doi: 10.20396/chemkeys.v0i7.9831

chemkeys®
Chemkeys - Liberdade para aprender

Química Analítica Básica:
Procedimentos Básicos em Laboratórios de Análise

João Carlos de Andrade*
dandrade@iqm.unicamp.br
Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Química

Informações do Artigo

Histórico do Artigo
Criado em Julho de 2011

Palavras-Chaves
Laboratório Químico
Boas Práticas
Segurança
Fichas de Informação - Produtos Químicos
Material Safety Data Sheet
FISPQ
MSDS
Materiais Volumétricos
Vidrarias
Lavagem de Materiais
Cuidados Operacionais
Filtração
Aquecimento
Pesagem
Equipamentos Básicos de Laboratório

Resumo

A confiabilidade dos resultados obtidos em uma análise química está diretamente relacionada ao emprego correto dos equipamentos usados nas medidas, principalmente nas de massa e de volume. Assim, baseado em outros textos do autor [1-4], serão apresentados neste artigo a descrição da vidraria e outros utensílios mais utilizados em laboratórios, incluindo informações sobre o uso e os cuidados operacionais a serem tomados. Além dos procedimentos de transferência quantitativa de líquidos e sólidos, serão também abordadas outras boas práticas, tais como os procedimentos para a limpeza (lavagem) de materiais volumétricos, a segurança em laboratórios e o tratamento dos resíduos químicos. Além das boas práticas, a qualidade do trabalho laboratorial é um reflexo direto da qualidade dos equipamentos e materiais usados. Assim, é também recomendável escolher fabricantes e fornecedores idôneos e exigir que os seus produtos sejam acompanhados de certificados de qualidade.

Chemkeys. Licenciado sob Creative Commons (BY-NC-SA)

Introdução

A segurança em um laboratório

A segurança em atividades desenvolvidas em um laboratório químico é um assunto tão importante quanto extenso. Abaixo estão relacionados ítens elementares que devem ser observados em trabalhos de laboratório, com base nas normas da Comissão de Segurança e Ética Ambiental do Instituto de Química da UNICAMP [5, 6]. Incorpore-os em seu procedimento habitual no trabalho diário.

E lembre-se:

1. Os acidentes não acontecem, são causados.
2. O seu primeiro acidente pode ser o último.
3. Siga as normas de segurança estabelecidas.
4. Na dúvida, consulte os manuais e as Fichas de Informações de Segurança de Produto Químico

O autor agradece a colaboração de Claudia Martelli e de Mirian Cristina de Sousa. Ilustrações por Iveraldo Rodrigues. As fotos são do autor ou obtidas em sites de domínio público.

* Autor para contato

(FISPQ), originalmente conhecida como MSDS (do inglês, Material Safety Data Sheet), ou as Normas da Comissão de Segurança da sua Instituição.
5. O laboratório não é lugar para brincadeiras! Concentre-se no que estiver fazendo.
6. Manter sempre a calma!!

As fichas de Segurança (MSDS) são formulários que contêm dados referentes às propriedades de substâncias químicas. Dentre outras, elas fornecem informações importantes a respeito das caracteríticas físicas (ex: ponto de fusão, ponto de ebulição, etc), reatividade, toxicidade, manipulação, armazenamento, eliminação, descarte, primeiros socorros e equipamento de proteção para o seu manuseio seguro destas substâncias. [7,8]. No Brasil, a MSDS é conhecida como Ficha de Informações de Segurança de Produto Químico (FISPQ) [9].

Regras básicas de segurança em laboratórios

1. Use sempre óculos de segurança e avental de algodão, longo e de mangas longas.
2. Use calças compridas e calçados fechados. Não use saias, bermudas ou calçados abertos.
3. Pessoas que tenham cabelos longos devem mantê-los presos enquanto estiverem no laboratório.
4. Não trabalhe sozinho, principalmente fora do horário de expediente.
5. Não fume, coma ou beba nos laboratórios. Lave bem as mãos com sabonete ao deixar o recinto.
6. Antes de usar reagentes que não conheça, consulte a bibliografia adequada e informe-se sobre como manuseá-los e descartá-los [5-9].
7. Não retorne reagentes aos frascos originais, mesmo que não tenham sido usados.
8. Evite circular pelo laboratório segurando reagentes.
9. Ao ser designado para trabalhar em um determinado laboratório, é imprescindível o conhecimento da localização dos acessórios de segurança.
10. Não use equipamentos que não tenha sido treinado ou autorizado a utilizar.
11. Certifique-se da tensão de trabalho da aparelhagem antes de conectá-la à rede elétrica. Quando não estiverem em uso, os aparelhos devem permanecer desconectados.
12. Use sempre luvas de isolamento térmico ao manipular material quente ou frio.
13. Nunca pipete líquidos com a boca. Neste caso, use bulbos de borracha ou trompas de vácuo.
14. Antes de iniciar o experimento verifique se todas as conexões e ligações estão seguras.

Atitudes ao entrar em um laboratório

Quando entrar ou estiver trabalhando em um laboratório, você deve:

1. Localizar os extintores de incêndio e verificar a qual tipo pertencem e que tipo de fogo podem apagar antes de usá-lo.
2. Localizar as saídas de emergência.
3. Localizar a caixa de primeiros socorros e verificar a validade e os tipos de medicamentos existentes, bem como o seu modo de utilização.
4. Localizar a caixa de máscaras contra gases. Se precisar usá-las, lembre-se de verificar a existência e qualidade dos filtros adequados à sua utilização.
5. Localizar a chave geral de eletricidade do laboratório e aprender a desligá-la.
6. Localizar o cobertor anti-fogo.
7. Localizar a caixa de areia.
8. Localizar o equipamento lava-olhos mais próximo e verificar se está funcionando adequadamente.
9. Localizar o chuveiro de segurança e verificar se este está funcionando adequadamente.
10. Informar-se quanto aos telefones a serem utilizados em caso de emergência (hospitais, ambulância, bombeiros, etc.).

IMPORTANTE: Além de localizar estes equipamentos, você deve saber utiliza-los adequadamente. Assim, consulte a pessoa responsável pela segurança do laboratório ou os manuais especializados no assunto.

Atitudes durante a realização de experimentos

1. Nunca adicione água sobre ácidos e sim ácidos sobre água.
2. Ao testar o odor de produtos químicos, nunca coloque o produto ou o frasco diretamente sob o nariz.
3. Quando estiver manipulando frascos ou tubos de ensaio, nunca dirija a sua abertura na sua direção ou na de outras pessoas.
4. Fique atento às operações onde for necessário realizar aquecimento.
5. Cuidado para não se queimar ao utilizar sólidos e líquidos em baixas temperaturas, tais como nitrogênio líquido ou gelo seco (CO_2 - sólido). O uso de óculos de seguranças é mandatório.
6. A destilação de solventes, a manipulação de ácidos e compostos tóxicos e as reações que exalem gases tóxicos são operações que devem ser realizadas em capelas, com boa exaustão.
7. As válvulas dos cilindros devem ser abertas lentamente com as mãos ou usando chaves apropriadas.

Chemkeys. Licenciado sob Creative Commons (BY-NC-SA)

8. Nunca force as válvulas, com martelos ou outras ferramentas, nem as deixe sobre pressão quando o cilindro não estiver sendo usado.
9. Sempre que possível, antes de realizar reações onde não conheça totalmente os resultados, faça uma teste em pequena escala, na capela.
10. Ao trabalhar com reações perigosas (perigo de explosão, geração de material tóxico, etc) ou cuja periculosidade você desconheça, proceda da seguinte forma:
    a. avise seus colegas de laboratório;
    b. trabalhe em capela com boa exaustão, retirando todo tipo de material inflamável.
    c. trabalhe com a área limpa.
    d. use protetor acrílico;
    e. tenha um extintor por perto, com o pino destravado.
11. Ao se ausentar de sua bancada ou deixar reações em andamento à noite ou durante o fim de semana, preencha a ficha de identificação adequada. Caso esta não esteja disponível, improvise uma e coloque-a em local visível e próximo ao experimento. Nela devem constar informações sobre a reação em andamento, nome do responsável e de seu superior imediato, com endereço e telefone para contato, além de informações de como proceder em caso de acidente ou de falta de água e/ou eletricidade.
12. O último usuário, ao sair do laboratório, deve desligar tudo e desconectar os aparelhos da rede elétrica.

O uso de materiais e conexões de vidro

1. Ao usar material de vidro, verifique sua condição. Lembre-se que o vidro quente pode ter a mesma aparência que a do vidro frio. Qualquer material de vidro trincado deve ser rejeitado.
2. Vidros quebrados devem ser descartados em recipiente apropriado.
3. Use sempre um pedaço de pano protegendo a mão quando estiver cortando vidro ou introduzindo tubos de vidros em orifícios. Antes de inserir tubos de vidro, termômetros, etc. em tubos de borracha ou rolhas verifique se as bordas não contêm regiões cortantes e se os diâmetros são condizentes entre si. Lubrifique (levemente) a superfície do vidro com glicerina e segure o tubo de vidro bem próximo à rolha. Aplique uma leve pressão combinada com movimentos de rotação.
4. Nunca use mangueiras de látex velhas. Faça as conexões necessárias utilizando mangueiras (apropriadas) novas e abraçadeiras.
5. Tenha cuidado especial ao trabalhar com sistemas sob vácuo ou pressão. Dessecadores sob vácuo devem ser protegidos com fita adesiva e colocados em grades de proteção próprias.
6. Este mesmo procedimento deve ser adotado ao ser usar frascos para conter líquidos a baixa temperatura (Frascos de Dewar).
7. Antes de iniciar o experimento verifique se todas as conexões e ligações estão seguras.

A armazenagem de reagentes químicos

1. Evite armazenar reagentes em lugares altos e de difícil acesso.
2. Não estoque líquidos voláteis em locais que recebem luz.
3. Éteres, parafinas e oleifinas formam peróxidos quando expostos ao ar. Não os estoque por tempo demasiado e manipule-os com cuidado.
4. Ao utilizar cilindros de gases, transporte-os em carrinhos apropriados. Durante o seu uso ou estocagem mantenha-os bem presos à bancada ou parede, com correntes. Cilindros com as válvulas emperradas ou defeituosas devem ser devolvidos ao fornecedor.
5. Consulte a bibliografia indicada para obter informações sobre a estocagem de produtos químicos, assegurando que reagentes incompatíveis sejam estocados separadamente.

O descarte de resíduos

Descartar resíduos não é o mesmo que "jogá-los fora". Os resíduos gerados após um experimento devem ser descartados no recipiente adequado que deverá estar rotulado e adequadamente disposto no laboratório.

Eventualmente podem existir outros descartes específicos no laboratório, dependendo dos reagentes utilizados no experimento. Qualquer quantidade, mesmo que mínima, deve ser descartada no local apropriado. Verifique se o recipiente de descarte está cheio antes de usá-lo. Troque-o se necessário.

Nunca descarte nada sem ter certeza

Procure sempre saber a composição dos seus resíduos No caso de dificuldades consulte as Normas de Gerenciamento de Resíduos Químicos da sua Instituição(ou de outras) [5-9], ficando sempre atento aos itens abaixo:

1. Os resíduos de solventes de reações e de evaporadores rotativos devem ser colocados em frascos apropriados para descarte, devidamente rotulados.

Chemkeys. Licenciado sob Creative Commons (BY-NC-SA)

Evite misturar os solventes. Sugere-se a seguinte separação:
Solventes clorados, Hidrocarbonetos, Álcoois e Cetonas, Éteres e Ésteres, Acetatos e Aldeídos. Sempre que possível indique também os componentes percentuais aproximados, pois este tipo de resíduo costuma ser incinerado por empresas especializadas que exigem uma descrição minuciosa do material que recebem. Verifique se é viável recuperar estes resíduos no seu laboratório.

2. Os resíduos aquosos ácidos ou básicos devem ser neutralizados antes do descarte, e só então descartados. Para o descarte de metais tóxicos ("metais pesados"), metais alcalinos e de outros resíduos, consulte antecipadamente a bibliografia adequada.
3. O uso de solução sulfocrômica para limpeza vem sendo proibido na maioria dos laboratórios. Caso precise utilizá-la, nunca faça o descarte diretamente na pia. O Cr(VI) deve ser reduzido a Cr(III) antes do descarte.

De um modo geral, os resíduos químicos de laboratórios (inclusive dos laboratórios de ensino) podem ser separados e recolhidos em reciepientes de plástico (inertes ao solvente/resíduo) rotulados da seguinte forma:

Ácidos – para soluções com pH<7,0 não contaminadas com outros reagentes orgânicos ou metais. Exemplo: HCl, H_2SO_4, HNO_3, H_3PO_4, ácido acético, etc.

Bases – para soluções com pH>7,0 não contaminadas com outros reagentes orgânicos ou metais. Exemplo: NaOH, NH_3, KOH, $Ca(OH)_2$, etc.

Solventes clorados – para compostos orgânicos (ésteres, éteres, hidrocarbonetos, cetonas, alcoóis e fenóis) que contenham cloro ou outro halogênio. Exemplo: clorofórmio (CHCl3), diclorometano (CH2Cl2), etc.

Solventes não-clorados – para compostos orgânicos (ésteres, éteres, hidrocarbonetos, cetonas, alcoóis e fenóis) que não contenham halogênios em sua estrutura. Exemplo: acetona, etanol, hexano, tolueno, éter etílico, etc.

Metais (tóxicos ou "pesados") – para soluções contendo qualquer concentração de metais (ex.: metais de transição e outros metais tóxicos), independentemente do pH. Exemplo: soluções contendo Ag, Al, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Hg, Mg, Mn, Mo, Ni, Pb, Pd, Pt, Sn, Sr, Zn, etc.

Sugere-se a utilização do Diagrama de Hommel (ou Diamante do Perigo) como rótulos, pois este sistema possui sinais de fácil reconhecimento e entendimento do grau de periculosidade das substâncias, com graus de risco variando entre 0 e 4.

Figura 1. Os códigos e um exemplo do uso do Diagrama de Hommel

Riscos à Saúde (Azul): 4 – Substância Letal; 3 - Substância Severamente Perigosa; 2 - Substância Moderadamente Perigosa; 1 - Substância Levemente Perigosa; 0 - Substância Não Perigosa ou de Risco Mínimo.

Inflamabilidade (Vermelho): 4 - Gases inflamáveis, líquidos muito voláteis (Ponto de Fulgor abaixo de 23ºC); 3 – Substâncias que entram em ignição a temperatura ambiente (Ponto de Fulgor abaixo de 38ºC); 2 - Substâncias que entram em ignição quando aquecidas moderadamente (Ponto de Fulgor abaixo de 93ºC); 1 - Substâncias que precisam ser aquecidas para entrar em ignição (Ponto de Fulgor acima de 93ºC); 0 - Substâncias que não queimam.

Reatividade (Amarelo): 4 - Pode explodir; 3-Pode explodir com choque mecânico ou calor; 2 – Reação química violenta; 1 – Instável se aquecido; 0 – Estável.

Riscos Específicos (Branco): OXY – Oxidante Forte; ACID – Ácido Forte; ALK - Alcalino (Base) Forte; COR – Corrosivo; W - Não misture com água.

Os números necessários para o preenchimento do Diamante de Hommel encontram-se disponíveis para consulta em vários sites [10-12] ou em qualquer outro site ou livro que contenha as Ficha de Informação de Segurança de Produto Químico (fichas MSDS-Material Safety Data Sheet) [7-9].

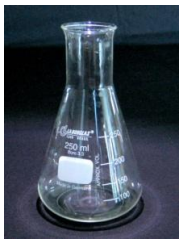
Apresentalção dos materiais mais utilizados em laboratório

O conhecimento das funções e uso dos principais utensílios e equipamentos usados em um laboratório químico é essencial para sua segurança pessoal e para o bom andamento dos trabalhos. Nas Figuras de 2 a 5 são apresentados os utensílios de uso mais comum em laboratório, com uma descrição resumida das suas funções e utilidades.

Chemkeys. Licenciado sob Creative Commons (BY-NC-SA)

Tubo de Ensaio: utilizado para realizar reações químicas em pequena escala.

Béquer: copo de vidro utilizado para preparar soluções e aquecer líquidos.



Erlenmeyer: usado para titulações e aquecimento de líquidos.

Balão Volumétrico: frasco de precisão calibrado, usado para preparar e diluir soluções.

Proveta: usada para medidas aproximadas de volumes de líquidos.

Bureta: usada para medidas volumétricas precisas.

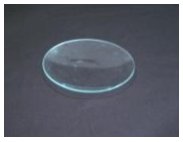
Pipeta Graduada: usada para medir volumes variáveis de líquidos.

Funil: usado para transferências de líquidos (ou soluções) e para filtrações. O funil com colo longo e estrias é chamado de funil analítico.

Pipeta Pasteur: usada para a transferência qualitativa de líquidos e para ajustar volumes com precisão.

Navícula: usada transferência e pesagem de sólidos.

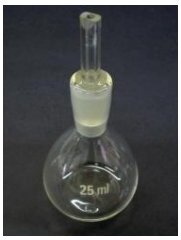
Funil de Decantação: usado para a separação de líquidos imiscíveis.



Vidro de Relógio: usado para cobrir béqueres durante evaporações, pesagens, etc.

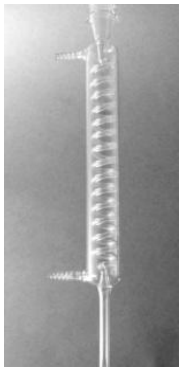
Figura 2a. Utensílios de vidro. Observação: Não seque na estufa as vidrarias graduadas e volumétricas, pois o aquecimento, seguido de resfriamento, deformará o vidro e comprometerá a precisão das medidas posteriores.

Chemkeys. Licenciado sob Creative Commons (BY-NC-SA)

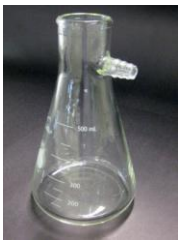


Picnômetro: utilizado na determinação da densidade de líquidos.

Dessecador: utilizado no armazenamento de substâncias sob pressão reduzida ou em atmosfera com baixo teor de umidade.



Condensadores: utilizados na condensação de vapores em processos de destilação ou de aquecimento sob refluxo.



Kitassato: parte do conjunto usado para filtrações a vácuo.

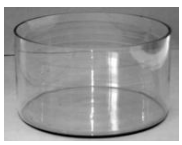
Balão de Fundo Redondo: usado para aquecimento de líquidos e para realizar reações que envolvam desprendimento de gases.

Pesa-Filtro: recipiente usado para a pesagem de sólidos.

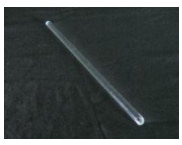
Pipeta Volumétrica: usada para medir volumes fixos de líquidos com precisão.

Placa de Petri: usada para cobrir cristalizadores, para o desenvolvimento de culturas, e inúmeros outros fins.

Espátula: usada para a transferência de sólidos. Obs.: pode ser de vidro ou metal.



Cuba de Vidro: utilizado para conter misturas refrigerantes e finalidades diversas.



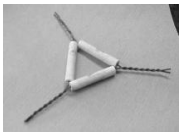
Bastão de Vidro: usado na agitação e transferência de líquidos.

Policial: bastão de vidro com um pedaço de tubo de borracha (latéx ou silicone) em uma das suas extremidades.

Figura 2b. Utensílios de vidro. Observação: Não seque na estufa as vidrarias graduadas e volumétricas, pois o aquecimento, seguido de resfriamento, deformará o vidro e comprometerá a precisão das medidas posteriores.

Chemkeys. Licenciado sob Creative Commons (BY-NC-SA)

Cadinho: usado em calcinações de substâncias.



Triângulo: usado para sustentar cadinhos de porcelana em aquecimentos diretos com chama.

Triângulo e Cadinho: Montagem usada para calcinação de matéria orgânica usando chama (Bico de Bunsen ou de Meker).

Cápsula : usada na evaporação de líquidos.

Funil de Büchner: usado em conjunto com um kitassato para filtrações a vácuo.

Almofariz e Pistilo: usados para triturar e pulverizar substâncias sólidas. Obs: Pode ser de vidro.

Figura 3. Alguns utensílios de porcelana

Chemkeys. Licenciado sob Creative Commons (BY-NC-SA)

Suporte Universal, Mufa e Garra: usados na sustentação de peças para as mais diferentes finalidades, tais como: garra para buretas (garra dupla), garra para destiladores (formato arredondado) e anel para funil

Pinças de Mohr e de Hofmann: usadas para impedir ou reduzir o fluxo de líquidos ou gases através de mangueiras

Tenaz: usada para segurar objetos aquecidos

Tripé: usado como suporte de telas de amianto e de triângulos em processos de aquecimento com bico de Bunsen

Espátula: similar a de porcelana é de uso mais comum devido ao baixo custo e a grande variedade de formatos. Contudo tem limitações quanto ao ataque por substâncias corrosivas.

Mufa: usada para prender garras.

Figura 4. Alguns utensílios de metal

Chemkeys. Licenciado sob Creative Commons (BY-NC-SA)

Tela de Amianto: usada para produzir uma distribuição uniforme de calor durante o aquecimento com um bico de gás. É uma tela metálica com a região central coberta de amianto(*).

Pisseta: usualmente feita de plástico, pode conter água destilada, álcool ou outros solventes, sendo principalmente usada em lavagens e remoção de precipitados.

Bulbos ou Pêras de Segurança: Acoplado em pipetas, auxilia na técnica de pipetar líquidos; IMPORTANTE: Não deixe o líquido entrar na pêra e não a deixe comprimida.

Pinça de Madeira: usada para segurar tubos de ensaio.

Trompa de Vácuo (de Água): acoplada a uma torneira, reduzir a pressão no interior de um frasco (ex.: Kitassato).

Estante para tubo de ensaio: Suporte para tubos de ensaios. Pode ser de madeira, plástico ou metal.

Chapa de Aquecimento Usadas para o aquecimento de soluções, ebulição de água e banho-maria.

Óculos de Segurança: para proteção ocular. O uso deste acessório é obrigatório em laboratórios.

Figura 5. Outros Materiais. (*) ATENÇÃO: Mesmo tendo sido proibido o uso de materiais de amianto, eles ainda são encontrados em alguns laboratórios.

Chemkeys. Licenciado sob Creative Commons (BY-NC-SA)

Técnicas laboratoriais fundamentais

O aquecimento de substâncias

Muito frequentemente operações de aquecimento em laboratório são feitas utilizando-se queimadores de gases combustíveis, sendo o mais simples deles o bico de Bunsen (Figura 6). Outro queimador muito usado é o bico de Meker, uma modificação do bico de Bunsen que possui uma placa perfurada no seu topo ('grelha") para ajudar na formação de uma chama mais quente e melhor distribuída.

Em ambos os casos, o gás entra no queimador por um orifício localizado na sua base. Em alguns modelos sua vazão pode ser regulada por um registro externo localizado na parte inferior do bico. A medida que o gás sobe pelo tubo do queimador, o ar é succionado por meio de orifícios situados um pouco acima da base. A quantidade de ar pode ser controlada girando-se o anel que contém estes orifícios, permitindo regular a mistura combustível/ar.

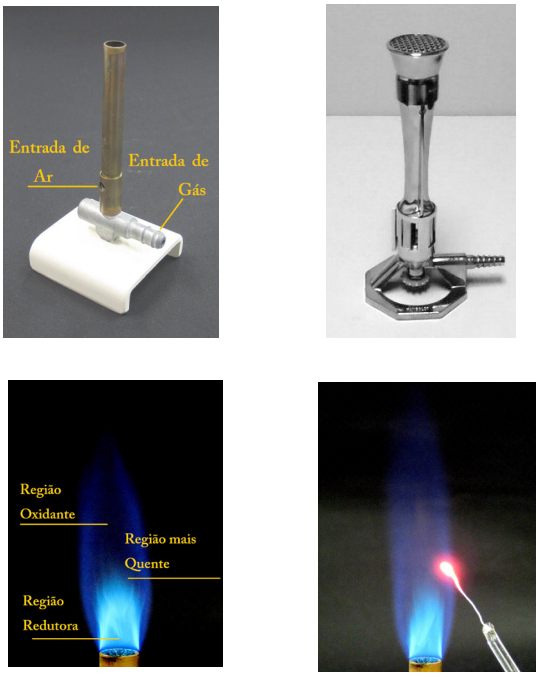


Figura 6: Os queimadores (bicos) de Bunsen e de Meker. Nos detalhes, a anatomia da chama de um bico de bunsen.Notar a incandecência do fio Ni-Cr (usado para testes qualitativos de metais na forma de sais) colocado na região mais quante da chama.

Para se acender um bico de gás é preciso fechar a entrada de ar e posicionar o queimador longe de objetos inflamáveis. A seguir, abre-se o gás e acende-se o queimador. A chama obtida apresenta uma cor amarela brilhante e geralmente grande. Esta chama é "fria" e inadequada ao uso porque a mistura combustível/ar é pouco oxidante. Para que uma chama mais quente seja obtida, deve-se deixar o ar entrar gradualmente no sistema, até que sua coloração se torne azulada. Nota-se então, duas regiões cônicas distintas, como mostradas na Figura 6: a interna, mais fria, chamada de zona redutora, e a externa, quase invisível, chamada de zona oxidante. A região mais quente, com temperatura em torno de 1.500 °C, está situada logo acima do cone interno.

Chapas de aquecimento também podem ser usadas em operações de aquecimento. Neste caso não deixar a chapa ligada sem uso, colocar um aviso se a chapa estiver quente e cuidar para que seu fio de alimentação elétrica não entre em contato com a superfície aquecida. Chapas de aquecimento podem estar acoplados a agitadores magnéticos em um só equipamento, de modo que é possível agitar e aquecer uma solução simultaneamente. A agitação do líquido é feita por meio de uma barra magnética ("peixinho"), geralmente recoberta com Teflon, que pode ter tamanhos variados (Figura 7).

Figura 7: Aquecedor e agitador magnético integrados. No detalhe, mostram-se diferentes tipos de barras de agitação magnética ("peixinhos").

Use sempre um "peixinho" adequado para o tamanho do recipiente em que a mistura a ser agitada está contida e tome cuidado para não perder material por causa de uma agitação muito rápida. Os cuidados que devem ser observados quando aquecer substâncias são:

a. não utilizar chama para aquecer substâncias inflamáveis ou explosivas;
b. não utilizar recipientes plásticos;
c. não aquecer substâncias em frascos volumétricos;
d. não aquecer substâncias em recipientes totalmente fechados;
e. iniciar sempre o aquecimento de forma branda;
f. não aquecer o fundo do tubo de ensaio contendo líquidos. Posicione a chama na altura do nível do líquido e use uma pinça de madeira para segurar o tubo. Não volte a boca do tubo de ensaio em sua direção ou na direção de seus colegas de laboratório.

Chemkeys. Licenciado sob Creative Commons (BY-NC-SA)

g. terminado um experimento envolvendo aquecimento com chama, verifique se todos os registros de gás estão devidamente fechados.

Os procedimentos de filtração

Um dos procedimentos de filtração é realizado por gravidade, sem sucção. O papel de filtro circular é dobrado ao meio duas vezes seguidas e inserido no funil [2,13] como descrito na Figura 8. A Figura 9 mostra uma montagem deste sistema de filtração. Lembrar de umidecer o papel de filtro para garantir sua aderência ao funil.

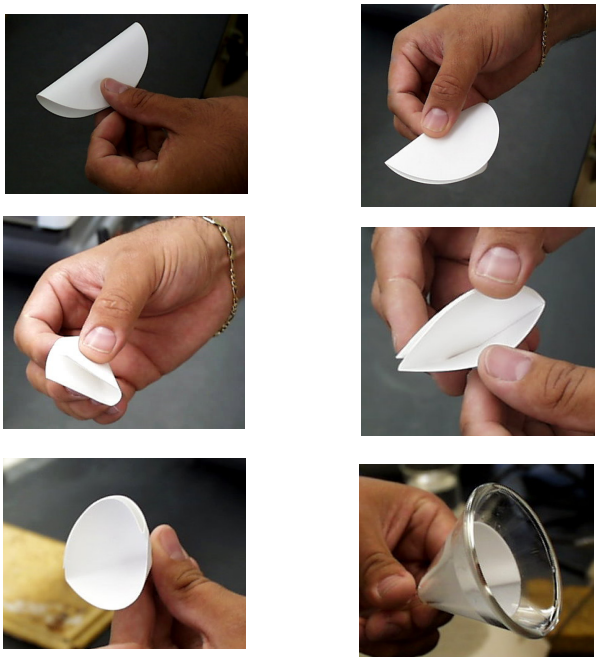


Figura 8. Como dobrar corretamente uma folha de papel de filtro circular [13].

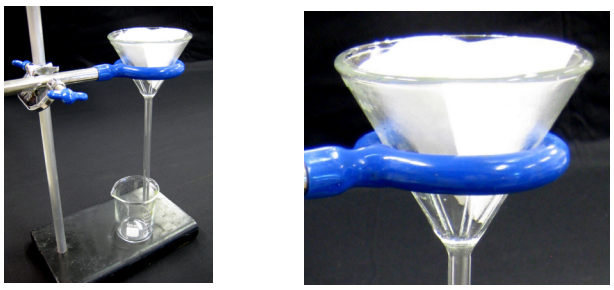


Figura 9. Equipamento usado na filtração por gravidade. Notar qua a haste do funil está encostada na parede interna do copo de béquer. No detalhe, o funil e o seu suporte. O papel de filtro da foto não está umidecido.

Na filtração por gravidade transfere-se primeiramente o líquido sobrenadante e em seguida o precipitado [2,13]. Como é mostrado na Figura 10 [13], a transferência é feita com o auxílio de um bastão de vidro, recolhendo-se o filtrado em um béquer.

Para executar este procedimento [2], encostar a extremidade inferior da haste do funil na parede interna do béquer usado no recolhimento do filtrado. A maior parte do sobrenadante deve ser filtrada antes da remoção do precipitado, para evitar o entupimento dos poros do papel. O restante do precipitado (ainda no frasco de precipitação) deve ser lavado sob agitação com pequenas porções do líquido de lavagem, para se obter uma maior eficiência. Repetir esse procedimento até que todo o precipitado seja transferido para o funil. Manter o nível de solução a ¾ da altura do papel de filtro no funil. Use um policial (ver Figura 2b) e a pisseta com a água de lavagem para retirar os últimos traços de precipitado do béquer.

Figura 10. Sequência a ser seguida em um procedimento de filtação por gravidade. A segunda foto mostra o uso do policial no processo de transferência do sólido [13].

A filtração a vácuo é útil em experimentos nos quais se precisa separar quantidades maiores de precipitado (ex.: sínteses) ou quando filtrações rápidas e com máxima extração possível do solvente são necessárias. Este sistema é composto por um suporte universal, uma garra, um kitassato, um funil de Büchner (ou uma placa filtrante), uma borracha de vedação (utilizada para fazer a vedação entre o kitassato e o funil) e uma mangueira (responsável pela conexão entre a abertura lateral do kitassato e dispositivo de sucção). O dispositivo de sucção mais simples é conhecido como “trompa de vácuo” (ver a Figura 5).

A montagem desse sistema é feita como mostrado na Figura 11: o kitassato, com o funil de Büchner (ou a placa filtrante, muito usada em gravimetria) é devidamente

Chemkeys. Licenciado sob Creative Commons (BY-NC-SA)

fixado a um suporte universal por meio de uma garra. Este é então conectado pela sua abertura lateral a uma mangueira, que por sua vez é ligada a um dispositivo para produzir a diminuição de pressão no interior do kitassato ("trompa de vácuo"), permitindo um escoamento mais rápido do líquido.

Figura 11. Montagem de sistemas para filtração a vácuo com funil de Büchner e com placa filtrante (Cadinho de Gooch).

Para proceder a filtração, cortar o papel de filtro de maneira que este encaixe perfeitamente no funil de Büchner. Acionar o vácuo e gotejar água destilada para que o papel se assente uniformente na superfície perfurada do funil. Transferir então a solução a ser filtrada (vagarosamente), cuidando para que esta não atinja as bordas do papel, ocasionando a perda de sólido. Deve-se usar um bastão de vidro para evitar o derramamento de líquido, como no caso da filtração por gravidade. Lavar o sólido despejando vagarosamente sobre ele o solvente utilizado na lavagem. A filtração com Gooch dispensa o uso de papel de filtro, mas é preciso verificar se a sua porosidade é adequada ao procedimento [2].

Os equipamentos volumétricos [14-19]

Quem trabalha em laboratórios de análise química deve saber distinguir e usar convenientemente cada equipamento volumétrico, de modo a reduzir ao mínimo o erro nas análises. A escolha da vidraria volumétrica é determinante para a exatidão em medidas de volume. Se os instrumentos não forem de boa procedência não é possível obter resultados com uma boa exatidão e repetibilidade.

São basicamente dois os tipos de frascos volumétricos disponíveis, a saber: aqueles calibrados para conter certo volume, o qual se transferido, não o será totalmente (exibem a sigla **TC**, **T**o **C**ontain) e aqueles calibrados para transferir um determinado volume (exibem a sigla **TD**, **T**o **D**eliver), dentro de certos limites de precisão.

Qualquer frasco volumétrico apresenta o problema da aderência do fluído nas suas paredes internas, mesmo estando limpo e seco. Por isto um frasco construído para conter um determinado volume de líquido (TC), sempre escoará um volume menor, se for usado numa transferência.

Os equipamentos volumétricos TD têm seus volumes corrigidos, com respeito à aderência do fluído, e por esta razão, escoarão o volume indicado, se usados numa transferência. Ainda assim é necessário saber que a quantidade do líquido escoado por estes instrumentos dependerá, principalmente, da sua forma, da limpeza da sua superfície interna, do tempo de drenagem, da viscosidade e da tensão superficial do líquido e do ângulo do aparelho em relação ao piso do laboratório.

Provetas

As provetas têm forma de cilindro e apresentam graduação com indicação de volume crescendo de baixo para cima (Figura 12). Podem ser de vidro (mais comumente usadas) ou de plástico. As mais usadas nos laboratórios são as com capacidades para 25; 50; 100; 500; 1.000 e 2.000 mL. Elas se prestam para medidas de volume aproximadas e são usadas principalmente para transferir volumes, sem muita precisão. Em geral, o desvio-padrão das medidas de volume feitas com estes equipamentos nunca é menor do que 1%.

Figura 12. Exemplo de frasco TC: proveta de uso comum em laboratório.

Pipetas

As pipetas servem para transferir volumes líquidos definidos (Figura 13). Podem ser volumétricas (também chamadas de transferência) ou graduadas. Podem ser de vidro ou de plástico. Normalmente as utilizadas em um laboratório de análise são as de vidro (as de plástico são necessárias quando se trabalha com ácido fluorídrico).

Chemkeys. Licenciado sob Creative Commons (BY-NC-SA)

As pipetas volumétricas são tubos com uma expansão na sua parte central, têm marcas de calibração gravadas na parte superior (acima do bulbo), ponta afilada e apresentam volumes fixos desde 1,00 a 200,00 mL, sendo mais usadas as de 1,00; 5,00; 10,00; 20,00 e 25,00 mL.

As pipetas graduadas são tubos cilíndricos com uma escala numerada do alto para baixo, até a capacidade máxima. Servem para transferir qualquer volume até a sua capacidade máxima, sendo bem menos precisas do que as volumétricas. As mais usadas no laboratório são as com capacidade máxima de 5,0 e 10,0 mL.

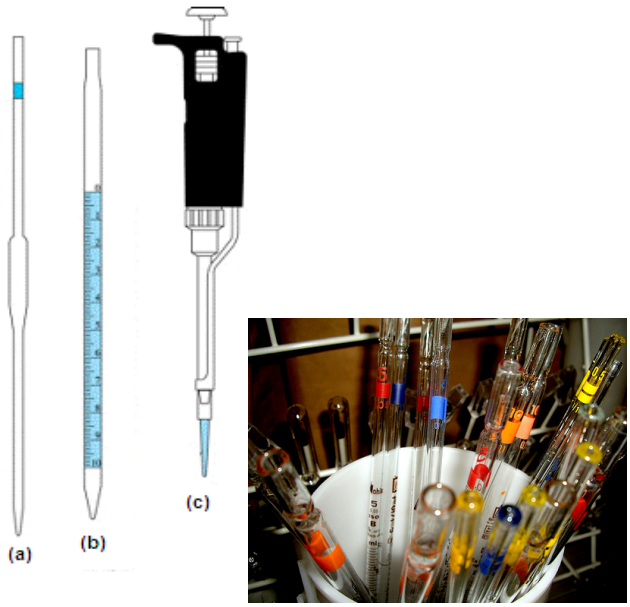


Figura 13. Exemplos de frasco TD: Pipetas. Tipos de pipetas: a) Pipetas Volumétricas; b) Pipetas graduadas (ou sorológicas); c) Pipetas de volumes variáveis. A foto ilustra este tipo de equipamento volumétrico.

As pipetas volumétricas devem ser necessariamente calibradas antes do seu uso [2], caso contrário será fonte de erros determinados [20]. No tocante ao uso e cuidados no manuseio das pipetas, chama-se a atenção para os seguintes pontos:

1. As pipetas volumétricas são calibradas considerando a sobra de um filme de líquido em suas paredes internas.
2. Como qualquer vidraria de medida de precisão, as pipetas não devem sofrer aquecimento. Para secagem (se necessária), deve ser usada sucção com trompa de água (ou outro equipamento que produza o mesmo efeito), conectada à extremidade usada para a aspiração de líquido ou solução e elas devem ser posicionadas na vertical. Na ponta afilada deve-se colocar um pequeno pedaço de papel de filtro, para evitar a introdução de poeira do ar ambiente no interior da pipeta [2]. No caso de se usar bombas para a sucção, preferir as de diafragma, para evitar a contaminação da pipeta com óleo.
3. A aspiração de líquidos ou soluções deverá ser feita com auxilio de um bulbo de borracha e não com a boca, principalmente quando se pipeta soluções que apresentem riscos. Esta prática deve ser incentivada, sob qualquer circunstância, como medida de segurança.
4. Não se deve introduzir a pipeta diretamente em um frasco que contenha a solução padrão (estoque), a amostra ou qualquer outro reagente. É aconselhável que se transfira uma porção conveniente da solução ou líquido para um copo (béquer) limpo e seco e se faça dali as retiradas do volumes necessários. As eventuais sobras deverão ser apropriadamente descartadas. É preferível perder, conscientemente, uma fração de um determinado reagente ou solução do que todo um trabalho e, junto com ele, todos os outros reagentes.
5. A pipeta deve estar limpa e seca. Caso não esteja seca, pode-se lavá-la com várias pequenas porções da solução a ser usada, descartando-as o mais completamente possível com escoamento livre (sem assoprar) e então usá-la para efetuar a transferência desejada.

A operação de aspiração do líquido (ou solução) usando uma pipeta deve ser sempre realizada com uma pêra de segurança (bulbo de borracha). Para usar corretamente uma pêra de segurança tome os seguintes cuidados:

1. Acople a pêra de segurança à pipeta
2. Comprima as regiões 1 e 2 para esvaziá-la e solte as partes 1 e 2, nessa ordem, deixando-a pronta para a aspiração do líquido (veja a Figura 14).
3. Comprima a região 3 para admitir o líquido até a marca da pipeta.
4. Caso ultrapasse a marca, comprima levemente a pêra na região 4 até obter o volume desejado.
5. Cuidado ao aspirar a solução para que ela não seja admitida no interior da pêra, o que poderá danificá-la.
6. Não guarde a pêra comprimida. Comprima a região 1 para que ela volte ao normal.

O procedimento de pipetagem é mostrado na Figura 15. Para transferir o conteúdo da pipeta para outro recipiente deve-se introduzi-la dentro do frasco que irá receber a solução e deixar o líquido escoar livremente, mantendo-a na vertical.

Chemkeys. Licenciado sob Creative Commons (BY-NC-SA)

Após o escoamento, inclinar a pipeta e encostar a sua ponta afilada na parede interna do frasco receptor, permanecendo nesta posição por cerca de 20 segundos (contar mentalmente até 20) quando se tratar de líquidos ou soluções de menor viscosidade (ex.: soluções aquosas diluídas) e por cerca de 30 segundos, quando se tratar de líquidos ou soluções de maior viscosidade (ex: ácido sulfúrico ou ácido fosfórico concentrado).

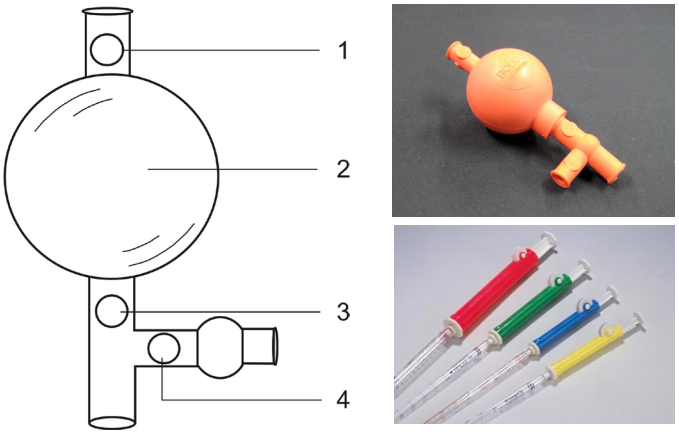


Figura 14. A pêra de segurança (bulbo de borracha) e sistemas de aspiração alternativos disponíveis no mercado.

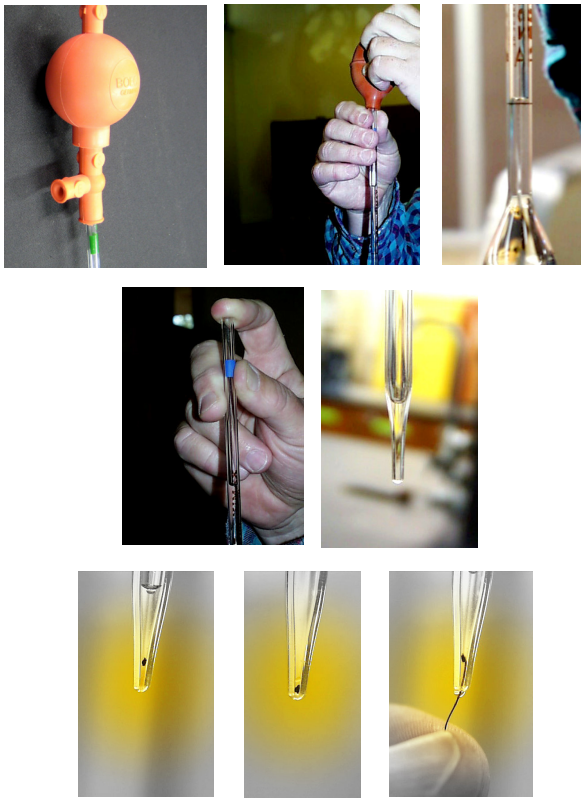


Figura 15: Seqüência a ser observada no procedimento de pipetagem, em especial quando se usa uma pipeta de transferência. Notar como são usados os dedos neste processo, como efetuar a leitura do menisco e que o líquido que fica retido na ponta da pipeta ao final do procedimento de transferência não deve ser dispensado. Abaixo, observar como limpar as paredes internas de uma pipeta, quando houver sujeira aderida no seu interior [13].

Não assoprar para retirar a pequena quantidade de líquido que fica retida na ponta da pipeta ao final da pipetagem. Este mesmo procedimento deve ser usado na calibração de uma pipeta volumétrica [2].

O tempo de escoamento a ser empregado depende da capacidade da pipeta e da viscosidade da solução, estando relacionado com a velocidade de escoamento do filme líquido aderido nas suas paredes internas, o qual deve ser aproximadamente igual à velocidade de escoamento do menisco. Sugere-se que uma pipeta de 25,00 mL deve ser ajustada para efetuar a transferência do seu volume em um tempo ao redor de 25s.

Um escoamento mais rápido pode levar a resultados pouco reprodutíveis, enquanto que um escoamento mais lento tem como único inconveniente, o tempo excessivo usado na operação de transferência da solução.

As pipetas de volume variável (Figura 16) são equipamentos que apresentam uma boa precisão na transferência de volumes quando usadas apropriadamente e são muito práticas quando aplicadas à rotina de um laboratório.

São vários os tipos e modelos disponíveis no mercado, de modo que o leitor deve se decidir pelo uso de uma ou de outra marca, de acordo com as especificações exigidas pelo seu trabalho e pelo custo de aquisição. Estes dados são fornecidos pelo fabricante e constam dos catálogos especializados. Os dispensadores e diluidores, muito usados em rotina, obedecem ao mesmo princípio de fabricação [21].

Para utilizar as pipeta de volume variável, siga o procedimento simplificado abaixo:

1. Escolha a pipeta e a ponteira adequada aos seus propósitos. Fixe a ponteira firmemente para evitar vazamentos.
2. Gire o pistão até aparecer no visor o volume desejado.
3. Antes de retirar a amostra da solução para análise (ou qualquer tipo de calibração), aspire e descarte a solução pelo menos 3 vezes, para formar uma camada aderente ao interior da ponteira. Como mencionado anteriormente, nunca proceder a retirada do volume desejado diretamente do frasco que contém a amostra ou solução padrão (estoque). Antes, lembre-se de transferir parte da solução para um béquer limpo e seco.
4. Não mergulhe a ponteira em demasia. Procure obter a amostra no centro da solução.

Chemkeys. Licenciado sob Creative Commons (BY-NC-SA)

5. Para admitir o líquido, comprima o pistão até o primeiro estágio e deixe o êmbolo subir suavemente, com velocidade constante.
6. Espere alguns segundos antes de dispensar a solução, pois ainda há um fluxo de líquido no interior da ponteira.
7. Retire a pipeta lentamente do recipiente da amostra
8. Não inclinar demasiadamente ou inverter a pipeta (principalmente se contiver a amostra), porque isto pode danificar o instrumento ou contaminá-lo.
9. Procurar remover eventuais gotas aderidas na parede exterior da ponteira. Atenção: se usar um papel absorvente, cuidar para não perder amostra por capilaridade.
10. Para dispensar o líquido, comprima o pistão até o segundo estágio.

Figura 16. Acima: Fotos mostrando o formato das pipetas de volume variável e das ponteiras usadas com este instrumento. Abaixo: A imagem à esquerda mostra um modelo de dispensador de volume variável (de 200 μL a 10,000 mL); a imagem à direita mostra uma bureta digital de 50,000 mL.

11. Observe sempre a ponterira após dispensar a amostra. Se apresentar gotas retidas no seu interior significa que ela foi reutilizada ou é de baixa qualidade. Neste caso, não prossiga a análise. Antes, refaça todo o procedimento com uma ponteira nova, limpa e de boa qualidade.
12. A ponteira pode ser retirada apertando-se o botão ao lado do pistão
13. Procure não reutilizar as ponteiras. Se isto não for possível, lave-as e seque-as muito bem e siga as instruções do item 11.
14. Para mais detalhes, observar a Norma ASTM 1154-89 [21]

Buretas

As buretas convencionais são tubos cilíndricos que normalmente possuem uma torneira em sua extremidade inferior para controle da vazão do líquido (Figura 17). A extremidade é afilada de forma a permitir um escoamento de pequenas gotas e assegurar um tempo de vazão relativamente longo.

As buretas de boa qualidade e de boa procedência são devidamente calibradas na extensão da sua escala graduada e têm volume total delimitado por duas marcas: uma localizada um pouco acima da torneira e, outra próxima a extremidade superior. No fundo são pipetas graduadas dotadas de torneira para controle da vazão e servem para escoar, com precisão, volumes variáveis de líquido. São apropriadas para titulações ou transferência de líquidos e podem ser construídas em vidro ou em plástico.

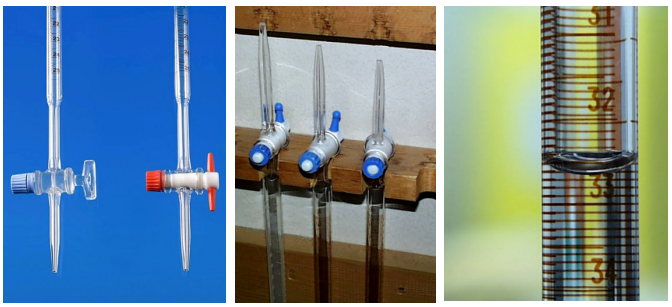


Figura 17. O formato das buretas. Nos detalhes, como acomodá-las quando fora de uso e o menisco [2] do líquido.

No comércio são encontradas buretas convencionais com capacidades entre 5,00 e 100,00 mL e microburetas com capacidades entre 1,00 e 5,00 mL, com precisões diversas.

Nos laboratórios de análise são normalmente usadas buretas com capacidade para 5,00; 25,00 e 50,00 mL, construídas em vidro. As buretas construídas em vidro podem ter torneiras de vidro, que devem ser engraxadas, ou de Teflon, que não precisam de graxa para o seu bom funcionamento. Para o uso correto deste tipo de equipamento, é muito importante que se leve em conta os seguintes cuidados:

1. As buretas devem estar absolutamente limpas e de preferência secas. A limpeza é completada ao se iniciar o uso da bureta enxaguando-a com 3 a 4 pequenas porções (1/3 da sua capacidade) com a

Chemkeys. Licenciado sob Creative Commons (BY-NC-SA)

própria solução que irá conter. É necessário molhar toda a parede interna da bureta. Para tal deve-se colocá-la quase na horizontal e fazer movimentos giratórios, cuidando para que o líquido nela contido não seja derramado.

2. As torneiras de vidro devem ser engraxadas usando-se um mínimo de graxa e tomando-se o cuidado de manter o orifício da torneira livre do produto. A graxa mais apropriada para este fim é composta de uma mistura contendo uma parte de lanolina e duas partes de vaselina, que devem ser misturadas sob leve aquecimento e deixada esfriar. Nunca usar silicone como lubrificante.
3. Ao encher a bureta é preciso observar se a parte abaixo da torneira também foi seja preenchida com a solução.
4. Não devem ficar bolhas de ar retidas em suas paredes, antes ou depois da torneira (Figura 18). A expulsão ou eliminação de bolhas se consegue com leves batidas no corpo da bureta (usando a parte emborrachada do Policial) e/ou com movimentos rápidos de abrir e fechar da torneira. Movimentos bruscos de cima para baixo também podem ser tentados mas essa última operação deve ser feita com cuidado, na pia do laboratório. Caso essas alternativas não funcionem é porque a bureta não está adequadamente limpa, devendo-se providenciar novamente a sua limpeza.
5. A bureta deve sempre ser colocada em posição vertical em relação à mesa de trabalho e, nos modelos ou tipos convencionais, a sua fixação deve ser feita de modo a que, na manipulação da torneira, a mão envolva a bureta, permitindo uma pequena pressão da torneira para dentro, o que evitará vazamento (Figura 18).
6. A liberação do líquido deve ser lenta e com velocidade constante.
7. Ao fazer uma leitura de volume é preciso evitar o erro de paralaxe (Figura 18). Para tanto a observação deverá feita perpendicularmente à bureta no ponto em que estiver o menisco. Notar que, como o volume escoado é uma medida relativa, a sua leitura deverá ser feita do mesmo modo como a bureta foi "zerada". Geralmente usa-se a parte inferior do menisco como referência [22]. A sua parte superior é usada como referência apenas quando soluções escuras estiverem sendo empregadas, como a solução de permanganato de potássio, em permanganometria.
8. A gota pendurada na extremidade da bureta deve ser retirada encostando-se a superfície interna do frasco que está recebendo o titulante à extremidade afilada da bureta. O mesmo procedimento deve ser adotado ao se usara técnica da meia gota [2]. Deve-se evitar o freqüente arraste das gotas penedentes com água (Figura 18), pois isso possibilitaria uma diluição do titulante, por capilaridade. Este cuidado deve ser tomado inclusive ao se usar a técnica da meia gota.
9. Na titulação deve-se movimentar constantemente o conteúdo do frasco receptor de forma a se ter o meio devidamente homogeneizado. Isso pode ser feito manualmente, através de movimentos circulares na horizontal, ou com o emprego de agitadores magnéticos.

Além das buretas convencionais existem as especiais, sendo muito usadas as semi-automáticas com torneira de 3 vias (que também podem ser usadas como dispensadores de solução) e as automáticas digitais (ver Figura 16).

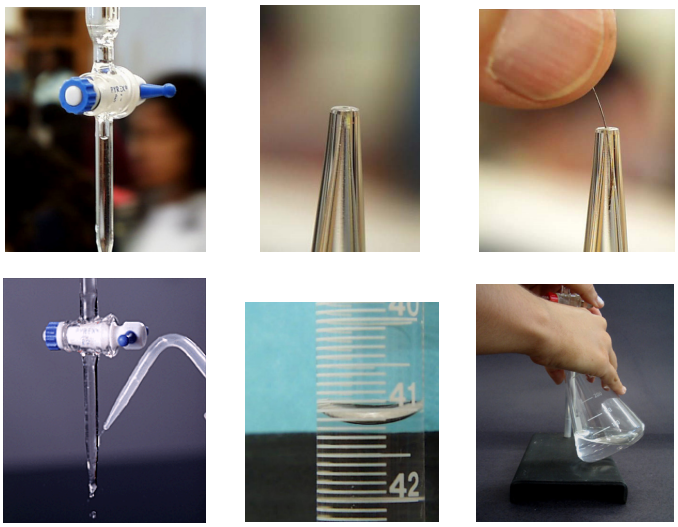


Figura 18. Cuidados básicos ao se usar uma bureta. No alto, da esquerda para a direita: extremidade inferior de uma bureta logo após a mesma ser preenchida com a solução de titulante. A bolha de ar mostrada na figura deve ser eliminada antes de se ajustar ("zerar") o volume e se iniciar a titulação. Verificar a existência de sujeira no seu interior (principalmente na ponta) e providenciar sua remoção. Abaixo, da esquerda para a direita: evitar o freqüente arraste das gotas pendentes com água (pisseta) e ler corretamente o volume, usando o menisco. Em baixo, à direita, ilustra-se o uso da técnica de titulação manual. Uma das mãos deve envolver a torneira, com uma leve pressão para dentro na torneira, para evitar vazamentos [2].

Balões volumétricos

Os balões volumétricos são geralmente usados para se preparar e diluir soluções com precisão e não para medir e transferir volumes (se bem que, em certas circunstâncias isso possa ser feito). São equipamentos construídos para conter precisamente um dado volume líquido.

O formato dos balões é o de uma pêra, com o fundo chato e o gargalo comprido e estreito, acompanhado com tampa de vidro esmerilhado, de Teflon ou de plástico quimicamente inerte que permita uma boa vedação. Os balões volumétricos podem ser construídos em vidro ou plástico. O seu gargalo estreito em relação ao seu

Chemkeys. Licenciado sob Creative Commons (BY-NC-SA)

corpo permite que ajuste de volume não ocasione um erro considerável na determinação da concentração das espécies de interesse (Figura 19).

A marca do volume do balão é representada por uma linha que toma toda a volta do seu gargalo, facilitando a sua observação. Para uma medida correta, o ajuste do volume tem que ser feito com o olho do observador em ângulo reto à marca do balão. Se isto não ocorrer será cometido um erro, conhecido por erro de paralaxe, sendo o volume obtido maior ou menor segundo esteja o observador com o olho acima ou abaixo da marca [2].

A distância entre a marca e a boca do gargalo deve ser suficiente para permitir adequada agitação da solução depois de completado volume.

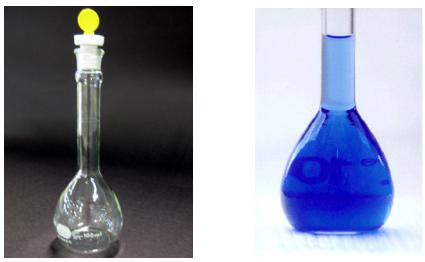


Figura 19. O formato dos balões volumétricos.

Em laboratórios são comumente usados balões construídos em vidro e com capacidade para 10,0; 25,0; 50,0; 100,0; 500,0; 1.000,0 e 2.000,0 mL. Quanto ao uso e cuidados que se deve ter com esses recipientes pode-se destacar:

1. Os balões volumétricos não podem ser aquecidos, sob pena de sofrerem alteração de volume.
2. Esses recipientes, mesmo quando construídos em vidro, estão sujeitos a contaminações e ao desgaste (e, portanto a variações de volume), principalmente quando em contato prolongado com soluções alcalinas mais concentradas. Assim sendo, o balão volumétrico não deve ser usado para estocar soluções. Uma solução, após preparada, deve ser imediatamente transferida para um frasco apropriado para seu armazenamento.
3. O balão deve estar absolutamente limpo antes de ser usado, mas não tem que estar necessariamente seco, dependendo este detalhe do solvente que será empregado.
4. A solução ou o sólido a ser diluído ou dissolvido deve ser transferido quantitativamente para o balão. O líquido geralmente é transferido com auxílio de pipeta ou bureta (quando medidas precisas são indispensáveis) e de proveta (no caso de medidas aproximadas). O sólido, pesado em recipiente apropriado, pode ser transferido diretamente para o balão com auxílio uma navícula e de uma pisseta ou, dissolvido antes e depois transferido. Em ambos os casos é aconselhável o emprego de um funil para auxiliar na transferência e há necessidade de várias lavagens do recipiente com pequenas porções de água, para se garantir que a transferência seja quantitativa. Deve-se dissolver todo o sólido antes que o balão tenha 2/3 do seu volume ocupado pelo solvente. Retira-se então o funil, lavando-o interna e externamente (neste caso a haste) e eleva-se o volume até a extremidade inferior do gargalo. Coloca-se a tampa, e com repetidos movimentos de inversão do balão, homogeneíze a solução. Por último ajustar o volume até a marca, tendo por base a parte inferior do menisco, em uma observação em que a linha de visão é mantida perpendicular à mesma. Completa-se a homogeneização e depois se transfere a solução para o recipiente escolhido para armazená-la.

Como acertar o menisco em equipamentos volumétricos

A superfície do líquido em um tubo estreito não é plana e sim côncava, devido à tensão superficial. Essa curvatura, denominada menisco [21], é empregada como referência nas medidas de volumes contidos em aparelhos volumétricos.

A leitura do volume deve ser feita na vertical, de modo que a concavidade do líquido (menisco) tangencie a escala de graduação do instrumento. Em soluções muito coloridas (ou no caso do mercúrio), onde não se consegue perceber a concavidade inferior, deve-se acertar o menisco pela parte superior [22]. O acerto do menisco deve ser feito com muita atenção, pois um pequeno desvio (ex: apenas 1 mm) no seu ajuste pode significar um erro apreciável no volume medido. Manter os olhos na perpendicular (no mesmo nível) da superfície inferior do líquido (Figura 20).

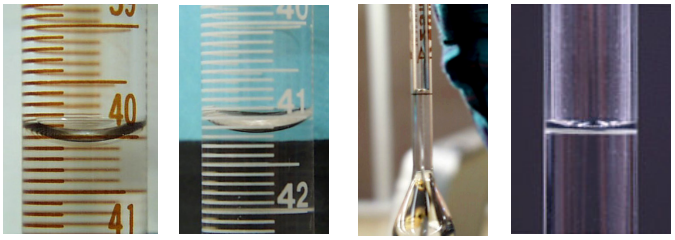


Figura 20. A leitura de meniscos. A primeira das quatro ilustrações refere-se à leitura de volume em uma bureta contra um fundo claro, uniforme. Um papel contendo uma faixa preta desenhada pode ajudar na observação do menisco. Se as divisões da escala da bureta forem brancas, sugere-se o uso de um papel colorido. As duas últimas ilustrações mostram a leitura do menisco em uma pipeta volumétrica e em um balão volumétrico. Em qualquer dos casos se deve seguir os mesmos requisitos detalhados para as buretas volumétricas.

Chemkeys. Licenciado sob Creative Commons (BY-NC-SA)

Procedimentos para a limpeza dos materiais de vidro

Todo material usado no laboratório deve estar absolutamente limpo e, de preferência, seco. Quando isso não acontece, podem ocorrer erros nos resultados finais das determinações, ou mesmo tornar impossível o término de um procedimento analítico.

Se construídos em vidro, estes materiais não são atacados por ácidos (exceto ácido fluorídrico) ou soluções diluídas de detergente, a não ser após um contato muito prolongado ou se o solvente for evaporado.

Assim, de uma maneira geral, consegue-se a limpeza adequada nos materiais de laboratório com o uso de esponja, escovas (cepilhos; Figura 21), sabão líquido neutro comum ou especial tipo Extran, solução sulfonítrica, água de torneira, água destilada e desionizada, etc. Qualquer substância abrasiva deve ser evitada na limpeza destes materiais.

Na opinião do autor, deve-se evitar o uso de escovas na limpeza de materiais volumétricos de precisão (balões volumétricos, buretas, pipetas, etc.), pois apesar de muito utilizadas para este fim (ex.: na limpeza de buretas), podem riscar estes materiais ou levá-los à quebra.

Figura 21: Escovas (cepilhos) usadas em laboratório

A lavagem de qualquer material deve ser iniciada logo após ter sido usado. Em seguida o material é enxaguado com água de torneira (5 a 7 pequenas porções, no caso de recipientes) e finalmente com água destilada ou desionizada (3 a 5 pequenas porções). Estes números são baseados em estudos estatísticos, de modo que não adianta encher o frasco uma ou duas vezes com água e descartar o seu conteúdo, uma vez que este procedimento apenas diluirá o resíduo, ao invés de eliminá-lo. Usar frascos secos, preferencialmente.

Em muitos casos, dependendo do estado em que se encontra o material volumétrico, é suficiente o uso de uma solução de detergente 1 a 2% v/v (às vezes, ligeiramente aquecida). A alternativa seguinte é o emprego (cuidadoso) da solução sufonítrica (solução composta por H_2SO_4 e HNO_3 concentrados, na proporção 1+1 v/v). Para preparar esta solução de limpeza, adicione lentamente e aos poucos um volume de ácido nítrico sobre um volume de ácido sulfúrico, sob um eficiente resfriamento em banho de gelo, para evitar o superaquecimento da mistura. Tenha muito cuidado ao preparar esta solução e utilize sempre os equipamentos de segurança recomendados para a sua proteção.

A solução sulfocrômica, composta por dicromato de sódio ou de potássio em ácido sulfúrico concentrado não deve ser mais utilizada no laboratório, por questões ambientais relacionadas com a toxicidade do Cr(VI).

O etanolato de sódio ou de potássio (hidróxido de sódio ou de potássio dissolvido em etanol) deve ser usado somente em casos extremos, porque ataca rapidamente o equipamento volumétrico. A solução de etanolato, também conhecida como alcoolato de sódio ou de potássio, é preparada dissolvendo-se 40 g de NaOH em cerca de 40 mL de água, elevando-se o volume a 1000 mL com etanol. Cuidado ao preparar esta solução, porque as reações envolvidas são exotérmicas. Transferir imediatamente a solução resultante para um frasco plástico para estocagem e usar somente o volume necessário evitando a sua reutilização freqüente, para evitar contaminações indesejáveis. Neutralize-a (cuidadosamente) com ácido clorídrico comercial, antes de descartá-la na pia.

O tempo do contato do etanolato com o material volumétrico de vidro a ser limpo não deve ser superior a um minuto e após o seu uso deve-se enxaguar muito bem o equipamento volumétrico com água. Usar uma solução diluída de HCl para neutralizar qualquer traço de substância alcalina e, em seguida, lavar o material novamente com água desionisada.

Deve-se evitar ao máximo o uso repetitivo de alcoolato na limpeza do material volumétrico. O equipamento volumétrico é aceito como limpo se o filme líquido de água destilada (ou desionisada) escoar uniformemente pela suas paredes internas. Caso contrário, deve-se proceder novamente a sua limpeza.

Depois de limpo, o material deve ser colocado em um escorredouro. As buretas e as pipetas com a extremidade afilada para cima, enquanto que os balões volumétricos devem ser mantidos com a boca para baixo.

A vidraria comum, como béqueres e frascos erlenmeyer, e até mesmo provetas, pode ser colocadas para secar dentro de uma estufa com um pequeno aquecimento (< 45 ^{o}C), mas lembrar sempre que os materiais volumétricos de

Chemkeys. Licenciado sob Creative Commons (BY-NC-SA)

precisão não devem ser submetidos a qualquer tipo de aquecimento.

Lembrar também que nem sempre é necessária a repetição de todo o procedimento de lavagem, como por exemplo, quando se faz a transferência de soluções padrões diferentes, consecutivamente, com uma pipeta calibrada previamente limpa e seca.

Após as transferências de volume de uma das soluções, enxágüe bem a pipeta com água destilada-desionizada e proceda a transferência de uma pequena porção da outra solução para o seu interior, movimentando-se a mesma de forma a garantir um molhamento de toda a sua superfície interna. Descarta-se então o líquido e repete-se esta operação por mais uma ou duas vezes quando se usa uma pipeta limpa e seca ou por duas ou três vezes quando a pipeta está limpa mas molhada internamente com água. Este procedimento pode ser empregado para qualquer equipamento volumétrico.

O armazenamento e o manuseio das soluções

O armazenamento de soluções, em laboratório é geralmente feito em recipientes de vidro ou de plástico, dependendo do caso.

Os recipientes mais comumente utilizados para o armazenamento de soluções e reagentes são os construídos em vidro. Os frascos utilizados para armazenamento de substâncias químicas são de composição especial, à base de borossilicatos ou com elevado teor de sílica, que apresentam boa resistência química e ao choque térmico.

O volume do frasco utilizado está diretamente ligado à quantidade da solução usada em cada procedimento analítico e ao número de análises procedidas diariamente ou semanalmente no laboratório.

Para armazenar soluções de indicadores, frascos conta-gotas, com capacidade de 60 e 100 mL, são os desejáveis. Dependendo da solução a ser estocada, devem-se preferir os frascos de cor âmbar aos claros ou "brancos" (leitosos), pois oferecem certa proteção contra a ação da luz. Para armazenamento de outras soluções geralmente são empregados frascos de 500 a 5.000 mL (de cor âmbar ou clara). Os tipos mais comumente utilizados são:

a) frascos para estocar reagentes, de boca estreita com tampa esmerilhada, com capacidade para 500, 1.000 ou 2.000 mL.
b) balões de fundo chato, com gargalo longo ou curto e capacidade para 1.000 ou 2.000 mL;
c) frascos tipo garrafão, com ou sem tampa esmerilhada, branco ou âmbar, com capacidade para 5, 9 ou 14 litros

Esses recipientes devem sempre ser rigorosamente limpos. Em hipótese alguma devem ser usados balões volumétricos para armazenar soluções. Embora eles sejam construídos com vidros resistentes quimicamente, quando em contato prolongado com qualquer solução eles têm as suas paredes atacadas quimicamente.

Em alguns casos, o seu volume pode até ser alterado, como acontece quando se estoca soluções fortemente alcalinas, como as de NaOH. Embora se possa usar um balão de vidro para preparar esse tipo de solução, ela deve logo ser transferida para um recipiente de plástico e o balão deve ser lavado imediatamente. Nunca estocar soluções de fluoretos ou de ácido fluorídrico em recipientes de vidro. As soluções padrões estoques também não devem ser armazenadas em frascos de vidro, pois as interações iônicas com os sítios ativos das paredes internas tendem a alterar as suas concentrações.

Independentemente do tipo de recipiente e tamanho usado, um cuidado especial a ser tomado é quanto à identificação ou rotulação da solução. A identificação deve ser feita de forma a ficar claro o nome da substância, a sua concentração, a sua periculosidade, a data da sua preparação e o nome de quem a preparou. De preferência, usar o Diagrama de Hommel.

Mesmo em frascos pequenos, mas principalmente nos de capacidades maiores, a transferência deve ser feita preferencialmente com pipetas automáticas, buretas semi-automáticas ou automáticas ou com dispensadores.

Os cuidados referidos acima estão mais relacionados ao recipiente. Contudo, atenção especial deve também ser dada às condições das soluções. Algumas delas, como a de acetato de cálcio, com muita facilidade permitem o crescimento de microorganismos em seu interior, devendo ser descartadas sempre que isto vier a ocorrer.

Outras soluções, como a de sulfato ferroso amoniacal, são muito susceptíveis a ação da luz e por isso devem ser armazenadas em frasco escuro ou âmbar. As soluções padrões devem ser mantidas sob refrigeração. Neste particular, quando essas soluções forem ser usadas, deve-se retirar o frasco do refrigerador e transferir um volume conveniente para um béquer limpo e seco, e o frasco contendo o estoque deve ser imediatamente devolvido ao refrigerador. A porção contida no béquer, devidamente tampado com um vidro de relógio, deverá ficar sobre a

Chemkeys. Licenciado sob Creative Commons (BY-NC-SA)

bancada até atingir a temperatura ambiente para então ser usada.

Os frascos plásticos mais apropriados para o armazenamento de soluções de reagentes ou de soluções padrões são os de Teflon. Por serem caros, geralmente são substituídos pelos de polietileno ou polipropileno, que também oferecem boa resistência ao ataque químico e boa resistência ao choque mecânico. Esses frascos são imprescindíveis para se armazenar ácido fluorídrico, o qual não pode ser mantido em frasco de vidro.

Por outro lado, alguns tipos de frascos plásticos podem ser atacados por solventes orgânicos e podem não servir para armazenar agentes corrosivos ou oxidantes fortes, tais como os ácidos nítrico, sulfúrico, perclórico, etc.. Desta forma, sempre que for utilizar um frasco plástico para o estoque de substâncias ou soluções, verifique cuidadosamente a sua resistência frente ao agente químico ao qual será exposto. Tabelas com estes dados devem ser fornecidas pelos fabricantes e podem ser encontradas nos catálogos especializados.

O manuseio e os procedimentos de limpeza desses materiais são semelhantes ao descrito para os construídos em vidro.

Referências Bibliográficas

1. **van Raij, B.; de Andrade, J.C.; Cantarella, H; Quaggio J.A.**, Análise Química para Avaliação da Fertilidade de Solos Tropicais. Campinas, Instituto Agronômico, 2001.

2. **Baccan, N.; de Andrade, J. C.; Godinho, O. E. S; Barone, J. S.**, Química Analítica Quantitativa Elementar. 3. ed. revisada, 5ª reimpressão, São Paulo: Editora Edgard Blucher, 2008.

3. **Coscione, A.R.; de Almeida, A.M.; de Andrade, J.C.; Custódio, R.,** "Segurança no Laboratório Químico", ChemKeys, em www.chemkeys.com (acessado em 14 de Junho de 2011).

4. **de Andrade, J.C.; César, J.**, "Ensino à Distância: Material Instrucional de Química Geral Experimental para a Universaidade Aberta do Brasil", 2009, (120pp.), ChemKeys, em www.chemkeys.com (acessado em 14 de Junho de 2011).

5. **Comissão de Segurança e Ética Ambiental do Instituto de Química da UNICAMP** http://www.iqm.unicamp.br/csea/ (acessado em 14 de Junho de 2011).

6. **Normas de Segurança do IQ / UNICAMP,** ChemKeys, em www.chemkeys.com (acessado em 14 de Junho de 2011).

7. **Material Safety Data Sheet – MSDS**, http://www.ehso.com/msds.php, (acessado em 14 de Junho de 2011).

8. **Material Safety Data Sheet – MSDS**, http://www.ilpi.com/msds/ (acessado em 14 de Junho de 2011).

9. **ABNT NBR 14725-4**, "Informações sobre segurança, saúde e meio ambiente; Parte 4: Ficha de informações de segurança de produtos químicos (FISPQ), 2010.

10. **CETESB**, http://www.cetesb.sp.gov.br/Emergencia/produtos/produto_consulta_completa.asp

11. **UNESP**, http://www.qca.ibilce.unesp.br/prevencao/classificacaonfpa.pdf

12. **UFSCar,** http://www.ufscar.br/~ugr/linkCRotularSiteUGR.htm

13. **Seely, O.**, Helpful Hints on Chemical Procedure and Chemical Demonstrations, http://www.csudh.edu/oliver/demos/index.htm

14. **ASTM, E 694 – 99** (Reapproved 2010), Standard Specification for Laboratory Glass Volumetric Apparatus, 1999.

15. **ASTM, E 542 – 01** (Reapproved 2007), Standard Practice for Calibration of Laboratory Volumetric Apparatus, 2001.

16. **ASTM, E 1272 – 02**, Standard Specification for Laboratory Glass Graduated Cylinders, 2002.

17. **ASTM, E 969 – 02**, Standard Specification for Glass Volumetric (Transfer) Pipets, 2002.

18. **ASTM, E 287 – 02** (Reapproved 2007), Standard Specification for Laboratory Glass Graduated Burets, 2002.

19. **ASTM, E 288 – 10**, Standard Specification for Laboratory Glass Volumetric Flasks, 2010.

20. de **Andrade, J.C.**, "O Papel dos Erros Determinados em Análises Químicas". Quim. Nova, 1987, 10: 159-165.

Chemkeys. Licenciado sob Creative Commons (BY-NC-SA)

21. **ASTM, E1154-89** (Reapproved 2008), Standard Specification for Piston or Plunger Operated Volumetric Apparatus, 2008

22. **Henriksson, U.; Eriksson, J.C.**, "Thermodynamics of capillary rise: Why is the meniscus curved?", J. Chem. Educ., 2004, 81: 150-154.

Para saber mais.....

1. **Vogel, A.I.**, Química Analítica Qualitativa, Editora Mestre Jou, São Paulo, 1981.

2. **Jeffery, G.H.; Bassett, J.; Mendham, J.; Denney, R.C.**, VOGEL - Análise Química Quantitativa. 5a ed., Rio de Janeiro, Livros Técnicos e Científicos, 1992.

3. **ABNT NBR 14725-1**, Produtos químicos - Informações sobre segurança, saúde e meio ambiente Parte 1: Terminologia (2009).

4. **Normas de Gerenciamento de Resíduos Químicos do Instituto de Química da UNICAMP,** http://www.iqm.unicamp.br/csea/docs/normas/normasResiduos.pdf

5. **UFSCar**, Gestão de Resíduos Químicos, http://www.ufscar.br/~ugr/Norma%20UGR%20-%20NR%2001%281%29.pdf

6. **USP-São Carlos**, Normas de Recolhimento de Resíduos, http://www.ccsc.usp.br/residuos/rotulagem/downloads/normas_recolh.pdf

7. **USP-São Carlos**, Tabela de Incompatibilidade, http://www.ccsc.usp.br/residuos/rotulagem/downloads/incompatibilidade.pdf

8. **USP-São Carlos**, Normas de Segurança, http://www.ccsc.usp.br/residuos/rotulagem/downloads/normas_seg.pdf

9. **Database of both flammable substances and hazardous chemicals and their National Fire Protection Association (NFPA) ratings as designated in NFPA Standard 704**, http://www.hazmat.msu.edu/nfpa/

10. **National Fire Protection Association- About the codes**, http://www.nfpa.org/aboutthecodes/AboutTheCodes.asp?DocNum=704&cookie_test=1

11. **Diagrama de Hommel-Simbologia**, http://pt.wikipedia.org/wiki/Diagrama_de_Hommel#Simbologia

12. **ASTM, E 438-92** (Reapproved 2006), Standard Specification for Glasses in Laboratory Apparatus, 2010.

13. **ASTM, E 193-84** (Reapproved 2010), Standard Specification for Laboratory Glass Micropipets, 2010.

14. **ASTM, E 934-94** (Reapproved 2009), Standard Specification for Serological Pipet, Disposable Plastic, 2009.

15. **ASTM, E 682-87** (Reapproved 2006), Standard Specification for Disposable Glass Micropipets, 2006.

16. **ASTM, E 372-80** (Reapproved 2006), Standard Specification for Disposable Pasteur-Type Pipet, 2006.

Chemkeys. Licenciado sob Creative Commons (BY-NC-SA)