA que padroniza as condições para o lançamento de efluentes.<sup>2,20</sup> Neste se encontram disponíveis os valores de concentração máxima para o lançamento de efluentes de diversas substâncias consideradas impactantes ao meio ambiente, o pH e a temperatura ideal para o descarte, a quantidade de materiais sedimentáveis permitida, entre outros.<sup>20</sup> A NBR 10004 (ABNT) oferece uma classificação para os resíduos sólidos quanto aos seus riscos potenciais ao meio ambiente e à saúde, para que possam ser gerenciados adequadamente. A NBR 10005 e a NBR 10006 são ensaios propostos, respectivamente de lixiviação e solubilização do resíduo, que servem de base para a classificação proposta na NBR10004.<sup>4</sup>

O tratamento de resíduos deve ser adaptado para o local e para os resíduo que são gerados. Como normalmente os resíduos são misturas de substâncias, na maioria das vezes não existe um roteiro específico para o tratamento do resíduo em questão, assim cabe ao profissional da química encontrar a melhor solução para gerir os rejeitos produzidos.<sup>22</sup> Na literatura encontram-se disponíveis materiais que podem auxiliar o tratamento ou a gestão do resíduo específico.

### ***2.3.1 Caracterização de resíduo sem identificação***

A acumulação de resíduos, especialmente aqueles de natureza desconhecida, no local de geração é uma ameaça à saúde humana e ao meio-ambiente. Para que o mesmo possa ser tratado ou destinado a local apropriado para descarte é necessário que a identidade do resíduo seja conhecida.<sup>6</sup>

As metodologias de identificação de amostras inorgânicas abordadas na literatura são em sua maioria para fins didáticos, onde as amostras são puras e já classificadas de acordo com o cátion ou o ânion presente na amostra. A caracterização de um resíduo pode envolver a mistura de mais compostos dificultando assim a análise dos íons. Para a análise de cátions a metodologia mais

econômica, que não gera ou gera uma menor quantidade de resíduos secundário e que pode ser executada em qualquer laboratório é o teste da chama.

O ensaio da chama consiste em expor um determinado elemento químico a elevadas temperaturas, normalmente através do bico de Bunsen, alguns elétrons da camada de valência do cátion absorvem esta energia passando do estado fundamental para um de seus estados excitados. Os estados excitados são estados metaestáveis e, portanto, o elétron retorna ao estado fundamental. A energia ganha durante a excitação é emitida na forma de radiação visível do espectro eletromagnético, como o elemento emite uma radiação característica, o teste da chama pode ser utilizado como um método analítico qualitativo para resíduos constituídos por substâncias simples ou por algumas misturas. Em geral, os metais, sobretudo os alcalinos e alcalinos terrosos são os elementos que exigem menor energia para serem excitados.<sup>23,24</sup>

### **3. OBJETIVOS**

#### **3.1. Objetivo Geral**

Tratar os resíduos químicos produzidos e otimizar as práticas experimentais para evitar ou minimizar os resíduos gerados pelo Laboratório de Química Geral do Departamento de Química da Universidade Federal de Santa Catarina.

#### **3.2. Objetivos Específicos**

- Analisar o roteiro das práticas experimentais realizadas atualmente no laboratório de química geral;
- Estudar mudanças aplicando os princípios de química verde no procedimento experimental das práticas de química geral;
- Desenvolver metodologias para a caracterização do resíduo sem identificação existente no laboratório de química geral;
- Adotar um sistema de rotulagem com finalidade de evitar a geração do resíduo sem identificação no laboratório de química geral;
- Estudar rotas seguras para a segregação e o tratamento dos resíduos produzidos pelos alunos e monitores do laboratório de química geral;
- Tratar os resíduos químicos gerados nas disciplinas oferecidas pelo laboratório;
- Reutilizar os compostos e substâncias recuperados ou obtidos a partir do tratamento nas práticas realizadas pelos laboratórios da química básica (laboratórios de química geral, laboratórios de química orgânica, laboratório de físico química, laboratório de química inorgânica e laboratórios de química analítica).

## 4. METODOLOGIA

### 4.1 Materiais e Reagentes

A **Tabela 1** expões os materiais, reagentes, vidraria e equipamentos utilizados para a realização deste trabalho.

**Tabela 1:** Materiais e reagentes utilizados.

<b>Materiais e reagentes</b>	<b>Vidraria e equipamentos</b>
Acetona P.A <i>Isofar</i> ,	Agitador magnético
Ácido clorídrico <i>Grupo Químico</i>	Aparelho de ponto de fusão
Ácido nítrico <i>Grupo Químico</i>	Balança semi-analítica <i>Bel Engineering</i>
Álcool em gel 70% araucária	Balões volumétricos
Álcool etílico 95% P.A <i>Isofar</i>	Barra magnética
Álcool n-butílico <i>Vetec</i>	Bastão de vidro
Amido solúvel <i>Vetec</i>	Béqueres
Carbonato de sódio <i>Manuchar</i>	Bico de Bunsen
Carvão ativado	Bureta
Cloreto de amônio <i>Nuclear</i>	Chapa de aquecimento
Cloreto de cálcio <i>Vetec</i>	Conjunto de caneta hidrocor <i>Faber Castell</i>
Cloreto de sódio <i>Nuclear</i>	Conta gotas
Éter etílico P.A <i>Nuclear</i>	Erlenmeyer
Hidrogenoftalato de potássio <i>Vetec</i>	Espátulas
Hidróxido de amônio <i>Grupo Químico</i> .	Estufa
Hidróxido de sódio <i>Vetec</i>	Fio nicromo
Nitrato de bário <i>Vetec</i>	Funil de decantação com rolha
Nitrato de prata <i>Vetex</i>	Funil de vidro
Querosene	Kitassatos
Solução de hipoclorito de sódio a 2,5% <i>Qboa</i>	Papel filtro retangular
Soluções tampão de calibração em pH 4,0, 7,0, 10,0	pHmetro <i>Quimis</i> ,
Vinagre <i>Hering</i>	Pipetas graduadas
	Pipetas volumétricas
	Placas de Petri
	Provetas de 50 mL
	Tubos de ensaio

## 4.2. Estudo e revisão das práticas experimentais realizadas no laboratório de química geral.

Com base na literatura e nas condições do laboratório de química geral, a primeira etapa deste trabalho se constituiu:

- do estudo e classificação dos experimentos quanto à geração de resíduos;
- da classificação e do levantamento dos resíduos no laboratório;
- da análise dos reagentes utilizados e dos resíduos gerados nos experimentos;
- da revisão do tratamento dos resíduos experimentais.

## 4.3. Caracterização do resíduo sem identificação.

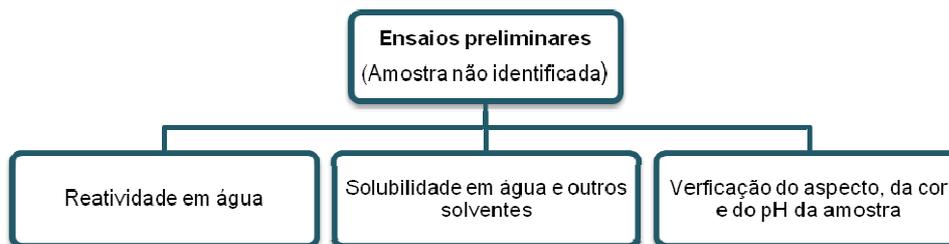
A identificação foi composta por duas etapas, sendo a primeira uma avaliação acerca da segurança e das propriedades do resíduo, definida como ensaios preliminares e a segunda etapa foi constituída pelos testes de identificação e de confirmação da identidade do resíduo não caracterizado (**Figura 1**).



**Figura 1:** Etapas para a caracterização do resíduo.

### 4.3.1. Ensaio preliminares.

As propriedades investigadas para estes resíduos foram a reatividade em água, a solubilidade em água e outros solventes e a verificação do aspecto, da cor e do pH da amostra não identificada (Figura 2). A cada teste as observações foram anotadas no rótulo do resíduo. A metodologia adotada para os ensaios preliminares foram baseadas em trabalhos existentes na literatura.<sup>6</sup>



**Figura 2.** Composição dos ensaios preliminares.

#### **4.3.1.1. Reatividade em água.**

Em uma placa de Petri, foram adicionados aproximadamente 0,25 g de resíduo sólido ou 0,25 mL de resíduo líquido, adicionou-se 4 gotas de água sobre o resíduo, o comportamento da amostra foi observado a cada gota de água adicionada. O experimento foi realizado para todos os resíduos sem identificação.

#### **4.3.1.2. Solubilidade em água e em outros solventes.**

Adicionou-se em um tubo de ensaio 2 mL de água destilada e 0,2 mL do resíduo líquido ou 0,2 g do resíduo sólido, o tubo foi agitado por alguns segundos e o comportamento da mistura foi acompanhado. O teste foi realizado para todos os resíduos líquidos não identificados, em água, éter etílico e etanol à temperatura ambiente.

#### **4.3.1.3. Aspecto, cor e pH.**

O pH de cada resíduo líquido solúvel em água foi mensurado vertendo em um béquer aproximadamente 30 mL de cada resíduo e submergindo o eletrodo de pH. Para resíduos sólidos o mesmo procedimento foi utilizado utilizando uma solução 10% do resíduo. A coloração e o aspecto dos resíduos, sejam estes sólidos ou líquidos, foram determinados visualmente.

### 4.3.2. Ensaio de identificação e confirmação.

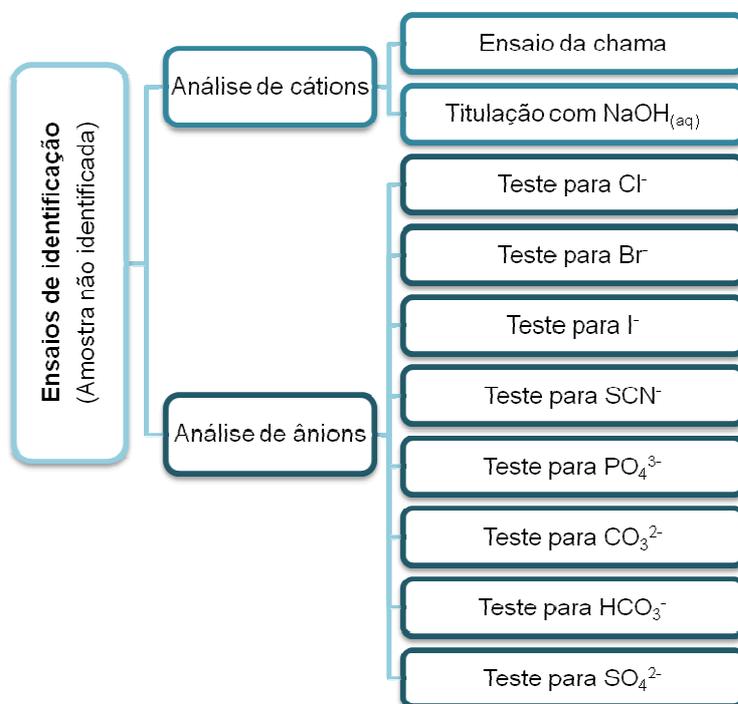
O ensaio de identificação foi realizado após a execução dos testes preliminares, os ensaios realizados foram divididos em duas partes, análise de cátions e análise de ânions (**Figura 3**) pois todos os resíduos eram inorgânicos.

#### 4.3.2.1. Análise de cátions.

Para a análise de cátions foram selecionados dois testes, o ensaio de chama e a titulação potenciométrica com hidróxido de sódio previamente padronizado.

##### 4.3.2.1.1. Ensaio da chama

A ponta do fio de níquel-cromo foi umedecida no álcool em gel 70% e colocada em contato com uma pequena amostra do resíduo sólido, após foi levada à chama de um bico de Bunsen, observou-se a coloração da chama para cada resíduo testado.



**Figura 3.** Análises realizadas para a identificação dos resíduos.

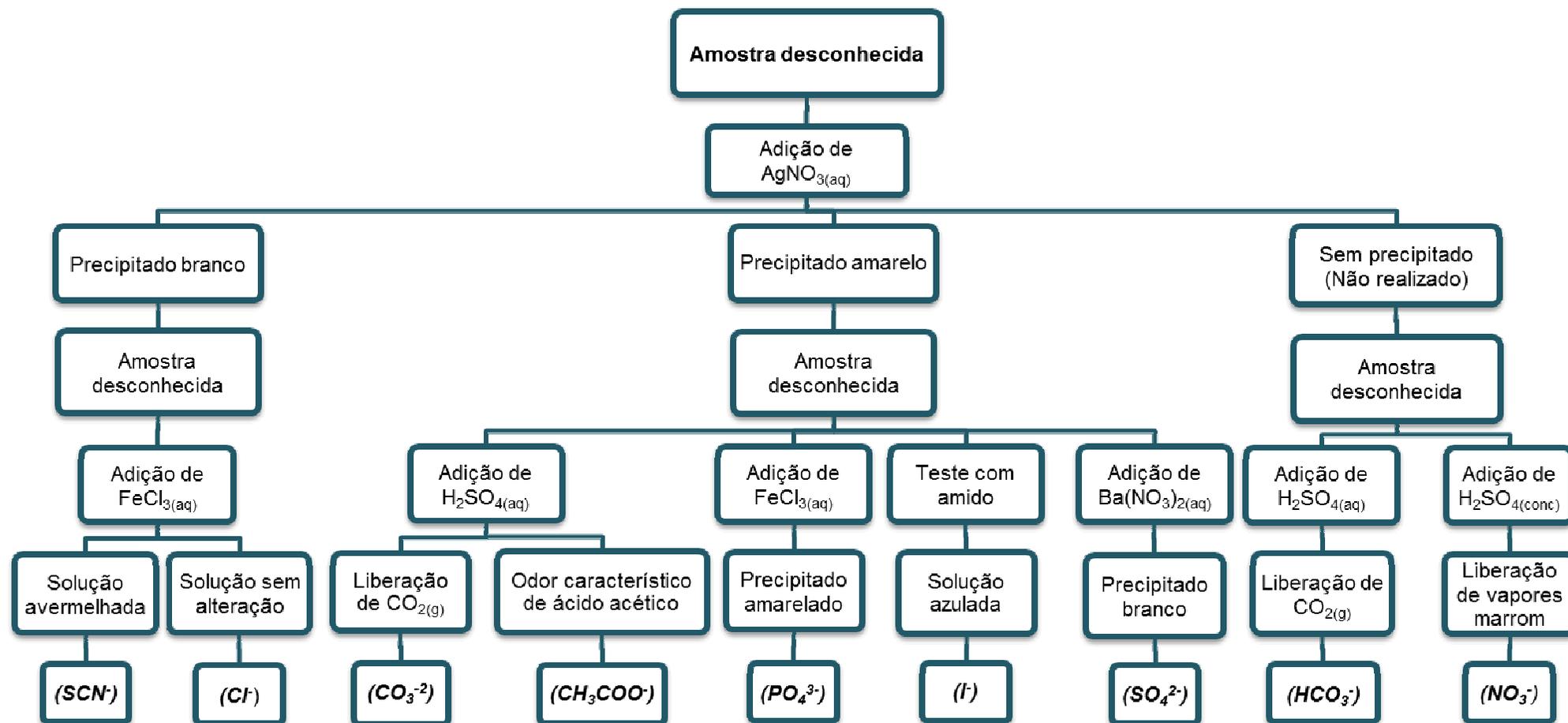
#### **4.3.2.1.2. Titulação potenciométrica com hidróxido de sódio.**

**Padronização:** Em um béquer se adicionou 5 mL da solução de hidrogenoftalato e água foi acrescentada ao béquer cobrindo a parte inferior do eletrodo. À bureta foi adicionado o hidróxido de sódio e iniciou-se a titulação. A titulação foi realizada usando alíquotas de 0,5 mL sucessivas até um volume de 10,0 mL da solução de NaOH. A cada alíquota de 0,5 mL de NaOH adicionado o pH era registrado. Após o procedimento determinou-se a concentração da solução do hidróxido de sódio.

**Procedimento:** Após a padronização do hidróxido de sódio realizou-se a determinação da concentração do resíduo ácido, para a execução se empregou o mesmo procedimento e aparato utilizado para a padronização. Foram utilizados 5 mL da solução do resíduo ácido. Calculou-se a concentração hidrogeniônica da solução de ácido.

#### **4.3.2.2. Análise de ânions.**

A análise de ânions foi realizada com reagentes disponíveis no laboratório. Os testes executados foram para a determinação dos ânions cloreto, brometo, iodeto, tiocianato, fosfato, carbonato, hidrogenocarbonato, sulfato, nitrato e acetato em resíduos solúveis em água. A **Figura 4** apresenta a sequência dos testes realizados.



**Figura 4.** Ensaio para a identificação de ânions para resíduos solúveis em água.

#### **4.3.2.2.1. Ensaio utilizando solução de nitrato de prata para resíduos solúveis em água.**

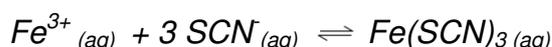
Em um tubo de ensaio foram adicionados 2 mL de solução de resíduo 10% (m/m). Ao tubo adicionou-se 5 gotas de ácido nítrico 0,1 mol L<sup>-1</sup> e algumas gotas da solução de nitrato de prata 1 mol L<sup>-1</sup>. Observou-se a formação de precipitado e sua coloração.

#### **4.3.2.2.2. Testes complementares para resíduos com formação de precipitado após a adição de AgNO<sub>3</sub> 1 mol L<sup>-1</sup>.**

**Resíduos com precipitado branco após reação com AgNO<sub>3(aq)</sub>:** Em um tubo de ensaio contendo 2 mL da solução de resíduo 10% (m/m) se adicionou 5 gotas de cloreto de Fe (III) 1 mol L<sup>-1</sup> e a coloração da solução foi observada. Se a solução não sofresse alteração da cor o íon em questão seria o cloreto.

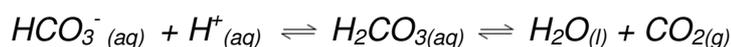


Caso a solução alterasse sua cor para vermelho o ânion correspondia a tiocianato. A coloração da solução é devido a formação de complexos indissociáveis em água de tiocianato de ferro (III).

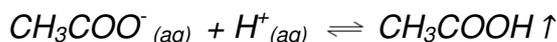


**Resíduos com precipitado amarelo após reação com AgNO<sub>3(aq)</sub>:** Os testes foram realizados na ordem em que são descritos, caso o resíduo apresentasse resultado positivo para algum teste tinha seu ânion identificado e não era necessário realizar os demais testes. Caso o resíduo não tivesse resultado positivo para os testes A, B, C e D o teste de confirmação de brometo era realizado.

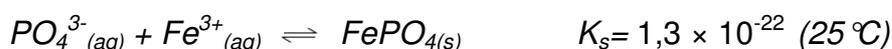
- **Teste A:** Em um tubo de ensaio adicionou-se 2 mL da solução de resíduo a 10%. Ao tubo se adicionou 1 mL de uma solução de ácido sulfúrico 1 mol L<sup>-1</sup>. Caso houvesse a liberação de CO<sub>2(g)</sub> o ânion correspondia à hidrogenocarbonato.



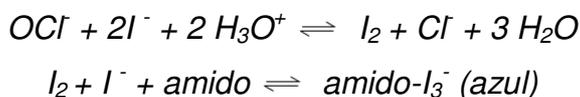
Se houvesse liberação de odor de ácido acético o ânion correspondia à acetato.



- **Teste B:** Em um tubo de ensaio 2 mL da solução de resíduo foram adicionados, sobre o resíduo adicionou-se 5 gotas da solução de cloreto de Fe (III) 1 mol L<sup>-1</sup>. Se houvesse a formação de precipitado amarelado o ânion correspondia a fosfato.



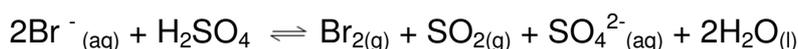
- **Teste C:** Em um tubo de ensaio adicionou-se 2 mL da solução de resíduo a 10%. No tubo adicionou-se lentamente 10 gotas de uma solução de hipoclorito de sódio e 4 gotas de uma solução de ácido clorídrico 0,1 mol L<sup>-1</sup>. Observou-se o comportamento da solução. 3 gotas da solução de amido foram adicionadas. Observou-se a coloração da solução, se a mesma se apresentasse azulada o ânion em questão seria o iodeto.



- **Teste D:** Em um tubo de ensaio 2 mL da solução de resíduo foram adicionados, ao tubo 5 gotas da solução de nitrato de bário foram acrescentadas. Repetiu-se este teste para todos os resíduos de interesse, excetuando os resíduos que apresentaram resultados positivos a algum ânion nos testes anteriores. A formação de precipitado branco sugeria que o ânion em questão seria o sulfato.



- **Teste de confirmação para brometo (resíduo com resultados negativos nos testes anteriores):** Em um tubo de ensaio adicionou-se 2 g do resíduo sólido em questão e 0,5 mL de ácido sulfúrico concentrado. O tubo foi aquecido em banho-maria à aprox. 100 °C. A liberação de vapores de cores vermelho acastanhadas e a mudança da coloração da solução sugeria que o ânion presente no resíduo se tratava de brometo.



#### 4.3.2.2.3. Ensaio para resíduo insolúvel em água

O ensaio se apresenta esquematizado na **Figura 5**. Em um tubo de ensaio adicionou-se 2 mL da solução de resíduo a 10%. Ao tubo se adicionou 1 mL de uma solução de ácido sulfúrico 1 mol L<sup>-1</sup>. Caso houvesse a liberação de CO<sub>2(g)</sub> o ânion correspondia à carbonato.



**Figura 5:** Ensaio para a identificação de ânions para resíduos insolúveis em água.

#### 4.4. Modificação de experiências para a utilização de reagentes de menor toxicidade e minimização de resíduos no laboratório.

##### 4.4.1. Modificações no experimento de Solubilidade

O experimento foi realizado conforme o procedimento da parte A informado pelo livro texto da disciplina (Anexo I), mas a quantidade de reagentes utilizada foi alterada. A **Tabela 2** apresenta os valores utilizados na prática e os valores testados no presente trabalho.

Outro ensaio realizado foi testar a proporção de 1 mL de butanol e 0,5 mL de água em um tubo de ensaio. Após a realização do procedimento foi observado se houve alteração do comportamento das misturas utilizando os volumes propostos com relação ao volume recomendado.

**Tabela 2.** Prática de solubilidade: volumes de solventes atuais e propostos.

Tubos	Volume indicado pelo livro texto		Volumes testados			
			Teste 1		Teste 2	
1	3 mL de H <sub>2</sub> O	1 mL de etanol	1,5 mL de H <sub>2</sub> O	0,5 mL de etanol	1 mL de H <sub>2</sub> O	0,5 mL de etanol
2	3 mL de H <sub>2</sub> O	1 mL de 1- butanol	1,5 mL de H <sub>2</sub> O	0,5 mL de 1- butanol	1 mL de H <sub>2</sub> O	0,5 mL de 1- butanol
3	3 mL de H <sub>2</sub> O	1 mL de querosene	1,5 mL de H <sub>2</sub> O	0,5 mL de querosene	1 mL de H <sub>2</sub> O	0,5 mL de querosene
4	3 mL Etanol	1 mL de 1-butanol	1,5 mL etanol	0,5 mL de 1-butanol	1 mL etanol	0,5 mL de 1-butanol
5	3 mL Etanol	1 mL de querosene	1,5 mL etanol	0,5 mL de querosene	1 mL etanol	0,5 mL de querosene
6	3 mL de 1-butanol	1 mL de querosene	1,5 mL de 1-butanol	0,5 mL de querosene	1 mL de 1-butanol	0,5 mL de querosene

#### 4.4.2. Modificações no experimento de Cromatografia em papel

Seguiu-se o procedimento informado pelo livro texto da disciplina (Anexo II), mas a composição dos solventes utilizados para eluir o cromatograma de canetas hidrocor foi modificada. Foram testadas combinações entre os solventes: etanol, 1-butanol, água, solução de ácido clorídrico, acetona, vinagre, solução de cloreto de sódio e solução de cloreto de amônio em diferentes concentrações e proporções.

#### 4.5. Desenvolvimento e adaptação de metodologias para o tratamento dos resíduos no laboratório

Os resíduos existentes no laboratório foram separados de acordo com as práticas que os geraram para que fossem tratados junto destas.

##### 4.5.1. Tratamento dos resíduos da experiência de Solubilidade

O resíduo é composto por 7 frascos. A **Tabela 3** informa a composição de cada frasco.

**Tabela 3.** Prática de solubilidade: composição dos frascos de resíduos.

Frasco	1	2	3	4	5	6	7
Composição	Água +	Água +	Água +	Etanol +	Etanol +	Butanol +	Querosene com iodo + Água
	Etanol	Butanol	querosene	querosene	Butanol	querosene	

Procedeu-se da seguinte forma para os resíduos:

Resíduo frasco 1: Não necessitou tratamento. Utilizado para a lavagem de vidrarias.

Resíduo frasco 2: Não foi tratado. Destinado para tratamento terceirizado

Resíduo frasco 3: O resíduo foi adicionado ao funil de decantação e esperou-se a separação de fase, após a água foi coletada separadamente do querosene. A água foi descartada na pia e o querosene disposto em recipiente identificado. A água de descarte apresentou-se homogênea, incolor e inodora.

Resíduo frasco 4: O resíduo foi adicionado ao funil de decantação e foi adicionada água destilada, agitou-se o funil e esperou a separação de fase, após o querosene foi coletado separadamente da água com etanol. O querosene foi colocado no recipiente adequado e a água com etanol foi desprezada na pia. A solução hidroalcolica de descarte se apresentou homogênea e incolor.

Resíduo frasco 5: Não foi tratado. Encaminhado para tratamento terceirizado

Resíduo frasco 6: Não foi tratado. Encaminhado para tratamento terceirizado

Resíduo frasco 7: O resíduo foi adicionado ao funil de decantação e esperou-se a separação de fase. Coletaram-se as fases. A água foi desprezada na pia e a solução de querosene com iodo foi para tratamento terceirizado. A água de descarte apresentou-se homogênea, incolor e inodora.

#### **4.5.2. Tratamento dos resíduos da experiência de oxidação e redução.**

O resíduo é composto por metais sólidos que não reagiram, total ou parcialmente, e 3 frascos de solução. A **Tabela 4** informa a composição de cada frasco de resíduo.

**Tabela 4.** Composição dos resíduos da prática de oxidação e redução.

Frasco	1	2	3
<b>Composição</b>	ZnSO <sub>4</sub> 0,1 M com traços de Mg <sup>2+</sup>	CuSO <sub>4</sub> 0,1 M com traços de Mg <sup>2+</sup> , Zn <sup>2+</sup> e Fe <sup>2+</sup>	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 3 M com traços de Mg <sup>2+</sup> , Zn <sup>2+</sup> e Fe <sup>2+</sup>

Procedeu-se da seguinte forma para tratar o resíduo de cada frasco:

Resíduo frasco 1: Na<sub>2</sub>CO<sub>3(s)</sub> foi adicionado até pH ≅ 8, observou-se a formação de precipitado de coloração branco-amarelada, filtrou-se por gravidade. O filtrado se

apresentou incolor, o pH deste foi neutralizado com ácido sulfúrico  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$  e descartado na pia. O precipitado foi seco em estufa e estocado.

Resíduo frasco 2: Adicionou-se a este resíduo  $\text{Na}_2\text{CO}_{3(s)}$  até  $\text{pH} \cong 8$ , observou-se a formação de precipitado de cor verde clara, filtrou-se por gravidade. O filtrado se apresentou incolor, a solução foi neutralizada com ácido sulfúrico  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$  e descartada na pia. O precipitado foi seco em estufa e estocado.

Resíduo frasco 3:  $\text{Na}_2\text{CO}_{3(s)}$  foi adicionado ao resíduo até  $\text{pH} \cong 6$ , observou-se a formação de precipitado de coloração acastanhada, este foi filtrado por gravidade, o filtrado apresentou coloração amarelada, a ele se adicionou  $\text{Na}_2\text{CO}_{3(s)}$  até  $\text{pH}=8$ , obteve-se a formação de mais precipitado, o qual foi filtrado. A solução filtrada apresentou coloração levemente amarelada, esta solução foi neutralizada com ácido sulfúrico  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$  e descartada na pia.

Metais: Os metais foram encaminhados para tratamento por empresa terceirizada.

#### **4.5.3. Tratamento dos resíduos da experiência Princípio de Le Chatelier e equilíbrio químico**

**Quantificação de  $\text{Cr}^{6+}$  em solução:** Do resíduo foi separado uma alíquota de 50 mL em um béquer, a este se adicionou vagarosamente 7,5 mL de ácido sulfúrico  $9 \text{ mol L}^{-1}$ . Posicionou-se dentro do béquer um termômetro e a temperatura foi acompanhada para que não excedesse a  $40^\circ\text{C}$ . Em seguida 3 mL de álcool etílico 95% foi adicionado à solução. A solução foi deixada na capela por 1 dia, notou-se a mudança da coloração. Ao béquer se adicionou  $\text{Na}_2\text{CO}_{3(s)}$  até que o  $\text{pH} \cong 8$ . A solução foi filtrada a vácuo. O filtrado, incolor, foi descartado na pia, o sólido foi levado para secagem na estufa a  $80^\circ\text{C}$  por 2 horas. O sólido foi pesado após a secagem e determinou-se a concentração de  $\text{Cr}^{6+}$  no resíduo.

**Tratamento do  $\text{Cr}^{6+}$ :** A quantidade de resíduos da prática de equilíbrio químico existentes no laboratório era de 10 L. Assim realizou-se o mesmo procedimento da quantificação utilizando massas apropriados de reagentes para o tratamento de todo o resíduo. O cálculo da massa de álcool etílico e ácido sulfúrico necessários para a redução total do  $\text{Cr}^{6+}$  foi realizada com base na quantificação. Utilizou-se um excesso de 30% de cada reagente.

#### **4.5.4. Tratamento dos resíduos da prática de produção do alúmen e titulação ácido-base**

**Produção do alúmen:** O resíduo é uma solução ácida composta pelo excesso de ácido sulfúrico adicionado para a formação do alúmen. O tratamento desse resíduo foi realizado adicionando  $\text{Na}_2\text{CO}_{3(s)}$  até  $\text{pH} \cong 7$ , observou-se nesse pH um sólido, que foi filtrado por gravidade e armazenado, a solução obtida apresentou-se incolor e neutra sendo então desprezada na pia.

**Titulação ácido-base:** O resíduo é composto por uma solução aquosa básica gerada pelo excesso de base. O tratamento foi feito adicionando ácido sulfúrico  $9 \text{ mol L}^{-1}$  até  $\text{pH} \cong 7$  e a solução foi desprezada na pia com água corrente.

#### **4.5.5. Tratamento e destino dos reagentes fora de especificação**

**Recristalização da acetanilida:** Colocou-se em um béquer 164,0 g da acetanilida impura e água fervente foi adicionada. A solução foi levada a aquecimento. Adicionou-se 4 g de carvão ativado à solução e deixou a solução em ebulição por 5 minutos. A solução foi filtrada a  $60^\circ\text{C}$  por gravidade e o filtrado foi deixado em repouso à temperatura ambiente por um dia. Observou-se o aparecimento de precipitado e a solução foi filtrada, lavada e seca. Determinou-se o ponto de fusão dos cristais obtidos.

**Recristalização do ácido acetilsalicílico:** 22,4g do reagente impuro foram transferidos para um béquer e adicionou-se 100 mL de etanol. O béquer foi levado ao banho-maria até a temperatura entre  $50\text{-}60^\circ\text{C}$ . Filtrou-se a solução a quente. O filtrado foi retirado do aquecimento e adicionou-se a este gotas de água até o turvamento. A solução foi deixada em repouso por um dia à temperatura ambiente. O precipitado formado foi filtrado e seco em estufa. O ponto de fusão dos cristais formados foi determinado.

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Durante o semestre letivo de 2011-2 o laboratório de química geral (QMC 106/108) atendeu o total de 314 alunos, sendo 102 alunos dos cursos de química, licenciatura e bacharelado, e 212 dos demais cursos.

### 5.1. Análise dos experimentos oferecidos pelo laboratório de química geral

Durante o semestre, são oferecidas 12 práticas experimentais para os alunos matriculados nos cursos atendidos pelo laboratório de química geral. Com a análise dos experimentos foi possível classificá-los quanto à geração de resíduo ou quanto à viabilidade de modificações com objetivo de facilitar o tratamento, minimizar ou eliminar a geração de resíduos e aumentar a segurança dos experimentos. As experiências oferecidas no laboratório são: Medidas e tratamento de dados, Temperatura de fusão de uma substância, Solubilidade, Cromatografia em papel, Oxidação e redução, As velocidades das reações químicas, Princípio de Le Chatelier e Equilíbrio Químico, Titulação ácido-base, Calor de reação e Calor de solidificação, Determinação da massa mola de um gás, Produção do Alúmen e uma prática não fixa, variando de semestre para semestre, podendo ou não gerar resíduos esta não foi contabilizada neste estudo.

Os experimentos foram classificados conforme a **Tabela 5**.

**Tabela 5.** Classificação dos experimentos oferecidos pelo laboratório.

Experimentos geradores de resíduos	Experimentos passíveis de mudanças
Solubilidade	Solubilidade
Cromatografia	Cromatografia
Oxidação e redução	Titulação ácido-base
Velocidades das reações químicas	Produção do Alúmen
Equilíbrio químico	
Titulação ácido-base	
Produção de Alúmen	

Dos 11 experimentos estudados, 7 geram resíduos químicos que necessitam de tratamento e 4 puderam ser modificados neste trabalho. Verificou-se que dos 7

experimentos geradores de resíduo 6 poderiam ser tratados (excetuando-se a cromatografia), total ou parcialmente, no próprio laboratório com os equipamentos disponíveis. Os experimentos que geram resíduos e os que podem ser modificados foram o alvo de pesquisa deste trabalho.

## 5.2. Classificação dos resíduos do laboratório de química geral

Foi realizado um levantamento de todos os resíduos existentes e produzidos no laboratório. Após esta investigação, observou-se que os resíduos eram compostos tanto por resíduos ativos, quanto por resíduos passivos. Objetivando uma melhor organização dos resultados, estes resíduos foram reclassificados em três categorias:

**Resíduos de experimentos (resíduo ativo):** Resíduos gerados pelos experimentos oferecidos pelo laboratório de química geral.

**Resíduos sem identificação:** Resíduos não caracterizados derivados de práticas anteriores, de reagentes sem rótulos ou de reagentes com rótulos degradados.

**Reagentes fora de especificação:** Reagentes impróprios para serem utilizados nas experiências devido a impurezas, mofo e aspectos físico fora do padrão.

Visto que as metodologias de tratamento, a identificação e o estudo acerca da produção de resíduos são singulares para cada classe de resíduos, optou-se apresentar os dados e os resultados separadamente para cada classificação.

## 5.3. Resíduos Sem identificação

Nesta classe foram dispostos todos os resíduos existentes no laboratório sem rótulos ou sem informações sobre a sua composição como reagentes armazenados, onde os rótulos foram degradados durante o tempo de estocagem. A **Figura 6** ilustra as etapas realizadas para atender este tipo de resíduo.



**Figura 6.** Etapas para a identificação de resíduos sem rótulos

### 5.3.1. Levantamento dos resíduos sem identificação

Realizou-se uma investigação em todos os locais do laboratório com a finalidade de encontrar reagentes e frascos sem rótulos, levantou-se todos os resíduos sem rótulos encontrados e suas quantidades (**Tabela 6**).

**Tabela 6.** Levantamento dos resíduos sem identificação do laboratório.

Resíduo	Quantidade	Observações
A	1000 g	Sólido branco, reagente sem rótulo.
B	300 g	Sólido branco, reagente sem rótulo.
C	50 g	Sólido branco, tampa com inscrição "Ba02".
D	700 g	Sólido branco, reagente sem rótulo.
E	2000 mL	Líquido incolor, reagente sem rótulo.

### 5.3.2. Caracterização dos resíduos

A etapa seguinte ao levantamento foi a caracterização dos resíduos. Esta foi dividida em ensaios preliminares, onde se avaliou a segurança de manuseio e as propriedades do resíduo e os ensaios de identificação e confirmação do resíduo.

#### 5.3.2.1. Ensaio preliminares

Para a realização dos ensaios preliminares, foram estudados os reagentes disponíveis no laboratório, os resíduos gerados por cada prática e as soluções preparadas pelos monitores para cada experimento. Com base nessas informações concluiu-se que a probabilidade de existir algum resíduo não identificado que oferecesse riscos como combustão espontânea ou reatividade em água era baixa.

Os ensaios preliminares foram compostos por teste de reatividade em água, teste de solubilidade em água, éter etílico e álcool etílico e a observação da cor, aspecto e pH. A **Tabela 7** apresenta os resultados obtidos nos testes preliminares.

**Tabela 7.** Resultado dos ensaios preliminares.

Resíduo	Reatividade em água	Solubilidade			pH	aspecto
		água	etanol	éter		

<b>A</b>	Não	Sim	Não	Não	7,2	Sólido branco cristalino
<b>B</b>	Não	Sim	Não	Não	6,7	Sólido branco cristalino
<b>C</b>	Não	Não	Não	Não	-	Sólido branco, pó fino.
<b>D</b>	Não	sim	Não	Não	7,0	Sólido branco cristalino
<b>E</b>	Não	Sim	Sim	Não	<1	Líquido incolor

Com base nas informações obtidas, pôde-se redirecionar melhor os testes de identificação para cada resíduo.

Suspeitou-se após os ensaios preliminares que os sólidos A, B e D poderiam corresponder a sais inorgânicos e que o líquido E devido ao baixo valor de pH, mesmo após várias diluições pudesse ser algum ácido concentrado.

### 5.3.2.2. Ensaio de identificação

Os ensaios de identificação foram divididos em análise de cátions e análise de ânions para os resíduos solúveis em água e também para o sólido insolúvel (C).

#### 5.3.2.2.1. Análise de cátions

Para os sólidos, a análise de cátions foi realizada pelo ensaio da chama. A **Tabela 8** mostra a coloração obtida para cada resíduo e o resultado encontrado na literatura correspondente a cada coloração.

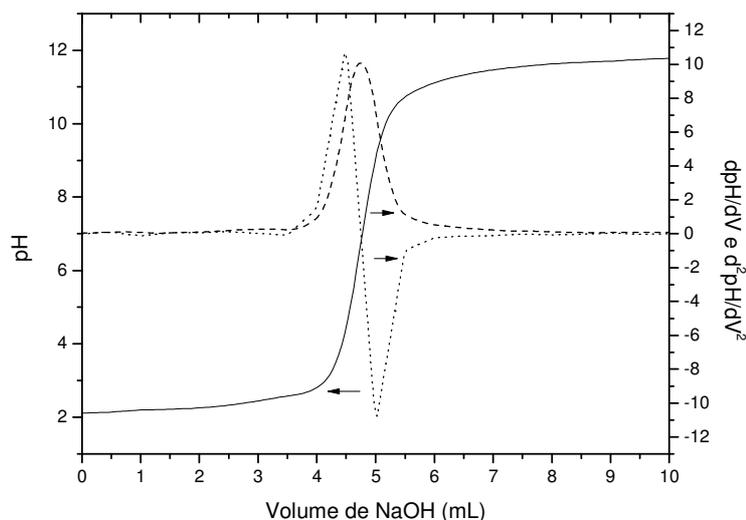
**Tabela 8.** Resultados do ensaio da chama.

Resíduo	Cor da chama	Identidade do cátion
<b>A</b>	Amarelada	Sódio (Na <sup>+</sup> )
<b>B</b>	Amarelada	Sódio (Na <sup>+</sup> )
<b>C</b>	Esverdeada	Bário (Ba <sup>2+</sup> )
<b>D</b>	Amarelada	Sódio (Na <sup>+</sup> )

A coloração obtida para os sólidos A, B e D foi a mesma, a cor amarela intensa formada após a adição do fio nicromo com o sólido à chama é característica do elemento sódio, não foram percebidas outras nuances de cor além do amarelo. A cor verde limão, percebida na chama do composto C, vai ao encontro da inscrição na tampa do frasco, trata-se de um composto de bário.

Outra investigação que foi realizada foi a determinação da concentração de íons H<sub>3</sub>O<sup>+</sup> no resíduo líquido. A titulação potenciométrica do frasco E foi realizada

com o resíduo à 1% (v/v). A solução de hidróxido de sódio foi padronizada pela titulação potenciométrica e o valor obtido para a concentração da solução foi de  $0,115 \text{ mol L}^{-1}$ . A curva da titulação do resíduo com hidróxido de sódio  $0,115 \text{ mol L}^{-1}$  é mostrada na **Figura 7**, assim como a primeira e segunda derivada calculada a partir dos dados obtidos na titulação.



**Figura 7.** Titulação potenciométrica do resíduo E. A linha (—) refere-se à curva de titulação, a linha tracejada (---) refere-se à primeira derivada e a linha pontilhada (···) à segunda derivada.

O valor que intercepta o eixo das abcissas pela segunda derivada corresponde ao volume de titulante no ponto de equivalência (P.E.), com este dado o valor da concentração do ácido no resíduo foi calculado (**Tabela 9**).

**Tabela 9.** Valores de concentração obtido na titulação para o resíduo.

<b>Volume de NaOH no P.E.</b>	4,72 mL
<b>Concentração de <math>\text{H}_3\text{O}^+</math> no resíduo</b>	$10,9 \text{ mol L}^{-1}$

Com a titulação potenciométrica, confirmou-se que o resíduo E era um ácido concentrado.

### 5.3.2.2.2. Análise de ânions

A análise de ânions foi realizada para todos os resíduos, esta seguiu o fluxograma apresentado na **Figura 4**. A **Tabela 10** apresenta o resultado dos ensaios para a análise de ânions.

**Tabela 10.** Resultado dos ensaios de identificação de ânions.

Resíduo	Testes	Observação	Resultado
<b>Frasco A</b>	Adição de $\text{AgNO}_{3(\text{aq})}$	Precipitado branco	Cloreto ( $\text{Cl}^-$ )
	Adição de $\text{SCN}^-$	Sem alteração	
<b>Frasco B</b>	Adição de $\text{AgNO}_3$	Precipitado amarelo	Brometo ( $\text{Br}^-$ )
	Adição de $\text{H}_2\text{SO}_{4(\text{aq})}$	Sem alteração	
	Adição de $\text{FeCl}_{3(\text{aq})}$	Sem alteração	
	Adição de $\text{Ba}(\text{NO}_3)_{2(\text{aq})}$	Sem alteração	
	Teste do amido	Sem alteração	
	Confirmação para brometo	Vapores castanho	
<b>Frasco C</b>	Adição de $\text{H}_2\text{SO}_{4(\text{aq})}$	Liberação de $\text{CO}_{2(\text{g})}$	Carbonato ( $\text{CO}_3^{2-}$ )
	Adição de $\text{CaCl}_{2(\text{aq})}$	Precipitado branco	
<b>Frasco D</b>	Adição de $\text{AgNO}_{3(\text{aq})}$	Precipitado branco	Cloreto( $\text{Cl}^-$ )
	Adição de $\text{FeCl}_{3(\text{aq})}$	Sem alteração	
<b>Frasco E</b>	Adição de $\text{AgNO}_{3(\text{aq})}$	Precipitado branco	Cloreto( $\text{Cl}^-$ )
	Adição de $\text{FeCl}_{3(\text{aq})}$	Sem alteração	

Foram identificados com sucesso todos os ânions. O Frasco A, D e E corresponderam ao mesmo ânion, cloreto. A adição do nitrato de prata formou um precipitado branco, este poderia corresponder tanto à cloreto de prata quanto tiocianato de prata, deste modo realizou-se o teste com a adição de cloreto férrico. Se houvesse tiocianato em solução, com a adição de  $\text{FeCl}_{3(\text{aq})}$ , a solução se tornaria vermelha devido a formação de um complexo desta cor formado pelos íons  $\text{Fe}(\text{III})$  e tiocianato. Como não foi observado nenhuma alteração de cor, a não ser a cor amarela do cloreto férrico, o ânion dos frascos A, D e E era cloreto.

O frasco B com a adição da solução de nitrato de prata apresentou um precipitado amarelo, este precipitado poderia ser formado pelos ânions, brometo,

iodeto, sulfato, carbonato e fosfato. Foi verificado se o ânion correspondia à carbonato adicionando ácido sulfúrico diluído, como não foi observado a liberação de gás carbônico o composto não apresentava este ânion. No próximo teste se verificou a presença de iodeto adicionando a solução a 10% do resíduo uma solução de hipoclorito de sódio e algumas gotas de ácido clorídrico. O íon hipoclorito em presença de iodeto em um meio ácido é reduzido à cloreto enquanto o iodeto é oxidado à iodo, a solução se torna marrom e o iodo livre poderia ser identificado pela solução de goma de amido. O teste para iodeto deu negativo. Realizou-se a investigação para ânions fosfato adicionando cloreto férrico na solução do resíduo. O fosfato em presença de Fe (III) forma um precipitado branco amarelado, fosfato de Fe (III). O teste para fosfato deu negativo. O próximo íon a ser testado foi o sulfato, para tal realizou-se a adição de nitrato de bário ao resíduo aquoso. O cátion  $Ba^{2+}$  em presença de sulfato dá origem a um precipitado branco de sulfato de bário. O teste para sulfato deu negativo. A ordem de testes foi respeitada pois o íon fosfato também precipita em soluções contendo  $Ba^{2+}$ , assim o teste para fosfato deve anteceder o teste para sulfato. Outro problema é que carbonatos precipitam com a adição de cloreto férrico, de modo que o teste de carbonatos deve preceder o de fosfatos. Como o composto em questão não se apresentou positivo para os testes realizados, suspeitou-se que o mesmo se tratava de brometo, assim se realizou o teste para confirmação de brometo. Neste teste algumas gotas de ácido sulfúrico concentrado foram adicionadas sobre o resíduo, após a adição foi perceptível a formação de uma solução de cor alaranjada com desprendimento de vapores de bromo após o aquecimento. Ao se realizar o teste para a confirmação de brometo o resultado foi positivo, o resíduo do frasco B continha o ânion brometo.

A análise do frasco C revelou que o ânion presente no composto era o carbonato. Nos testes preliminares foi verificada a insolubilidade do composto C em água. O primeiro teste realizado foi a adição de ácido com a finalidade de solubilizar o composto, ao se adicionar ácido sulfúrico se observou desprendimento de  $CO_{2(g)}$  para a atmosfera, dessa forma o íon presente na amostra foi identificado como carbonato, pois o hidrogenocarbonato de bário é solúvel em água.

Na **Figura 4**, são apresentado também testes para identificar ânions acetato e nitrato, estes não precisaram ser realizados neste trabalho.

### 5.3.3. Implantação um sistema de rotulagem padronizado

Após o processo de caracterização foi possível a identificação de todos os resíduos antes sem informação sobre a sua composição. A **Tabela 11** apresenta os frascos de resíduos devidamente identificados e o destino dado a cada reagente.

**Tabela 11.** Identificação do resíduo antes não caracterizado e destinação.

Resíduo	Nome do composto	Destino
<b>A</b>	Cloreto de sódio	Utilização em experimentos
<b>B</b>	Brometo de sódio	Utilização em experimentos
<b>C</b>	Carbonato de bário	Encaminhado para tratamento
<b>D</b>	Cloreto de sódio	Utilização em experimentos
<b>E</b>	Ácido clorídrico conc.	Utilização em experimentos

Com a finalidade de eliminar a geração de resíduos sem identificação no laboratório, elaborou-se um rótulo padrão (**Figura 8 – Item A**) para soluções e misturas preparadas pelos frequentadores do laboratório. No rótulo todas as informações devem ser preenchidas à lápis.

Foi implantado também um sistema de rotulagem para o destino dos resíduos após o término dos experimentos. Estes rótulos foram adotados de trabalhos anteriores<sup>11</sup>. **A Figura 8** também apresenta os três tipos de rótulos utilizados: resíduo, insumo e rejeito.

O rótulo “RESÍDUO” é atribuído aos resíduos que necessitam de um tratamento, que possa ser realizado no local, para serem reutilizado. O rótulo “INSUMO” é destinado aos resíduos que podem ser prontamente utilizados como reagentes e o rótulo “REJEITO” é conferido aos resíduos que serão encaminhado para tratamento fora do laboratório.

Todos os rótulos devem ser afixados com fitas transparentes de modo a cobrir totalmente o rótulo e preenchidos à lápis pois em contato com a água, canetas e canetas hidrocor se tornam ilegíveis gerando novamente um resíduo não identificado.

**A**

LABORATÓRIO DE QUÍMICA BÁSICA  
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

Identificação: \_\_\_\_\_

Concentração: \_\_\_\_\_ Data de preparação: \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_

Nome do responsável: \_\_\_\_\_

Observações: \_\_\_\_\_

ATENÇÃO: PREENCHIMENTO A LÁPIS OBRIGATÓRIO

**B**

**RESÍDUO** Identificação do resíduo: \_\_\_\_\_

Laboratório: \_\_\_\_\_

Informações sobre o resíduo: \_\_\_\_\_

Observações: \_\_\_\_\_

Responsável: \_\_\_\_\_

Data: \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA – UFSC

**C**

**INSUMO** Identificação do resíduo: \_\_\_\_\_

Laboratório: \_\_\_\_\_

Informações sobre o resíduo: \_\_\_\_\_

Observações: \_\_\_\_\_

Responsável: \_\_\_\_\_

Data: \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA – UFSC

**D**

**REJEITO** Identificação do resíduo: \_\_\_\_\_

Laboratório: \_\_\_\_\_

Informações sobre o resíduo: \_\_\_\_\_

Observações: \_\_\_\_\_

Responsável: \_\_\_\_\_

Data: \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA – UFSC

**Figura 8.** Rótulos desenvolvidos e implantados para o preparo de soluções e gerenciamento dos resíduos após a prática experimental

### 5.5. Reagentes fora de especificação para utilização

Os reagentes classificados como fora de especificação para serem utilizados foram catalogados e procurou-se informações na literatura para a recuperação destes reagentes. Os reagentes diagnosticados como impróprios para a utilização são listados na **Tabela 12** bem como a quantidade de cada.

**Tabela 12.** Reagentes impróprios para utilização e suas quantidades.

Reagentes	Quantidade
Acetanilida	164 g
Ácido Acetilsalicílico (AAS)	22,4 g
Nitrato de Bário	300 g

Utilizou-se a técnica de recristalização para purificar os reagentes acetanilida e AAS. O Reagente Nitrato de bário foi encaminhado para tratamento terceirizado devido a sua alta toxicidade.

O solvente empregado na recristalização da acetanilida foi a água, pois a acetanilida é solúvel em água a temperaturas elevadas, enquanto a sua solubilidade

em água a temperatura ambiente é baixa. A acetanilida estava contaminada com um composto apolar pois após a total dissolução do sólido se verificou a formação de bolhas líquidas insolúveis na água. Obteve-se a purificação da acetanilida com êxito, o ponto de fusão determinado foi de 113,1-114,5°C, enquanto a literatura reporta o valor de 115°C. Os cristais de acetanilida apresentaram-se bem formados e em formas de agulhas e incolores. O composto contaminante da acetanilida era o naftaleno, isto foi percebido pelo odor do sólido formado no papel filtro quando a solução foi filtrada a 60°C. O naftaleno foi encaminhado para tratamento terceirizado.

A solubilidade do AAS em etanol aumenta com a temperatura, dessa forma o solvente escolhido para a recristalização foi o etanol. O aquecimento da solução foi realizado em banho-maria devido à instabilidade do ácido acetilsalicílico a temperaturas elevadas e também pela segurança na manipulação do etanol quente. Os cristais de AAS oriundos do processo, se apresentaram bem definidos, com o aspecto de flocos de cor branca, quando a cristalização não ocorre lentamente o aspecto do AAS é semelhante a pó de vidro e há maior probabilidade de impurezas estarem presentes no produto. O ponto de fusão obtido para a amostra purificada foi de 133,1-135, °C, enquanto a literatura reporta o valor de 135°C.

## **5.6. Resíduos dos experimentos**

Neste tópico é abordado a segregação dos resíduos, os reagentes utilizados, a composição do resíduo e as modificações propostas para cada experimento. Para melhor organização as informações são dispostas de acordo com as práticas. Os experimentos discutidos foram: solubilidade, cromatografia, oxidação e redução, equilíbrio químico, titulação ácido-base e produção do alúmen.

### **5.6.1. Solubilidade**

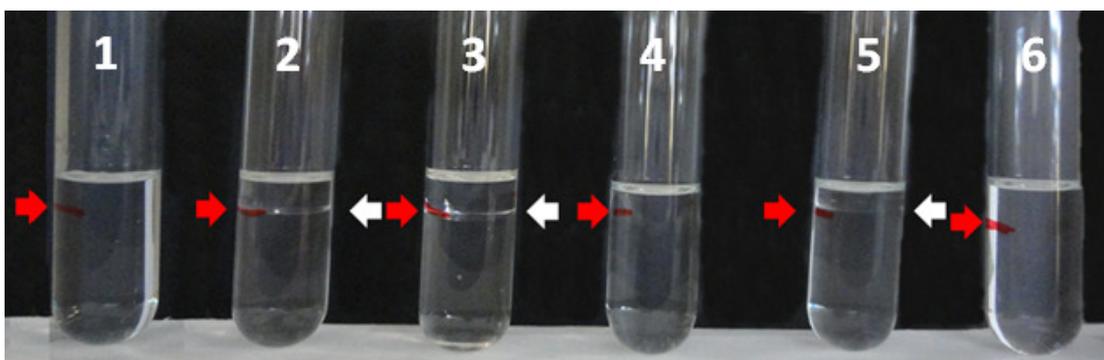
A experiência de solubilidade é dividida em duas etapas (Anexo I), a primeira aborda a miscibilidade entre líquidos e a segunda etapa a extração. A etapa de extração não foi alterada.

A miscibilidade de líquidos envolve a utilização de 4 solventes que são misturados entre si e cabe ao aluno classificar as misturas como miscível,

parcialmente miscível e imiscível. A **Tabela 13** apresenta os resultados observados pela maioria dos alunos e a **Figura 9** ilustra os resultados observados.

**Tabela 13.** Dados observados para o experimento de solubilidade.

Tubo	Misturas	Miscível	Parcialmente miscível	Imiscível
1	3mL de água + 1mL de etanol	x		
2	3mL de água + 1mL de 1-butanol			x
3	3mL de água + 1mL de querosene			x
4	3mL de etanol + 1mL de 1-butanol	x		
5	3mL de etanol + 1mL de querosene			x
6	3mL de 1-butanol + 1mL de querosene	x		



**Figura 9.** Verificação da miscibilidade entre líquido por tubo (livro texto). A figura  corresponde a marca do volume do solvente (3mL), a figura  representa a interface observada (menisco)

Foram realizadas duas modificações na prática de solubilidade. A primeira modificação foi realizada de modo a diminuir a geração dos resíduos e na segunda modificação se buscou melhorar o desempenho do tubo número 2, onde são misturados butanol e água, a mistura é parcialmente miscível e não imiscível como observado pela maioria dos alunos, sendo esta motivos de dúvidas em sala de aula.

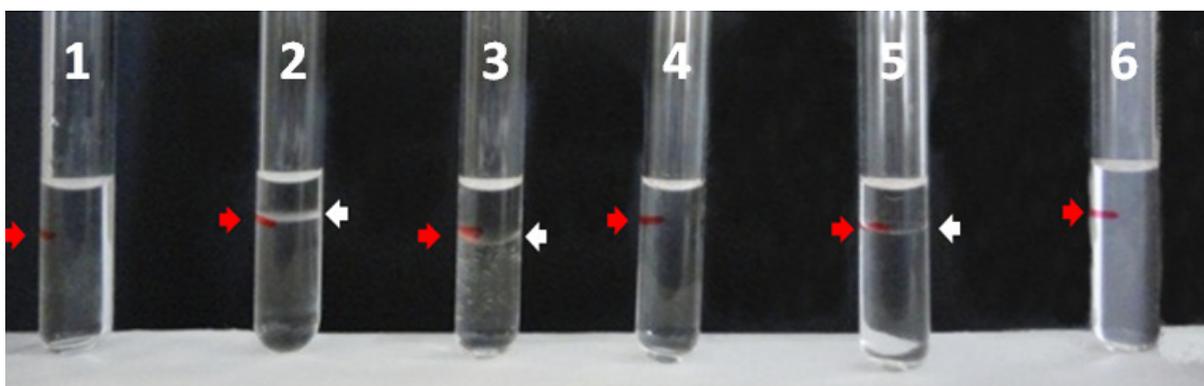
#### 5.6.1.1. Minimização da geração de resíduos da prática de solubilidade

No semestre atual foram gerados aproximadamente 4000 mL de resíduo da primeira parte da experiência de solubilidade. Esse valor aumenta no primeiro semestre do ano letivo onde é atendido um maior número de alunos.

Para essa modificação, testou-se os experimentos utilizando uma menor quantidade das soluções. A Tabela 2, mencionada no item 4.6.2 mostra as quantidades testadas para cada tubo.

Observou-se que a diminuição da quantidade da solução não alterava a visualização pelos alunos se fosse utilizado um tubo de menor diâmetro, assim o melhor resultado observado foi a utilização de 1 mL de solvente e 0,5 mL de soluto. Os tubos de ensaios de menor diâmetro estão disponíveis no laboratório e são suficientes para atender a todos os alunos que frequentam a disciplina.

Esta modificação reduzirá a quantidade de resíduo gerado em 62,5%, pois cada dupla irá utilizar 1,5 mL para cada tubo ao invés de 4 mL. A **Figura 10** ilustra o resultado obtido utilizando 1,0 mL de solvente para 0,5 mL de soluto.

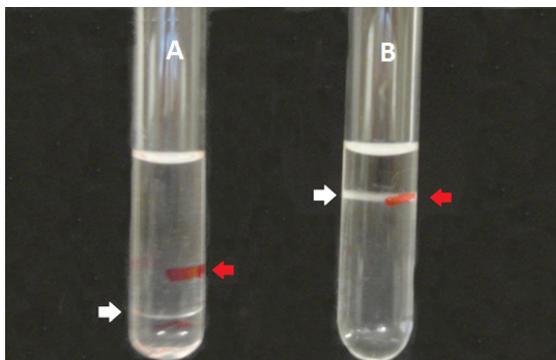


**Figura 10.** Verificação da miscibilidade entre líquido por tubo (modificação). A figura  corresponde a marca do volume do solvente (1 mL), a figura  representa a interface observada (menisco)

#### **5.6.1.2. Modificação para visualização da miscibilidade parcial entre 1-butanol e água**

Para complementar as mudanças na prática de solubilidade, estudou-se a possibilidade de alteração da prática de modo a melhorar a visualização da miscibilidade parcial entre água e 1-butanol. Verificou-se que este objetivo é alcançado invertendo a quantidade de solvente, ou seja utilizando 1 mL de butanol e 0,5 mL de água ao invés de utilizar 1 mL de água e 0,5 mL de butanol. A quantidade foi testada apenas para o volume modificado. Para melhor visualização realizou-se uma marca após a adição do solvente, líquido em maior quantidade, adicionou-se o outro líquido e agitou e verificou a posição do menisco, podendo assim observar o deslocamento da interface e classificar os líquidos como parcialmente miscíveis. A

**Figura 10** ilustra o observado para a água como solvente e para o butanol como solvente.



**Figura 11.** Modificação da quantidade entre água e 1-butanol. A figura ◀ corresponde a marca do volume do solvente (1 mL), a figura ↩ representa a interface observada (menisco). O tubo A refere à mistura 1 mL de butanol e 0,5 mL de água, o tubo B refere a mistura entre 1 mL de água e 0,5 mL de butanol.

Ao se utilizar o butanol como solvente pode-se verificar melhor o deslocamento do menisco, utilizando a água como solvente não se observa tanto o deslocamento do menisco. A solubilidade do butanol em água é de 7,7g por 100 mL enquanto a solubilidade da água em butanol é de 20 g por 100 mL. Desse modo em 1 mL de água temos 0,077 g de butanol solubilizados, insuficiente para a visualização, já em 1 mL de butanol temos 0,2 g de água solubilizados o que permite melhor visualização da miscibilidade parcial.

Assim uma sugestão para melhor aproveitamento da prática seria inverter a quantidade entre o butanol e a água para a visualização da miscibilidade parcial.

### **5.6.1.3. Tratamento dos resíduos experimentais**

A segregação dos resíduos da experiência foi realizada coletando as soluções em frascos diferentes. São dispostos 7 frascos para a coleta dos resíduos. A tabela 3 apresentada no item 4.7.1 ilustra o conteúdo de cada frasco.

O tratamento total destes resíduos não pode ser realizado com os equipamentos e reagentes disponíveis no laboratório, o tratamento realizado é a separação por decantação dos frascos de número 3 e 5, permitindo o reaproveitamento do querosene.

As misturas de água e butanol, etanol e butanol, butanol e querosene e iodo e querosene podem ser separadas utilizando a destilação fracionada. A destilação não

foi realizado. Sugestões para trabalhos futuros é a realização da separação dos resíduos com um aparato de destilação fracionada recuperando assim todos os reagentes que poderão ser reutilizados no experimento.

### **5.6.2. Cromatografia em papel**

A prática da cromatografia em papel (Anexo II) é realizada no laboratório em duas etapas diferentes, na primeira, tem-se a construção de um cromatograma de canetas hidrocor e na segunda parte há a construção de um cromatograma com cátions de metais de transição. As modificações realizadas contemplaram apenas a primeira parte do experimento.

Para a construção do primeiro cromatograma são utilizadas canetas nas cores: vermelha, amarela, azul, verde, marrom e preta e o solvente utilizado é uma mistura em partes iguais de etanol, 1-butanol e solução de amônia  $2 \text{ mol L}^{-1}$ . No segundo cromatograma os cátions utilizados são:  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$  e  $\text{Co}^{2+}$  e o solvente usado como fase móvel é uma solução formada por 22% de HCl  $6 \text{ mol L}^{-1}$  e 78% de acetona. O segundo cromatograma ainda é revelado com uma solução de amônia  $6 \text{ mol L}^{-1}$ .

O resíduo dessa prática é composto por: soluções utilizadas para eluir os cromatogramas. O resíduo da primeira parte é formado solução de butanol, etanol e amônia  $2 \text{ mol L}^{-1}$  utilizada para eluir os cromatogramas. A solução de butanol, etanol e amônia  $2 \text{ mol L}^{-1}$  não é reutilizada no semestre seguinte devido à volatilidade da amônia alterando assim a composição da mistura. Este resíduo recebe tratamento terceirizado.

O resíduo da segunda parte é composto por: resíduo de solução de HCl  $6 \text{ mol L}^{-1}$  e acetona utilizados para eluir os cromatogramas e solução de amônia  $6 \text{ mol L}^{-1}$  utilizada para revelar os cromatogramas. A mistura de HCl  $6 \text{ mol L}^{-1}$  e acetona não é tratada no laboratório, pois com o tempo os dois compostos reagem dando origem a um líquido viscoso de coloração escura. Formados pela polimerização da acetona.

A segregação envolve a coleta dos resíduos em dois frascos, um identificado como butanol, etanol e amônia  $2 \text{ mol L}^{-1}$  e outro como HCl  $6 \text{ mol L}^{-1}$  + acetona. Ambos fracos são enviados para tratamento terceirizado.

### 5.6.2.1. Modificação na prática de cromatografia com canetas hidrocor

A modificação desta parte do experimento teve como objetivo aumentar a segurança da experiência, diminuir a insalubridade e também gerar uma menor quantidade de resíduo.

Verificou-se que a segurança do experimento poderia ser comprometida caso algum aluno realizasse o descarte das soluções erroneamente. O descarte equivocado resultaria em uma reação ácido base, liberando calor o que seria arriscado em soluções contendo solventes orgânicos.



Assim a primeira medida tomada foi retirar a solução de amônia utilizada para eluir o cromatograma de caneta hidrocor. Tentou-se várias misturas entre solventes e o que apresentou um comportamento mais próximo do cromatograma obtido no experimento foi a troca da solução de amônia  $2 \text{ mol L}^{-1}$  por uma solução de cloreto de amônio  $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ .

A troca da solução de amônia  $2 \text{ mol L}^{-1}$  permite que a nova mistura de solventes possa ser utilizada com mais segurança e em outros semestres se devidamente fechado. O cloreto de amônio não possui o mesmo comportamento da amônia caso seja descartado errado. O apêndice I apresenta o cromatograma obtido utilizando a solução em proporções iguais de etanol, butanol e amônia  $2 \text{ mol L}^{-1}$  e o cromatograma obtido utilizando a mistura em proporções iguais de etanol, butanol e solução de cloreto de amônio  $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ .

É observável que as diferenças entre os cromatogramas são mínimas e que o cálculo dos valores de  $R_f$  podem ser feitos pelos alunos com boa exatidão, visto que as manchas se apresentam relativamente bem definidas. A modificação deste experimento permitirá que o resíduo possa ser reutilizado para eluir novos cromatogramas em outros semestres se contaminação da mistura de solventes for inexistente ou baixa. Como sugestões para futuros trabalhos, propõe-se o estudo do tratamento deste resíduo.

### 5.6.3. Oxidação e Redução

A primeira etapa (parte A) da prática de oxidação e redução investiga o comportamento redox de metais quando estes são adicionados a soluções de sulfato de zinco, sulfato de cobre e ácido sulfúrico. Esta parte é a única que gera resíduos no experimento, o tipo de coleta sugerido pelo procedimento (Anexo III) é a segregação dos resíduos em dois frascos diferentes, um contendo sulfato de cobre e sulfato de zinco e outro contendo a solução de ácido sulfúrico. O tratamento descrito é de que o frasco contendo os sais de zinco e de cobre fossem encaminhados para tratamento terceirizado e que o frasco contendo solução de ácido sulfúrico fosse neutralizada ao final da aula e descartada na pia.

Com o estudo do experimento, a segregação proposta foi a coleta do resíduo em três frascos diferentes conforme apresentado na **Tabela 4** (item 4.5.2). De fato se as soluções não tivessem traços de outros cátions metálicos a simples neutralização do frasco contendo ácido sulfúrico seria o correto, mas ao neutralizar este resíduo percebe-se a formação de um precipitado com coloração marrom, devido aos íons de Fe III em solução. A massa de precipitado é considerável.

Foi proposto um tratamento que contemplasse todos os resíduos líquidos gerados, o produto do tratamento do frasco 1 com carbonato de sódio formou um precipitado branco amarelado de hidróxido e carbonato básico de Zn (II). O tratamento do frasco 2 com carbonato de sódio levou a formação de um sólido de cor verde clara de hidróxido e carbonato básico de Cu (II) com traços de carbonato de zinco e hidróxido de Fe (III). E a neutralização do frasco 3 com hidróxido de sódio deu origem a um precipitado de coloração marrom, formada pela presença de Fe (III) no resíduo e de traços de zinco.

A presença dos metais em soluções inviabiliza o descarte na pia sem que haja alguma filtração para retirar o sólido. Com o objetivo de diminuir a quantidade dos cátions proveniente dos metais contaminantes da solução, propôs-se que na hora do descarte do resíduo pelo aluno do resíduo se utilizasse um funil com papel filtro, assim os metais sólidos ficariam retido no filtro e não entrariam contato com a solução continuando a reação redox. Essa proposta facilitou o tratamento do resíduo, pois devido a maior quantidade de íons no resíduo antigamente, era mais trabalhoso encontrar o pH de precipitação ideal para os cátions metálicos na solução.

As constantes de solubilidade a temperatura de 25°C para o hidróxido de Zn (II)  $k_s = 3,0 \times 10^{-17}$ , hidróxido de Mg  $k_s = 5,6 \times 10^{-12}$ , hidróxido de Cu (II)  $k_s = 4,8 \times 10^{-20}$ , hidróxido de Fe (III)  $k_s = 4,9 \times 10^{-17}$  são baixas, a quantidade desses cátions metálicos que permanece em solução após tratamento não é significativa.

Como sugestões para trabalhos futuros, propõe-se o estudo dos sólidos obtidos após o tratamento e sua utilização em práticas que possam ser desenvolvidas, como a calcinação dos carbonatos e hidróxidos obtidos, transformando-os em óxidos e a aplicação destes como pigmentos na prática desenvolvida em química inorgânica experimental.

#### **5.6.4. Princípios de Le Chatelier e Equilíbrio Químico**

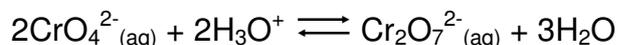
A experiência de equilíbrio químico é composta por 3 partes (Anexo IV). A parte A investiga o equilíbrio entre cromato e dicromato adicionando ao tubo contendo os compostos de  $\text{Cr}^{6+}$  soluções de HCl e NaOH. A parte B aborda a formação de precipitado em soluções de cromato com a adição de nitrato de bário e a parte C demonstra o equilíbrio da solução cromato-dicromato após a adição de soluções de KOH,  $\text{CH}_3\text{COOH}$ ,  $\text{NH}_4\text{OH}$ ,  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  e  $\text{HNO}_3$ .

A segregação dos resíduos desta prática foi realizada em dois frascos, em um frasco resíduos contendo bário deveriam ser descartados (parte B) e o outro frasco foi para a coleta de resíduos sem bário (Parte A e C). O resíduo da parte B foi filtrado para a retirada de cromato de bário, se necessário era adicionado  $\text{NaOH}_{(\text{aq})}$  ao resíduo para converter toda a solução em cromato e posterior precipitação do bário em solução. Após a retirada do cromato de bário a solução pode ser tratada em conjunto com os resíduos sem bário. O cromato de bário é encaminhado para tratamento terceirizado.

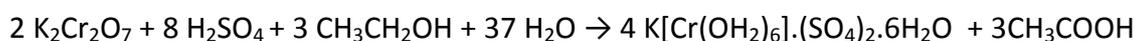
O tratamento do resíduo envolve a redução do  $\text{Cr}^{6+}$  à  $\text{Cr}^{3+}$ , o cromo hexavalente é classificado como mutagênico e carcinogênico já o cromo trivalente é um nutriente essencial e não apresenta a toxicidade da sua forma oxidada. A primeira parte do tratamento foi a quantificação do  $\text{Cr}^{6+}$  em solução, pois esse valor difere nos semestres e com o tempo de estocagem. A quantificação do  $\text{Cr}^{6+}$  é feita adicionando ácido sulfúrico e álcool etílico em excesso para uma pequena quantidade de solução, o sólido obtido após secagem corresponde a hidróxido de cromo III trihidratado, com o valor da massa deste é possível determinar a

concentração de  $\text{Cr}^{6+}$  em solução. A concentração da solução de dicromato de potássio no resíduo é de aproximadamente  $0,2 \text{ mol L}^{-1}$

A primeira etapa do tratamento é a adição de ácido sulfúrico para deslocar o equilíbrio para a formação do dicromato.



O Álcool etílico é o agente redutor da reação, este é oxidado à etanal e posteriormente em ácido acético enquanto o  $\text{Cr}^{6+}$  é o agente oxidante, sofrendo redução para  $\text{Cr}^{3+}$ . Após a completa reação se obteve o sulfato de Cr (III) e o sulfato de K que em solução se combinam para formar o alúmen de cromo e potássio. O alúmen de cromo e potássio, obtido no experimento, é um sal que contém como ânion o  $(\text{SO}_4^{2-})$  e dois cátions ( $\text{K}^+$  e  $\text{Cr}^{6+}$ ). O cromo ( $3d^5 4s^1$ ) em seus compostos mostra estados de oxidação de +1 a +6, porém, os mais comuns são os estados +3 e +6. O cromo (III) no estado +3, é encontrado em, inúmeros complexos, quase todos octaédricos e existe como um hexaaquo complexo violeta em solução aquosa. O acompanhamento da mudança de coloração da solução de laranja para azul-violeta denota a redução do cromo hexavalente à trivalente no meio reacional.



A adição de carbonato de sódio eleva o pH da solução formando um precipitado de  $\text{Cr}(\text{OH})_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , este apresenta uma constante de solubilidade baixa ( $K_s = 6,3 \times 10^{-31}$ ) sua baixa solubilidade em água a  $25^\circ\text{C}$  é  $1,2 \cdot 10^{-8} \text{ mol L}^{-1}$ . O precipitado foi filtrado e o sólido obtido foi seco em estufa.



O hidróxido de cromo foi levado à mufla por 1 hora a  $600^\circ\text{C}$  para a conversão do hidróxido de cromo III à óxido de cromo III, este produto é um pigmento utilizado para esmaltação cerâmica.



O tratamento do  $\text{Cr}^{6+}$  é realizado pelas turmas de química no laboratório QMC 106/108, onde a solução de  $\text{Cr}^{6+}$  é proveniente do laboratório de química inorgânica, pois este não apresenta traços de outros compostos que interferem na coloração e precipitação do hidróxido de cromo (III) trihidratado.

#### **5.6.5. Produção do Alúmen**

A experiência de produção do alúmen é caracterizada pela oxidação do alumínio metálico em  $\text{Al}^{3+}$ . Nesse experimento uma solução de hidróxido de potássio é adicionada ao alumínio metálico e levada a aquecimento formando  $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-_{(\text{aq})}$ , depois é adicionada uma solução ácido sulfúrico  $9 \text{ mol L}^{-1}$  para a obtenção do sal de sulfato duplo de alumínio e potássio dodecahidratado. Os reagentes  $\text{KOH}_{(\text{aq})}$  e  $\text{H}_2\text{SO}_{4(\text{aq})}$  são utilizados em excesso, aproximadamente duas vezes mais do que o necessário para a garantir maior rendimento. O procedimento (anexo V) descreve que a solução final pode ser descartada na pia, pois o hidróxido de sódio em excesso foi neutralizado pelo ácido sulfúrico, porém o ácido sulfúrico ainda está presente em solução, o pH da solução final da reação indicou pH inferior a 1, não sendo aconselhável o descarte em pia. O procedimento para o tratamento do resíduo é a coleta das soluções em um recipiente, onde seria realizado posteriormente a neutralização do resíduo por monitores e bolsistas. O resíduo também apresenta o  $\text{Al}^{3+}$  em solução, o rendimento médio desta reação é de 70%, assim boa parte do alumínio está presente em solução, observou-se este fato, pois ao adicionar  $\text{Na}_2\text{CO}_{3(\text{s})}$  para neutralizar o resíduo houve a formação de um precipitado branco, hidróxido de alumínio, que foi filtrado por gravidade e a solução pode ser descartada na pia com o pH neutralizado. Para a neutralização de todo o resíduo produzido nesta experiência no atual semestre utilizou-se aproximadamente 500 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_{3(\text{s})}$ , a quantidade de resíduo gerado varia de semestre para semestre.

A solução do experimento não deve ser descartada na pia devido ao excesso de ácido.

### **5.6.6. Titulação Ácido-base**

A experiência de titulação ácido-base envolve a padronização do hidróxido de sódio com ácido oxálico pelos alunos e a titulação de uma amostra de vinagre comercial com o hidróxido padronizado (Anexo VI).

Verificou-se o valor do pH do resíduo ao final do experimento e o pH obtido foi de 10,8. Esse pH é impróprio para ser descartado na pia, assim todo o resíduo gerado no experimento deve ser coletado em bacias para posterior neutralização por monitores ou bolsistas. A neutralização desta solução foi realizada com as sobras da solução de ácido sulfúrico  $9 \text{ mol L}^{-1}$ , preparadas para o experimento de produção do alúmen.

As folhas de dados dos alunos entregue após o experimento foram estudadas e se verificou que o volume de  $\text{NaOH}_{(aq)}$  gastos para titular as mesmas amostras variava muito de grupo para grupo, até mesmo para dentro do grupo o valor obtido para as três titulações descritas no procedimento variaram bastante. Deste modo o tratamento mais correto é a coleta do resíduo e a posterior neutralização pelo monitor com soluções de ácido existentes no laboratório.

## 6. CONCLUSÃO

As instituições de ensino e pesquisa são pequenas geradoras de resíduos e se caracterizam por produzirem resíduos químicos de elevada complexidade, baixo volume e alta diversidade.

- ✓ Foi realizado o levantamento dos resíduos produzidos no Laboratório de Química Geral (QMC 106/108) do Departamento de Química da UFSC. Nesse sentido, observou-se que este era composto por resíduo ativo, gerado na execução dos experimentos e resíduo passivo, composto pelo resíduo sem identificação e reagentes impuros. Estes resíduos foram devidamente caracterizados quimicamente e tratados utilizando metodologias possíveis de serem realizadas no próprio evitando que este fosse encaminhado para tratamento posterior ou armazenamento.
- ✓ Cada resíduo não identificado foi caracterizado empregando metodologias que visavam a mínima geração de resíduo secundário. Com a intenção de evitar a geração de novos resíduos não identificados foi desenvolvido no laboratório um sistema padronizado para a rotulagem de todos os reagentes e soluções utilizados nos experimentos. Os rótulos utilizados para a identificação de resíduos ativos foram implantados visando rastreabilidade e a melhor gestão para os resíduos.
- ✓ Observou-se que era possível minimizar a geração dos resíduos experimentais otimizando algumas práticas geradora de resíduos. A otimização não prejudicou a visualização experimental dos conceitos químicos abordados em cada experimento.

## 7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. NASCIMENTO, A. M. et al. (Org.). **Química e o Meio Ambiente**: Reciclagem de lixo e química verde. Disponível em: <[http://www.ccmn.ufrj.br/curso/trabalhos/pdf/quimica-trabalhos/quimica\\_meioambiente/quimicaeamb2.pdf](http://www.ccmn.ufrj.br/curso/trabalhos/pdf/quimica-trabalhos/quimica_meioambiente/quimicaeamb2.pdf)>. Acesso em: 20 set. 2011.
2. BORGES, Bruno Gabriel Alves Leite. Recuperação de chumbo, mercúrio e elementos dos grupos 4 a 7 da periódica de seus resíduos. **Química Nova**, v. 34, n. 4, p.720-729, 9 fev. 2011.
3. AMARAL, S. T. et al. 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, 16 out. 2000.
4. JARDIM, W. F.. **Programa de Gerenciamento de Resíduos Químico**. Disponível em: <<http://lqa.iqm.unicamp.br/pdf/LivroCap11.PDF>>. Acesso em: 20 set. 2011.
5. TAVARES, Glauco Arnold; BENDASSOLLI, José Albertino. Implantação de um programa de gerenciamento de resíduos químicos e águas servidas nos laboratórios de ensino e pesquisa no CENA/USP. **Química Nova**, v. 28, n. 4, p.732-738, 13 abr. 2005.
6. AFONSO, Júlio Carlos et al. Análise sistemática de reagentes e resíduos sem identificação. **Química Nova**, v. 28, n. 1, p.157-165, 27 jul. 2005.
7. LIMA, V. A.. Gestão integrada de resíduos químicos em instituições de ensino superior. **Química Nova**, v. 31, n. 6, p.1595-1598, 2008.
8. ABREU, D. G; IAMAMOTO, Y. Relato de uma experiência pedagógica no ensino de química: Formação profissional com responsabilidade ambiental. **Química Nova**, v. 26, n. 4, p.582-584, 2003.
9. LEITE, Z. T. C.; ALCANTARA, S.; AFONSO, J. C.. A gestão de resíduos de laboratório na visão de alunos de um curso de graduação de química e áreas afins. **Química Nova**, v. 34, n. 7, p.1892-1897, 2008.

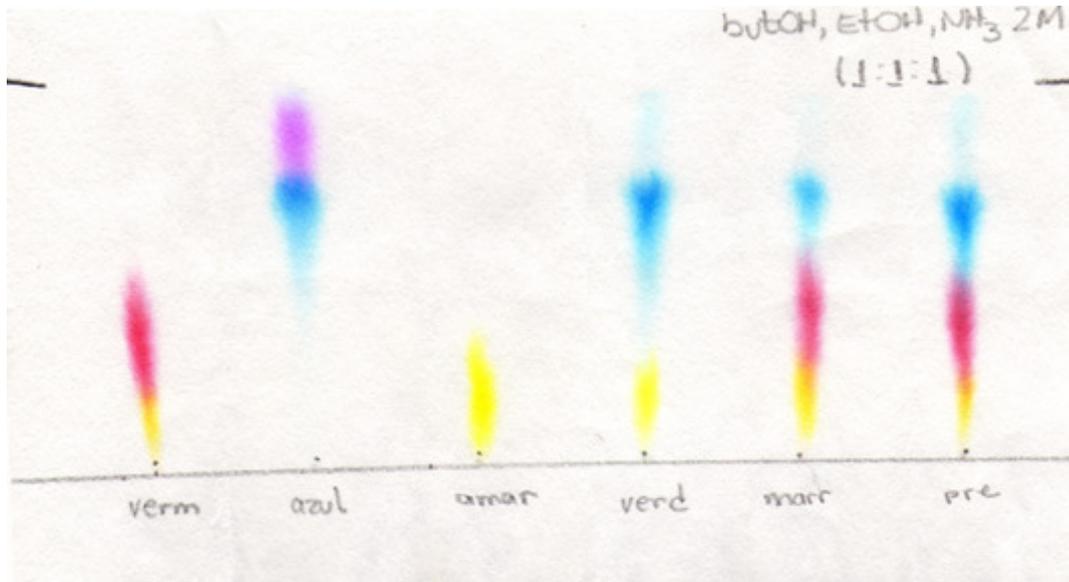
10. AFONSO, J. C. et al. Gerenciamento de resíduos laboratoriais: Recuperação de elementos e preparo para descarte final. **Química Nova**, v. 26, n. 4, p.602-611, 2003.
11. PREZOTTO, P. P. **Elaboração de um programa de gerenciamento integrado de resíduos químicos para os laboratórios de ensino do departamento de química da UFSC**. 2010. 44 f. Monografia (Graduado) - Curso de Química, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2010.
12. PUNA, J. F; BAPTISTA, B. S. A gestão integrada de resíduos sólidos urbanos - Perspectiva ambiental e económico-energética. **Química Nova**, v. 26, n. 4, p.645-654, 2008.
13. ALECRIM, S.. **Tratamento de resíduo de laboratório de ensinios**. 2010. 44 f. Monografia (Graduado) - Curso de Química, Universidade de Mogi Das Cruzes, 2010.
14. ALECRIM, G. F. et al. Gerenciamento dos resíduos gerados nas disciplinas de química geral e química inorgânica dos cursos da área de química do CEFET-AM. **II Congresso de Pesquisa e Inovação da Rede Norte Nordeste de Educação Tecnológica**, p.0-1, 2007.
15. ALBERGUINI, L.B.A.; SILVA, L.C.; REZENDE, M.O.O. **Tratamento de Resíduos Químicos: Guia Prático para a Solução dos Resíduos Químicos em instituições de Ensino Superior**. São Carlos: RiMa, 2005. 104p.
16. JARDIM, W. F.. **Tratamento de Resíduos de Laboratório**. Disponível em: <[www.redetec.org.br/publique/media/Apresenta\\_\\_o\\_Wilson\\_Jardim.ppt](http://www.redetec.org.br/publique/media/Apresenta__o_Wilson_Jardim.ppt)>. Acesso em: 23 set. 2011.
17. **COORDENADORIA DE GESTÃO AMBIENTAL (CGA) (Brasil - Santa Catarina)**. Programa de Gerenciamento de Resíduos Químicos. Disponível em: <[http://www.cga.ufsc.br/programas/res\\_quim.htm](http://www.cga.ufsc.br/programas/res_quim.htm)>. Acesso em: 10 nov. 2011.

18. JUNIOR, L. P. C. **As Representações Sociais de “Química Ambiental”**: Contribuições para a formação de bacharéis e professores de Química.. 2008. 128 p. Dissertação (Mestrado) - Universidade de São Paulo, São Paulo, 2008.
19. LENARDÃO, E. J. et al. "Green Chemistry" - Os 12 princípios da química verde e sua inserção nas atividades de ensino e pesquisa. **Química Nova**, v. 26, n. 1, p.123-129, 2003.
20. CONAMA. **Resolução Nº 357, de 17 de março de 2005**: Capítulo IV: Das condições e padrões de lançamento de efluentes. Disponível em: <[http://www.cetesb.sp.gov.br/Agua/praias/res\\_conama\\_357\\_05.pdf](http://www.cetesb.sp.gov.br/Agua/praias/res_conama_357_05.pdf)>. Acesso em: 20 out. 2011.
21. VOGEL, A. I.; *Química Analítica Qualitativa*, 5a ed., Editora Mestre Jou: São Paulo, 1981, cap. III e IV.
22. NASCIMENTO, C. N.; AGOSTINHO, C. A.; ABREU, A. G.. **Tratamento de resíduos gerados no laboratório de química uma ferramenta de ensino em interface com a educação ambiental e formação inicial de professores**. Universidade do Estado de Mato Grosso. Disponível em: <[www.isapg.com.br/2011/ciepg/download.php?id=153](http://www.isapg.com.br/2011/ciepg/download.php?id=153)>. Acesso em: 01 nov. 2011.
23. BARBOSA, A. F. Teste de Chama **Biblioteca Digital de Ciências**, 28 jun. 2009. Disponível em: <<http://www.ib.unicamp.br/lte/bdc/visualizarMaterial.php?idMaterial=838>>. Acesso em: 04 nov. 2011.
24. SHRIVER, D. F E ATKINS P. W. *Química Inorgânica*. 3a edição. Tradução: Maria Aparecida B.Gomes. São Paulo. Ed. Bookman. 2003.
25. SZPOGANICZ, B.; DEBACHER, N. A.; STADLER, E. **Experiências de Química Geral**. 2. ed. Florianópolis: Livraria Convivência, 2005. 175 p.

## APÊNDICE

### ANTES

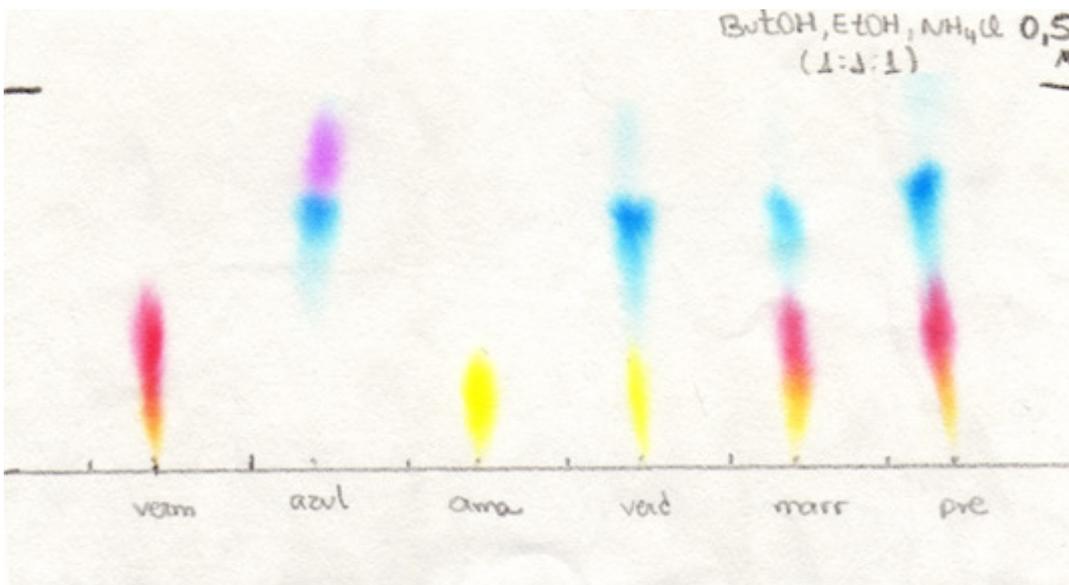
Cromatograma obtido utilizando o procedimento descrito pelo livro texto empregando 1-butanol, etanol e solução de amônia 2 mol.L<sup>-1</sup> na proporção (1:1:1)



Legenda (dir. – esq.): cores de canetas hidrocor: vermelha, azul, amarela, verde, marrom e preta

### DEPOIS

Cromatograma obtido utilizando o procedimento descrito pelo livro texto empregando 1-butanol, etanol e solução de cloreto de amônio 0,5 mol.L<sup>-1</sup> na proporção (1:1:1)



Legenda (dir. – esq.): cores de canetas hidrocor: vermelha, azul, amarela, verde, marrom e preta

## ANEXO I

## EXPERIÊNCIA DE SOLUBILIDADE

## 03. MATERIAL:

Qtidade	Material de vidro		Qtidade	Material diverso
6	Tubo de ensaio sem rolha		1	Suporte Universal
1	Tubo de ensaio com rolha		1	Triângulo de porcelana
5	Pipeta de 5 mL		1	Argola de metal
1	Funil		1	Papel filtro
1	Béquer (50 mL)		1	Bacia plástica com gelo
1	Béquer (250 mL)		1	Suporte para tubos de ensaio

**Reagentes**

Iodo (solução  $\cong 0,03\%$ ); Querosene; 1-Butanol; Etanol, Acetanilida, Aspirina.

## 04. PROCEDIMENTO:

*Obs: Lave as pipetas antes de usá-las para não contaminar os reagentes.*

**A. Miscibilidade de Líquidos**

1. Prepare as seis misturas em seis tubos de ensaio numerados de 1 a 6, conforme está descrito na tabela abaixo;

*CUIDADO: etanol, 1-butanol e querosene são inflamáveis.*

- |    |                       |   |                |
|----|-----------------------|---|----------------|
| 1. | 3 mL H <sub>2</sub> O | + | 1 mL etanol    |
| 2. | 3 mL H <sub>2</sub> O | + | 1 mL 1-butanol |
| 3. | 3 mL H <sub>2</sub> O | + | 1 mL querosene |
| 4. | 3 mL etanol           | + | 1 mL 1-butanol |
| 5. | 3 mL etanol           | + | 1 mL querosene |
| 6. | 3 mL 1-butanol        | + | 1 mL querosene |

2. Agite cada tubo de forma a homogeneizar a mistura.
3. Escreva suas observações na folha de dados.
4. Vá para a etapa B.

**B. Extração**

1. Coloque cerca de 3 mL de uma solução aquosa saturada de iodo (aproximadamente 0,03% de iodo por massa) no tubo de ensaio com rolha. Adicione cerca de 1 mL de querosene. Não agite. Anote suas observações.
2. Coloque a rolha no tubo e agite. Espere a mistura descansar e anote suas observações.

**Resíduos**

1. Ao terminar os itens A e B, verifique como proceder para tratar os resíduos químicos gerados;

2. A solução 1 item A, (água e etanol), pode ser descartada na pia pois estes resíduos não são tóxicos.
3. As outras soluções ou misturas do item A, 2 a 6, devem ser armazenadas no recipiente adequado para posterior tratamento. Os resíduos do item B querosene e iodo ,devem ser armazenados em outro frasco. (Veja pg. v, “tratamento de resíduos”)
4. Os tubos de ensaio com querosene devem ser lavados com detergente e uma escovinha própria para limpar tubos de ensaio. Deixe os tubos invertidos para que a água escorra.

### C. Precipitação

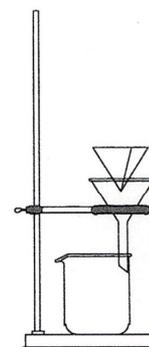
*Verifique qual dos reagentes será usado acetanilida ou aspirina.*

1. Pese 0,5 g de acetanilida, em um béquer pequeno de 50 mL, adicione 4 mL de etanol e agite até sua dissolução. A seguir acrescente 20 mL de água destilada agite e deixe cristalizar em um banho de gelo (numa bacia plástica). Após a cristalização vá para a etapa D.

### D. Filtração

*Demonstração:* Peça ajuda ao professor para dobrar o papel filtro e montar o equipamento de filtração ao lado.

1. Dobre um papel filtro circular duas vezes de modo a ficar como indicado na figura ao lado e coloque-o no funil de vidro.
2. Coloque um béquer embaixo do funil, de modo que a ponta do funil toque a parede interna do béquer. Com o frasco lavador, molhe o papel filtro um pouco para fixá-lo no funil.
3. Transporte todo o conteúdo do béquer, contendo a acetanilida cristalizada, etanol e água, para o filtro com a ajuda de um bastão de vidro.
4. Terminada a filtração, retire o papel filtro com a acetanilida seca e guarde-a num frasco adequado.
5. Lave o material e limpe sua bancada de trabalho. A solução de água e etanol, após a filtragem da acetanilida pode ser descartada na pia.



## ANEXO II

### EXPERIÊNCIA DE CROMATOGRAFIA EM PAPEL

#### 03. MATERIAL:

- solventes: etanol, 1-butanol, acetona, amônia, (2 M e 6 M) e HCl 6 M;
- 2 béqueres (500 e 250 mL) com as devidas misturas dos solventes e tampados com plásticos fixos com elásticos,
- 1 bēquer de 250 mL e um vidro de relógio.
- 2 papeis filtro retangulares (9,5 x 17 cm e 7,5 x 14 cm),
- 1 jogo de canetas hidrocor Neo-compactor,
- tubos capilares (6 unidades),
- soluções dos íons metálicos:  $\text{Fe}^{+3}$ ,  $\text{Cu}^{+2}$ ,  $\text{Co}^{+2}$ ,  $\text{Mn}^{+2}$  e uma desconhecida.
- régua milimetrada, grampeador pequeno e secador de cabelos.

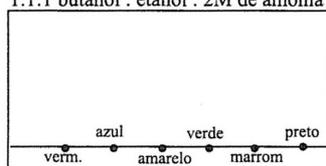
#### 04. PROCEDIMENTO:

##### Cuidados

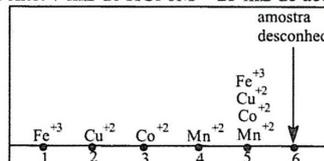
Tenha cuidado ao manusear os béqueres com as soluções de revelação dos cromatogramas, amônia e HCl. A amônia e HCl são corrosivos e podem causar queimaduras em contato com a pele e das vias respiratórias. Este material também libera vapores tóxicos por isso é necessário realizar o trabalho dentro de capelas químicas. O 1-butanol, etanol e acetona são inflamáveis.

Você irá realizar dois cromatogramas como indicado a seguir. Utilize as mesmas instruções gerais para os dois cromatogramas.

Cromatograma 1: Canetas hidrocor  
40 mL de solvente  
1:1:1 butanol : etanol : 2M de amônia



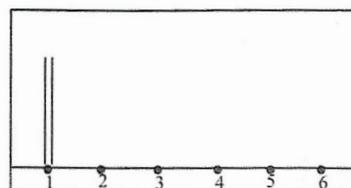
Cromatograma 2: Cátions  
Solvente: 7 mL de HCl 6M + 25 mL de acetona



1. Trace uma linha reta com um lápis, 2 cm da extremidade, nas duas folhas de papel para cromatografia. Coloque 6 pontos com o lápis equidistantes uns dos outros ao longo da reta, numerando-os de 1 à 6.
2. Na maior das folhas de papel filtro, faça pequenos pontos com cada uma das canetas seguindo a ordem das cores mostradas na figura acima, numere os pontos de 1 à 6.
3. Depois que todos os pontos foram feitos, enrole o papel na forma de um cilindro e grampee-o.  
*Obs: deixe um pequeno espaço ( $\pm 1\text{mm}$ ) entre as duas extremidades de forma a não se tocarem.*
4. Identifique qual dos dois béqueres contém os solventes nas proporções de etanol, 1-butanol e amônia (2M)(1:1:1). Remova o plástico, com cuidado coloque o cilindro de papel, dentro do béquer encostando-o no solvente, sem encostar o solvente nas manchas. Cubra o béquer novamente, evite balançá-lo. (leia o item 5 e vá ao item 6).

- Quando a linha do solvente estiver quase alcançando a extremidade superior ( $\pm 1$  cm) do cromatograma, remova-o do béquer e marque a posição da linha do solvente com um lápis. Remova os grampos e deixe-o secar naturalmente. Depois de seco faça um círculo com um lápis ao redor de cada mancha. Anote as cores das manchas na tabela I, da folha de dados.
- Comece o segundo cromatograma e fique atento ao solvente do primeiro cromatograma.

- Siga a figura do cromatograma 2, usando o papel filtro menor, faça pequenos pontos com as soluções dos íons metálicos, e com a solução desconhecida, usando um tubo capilar, (um para cada solução). Encoste o tubo capilar na solução do íon metálico, esta subirá por capilaridade. Em seguida, encoste o tubo na posição marcada no papel, de modo que uma pequena quantidade da solução seja drenada marcando um ponto de 2 a 3 mm de diâmetro.



- Grampeie o papel na forma de um cilindro como você fez anteriormente. Remova o plástico do béquer menor, o que contém 7 mL de HCl 6 M e 25 mL de acetona. Cuidadosamente, coloque o cilindro dentro do béquer. Tampe-o novamente. **ATENÇÃO**, o solvente *sobe rapidamente nesta 2ª parte*.

- Quando a linha do solvente estiver quase alcançando a extremidade superior ( $\pm 1$  cm) do cromatograma, remova-o do béquer e marque a posição da linha do solvente com um lápis.

- Seque o cromatograma 2 (dos íons), ao ar quente utilizando um secador de cabelos. Circule com um lápis qualquer mancha no cromatograma e anote a cor na 1ª coluna da folha de dados dos íons, (Tabela II).

- Revelação com amônia. Para revelar todas as cores do cromatograma 2, coloque-o aberto sobre o béquer que contém amônia 6M, e cubra-o com um vidro de relógio por 5 minutos (repita o mesmo procedimento para a outra metade do cromatograma). Marque a posição de qualquer mancha nova que aparecer e anote qualquer mudança na folha de dados na 2ª coluna, (Tabela II).



- Seque o cromatograma novamente demarcando e anotando a cor de cada mancha (anote na 3ª coluna da folha de dados, Tabela II).
- Nos dois cromatogramas, demarque a lápis cada mancha contornando-a, meça distância da origem ao centro de cada mancha (C) e a distância da origem a linha do solvente (S). Calcule o  $R_f$  e anote na folha de dados.  $R_f = \frac{C}{S}$
- Guarde os cromatogramas para anexá-los ao relatório.

- Lave o material e organize sua bancada de trabalho antes de deixar o laboratório. Nesta experiência não foi gerado nenhum resíduo químico pois todo o material reutilizado.

## ANEXO III

### EXPERIÊNCIA DE OXIDAÇÃO E REDUÇÃO

Os óculos de lentes fotocromáticas são um exemplo do resultado de pesquisas na obtenção de novos materiais que nos propiciam maior conforto. Imagine você quando os automóveis tiverem pára-brisas fotocromáticos? Seria bem mais tranquilo viajar de automóvel mesmo contra o sol. Isso será possível quando o preço do vidro fotocromático baixar, e muitas outras aplicações virão.

#### 03. MATERIAL:

Vidraria e materiais diversos	Soluções
4 tubos de ensaio pequenos 10 x 100 mm	ZnSO <sub>4</sub> 0,10 M
6 pipetas graduadas de 5 mL ou frascos conta gotas	CuSO <sub>4</sub> , 0,10 M
água clorada, (hipoclorito de sódio),	NaBr 0,10 M
cobre metálico (lixar o fio antes de usá-lo),	NaCl 0,10 M
bombril,	NaI 0,10 M
magnésio metálico (fita) ou alumínio (aparas),	FeCl <sub>3</sub> 0,10 M
zinco metálico,	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 3 M

#### Resíduos

- Os resíduos de CuSO<sub>4</sub> e ZnSO<sub>4</sub> podem ser colocados no mesmo recipiente para serem encaminhados para tratamento. O limite máximo permitido de Cobre na solução para ser descartada na pia é de 1 mg/L e para o Zinco é de 5 mg/L.
- Os resíduos de NaBr, NaCl, NaI e FeCl<sub>3</sub> podem ser descartados na pia.
- Os resíduos de ácido sulfúrico devem ser neutralizados ao final de cada aula pelo monitor. Para a neutralização usa-se NaOH 3 M e como indicador fenolftaleína. Adiciona-se NaOH lentamente, até a mudança de cor. Cuidado a neutralização gera calor. O resíduo neutralizado (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> e água) pode ser descartado na pia.

#### Cuidados

O ácido sulfúrico 3 M é extremamente corrosivo e causa queimaduras na pele e mucosas. Deve ser manuseado com muito cuidado. Em caso de acidente, lave as partes atingidas com bastante água. Use guarda pó e óculos de segurança.

#### 04. PROCEDIMENTO:

##### A. Metais como agentes redutores.

*Obs: Para reduzir a produção de resíduos químicos use uma quantidade mínima de cada solução, aproximadamente 10 gotas (≈0,5 mL), o suficiente para cobrir o metal.*

- Enumere 4 tubos de ensaio 1 à 4. Coloque no tubo 1 um pedaço de cobre metálico (≈1,0 cm); no tubo 2 fita de magnésio (≈1 cm); no tubo 3 zinco metálico, (≈0,5 cm<sup>2</sup>); no tubo 4 uma pequena bola de bombril (≈0,5 cm de diâmetro).

2. Adicione 10 gotas ( $\approx 0,5$  mL) de  $\text{CuSO}_4$  0,10 M em cada tubo. Use conta gotas, se usar pipetas lave-as antes de usá-las.
3. Espere 3 minutos e observe se ocorreu alguma mudança de cor na mistura (na solução ou no sólido) indicando reação química. Se houve reação escreva a equação balanceada na folha de dados. Caso contrário, escreva "aparentemente não ocorreu".
4. Descarte o conteúdo de cada tubo de ensaio com os pedacinhos metálicos utilizados na peneira plástica sobre o béquer coletor de resíduos de  $\text{CuSO}_4$  colocado ao lado da pia. Lave os tubos e as pipetas com água da torneira e depois os enxágüe com água destilada.
5. Repita o procedimento do item 1, a seguir adicione 10 gotas ( $\approx 0,5$  mL) de 0,10 M em cada tubo. Use conta gotas, se usar pipetas lave-as antes de usá-las.
6. Ao terminar siga as instruções do item 4. O  $\text{ZnSO}_4$  pode ser misturado com o  $\text{CuSO}_4$
7. Repita o procedimento do item 1, a seguir adicione 10 gotas ( $\approx 0,5$  mL) de ácido sulfúrico 3 M em cada tubo. Cuidado ao manusear o ácido sulfúrico é extremamente corrosivo. Use conta gotas, se usar pipetas lave-as antes de usá-las. Proceda de acordo com as instruções do item 3. Obs: A reação com o ferro é lenta.
8. Ao terminar descarte o conteúdo de cada tubo de ensaio com os pedacinhos metálicos utilizados na peneira plástica sobre o béquer coletor de resíduos de ácido sulfúrico colocado ao lado da pia. Lave os tubos e as pipetas com água da torneira e depois com água destilada.

#### **B. Halogênios e $\text{Fe}^{+3}$ como agente oxidante.**

9. Enumere 3 tubos de ensaio limpos. Coloque 10 gotas ( $\approx 0,5$  mL) de brometo de sódio ( $\text{NaBr}$ ) 0,10 M no tubo 1; 10 gotas ( $\approx 0,5$  mL) de cloreto de sódio ( $\text{NaCl}$ ) 0,10 M no tubo 2; e 10 gotas ( $\approx 0,5$  mL) de iodeto de sódio ( $\text{NaI}$ ) 0,10 M no tubo 3. Adicione 10 gotas ( $\approx 0,5$  mL) de  $\text{FeCl}_3$  0,10 M a cada um dos 3 tubos. Observe qualquer mudança de cor. Um enfraquecimento de cor devido a diluição não constitui uma mudança de coloração. O ferro (III) oxidou algum dos haletos? Anote suas observações na folha de dados.
10. Lave os tubos de ensaio. As soluções dos tubos de ensaio podem ser desprezadas na pia estes sais não são tóxicos ao meio ambiente nestas concentrações.
11. Enumere 3 tubos de ensaio limpos. Teste 10 gotas ( $\approx 0,5$  mL) de cada haleto do item 9 com 10 gotas ( $\approx 0,5$  mL) de água clorada recentemente preparada.
12. Lave os tubos de ensaio. As soluções dos tubos de ensaio podem ser desprezadas na pia estes sais não são tóxicos ao meio ambiente nestas concentrações.

## ANEXO IV

### EXPERIÊNCIA PRINCÍPIO DE LE CHATELIER E EQUILÍBRIO QUÍMICO

#### 03. MATERIAL:

- 5 tubos de ensaio
- 2 frascos conta gotas com as soluções de  $K_2Cr_2O_7$  0,10 M e  $K_2CrO_4$  0,10 M para cada equipe.
- 10 frascos conta-gotas de plásticos para colocar as soluções: HCl, NaOH,  $Ba(NO_3)_2$ ,  $CH_3COOH$ , KOH,  $H_2SO_4$ ,  $Ca(OH)_2$ ,  $NH_4OH$ ,  $C_2H_5OH$  (etanol) e  $HNO_3$ ; todas 0,10 M. (a serem compartilhados entre duas equipes).

#### 04. PROCEDIMENTO:

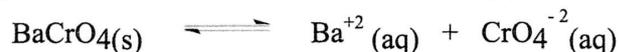
##### A. Equilíbrio dos íons cromato $CrO_4^{2-}$ , e dicromato, $Cr_2O_7^{2-}$



“Antes de utilizar qualquer pipeta, limpe a extremidade com papel toalha molhado”.

1. Com uma pipeta graduada, coloque 5 mL de cromato de potássio,  $K_2CrO_4$  em um tubo de ensaio e 5 mL de dicromato de potássio,  $K_2Cr_2O_7$  em outro tubo. Anote a cor de cada solução. Esses dois tubos servirão de estoque para o procedimento a seguir. Não utilize mais os frascos de soluções.
2. Pegue 2 tubos de ensaio limpos e coloque 10 gotas (cerca de 0,5 mL) de  $K_2Cr_2O_7$  e  $K_2CrO_4$ , uma solução em cada tubo. Acrescente gota a gota, NaOH 0,1 M alternadamente em cada um dos tubos até a mudança de cor em um deles. Anote as cores nesse momento. Guarde essas soluções para a etapa 4-A. (5 A)
3. Repita o procedimento do item 2-A, usando HCl no lugar de NaOH.. Acrescente HCl 0,1 M gota a gota, alternadamente, em cada um dos tubos até a mudança de cor em um deles. Guarde essas soluções para a etapa 4-A.
4. Em um dos tubos da etapa 2-A, acrescente, gota a gota, NaOH 0,1 M até a mudança de cor. Anote a cor final na folha de dados.
5. Em um dos tubos da etapa 2-A, acrescente gota a gota, HCl 0,1 M até mudança de cor. Anote a cor final na folha de dados.
6. Ao terminar descarte o conteúdo de cada tubo de ensaio nos recipientes específicos para esta finalidade. Lave os tubos de ensaio com água da torneira e continue com o próximo item. Não jogue este material diretamente na pia pois se trata de produto químico prejudicial ao meio ambiente.

**B. Equilíbrio de cromato de bário,  $\text{BaCrO}_4$  (s) com uma solução saturada de íons .**



1. Em um tubo de ensaio coloque 10 gotas (cerca de 0,5 mL) de  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  0,10 M e acrescente gota a gota nitrato de bário,  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$  0,10 M, até perceber alguma alteração. Guarde este tubo para a etapa 3-B.
2. Em outro tubo de ensaio, coloque 10 gotas de  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  0,10 M. Acrescente 4 gotas de HCl e depois 10 gotas de  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$  0,10 M. Anote se houver mudança de cor e ou formação de precipitado. Guarde este tubo de ensaio para o item 4-B.
3. Ao tubo de ensaio da etapa 1-B acrescente, gota a gota, HCl 0,1 M até notar alguma alteração. Anote o que você observou.
4. Ao tubo de ensaio da etapa 2-B acrescente NaOH 0,1 M, até notar alguma modificação.
5. Sugira alguma maneira de inverter as observações das etapas 3-B e 4-B. Teste suas sugestões.
6. Em um tubo de ensaio coloque 10 gotas de  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  0,10 M e em outro tubo 10 gotas de  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ . Acrescente algumas gotas de  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$  0,10 M a cada um dos tubos. Anote suas observações na folha de dados.
7. Ao terminar descarte o conteúdo de cada tubo de ensaio nos recipientes específicos para esta finalidade. Lave os tubos de ensaio com água da torneira e continue com o próximo item.

**C. Verificação da existência de mudança no equilíbrio químico.**

1. Pegue 2 tubos de ensaio limpos e coloque 10 gotas (cerca de 0,5 mL) de  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  e  $\text{K}_2\text{CrO}_4$ , uma solução em cada tubo. Acrescente algumas gotas de KOH 0,1 M alternadamente em cada um dos tubos. Observe se há qualquer mudança na cor da solução. Anote as suas observações na folha de dados.
2. Repita o procedimento do item 1-C substituindo o KOH pelas seguintes soluções:  $\text{CH}_3\text{COOH}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ,  $\text{NH}_4\text{OH}$ ,  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ,  $\text{HNO}_3$ . Anote suas observações.
3. Ao terminar descarte o conteúdo de cada tubo de ensaio nos recipientes específicos para esta finalidade. Lave o material e deixe sua bancada limpa.

## ANEXO V

### EXPERÊNCIA DE PRODUÇÃO DO ALÚMEN

#### 03. MATERIAL:

- |                          |                                       |
|--------------------------|---------------------------------------|
| - Balança                | - Tesoura                             |
| - Funil de Büchner       | - Béquer de 150 mL                    |
| - Papel filtro           | - Béquer de 250 mL                    |
| - Água destilada         | - Bastão de vidro                     |
| - Chapa de aquecimento   | - Kitasato de 500 mL                  |
| - Proveta de 250 e 50 mL | - Óculos de segurança                 |
| - KOH 1,5 M              | - H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 9 M. |

*Obs: Usar óculos de segurança, guarda-pó e capela química.*

#### Cuidados

Nesta experiência serão usados produtos químicos corrosivos e cáusticos que geram vapores irritantes às vias respiratórias e podem causar queimaduras na pele e mucosas. Ácido sulfúrico 9 M e hidróxido de potássio 1,5 M. A manipulação destes materiais requer o uso de equipamento de segurança individual como: guarda-pó e óculos e devem ser manipulados na capela química. Deixe as janelas do laboratório abertas para ventilar a área. Os resíduos gerados devem ser tratados de forma adequada seguindo as informações dadas durante o desenvolvimento do experimento.

#### 04. PROCEDIMENTO:

1. Cada aluno deverá trazer uma lata vazia de alumínio (refrigerante ou cerveja), previamente cortada e limpa com palha de aço conforme a orientação abaixo:
  - a. Corte uma lata de forma a obter um retângulo de 6x7 cm retirando o topo e o fundo.
  - b. Remova com a palha de aço a tinta da lata o melhor que puder.
  - c. Seja cuidadoso para não se machucar.
2. Pese o retângulo de alumínio com precisão de  $\pm 0,01$  g. Você precisará aproximadamente de 1 g de alumínio. Anote a massa. Recorte a sua peça de alumínio depois de pesada em pequenos pedaços de mais ou menos 0,4 cm.
3. Coloque os pedaços de alumínio num béquer de 150 mL e adicione 50 mL de KOH 1,5 M. Bolhas de hidrogênio se formarão. Coloque o béquer sobre uma chapa de aquecimento (Fig. 1 - A) e aqueça um pouco a solução para aumentar a velocidade da reação. Regule a chapa no mínimo, não utilize o bico de bunsen. Faça isso na capela. Durante a reação, a solução que era inicialmente incolor, torna-se escura. Em menos de 30 minutos a reação deve estar completa, quando parar de borbulhar hidrogênio.
4. Enquanto a reação está ocorrendo, monte o aparato para efetuar a filtração à vácuo ou a filtração por aspiração. Fixe o kitasato, coloque o funil de buchner na boca do kitasato (Fig. 1 - B) e ponha um papel filtro no funil, (a boca do funil é de 5 cm, o papel deve ser exatamente igual a 5 cm). Desligue a chapa aquecedora.
5. A solução quente precisa ser filtrada, utilizando o aparato de filtração que você montou. Com ajuda de um bastão de vidro, derrame o conteúdo do béquer dentro do funil (Fig. 1 - B). Todo resíduo escuro deve ficar retido no filtro deixando o filtrado incolor. O filtrado é o que interessa para a próxima etapa.

6. Transfira o filtrado incolor para um béquer de 250 mL limpo (Fig. 1 - C). Enxágüe o kitasato duas ou três vezes com água destilada utilizando um frasco lavador (use  $\pm$  10 mL), despejando-a no béquer. Se a solução ainda não esfriou, coloque o béquer em um banho de gelo.
7. Com cuidado sob agitação, adicione 20 mL de ácido sulfúrico,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  9 M, na solução (use uma proveta). Inicialmente irá aparecer um precipitado de hidróxido de alumínio,  $\text{Al}(\text{OH})_3$ , que se dissolverá quanto mais ácido for adicionado. Note que a solução aquecerá, devido a reação ácido-base ser exotérmica. Se necessário aqueça a solução um pouco, com agitação constante para completar a reação. Na solução ficam os íons potássio,  $\text{K}^+$ , íons alumínio,  $\text{Al}^{3+}$ , e íons sulfato,  $\text{SO}_4^{2-}$ . Se depois de haver aquecido a solução, por 2 a 5 minutos, permanecer algum sólido, filtre a mistura como na etapa 4 e conserve o filtrado incolor. Na filtração utilize o mesmo funil de buchner usando um papel filtro limpo.
8. Um banho de gelo já deve estar preparado na sua bancada. Coloque o seu béquer com o filtrado no banho de gelo, esfregue o fundo do béquer com um bastão de vidro para iniciar a precipitação por uns 15 a 20 minutos. Cristais de alúmen irão se formar.
9. Lave o funil de Buchner e coloque um papel filtro novo. Filtre os cristais de alúmen transferindo os cristais para o funil. Para remover todos os cristais do béquer use uma solução de etanol/água 50 % previamente resfriada.
10. A solução de água/etanol pode ser preparada misturando 15 mL de etanol com 15 mL de água e resfriada num banho de gelo. Use 1/3 dessa solução para enxaguar e transferir para o funil os cristais que ficaram aderidos às paredes do béquer. Enxágüe o béquer duas vezes mais. Esta mistura resfriada também irá auxiliar no processo de remoção de impurezas e de secagem dos cristais.
11. Utilizando um bastão de vidro espalhe os cristais uniformemente sobre o papel de filtro dentro do funil de Buchner e deixe sob sucção por 5 minutos para que sequem bem. Enquanto os cristais ficam secando, pese com precisão de 0,01 g um béquer de 100 mL limpo e seco. Anote o peso do béquer vazio.
12. Transfira todos os cristais de alúmen, secos ao ar por sucção, para o béquer e pese-o novamente. Determine a massa do alúmen formado e o rendimento da reação. As reações do processo estão representadas pelas equações abaixo:
13. *A solução restante no kitasato pode ser descartada na pia, pois não é tóxica. Parte do KOH reagiu com o alumínio e parte foi neutralizado pelo ácido sulfúrico. Veja as reações abaixo. Lave o material e deixe sua bancada limpa.*

## ANEXO VI

### EXPERIÊNCIA DE TITULAÇÃO ÁCIDO-BASE

#### 03. MATERIAL:

- |   |   |
|---|---|
| - béquer (1 de 100 mL e 1 de 250 mL)  | - 1 pipeta volumétrica 10 mL                          |
| - espátula  | - 3 erlenmeyer 125 mL                                 |
| - balança   | - ácido oxálico (HOOC-COOH) 0,10 N                    |
| - bastão de vidro   | - ácido benzóico (C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> COOH) |
| - frasco lavador  | - álcool etílico (C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH)   |
| - 2 balões volumétricos de 100 mL   | - água destilada (H <sub>2</sub> O)                   |
| - 1 bureta de 25 ou 50 mL   | - fenofaleína (indicador)                             |
| - suporte universal e garras  | - hidróxido de sódio sólido (NaOH)                    |
| - vinagre (deixar o vinagre nos frascos originais, colocar 6 em cada laboratório) |   |

*DEMONSTRAÇÃO: O seu instrutor deverá demonstrar como proceder para limpar uma bureta, como enxaguar o seu interior com a solução que será utilizada, como zerar a bureta, e como titular usando fenofaleína como indicador.*

#### 04. PROCEDIMENTO:

##### A - Preparo da solução de NaOH

1. Pese um béquer pequeno (100 mL) e seco, rapidamente coloque 4 ou 5 pastilhas de NaOH com a ajuda de uma espátula e pese-o novamente. Anote a massa na folha de dados. Acrescente ao béquer  $\pm 50$  mL de água destilada e agite com um bastão de vidro até dissolver as pastilhas.
2. Transfira a solução para um balão volumétrico de 100 mL. Em seguida, com um frasco lavador, enxágue as paredes do béquer e o bastão de vidro, transferindo a água para o balão, (Fig. A). Repita este procedimento por mais duas vezes.
3. Finalmente, complete o volume do balão com água, até a marca dos 100 mL (Fig. A, abaixo). O volume final não precisa ser muito preciso. Agite a solução.

##### B - Padronização da solução de NaOH

1. Monte uma bureta no suporte universal, utilizando uma garra para fixá-la, conforme mostrado na figura B, abaixo.
2. Enxágüe a bureta com um pouco (5 mL) de solução de NaOH que você preparou, antes de usá-la. Em seguida encha a bureta com a solução de NaOH, zere-a recolhendo o excesso de solução em um béquer, de forma que o menisco fique na marca do zero. Verifique que a parte abaixo da torneira esteja cheia de líquido. Desta forma a bureta está pronta para iniciar uma titulação.
3. Separe três erlenmeyer e coloque em cada um deles 10,0 mL da solução padrão de ácido oxálico (HOOC-COOH) medidos com uma pipeta volumétrica. Acrescente um pouco de água destilada ( $\pm 30$  mL) e 3 gotas de fenofaleína.
4. Titule cada solução dos 3 erlenmeyer gotejando a solução de NaOH da bureta no erlenmeyer, sob agitação, até o aparecimento da cor rosa. Pare de gotejar NaOH e anote o volume gasto, lendo direto na bureta. Encha novamente a bureta com NaOH, zere-a e repita a titulação, utilizando os outros dois erlenmeyer. Anote os volumes gastos em cada titulação. *Obs; você deve parar de gotejar NaOH assim que a cor rosa ficar permanente.*
5. A solução de NaOH padronizada será usada no procedimento C e D.
6. Os resíduos neutralizados dos tres erlemmeyer podem ser descartados na pia. Veja o item 6-D como proceder para tratar os resíduos. Faça isso ao final do experimento.

### C - Massa molecular de um ácido

*(O seu instrutor lhe dirá se deve ou não fazer este item)*

1. Pese uma quantidade de ácido benzóico (aprox. 0,2 g), com precisão de 2 casas decimais, e coloque num erlenmeyer limpo (não precisa estar seco). Adicione aproximadamente 10 mL de álcool etílico com uma pipeta e agite até dissolver o ácido. Adicione três gotas de fenoftaleína e titule com a solução de NaOH até o ponto de viragem (aparecimento da cor rosa). Anote o volume de NaOH gasto. (Vide o procedimento de titulação anterior, item B).
2. Após a neutralização os resíduos podem ser descartados na pia. Ver item 6-D.

### D - Determinação da concentração de ácido acético no vinagre.

*Obs: Anote a marca comercial do vinagre que irá utilizar .*

1. Com uma pipeta volumétrica coloque 10 mL de vinagre em um balão volumétrico de 100 mL e complete com água até a marca dos 100 mL. Com isso você fez uma diluição (10 vezes). Tome cuidado para não passar da marca dos 100 mL existente no balão, caso contrário a diluição será maior do que 10 vezes. Agite a solução.
2. Separe três erlenmeyer limpos e coloque 10 mL da solução diluída de vinagre em cada um deles. Adicione três gotas de fenoftaleína e titule com NaOH até o ponto de viragem do indicador. Anote o volume de NaOH gasto. Para proceder a titulação vide item B.
3. Anote no quadro a marca do vinagre que voce usou e a concentração encontrada.
4. Anote na sua folha de dados os resultados de seus colegas para a mesma marca de vinagre que voce usou.
5. Retire todo o NaOH da bureta e passe um pouco de água (20 mL) para retirar o exesso de material aderido às paredes.
6. Junte todos as sobras das soluções em um béquer e proceda a sua neutralização. Para tanto é necessário colocar duas gotas de fenoltaleina e verificar a cor da mistura final. Cor rosa indica mistura básica e incolor indica mistura ácida. Verifique a cor da mistura de seus colegas e procure fazer a mistura adequada, tomando material emprestado, até que todos tenham suas soluções neutras. O resíduo neutro poderá ser descartado na pia pois não oferece perigo de contaminação ao meio ambiente. Peça ajuda ao seu instrutor.