

**MANUAL E FICHAS
PARA PRÁTICA DE ANÁLISES
QUÍMICAS QUANTITATIVAS DA MADEIRA:
PROCEDIMENTOS COMPLEMENTARES**

**CURITIBA
2013**

Autores:

- Umberto Klock, Dr. Professor responsável pela disciplina;
- Alan Sulato de Andrade, Dr. Professor colaborador;
- Guilherme Benhour Moura, Acadêmico de Eng. Industrial Madeireira, Bolsista PIBIC/Fundação Araucária;
- Daniele Potulski, Eng. Industrial Madeireira;
- Thiago Focht Barbosa, Eng. Industrial Madeireiro;
- Diogo Henrique Ribeiro da Silva, Eng. Industrial Madeireiro.

Laboratório de Química da Madeira
Departamento de Engenharia e Tecnologia Florestal
Setor de Ciências Agrárias
Universidade Federal do Paraná

Curitiba-PR
2013

Este manual destina-se aos acadêmicos matriculados na disciplina “Química da Madeira” dos cursos de Engenharia Industrial Madeireira e Engenharia Florestal na Universidade Federal do Paraná. A utilização deste tem por função auxiliar o acadêmico na prática dos ensaios propostos na disciplina e para a obtenção de seus resultados.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

| | |
|--|----|
| FIGURA 1 - MODELO DE DESTILAÇÃO A VAPOR..... | 8 |
| FIGURA 2 - BOMBA DE VÁCUO..... | 11 |
| FIGURA 3 - FÓRMULA ESTRUTURAL DA NITROCELULOSE | 12 |

SUMÁRIO

| | |
|--|----|
| 1. TITULAÇÃO ÁCIDO/BASE (NEUTRALIZAÇÃO) | 6 |
| 2. EXTRAÇÃO DE ÓLEO ESSENCIAL DA MADEIRA | 8 |
| 3. DETERMINAÇÃO DO TEOR DE TANINOS | 10 |
| 4. PRODUÇÃO DE NITROCELULOSE | 12 |

UFPR - SCA - DETF - LQM - AULA PRÁTICA DE QUÍMICA DA MADEIRA

TITULAÇÃO ÁCIDO/BASE (NEUTRALIZAÇÃO)

Grupo:

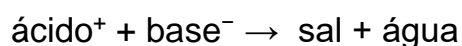
Cód. solução:

Data:

Uma reação ácido-base é uma reação química que ocorre entre um ácido e uma base. Diversos conceitos existem, dos quais provêm definições alternativas para os mecanismos de reação envolvidos e suas aplicações em resolver problemas relacionados. Apesar de diversas similaridades nas definições, sua importância torna-se aparente como método de análise diferente quando aplicado às reações ácido-base para espécies gasosas ou líquidas, ou quando o caráter do ácido ou da base puder ser um tanto mais ou menos aparente.

Titulação (ou volumetria) é uma técnica comum de laboratório em análise química quantitativa, usado para determinar a concentração de um reagente conhecido. O método consiste em reagir completamente um volume conhecido de uma amostra com um volume determinado de um reagente de natureza e concentração conhecida (solução padrão). A substância de interesse em qualquer determinação recebe o nome de analito. A espécie química com concentração definida recebe o nome de titulante, que é, em geral, uma solução obtida a partir de um padrão primário, podendo ser um sal ou uma substância gerada na solução que se deseja valorar. A solução a ter sua concentração determinada recebe o nome de titulado.

Neste processo faz-se reagir um ácido com uma base para que se atinja o ponto de equivalência. À medida que é adicionado o titulante ao titulado, o pH da solução (titulante + titulado) vai variar, sendo possível construir um gráfico desta variação, ao qual se dá o nome de curva de titulação. O ponto de equivalência pode variar dependendo da concentração inicial do titulante e do titulado.



Normalmente, para se fazer uma titulação, utiliza-se um frasco de Erlenmeyer (onde são inseridos o titulado, água, um indicador ácido/base e uma bureta, onde está contido o titulante).

UFPR - SCA - DETF - LQM - AULA PRÁTICA DE QUÍMICA DA MADEIRA

Procedimento:

- a) Com auxílio de uma pipeta volumétrica de 10 mL transfira para Erlenmeyer de 250 mL, um volume de 10 mL de solução de ácido sulfúrico – H₂SO₄⁽¹⁾;
- b) Adicionar 50 mL de água destilada e 5 gotas de fenolftaleína⁽²⁾;
- c) Preparar uma bureta de 25 mL com uma solução de hidróxido de sódio – NaOH⁽³⁾;
- d) Titular a solução ácida e anotar o volume gasto na bureta, para cálculos posteriores;
- e) Repetir o procedimento para a duplicata;
- f) Balancear a equação química e calcular a concentração do ácido.

Reação envolvida no experimento:



Equação utilizada para o cálculo da concentração:

$$C_{\text{H}^+} \times V_{\text{H}^+} = C_{\text{OH}^-} \times V_{\text{OH}^-}$$

Onde:

- C_{H⁺} concentração do ácido;
- C_{OH⁻} concentração da base;
- V_{H⁺} volume do ácido;
- V_{OH⁻} volume da base.

**O RESULTADO DEVERÁ SER APRESENTADO NA FORMA DE RELATÓRIO IMPRESSO
CONTENDO O NOME DOS INTEGRANTES DO GRUPO.**

¹ H₂SO₄ - concentração desconhecida;

² Indicador de pH;

³ NaOH - 1,0585 mol/L.

UFPR - SCA - DETF - LQM - AULA PRÁTICA DE QUÍMICA DA MADEIRA

| EXTRAÇÃO DE ÓLEO ESSENCIAL DA MADEIRA | | | |
|---------------------------------------|--|-----------|-----------|
| Grupo: | | | |
| Espécie: | | Data: | |
| DADOS | FORMULA | AMOSTRA 1 | AMOSTRA 2 |
| 1 – %A.S.: | $\%AS = 100 - Pb$ | | |
| 1 – Peso inicial da amostra (úmido): | P_{ia} | | |
| 2 – Peso amostra seca: | $P_{as} = P_{ia} \times (\%AS \div 100)$ | | |
| 3 – Peso Becker: | P_b | | |
| 4 – Peso amostra + Becker: | P_{ab} | | |
| 5 – Teor de óleo essencial (%): | $Toe = \frac{P_{ab} - P_b}{P_{as}} \times 100$ | | |

*Todas as massas deverão ser apresentadas em gramas (g).

As essências ou aromas das plantas são provenientes principalmente dos óleos essenciais.

Os óleos essenciais são usados sobretudo devido aos seus aromas agradáveis em perfumes, incensos, temperos e como agentes flavorizantes em alimentos. Alguns óleos essenciais são conhecidos por possuírem ainda ação antibacteriana e antifúngica. Outros são usados na medicina, como a cânfora e o eucalipto.

Além dos ésteres, os óleos essenciais são compostos por uma mistura complexa de hidrocarbonetos, álcoois e compostos carbonílicos, geralmente pertencentes a um grupo de produtos naturais chamados terpenos.

A extração de óleo essencial da madeira é feita através de arraste de vapor que é uma destilação de misturas imiscíveis de compostos orgânicos e água.



FIGURA 1 - MODELO DE DESTILAÇÃO A VAPOR

UFPR - SCA - DETF - LQM - AULA PRÁTICA DE QUÍMICA DA MADEIRA

Procedimento:

- a) Na balança de infravermelho, pese aproximadamente 1,2000 gramas da amostra preparada a ser analisada. Pressione a tecla F1, verifique se o modo selecionado é "AUTO", (caso o modo "AUTO" não esteja selecionado pergunte ao monitor responsável) e pressione a tecla vermelha. Neste momento a balança começara a aquecer, e a cada intervalo de 10 segundos ela verificará a variação de peso da amostra, quando esta for menor que 0,01%, é considerado este o peso final e a mesma emite um aviso sonoro;
- b) Anote a porcentagem mostrada no visor "Pb", subtraindo este valor de 100, obtêm-se a %A.S.;
- c) Divida 20 pela %A.S. para determinar a quantidade de material a ser pesada;
- d) Coloque 20 gramas secas ($20 \div \%A.S.$) da amostra picada em um balão de fundo redondo de 250 mL e adicione 80 mL de água e adicione pedras de porcelana;
- e) No balão de 500 mL, gerador de vapor, adicione 350 mL de água pré-aquecida e algumas pedras de porcelana. E posicione-o sobre a manta de aquecimento;
- f) Destile a mistura a aproximadamente 100 °C até quando cessar a coleta do óleo (destilado), ou seja, quando destilar somente água;
- g) Pese um Becker de 100 mL em balança analítica, após este ter permanecido em estufa tempo suficiente para estar completamente seco;
- h) Transfira o destilado para um funil de separação e recolha a camada de óleo em no Becker previamente pesado;
- i) Pese a quantidade de óleo extraída e determine o rendimento seguindo a fórmula prescrita na tabela acima, para determinação do rendimento.

O rendimento também pode ser determinado em *mL de óleo por gramas de material seco (mL/g)*. Para isso, com auxílio de uma proveta graduada, determine a quantidade de óleo extraída em "mL".

Obs. Caso não ocorra formação bem definida da camada de óleo, deve-se extrair três vezes com diclorometano. Reunir as fases orgânicas em Erlenmeyer de 125 mL, adicionar aproximadamente 2 gramas de sulfato de sódio anidro, agitar, esperar alguns minutos e filtrar utilizando funil com algodão. Recolher o filtrado em balão de fundo redondo de 125 mL. Remover o diclorometano em evaporador rotativo, sem aquecer o banho. Transferir para frasco tarado e pesar para determinar o rendimento.

ATENÇÃO À VOLATILIDADE DO SOLVENTE UTILIZADO!

UFPR - SCA - DETF - LQM - AULA PRÁTICA DE QUÍMICA DA MADEIRA

| DETERMINAÇÃO DO TEOR DE TANINOS | | | |
|--------------------------------------|--|-----------|-----------|
| Grupo: | | | |
| Espécie: | | Data: | |
| DADOS | FORMULA | AMOSTRA 1 | AMOSTRA 2 |
| 1 – Peso recipiente: | Pr | | |
| 2 – Peso amostra úmida: | Pu | | |
| 3 – Peso amostra seca + recipiente: | Prs | | |
| 4 – Peso amostra seca: | $P_s = Prs - Pr$ | | |
| 5 – Umidade (base úmida) (%): | $\frac{(P_u - P_s)}{P_u} \times 100$ | | |
| 6 – A.S. - Absolutamente Seco (%): | $\frac{P_s}{P_u} \times 100$ | | |
| DADOS | FORMULA | AMOSTRA 1 | AMOSTRA 2 |
| 1 – %A.S.: | $\%AS_{(média)} = 100 - Pb$ | | |
| 2 – Peso inicial da amostra (úmido): | Pia | | |
| 3 – Peso amostra seca: | $Pas = Pia \times (\%AS \div 100)$ | | |
| 4 – Peso papel filtro: | Pp | | |
| 5 – Peso taninos + cadinho: | Ppt | | |
| 6 – Teor de taninos (%): | $Ttan = \frac{Ppt - Pp}{Pas} \times 100$ | | |

**Todas as massas deverão ser apresentadas em gramas (g).*

Os taninos são polifenóis naturais solúveis em água, e aqueles de maior peso molecular têm a propriedade de precipitar proteínas (FARMER, 1967).

São utilizados para curtir couro, fabricação de adesivos, indústria farmacêutica, dentre outros inúmeros usos.

Os taninos podem ser extraídos da casca de várias espécies florestais e também da madeira em diferentes proporções dependendo da espécie.

Procedimento:

- a) Na balança de infravermelho, pese aproximadamente 1,2000 gramas da amostra preparada da casca da espécie a ser analisada. Pressione a tecla F1, verifique se o modo selecionado é "AUTO", (caso o modo "AUTO" não esteja selecionado pergunte ao monitor responsável) e pressione a tecla vermelha. Neste momento a balança começara a aquecer, e a cada intervalo de 10 segundos ela verificará a variação de

UFPR - SCA - DETF - LQM - AULA PRÁTICA DE QUÍMICA DA MADEIRA

- peso da amostra, quando esta for menor que 0,01%, é considerado este o peso final e a mesma emite um aviso sonoro; para utilizar o método gravimétrico utilize a tabela 1;
- b) Anote a porcentagem mostrada no visor “Pb” este valor refere-se a quantidade de água que a amostra liberou a 110°C, portanto subtraindo este valor de 100, obtêm-se a %A.S.;
 - c) Pese em balança analítica, 15 gramas secos da amostra preparada da casca da espécie a ser analisada, com sua %A.S. previamente determinada. Para obter a quantidade exata a ser atingida na balança, divida 15 pela %A.S., e anote o valor “Pas” (Peso absolutamente seco). Transfira todo o material para um Erlenmeyer de 250 mL e adicione 200 mL de água destilada, com cuidado coloque-o em banho-maria em ebulição, coloque um vidro de relógio em cima do Erlenmeyer, mantenha-o durante 3 horas;
 - d) Transfira a solução (casca + água) para um dispositivo filtrante, utilizando 200 mL de água destilada para lavar o Erlenmeyer e com auxílio da bomba de vácuo filtre a solução em um papel filtro, previamente acomodado em um funil de Büchner. Guarde a solução filtrada. Descarte a amostra retida no filtro;
 - e) Adicione, na solução filtrada, 30 mL de formaldeído e 15 mL de ácido clorídrico 37%;
 - f) Deixe a solução descansar por 24 horas, dentro da capela;
 - g) Coloque na estufa um papel filtro, por 30 minutos – até atingir peso constante, após este período, pese-o em balança analítica e anote o valor “Pp”;
 - h) Acomode o papel filtro em um funil de Büchner e conecte este a um balão Kitasato e filtre a solução que ficou descansando, os taninos solúveis em água quente ficarão retidos no papel;



FIGURA 2 - BOMBA DE VÁCUO

- i) Leve o papel filtro para estufa durante 24 horas – até atingir peso constante;
- j) Retire o papel filtro, COM PINÇA E LUVAS, colocando-o em dessecador para esfriar;
- k) Pese-o em balança analítica, anotando o valor “Ppt”.

CUIDADO COM AS SUBSTÂNCIAS QUÍMICAS UTILIZADAS!

UFPR - SCA - DETF - LQM - AULA PRÁTICA DE QUÍMICA DA MADEIRA

| PRODUÇÃO DE NITROCELULOSE | | | |
|--|--------------------------------------|-----------|-----------|
| Grupo: | | | |
| Espécie: | | Data: | |
| DADOS | FORMULA | AMOSTRA 1 | AMOSTRA 2 |
| 1 – Peso algodão: | Pa | | |
| 2 – Peso placa de Petri: | Pp | | |
| 3 – Peso nitrocelulose + placa de Petri: | Pnp | | |
| 5 – Rendimento (%): | $R = \frac{Pnp - Pp}{Pa} \times 100$ | | |

**Todas as massas deverão ser apresentadas em gramas (g).*

Nitrocelulose, nitrato de celulose, trinitrocelulose, ou algodão-pólvora é um composto derivado basicamente da trinitração da celulose.

É comumente utilizado na fabricação de detonadores elétricos e seu aspecto assemelha-se muito ao algodão ou a um líquido gelatinoso ligeiramente amarelo ou incolor com odor a éter.

O termo trinitrocelulose é adequadamente empregado quando a nitração chega a atingir três grupos nitro para cada monômero de glucose da celulose, alcançando um conteúdo de nitrogênio de 9,0%, ou dependendo do controle da reação, a teores de 12,5%.

Reação:

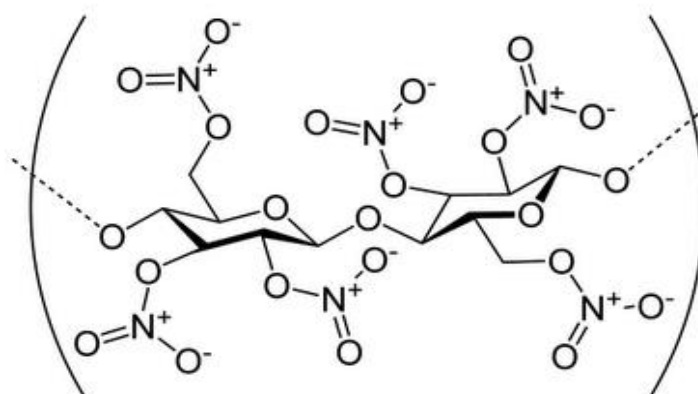
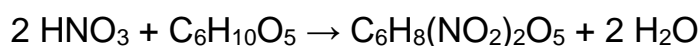


FIGURA 3 - FÓRMULA ESTRUTURAL DA NITROCELULOSE

UFPR - SCA - DETF - LQM - AULA PRÁTICA DE QUÍMICA DA MADEIRA

Procedimento:

- a) Pese 5 gramas de algodão, anotando o valor "Pa";
- b) Pese uma placa de Petri ou vidro de relógio, anotar o valor "Pp";
- c) Preparar HNO_3 (ácido nítrico a 30%);
- d) Preparar NaHCO_3 (bicarbonato de sódio a 25%);
- e) Medir utilizando proveta, 30 mL de HNO_3 ; colocar em um Becker e adicionar com cuidado 70 mL de H_2SO_4 (ácido sulfúrico a 98%). Deixar a solução da mistura de ácidos em banho frio (utilizando gelo), pois a reação é exotérmica;
- f) Após esfriar, acrescentar com cuidado pequenas partes do algodão (aproximadamente 1 grama por vez) na "solução de ácidos" e agitar vagarosamente, deixar reagir por um período entre 10 e 15 minutos;
- g) Retirar o algodão com pinça e lavar repetidamente em água destilada;
- h) Neutralizar o ácido remanescente no algodão com mergulho na solução de NaHCO_3 , repetidas vezes, até que não haja mais efervescência;
- i) Comprimir a nitrocelulose e acomodá-la na placa de Petri (com massa previamente aferida) e o deixar secar em estufa a 60°C ;
- j) Após seco, pesar em balança, anotando o valor "Pnp";
- k) Verificar no laboratório com a máxima cautela o quanto inflamável ficou a nitrocelulose.

CUIDADO COM AS SUBSTÂNCIAS QUÍMICAS UTILIZADAS!