



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DA TERRA
INSTITUTO DE QUÍMICA

MANUAL DE LABORATÓRIO DA DISCIPLINA
QUÍMICA ANALÍTICA QUANTITATIVA (QUI – 0604)

NOME:

CURSO:

E-MAIL:

TELEFONE:

NATAL/RN

SUMÁRIO

		Pág.
1 -	Apresentação	3
2 -	Introdução	3
3 -	Normas Gerais de Conduta em Laboratório Químico	4
4 -	Conduta no Laboratório de Química Analítica Fundamental	6
5 -	Ficha de informação de segurança de produtos químicos - FISPQ	7
6 -	Generalidades sobre a Química Analítica Quantitativa	9
6.1 -	Técnicas operacionais e materiais usados em Química Analítica	10
6.1.1 -	Materiais empregados no laboratório	10
6.1.2 -	Equipamentos para aquecimentos	11
6.1.3 -	Meios filtrantes	11
6.1.4 -	Dessecadores e dessecantes	12
6.1.5-	Reagentes	13
6.1.6	Água	14
6.1.7-	Materiais volumétricos	15
6.1.8 -	Limpeza dos materiais	16
6.1.9 -	Regras para uso da balança analítica	17
7 -	Roteiro dos Experimentos	18
	Experimento 01: Avaliação dos rótulos de alguns reagentes que você irá trabalhar	18
	Experimento 02: Aferição de material volumétrico	23
	Experimento 03: Preparação e padronização da solução de NaOH 0,1 mol/L utilizando biftalato de potássio 0,05 mol/L	28
	Experimento 04: Determinação de ácido acético em vinagre comercial	34
	Experimento 05: Determinação da acidez total de vinhos comerciais (branco ou tinto)	38
	Experimento 06: Determinação da acidez total titulável em refrigerantes de limão	42
	Experimento 07: Determinação da acidez total titulável em suco de frutas cítricas	45
	Experimento 08: Determinação de ácido acetilsalicílico em medicamentos	48
	Experimento 09: Preparação e padronização da solução de ácido clorídrico (HCl) 0,1 mol/L	52
	Experimento 10: Determinação do teor de hidróxido de magnésio - Mg(OH)₂ no "Leite de magnésia"	57
	Experimento 11: Determinação do teor de cloreto em água potável e da pureza do sal de cozinha utilizando o Método de Mohr	61
	Experimento 12: Determinação de cloreto em amostra comercial de soro fisiológico utilizando o Método de Mohr	67

	Experimento 13: Preparação e padronização da solução de tiocianato de potássio 0,1 mol/L utilizando o método de Volhard e determinação da concentração de cloreto de sódio em soro fisiológico	70
	Experimento 14: Determinação de umidade em farinha de trigo comercial	75
	Experimento 15: Preparação e padronização da solução de EDTA 0,01 mol/L e determinação da dureza total em amostra de água potável	77
	Experimento 16: Determinação de cálcio em amostra de leite líquido e em pó	82
	Experimento 17: Preparação e padronização da solução de KMnO_4 0,02 mol/L e determinação do teor de peróxido de hidrogênio (H_2O_2) em amostra de água oxigenada comercial	86
	Experimento 18: Preparação e padronização da solução 0,01 mol/L de tiosulfato de sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)	91
	Experimento 19: Determinação da concentração de ácido ascórbico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) em comprimidos de vitamina C.	97
	Experimento 20: Determinação da porcentagem de cloro ativo em alvejante comercial	103
8 -	Regras para a redação de relatórios	106
9 -	Bibliografia	108

1 – APRESENTAÇÃO

O presente manual é um reflexo da necessidade de elaborar um guia para ser utilizado na disciplina de Química Analítica quantitativa e foi idealizado com a proposta de permitir inicialmente uma discussão sobre segurança de laboratório, por meio de uma breve introdução sobre Boas Práticas de Laboratório – BPL, principalmente na questão sobre “**Segurança em Laboratório**” e em um segundo momento trabalhar o conteúdo programático das aulas práticas da referida disciplina que envolve determinações de concentrações utilizando-se as Técnicas Clássicas de análises.

2 – INTRODUÇÃO

Os laboratórios constituem setores de grande importância nas instituições de ensino, de pesquisa e nas indústrias, não importando a natureza das análises neles realizadas. Os laboratórios oferecem grande variedade de riscos nas áreas de segurança e medicina do trabalho, pela presença de substâncias neles manuseadas e tipos de equipamentos operados que podem implicar numa série imensa de acidentes do tipo intoxicações, envenenamentos, queimaduras térmicas e químicas, contaminações por agentes biológicos, incêndios e explosões dentre outras.

Estes acidentes podem ser controlados pelo uso de equipamentos de proteção coletiva e Individual e pelo planejamento e projeto adequados dos laboratórios. Contudo, um dos riscos mais difíceis de controlar, é o causado pelos usuários que muitas vezes se recusam a aceitar as normas de segurança por desconhecimento ou por julgarem que isso impediria sua liberdade de trabalho, independentemente da seriedade das conseqüências advindas destes atos.

A norma de referência para implantação de sistema de garantia da qualidade em laboratórios são as **BPL – Boas Práticas de Laboratório**. É importante que todos os laboratórios desenvolvam um **MANUAL ou CARTILHA** sobre Boas Práticas para Laboratório - BPL com o objetivo de oferecer informações sobre a segurança em laboratórios, abrangendo os itens desde instalação, prevenção e algumas ações em situações de emergência até uma relação de atitudes pessoais desejadas por parte dos professores, funcionários, monitores e alunos envolvidos em trabalhos de laboratório.

Os fatores mais importantes na prevenção de acidentes de laboratório é o conhecimento de riscos, o planejamento do trabalho e de como este deve ser realmente executado. Esses fatores, aliados ao uso de equipamentos de proteção individual (EPI) e equipamentos de proteção coletiva (EPC) têm peso importante na

prevenção dos acidentes. A efetiva comunicação entre professores, funcionários, monitores e alunos é necessária para promover condições de trabalho seguras e saudáveis. Os riscos de acidentes associados ao trabalho em laboratório dependem na imensa maioria dos casos, de atitudes pessoais e ações individuais do pessoal que trabalha em laboratório.

“É da responsabilidade de cada um zelar pela própria segurança, assim, como pela segurança dos colegas e de todas as pessoas com as quais possa entrar em contato”

3 - NORMAS GERAIS DE CONDUTA EM LABORATÓRIO QUÍMICO

Existe sempre perigo, em potencial, no laboratório químico e, infelizmente, às vezes ocorrem acidentes. Eles podem, entretanto, serem evitados se as regras de segurança forem observadas. Avalie sempre o problema da segurança antes de realizar qualquer experimento e tome todas as precauções necessárias. Os seguintes pontos devem ser considerados.

- Diversos produtos são tóxicos e, portanto, não devem ser ingeridos. Recomenda-se não fumar, bem como manter as mãos sempre bem lavadas;
- Alguns reagentes químicos são corrosivos. Muito cuidado ao manusear os ácidos e álcalis concentrados. Lave imediatamente, com bastante água, qualquer respingo de ácido ou base forte sobre a pele;
- As roupas são convenientemente protegidas pelo uso de jaleco;
- Reagentes que desprendem vapores irritantes e nocivos só devem ser manipulados na capela;
- Não se deve pipetar com a boca, utilize um pipetador que é mais apropriado para isso;
- Nenhum frasco de reagente deve permanecer aberto por um intervalo de tempo mais longo do que o necessário;
- Não coloque tampa de frasco de reagente em cima de bancada suja e esteja atento para não fechar um frasco com a tampa de um outro reagente;
- Uma vez retirado, não retorne reagente para o frasco original a não ser durante a pesagem, para evitar contaminação;

- Pipetas não devem ser introduzidas diretamente em frasco de reagente líquido concentrado (ácido, hidróxido de amônio, solventes orgânicos, etc.).
- Os olhos devem sempre estar protegidos durante o trabalho de laboratório. Todos devem usar óculos especiais de segurança, pois constituem proteção indispensável para olhos contra respingos e explosões, uma vez que os óculos normais geralmente não são feitos com lentes apropriadas.
- Não se locomova desnecessariamente no laboratório e não tente executar experimentos não autorizados.
- Não corra no laboratório e nem faça movimentos bruscos. Todos os movimentos devem ser feitos com atenção;
- Não se alimente no laboratório nem use o equipamento do laboratório para guardar comidas ou bebidas. Não deixe que produtos químicos ou vidraria do laboratório entre em contato com sua boca ou face.
- Lembre-se de que muitos produtos químicos são corrosivos ou tóxicos mesmo em solução diluída. Não deixe que produtos químicos entrem contato com sua pele, mesmo que eles sejam sólidos. Se isto acontecer, lave a pele contaminada com grandes quantidades de água. Remova imediatamente qualquer peça de roupa que for contaminada por substâncias corrosivas. Segurança e proteção são mais importantes do que sua aparência física.
- Use sapatos e roupas apropriadas para o laboratório e prenda os cabelos para evitar que eles fiquem presos em peças móveis de equipamentos ou mergulhem em frascos contendo soluções.
- **ATENÇÃO: “Só é permitida a entrada do aluno no laboratório com o uso de JALECO, LUVAS E ÓCULOS DE PROTEÇÃO.**
- Use uma boa capela, com exaustão apropriada, sempre que estiver manuseando substâncias tóxicas.
- Familiarize-se com a localização dos equipamentos de segurança e com os procedimentos de segurança do laboratório.

4 - CONDOTA NO LABORATÓRIO DE QUÍMICA ANALÍTICA FUNDAMENTAL

- a) Não chegar atrasado no horário das aulas;
- b) **É obrigatório ler com atenção cada experimento no roteiro antes de iniciá-lo;**
- c) Cada aluno deve usar, obrigatoriamente, um jaleco, óculos e luvas de proteção. Não será permitida a permanência no laboratório ou a execução de experimentos sem a utilização desses equipamentos de proteção individual (EPI's). O Jaleco deverá ser de brim ou algodão e, nunca de tergal, nylon ou outra fibra sintética inflamável;
- d) Utilizar calça comprida durante as aulas práticas;
- e) Ler com atenção os rótulos dos frascos de reagentes e solventes que utilizar;**
- f) Realizar as aulas experimentais com bastante atenção;
- g) Comprar luvas descartáveis, óculos de segurança e máscara para realizar os experimentos;
- h) Descartar os resíduos em frascos adequados e indicados pelo professor;
- i) Assumir uma postura responsável e profissional, evitando brincadeiras no laboratório;
- j) Segurar firmemente os frascos de reagentes (ácidos, bases, etc) disponibilizados na capela antes de abrir a tampa;**
- l) Cada equipe deve, no final de cada aula, lavar o material de vidro utilizado e limpar a bancada. Enfim, manter o laboratório **LIMPO**;
- m) Ter cuidado no manuseio das vidrarias para evitar quebrá-las;**
- n) Objetos pessoais devem ser guardados em locais apropriados, longe das bancadas para evitar acidentes pessoais e coletivos;
- o) Deve-se manter a bancada sempre limpa e organizada;
- p) Os dados e resultados obtidos de seu experimento devem ser sempre anotados imediatamente após sua obtenção;
- q) Não usar sapatos abertos, de salto alto, sandálias. Cabelos longos devem presos;
- r) Não lance na pia papéis ou materiais insolúveis. Esta atitude evita o entupimento da tubulação.

→ **AVISO: NÃO HAVERÁ REPOSIÇÃO DE AULAS PRÁTICAS**



5 - FICHA DE INFORMAÇÃO DE SEGURANÇA DE PRODUTOS QUÍMICOS – FISPQ

A ficha de informação de segurança de produtos químicos é um documento normalizado pela Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) conforme norma **ABNT-NBR 14725**. Este documento, denominado “Ficha com Dados de Segurança” segundo Decreto nº 2.657 de 03/07/1998 (promulga a Convenção nº 170 da Organização Internacional do Trabalho-OIT), deve ser recebido pelos empregadores que utilizem produtos químicos, tornando-se um documento obrigatório para a comercialização destes produtos.

A **FISPQ** fornece informações sobre vários aspectos dos produtos químicos (substâncias e misturas) quanto à proteção, à segurança, à saúde e ao meio ambiente; transmitindo desta maneira, conhecimentos sobre produtos químicos, recomendações sobre medidas de proteção e ações em situação de emergência, sendo dividido em 16 Seções. É um instrumento de comunicação dos perigos relacionados aos produtos químicos, o documento não leva em conta todas as situações que possam ocorrer em um ambiente de trabalho, constituindo apenas parte da informação necessária para a elaboração de um programa de saúde, segurança e meio ambiente.

MSDS/SDS (*Material Safety Data Sheet*) são as siglas mundialmente conhecidas referentes a este documento, o qual é apresentado pelo modelo estabelecido pela **ISO 11014**.

OBSERVAÇÃO

Antes de iniciar os experimentos pesquise na **Internet** as Fichas de Informação de Segurança de Produtos Químicos – **FISQP**.



MUNDO DA PESQUISA

6 – GENERALIDADES SOBRE A QUÍMICA ANALÍTICA QUANTITATIVA

Essa etapa de experimentos está baseada na Química Analítica Clássica, porém contemplando também alguns aspectos sobre as técnicas modernas, conhecidas como técnicas instrumentais, com o objetivo de aplicar os conceitos teóricos abordados ao longo do curso, além de induzir o aluno a questionar possibilidades outras de resolução ou aprimoramento de situações empregadas neste manual.

O conteúdo programático apresentado será distribuído da seguinte forma:

- ✓ Técnicas operacionais e materiais utilizados;
- ✓ Métodos gravimétricos quantitativos;
- ✓ Métodos volumétricos de análise.

A Química Analítica Quantitativa fundamenta-se em um conjunto de técnicas e métodos empregados na determinação da quantidade de cada substância ou elemento químico presente em uma amostra. Esta área da Química emprega uma grande variedade de reagentes capazes de fornecer informações analíticas importantes na quantificação de um analito em uma determinada amostra empregando uma seqüência lógica de procedimentos simples e eficientes para análise de diminutas amostras com grande sucesso.

O objetivo da Química Analítica Quantitativa é estabelecer teores de uma dada espécie constituinte de uma determinada matriz. A escolha do método empregado depende das propriedades do analito, do nível de exatidão requerido, da complexidade da amostra e da quantidade da amostra disponível. Os métodos clássicos de análise são constituídos das determinações volumétricas, tais como: volumetria de neutralização, volumetria de precipitação, volumetria de oxi-redução e volumetria de complexação, além da análise gravimétrica. O emprego da metodologia adequada deve levar em conta o caráter do substrato existente na amostra de interesse. Por exemplo, uma substância ácida ou alcalina, pode ser investigada utilizando-se a volumetria de neutralização. A formação de uma espécie pouco solúvel pode muito bem ser tratada com a volumetria de precipitação, enquanto a formação dos compostos de coordenação de Werner pode ser quantificada por meio da volumetria de complexação. Por fim, característica de transferência eletrônica entre agentes oxidantes e redutores é a base da volumetria de oxi-redução.

Outra técnica clássica empregada nos ensaios quantitativos é a gravimetria. Esta técnica explora a obtenção de um produto com escassa solubilidade em um dado solvente. O emprego de procedimentos adequados de depuração, volatilização do solvente e/ou conversão do analito em uma espécie mais estável, bem como o

emprego de cálculos simples, permitem o analista estabelecer o real teor de uma espécie de interesse em uma amostra alvo.

Por fim, os químicos analistas têm lançado mão de muitas técnicas modernas de análise com o advento dos equipamentos. Diversos instrumentos estão a serviço da Química Analítica e tem-se mostrado de grande valor. O emprego destes equipamentos nos ensaios quantitativos tem explorado as mais variadas possibilidades de monitoramento de uma substância através das propriedades inerentes de cada elemento. Métodos Ópticos, Cromatográficos, Eletroquímicos têm apresentado resultados rápidos, confiáveis e seguros de análise.

6.1 - TÉCNICAS OPERACIONAIS E MATERIAIS USADOS EM QUÍMICA ANALÍTICA

Em um laboratório de Química Analítica, a limpeza e a organização são de fundamental importância. Deve-se manter a bancada sempre limpa, organizada e os dados e resultados experimentais obtidos de seu trabalho devidamente anotado em um caderno específico para esse fim.

6.1.1 - Materiais empregados no laboratório

Nos trabalhos experimentais é sempre necessário precaver-se contra a introdução de substâncias estranhas no meio reacional para evitar fontes de erro. A substância analisada deve entrar em contato somente com materiais que não modifiquem ou interfiram com a matriz investigada. Os materiais mais empregados na construção de recipientes e utensílios para emprego em laboratório, são: vidro, sílica fundida, porcelana, platina, plásticos, etc. (Consulte o Quadro 1).

Quadro 1: Propriedades de alguns materiais comumente utilizados na construção de recipientes e utensílios para laboratórios.

MATERIAL	TMÁX. °C	CHOQUE TÉRMICO	INÉRCIA QUÍMICA
Vidro borossilicato	200	120	Atacadas somente por soluções alcalinas a quente
Sílica ou quartzo fundido	1050	Excelente	Resistente a maioria dos ácidos e halogênios
Vidro com alto teor de sílica	1000	Excelente	Melhor desempenho que os borossilicatos
Porcelana	1100 a 1400	Boa	Excelente
Platina	1500	-	Atacada somente em condições especiais
Níquel e Ferro	-	-	Contamina a amostra em casos de fusão
Poliétileno	150	-	Agredidas somente por solventes orgânicos
Poliestireno	70	-	Agredidas somente por solventes orgânicos
Teflon	250	-	Inerte

6.1.2 - Equipamentos para aquecimentos

Vários tipos de aparelhos podem ser empregados em um laboratório para a obtenção de temperaturas reguladas, sejam em baixas, médias ou altas, dependendo do objetivo de utilização.

- ✓ **Banhos de água:** os banhos a vapor constituem um meio de aquecimento muito usado para evaporação de solventes ou solubilização de um precipitado a uma temperatura inferior a 100 °C. São unidades construídas de cobre e aço inoxidável com aquecimento elétrico ou a gás, podendo o mesmo ser dotado de um termostato que confere uma temperatura constante para a realização de um experimento.
- ✓ **Lâmpadas de infravermelho:** são ideais para evaporar líquidos, dessecar precipitados e incinerar papel de filtro.
- ✓ **Estufas:** são utilizadas para secar amostras a temperatura relativamente baixa e controlada. As estufas são bem ventiladas para um aquecimento uniforme e permitem trabalhar com controle automático de temperatura, pré-aquecimento do ar de circulação ou mesmo em operação sob pressão reduzida;
- ✓ **Chapas de aquecimento:** as chapas metálicas com aquecimento elétrico são usadas para efetuar evaporações ou digestões, podendo alcançar temperaturas entre 400 a 500 °C.
- ✓ **Mantas de aquecimento:** estes dispositivos asseguram a distribuição uniforme do calor à frascos de fundo redondo. As espirais de Ni - Cr, completamente envolvidas em tecido de vidro isolante podem ser utilizadas para aquecimento de líquidos inflamáveis e suportam temperaturas ao redor de 500 °C.
- ✓ **Fornos de muflas:** são usadas para aquecer e/ou incinerar amostra a altas temperaturas. Um pré-controle da temperatura desejada permite alcance de 1200 °C.

6.1.3 - Meios Filtrantes

Um processo de filtração é comumente empregado para separar duas fases distintas, normalmente sendo uma sólida e outra líquida. Os meios mais empregados na análise quantitativa são os papéis de filtro e os cadinhos filtrantes de fundo poroso. A operação de filtração pode ser conduzida pela ação da gravidade ou com auxílio de vácuo.

- ✓ **Papel de filtro:** os papéis de filtro são deliberadamente fabricados com vários graus de espessura e capacidade de retenção. Esta capacidade é atribuída à porosidade do filtro, previamente escolhido dependendo do estado de agregação e a natureza de um precipitado. As características de um papel de filtro são especificadas pelo fabricante, conforme mostra o Quadro 2.

Quadro 2: Especificações de alguns papéis de filtro empregados na análise quantitativa

PRECIPITADO	WHATMAN	SCHLIECHER AND SCHUEL
Muito fino (BaSO_4)	Nº 42	Nº 589 faixa azul ou vermelha
Pequeno ou médio (AgCl)	Nº 40	Nº 549 faixa branca
Gelatinoso ou cristalino grande $\text{Fe}(\text{OH})_3$	Nº 41	Nº 589 faixa preta

- ✓ **Cadinho de Gooch:** trata-se de um cadinho de porcelana de forma alta e fundo perfurado com numerosos pequenos orifícios, com uma camada filtrante constituída de fibras de asbesto. A peça de porcelana suporta aquecimento elevado.
- ✓ **Cadinho de vidro sinterizado:** o meio filtrante é constituído de um disco de vidro poroso fundido ao corpo do cadinho. São costumeiramente empregados para a filtração de precipitado que serão submetidos posteriormente a aquecimento em temperaturas de até $150\text{ }^\circ\text{C}$. A capacidade de retenção destes dispositivos são indicados pelos fabricantes e não devem ser utilizados par ao manuseio de substâncias alcalinas, especialmente quando quentes.

6.1.4 - Dessecaadores e Desseccantes

Os dessecaadores são recipientes, geralmente de vidro moldado sob pressão formados por duas peças: a tampa e a base com bordas esmerilhadas perfeitamente ajustáveis, que permitem manter o conjunto hermeticamente fechado.

O dessecaador é usado para manter amostras secas enquanto estão sendo esfriadas e antes de serem pesadas e, em alguns casos, para secar uma amostra úmida. Desseccantes tais como cloreto de cálcio anidro e sílica são colocados na parte inferior da base para absorver umidade. O desseccante deve ser trocado periodicamente. Quando um objeto que foi aquecido, for colocado no dessecaador, deve-se esperar um pouco (60 segundos) para fechar com a tampa, caso contrário pode ocorrer um aumento na pressão no interior do dessecaador que pode ser

suficiente para romper a vedação entre a tampa e a base. Após o resfriamento pode ocorrer o oposto, ou seja, o interior do dessecador fica sob pressão reduzida o que poderá ocasionar uma perda de amostra.

Os dessecantes mais utilizados são: óxido de alumínio, perclorato de magnésio, óxido de cálcio, cloreto de cálcio e sílica gel. Todos podem ser regenerados por aquecimento a 150, 240, 500, 275 e 150 °C, respectivamente.

Os agentes dessecantes podem ser classificados de acordo com sua capacidade de absorção, como:

Capacidade alta: CaCl_2 anidro, MgClO_4 anidro;

Capacidade média: CaSO_4 , CaO ;

Capacidade baixa: sílica gel, Al_2O_3 , P_2O_5 .

6.1.5 - Reagentes

Os reagentes são encontrados com diferentes graus e pureza, nem sempre adequados para a prática da análise.

Padrões primários e secundários: são reagentes com alto grau de pureza definidos pela seção da Química Analítica da União Internacional da Química Pura e Aplicada (IUPAC), da seguinte maneira:

- ✓ **Padrão primário:** Substância suficientemente pura e estável que permite preparar uma solução padrão (primária) por pesagem direta do composto e diluição. É uma substância disponível comercialmente com pureza de $100 \pm 0,02\%$;
- ✓ **Padrão de trabalho:** é uma substância disponível comercialmente com pureza $100 \pm 0,05\%$;
- ✓ **Padrão secundário:** Substância de menor pureza, porém sua concentração é determinada através da comparação (padronização) contra um padrão primário.
- ✓ Os fabricantes não fazem distinção entre padrão primário e de trabalho. Existem reagentes com grau especial de pureza para propósitos analíticos. Por exemplo: Grau espectral e grau cromatográfico. Estes são especificamente purificados para remover impurezas que podem interferir em uma aplicação analítica. Algumas características destes reagentes são mostradas na Tabela 3.
- ✓ **O manuseio dos reagentes:** o rótulo do fabricante garante a qualidade do reagente apenas até o momento em que é rompido o lacre original do recipiente. Uma série de regras deve ser obedecida para evitar contaminação:

- O recipiente somente deve ser aberto após uma limpeza eficiente do gargalo e de todo o corpo do recipiente;
- Reconhecer a menor embalagem possível;
- Evitar a introdução de espátula e pipetas nos recipientes dos reagentes. Agite o recipiente para soltar o reagente e verta-o para fora apenas a quantidade que deve ser utilizada, recolocando a tampa imediatamente. O resíduo do reagente não deve retornar ao recipiente;
- Não verter o reagente diretamente para dentro do recipiente que contenha solução ou amostra a analisar da qual possa se desprender gases, vapores, etc.
- A tampa do recipiente deve repousar sobre um vidro de relógio.

O quadro 3 apresenta informações sobre o grau de pureza de alguns reagentes.

Quadro 3: Grau de pureza de alguns reagentes

GRAU	PUREZA	OBSERVAÇÕES
Padrão primário	Mais alta pureza	Requerido p/ análise volumétrica precisa
Reagentes analisados	Alta pureza	São comumente usados em Química analítica conforme as especificações mínimas estabelecidas
Comerciais	Qualidade Indeterminada	Pode ser utilizado somente na preparação de soluções de limpeza
Quimicamente pura	Mais refinado, porém de pureza não tão elevada	
Reagentes segundo a farmacopéia	Encontram-se padrões com impurezas mínimas	Atendem as exigências da farmacopéia para contaminantes nocivos a saúde.

6.1.6 - Água

Os trabalhos exigem o consumo considerável de água destilada na lavagem dos utensílios, preparação de soluções, extração, lavagem e precipitados, etc. Em casos específicos, a água destilada pode ser substituída por água deionizada, isto é, uma água altamente pura mediante tratamento por osmose reversa. É recomendável conservar a água destilada ou a água deionizada em recipientes de polietileno.

- **Água destilada:** a purificação da água mediante destilação remove as espécies contaminantes não voláteis, inorgânicas e orgânicas; os gases dissolvidos na água original são livrados durante a destilação junto com o vapor d'água e, em parte eliminadas por ventilação. A matéria em suspensão é retida no pote de destilação. Outras fontes de contaminação são os materiais de construção dos aparelhos de destilação. Estanho e quartzo são os melhores materiais para a construção dos condensadores e recipientes, porém são de custo elevado e por isso, pouco usados. Traços de cobre são encontrados, muito frequentemente na água destilada, bem como outros metais cuja presença depende do material que a água condensada teve contato. Para avaliar a pureza de uma água destilada, pode-se usar a medida de condutância específica.
- **Água deionizada:** o processo de deionização mais eficiente aplica tecnologias como a osmose reversa e a eletrodeionização contínua. A água produzida é quimicamente pura, apresentando uma alta resistência devido a ausência de íons, normalmente com resistividade superior a 18,2 MΩ.cm a 25 °C.

6.1.7 – Materiais volumétricos

Em um laboratório são basicamente dois os tipos de calibração de frascos volumétricos disponíveis:

- ✓ Aqueles calibrados para conter um certo volume, o qual se transferido não o será totalmente (**TC = to contain**);
- ✓ Aqueles calibrados para transferir um determinado volume (**TD = to deliver**), dentro de certos limites de precisão;

Os equipamentos volumétricos TD têm seus volumes corrigidos com respeito à aderência do fluido, e por esta razão, escoará o volume indicado, se utilizado em uma transferência. Deve-se conhecer também a exatidão do volume retido em um frasco TC e a precisão do volume escoado por um frasco TD.

Balão volumétrico: São usados na diluição e na preparação de uma solução. Eles existem em uma variedade de tamanhos. São para conter (TC) exatamente um certo volume de líquido em uma determinada temperatura. Possuem a forma de uma pêra, fundo chato e gargalo longo provido de uma tampa de vidro esmerilhada ou de teflon.

Pipetas: a pipeta é usada para transferir volume particular de solução de modo preciso a determinada temperatura. Existem dois tipos de pipetas TD:

- ✓ Volumétrica ou de transferência: tem uma marca de calibração de seu volume gravada na parte superior acima do bulbo. Variam de 0,5 a 100 mL, possuem medidas precisa, por isso não necessita soprar na ponta.
- ✓ Graduada: tubos cilíndricos com escala numerada do alto para baixo até sua capacidade. As pipetas com faixa dupla (**anel duplo**) requerem que sejam sopradas para liberação da gota que permanece na ponta inferior.
- ✓ Buretas: são pipetas graduadas com controle de fluxo. São frascos volumétricos TD usadas para escoar volumes variados de líquidos e, são geralmente empregadas em titulações. A bureta convencional para macro titulações é marcada com incrementos de 0,1 mL de 0 a 50 mL. Existem também buretas com capacidade de 10, 25, 100 mL, onde o volume é marcado com incrementos de 0,01 mL.
- ✓ Provetas: são equipamentos utilizados em medidas aproximadas de volumes. São encontradas no comércio provetas TC e TD de 5mL até vários litros.

6.1.8 – Limpeza dos materiais

Todos os equipamentos volumétricos utilizados em uma análise quantitativa devem estar perfeitamente limpos antes do uso, pois a presença de substâncias gordurosas nas paredes internas, podem introduzir erros nos resultados das análises.

Utilizam-se geralmente como soluções de limpeza, a solução detergente, solução sulfocrômica (esta é desaconselhável devido ao caráter nocivo a saúde humana), solução de hidróxido de potássio em etanol ou KOH alcóolico 3% (no máximo por um minuto) ou água-régia (1 volume $\text{HNO}_{3\text{concentrado}}$:3 volumes $\text{HCl}_{\text{concentrado}}$) Para a remoção de materiais orgânicos coloridos, use uma mistura de H_2O_2 30%: $\text{H}_2\text{SO}_{4\text{concentrado}}$. Os materiais volumétricos devem ser limpos, agitando-se uma pequena quantidade de solução de limpeza. Durante o enxágue, após eliminar todo sabão, deve-se então enxaguar 5 vezes com água da torneira e 2 a 3 vezes com água destilada.

Após lavagem, o material é deixado em repouso apropriado para facilitar o escoamento da água. A secagem do equipamento pode ser também realizada em estufa (béquer, funil, erlenmeyer, etc) ou por sucção em trompa de vácuo (pipetas, buretas, etc).

6.1.9 - Regras para uso da balança analítica

- ✓ A balança deve ficar em um lugar adequado. O melhor local é uma sala separada do laboratório, protegida de vapores corrosivos e mantidas a temperatura constante. Não deve ficar próxima a uma janela, deve ficar fixada em um suporte para protegê-la de vibrações. O equipamento não deve receber luz solar direta, devendo ficar suficientemente distante de aquecedores e deve conter em seu interior um depósito de sílica gel anidra, cuja finalidade é reduzir a umidade relativa;
- ✓ A balança deve permanecer nivelada;
- ✓ Quando não estiver sendo utilizada a balança deve permanecer desligada, travadas, sem pesos com seus pratos limpos e não conter qualquer objeto sobre a mesma, com as portas laterais e superiores fechadas e cobertas com capa plástica;
- ✓ Deve-se ajustar o zero antes de qualquer pesagem, a menos que seja feita por diferença entre a última pesagem e uma outra recentemente;
- ✓ Nenhum material em pó, de qualquer espécie deve ser colocado diretamente sobre o prato. Toda e qualquer pesagem deve ser realizada em um recipiente para evitar danos ao aparelho e imprecisão na medida. Os recipientes adequados para pesagem são: pesa-filtro, béquer pequeno, cadinhos, vidros de relógio. Atenção redobrada deve ser dispensada na pesagem de líquidos, principalmente os corrosivos e voláteis;
- ✓ O recipiente e a substância submetido à pesagem, deve estar a mesma temperatura da balança, pois se a temperatura estiver elevada poderá haver dilatação do prato da balança, ocorrendo pesagem grosseira e risco de danificar o aparelho;
- ✓ A balança não deve ser sobrecarregada. Certifique-se da máxima carga a qual a mesma pode ser seguramente usada e, como margem de segurança não efetue pesagens de massa acima de 10 g além de sua capacidade;
- ✓ Mantenha a balança limpa. Se alguma substância cair sobre o prato ou em qualquer superfície da mesma, limpe-a imediatamente com uma escova de pêlos de camelo. Não use líquidos para efetuar a limpeza.
- ✓ Se a balança apresentar algum defeito ou estiver necessitando de ajuste, não tente consertá-la.

7 – ROTEIRO DOS EXPERIMENTOS

Na sequência estão relacionados todos os experimentos a serem realizados na disciplina de Química Analítica Quantitativa. É necessário que vocês leiam o roteiro com antecedência antes da realização dos experimentos. Não esqueçam de pesquisar as fichas de informação de segurança dos produtos químicos – **FISQP** de todos os reagentes que vocês irão utilizar.

 <p>UERN UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE</p>	<p>EXPERIMENTO 1: AVALIAÇÃO DOS RÓTULOS DE ALGUNS REAGENTES QUE VOCÊ IRÁ TRABALHAR</p>
---	---

COMPONENTES DO GRUPO - BANCADA: _____

CONHECENDO O REAGENTE QUE VOCÊ IRÁ TRABALHAR

- 1) Leia os rótulos dos reagentes e observem as informações sobre composição química, massa molar, porcentagem de pureza, impurezas, símbolos de riscos, prazo de validade, lote e demais informações presentes nos rótulos.

HIDRÓXIDO DE SÓDIO

ÁCIDO CLORÍDRICO

ÁCIDO SULFÚRICO

ÁCIDO NÍTRICO

BIFTALATO DE POTÁSSIO

CROMATO DE POTÁSSIO

PERMANGANATO DE POTÁSSIO

EDTA

CARBONATO DE SÓDIO

FENOLFTALEÍNA

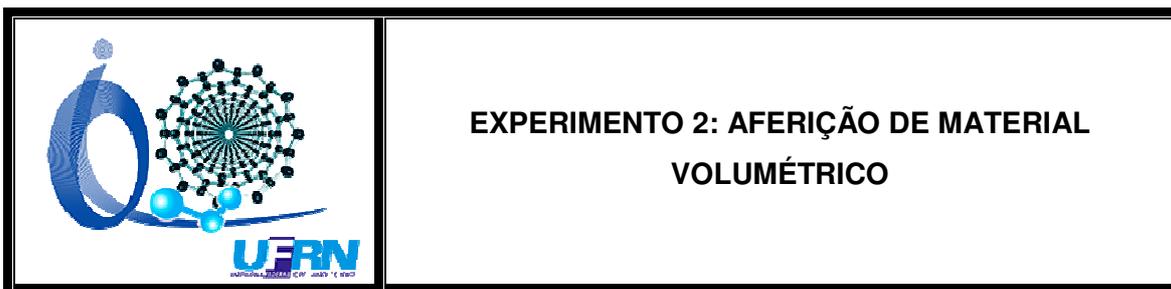
NITRATO DE PRATA

TIOSSULFATO DE SÓDIO

A seguir são listados alguns símbolos de riscos.

ALGUNS SÍMBOLOS DE RISCO

			
Corrosivo	Altamente explosivo	Facilmente inflamável	Perigoso para o meio ambiente
			
Comburente	Tóxico	Irritante e nocivo	Muito tóxico
			
Alta tensão	Radioativo	Risco biológico	Extremamente inflamável



a) INTRODUÇÃO

O volume ocupado por certa massa de líquido varia com a temperatura, assim como o dispositivo que abriga o líquido, durante a medida. Em sua maioria, os dispositivos de medida volumétricos são feitos de vidro, que felizmente têm um pequeno coeficiente de expansão. Conseqüentemente, as variações no volume de um recipiente de vidro, com a temperatura, não precisam ser consideradas no trabalho analítico do dia a dia. O coeficiente de expansão para uma solução aquosa diluída (aproximadamente $0,025\%/^{\circ}\text{C}$) é tal que uma variação de 5°C tem um efeito mensurável na confiabilidade de medidas volumétricas normais.

As medidas volumétricas precisam ser relacionadas a alguma temperatura-padrão; esse ponto de referência normalmente é de 20°C . A temperatura ambiente da maioria dos laboratórios é suficientemente próxima a 20°C , para tornar desnecessárias as correções para a temperatura em medidas de volume de soluções aquosas. Em contraste, o coeficiente de expansão para líquidos orgânicos pode requerer correções para diferenças de temperatura de 1°C ou menos. A Tabela 1 apresenta o volume ocupado por 1,000 g de Água, pesado ao Ar, empregando-se massas padrão de Aço inoxidável.

Para maior exatidão, a vidraria volumétrica deve ser calibrada para medir o volume que é realmente contido ou transferido por uma peça particular de equipamento. Isso é feito pela medição da massa de água transferida ou contida no recipiente e usando a densidade da água para converter massa em volume. Por esse meio, você pode determinar, por exemplo, que a sua pipeta particular de 10 mL transfere 10,016 mL e não 10,000 mL.

O volume pode ser medido de maneira confiável com uma **pipeta**, uma **bureta**, ou um **frasco volumétrico**. O equipamento volumétrico é marcado pelo fabricante para indicar não apenas a sua forma de calibração, geralmente **TD** para dispensar (*to deliver*) ou **TC** para conter (*to contain*), como também a temperatura na qual a calibração se aplica estritamente. As pipetas e as buretas são normalmente calibradas

para dispensar volumes específicos, enquanto os frascos volumétricos são calibrados para conter um dado volume.

Os quadros 1, 2 e 3 apresentam as tolerâncias para balões volumétricos, buretas e pipetas de transferências - Classe A.

Tabela 1

Volume Ocupado por 1,000 g de Água, Pesado ao Ar, Empregando-se Massas-padrão de Aço Inoxidável*		
Temperatura, <i>T</i> , °C	Volume, mL	
	Em <i>T</i>	Corrigida para 20 °C
10	1,0013	1,0016
11	1,0014	1,0016
12	1,0015	1,0017
13	1,0016	1,0018
14	1,0018	1,0019
15	1,0019	1,0020
16	1,0021	1,0022
17	1,0022	1,0023
18	1,0024	1,0025
19	1,0026	1,0026
20	1,0028	1,0028
21	1,0030	1,0030
22	1,0033	1,0032
23	1,0035	1,0034
24	1,0037	1,0036
25	1,0040	1,0037
26	1,0043	1,0041
27	1,0045	1,0043
28	1,0048	1,0046
29	1,0051	1,0048
30	1,0054	1,0052

*Foram aplicadas as correções para o empuxo (pesos de aço inoxidável) e variações no volume do recipiente.

d) Tolerâncias admitidas para material volumétrico

Quadro 1 - Tolerâncias de Balões Volumétricos (Classe A)

Volume (mL)	Tolerâncias (mL)
5,00	± 0,02
10,00	± 0,02
25,00	± 0,03
50,00	± 0,05
100,00	± 0,08
250,00	± 0,12
500,00	± 0,20
1000,00	± 0,30
2000,00	± 0,50

Quadro 2 - Tolerâncias de Buretas (Classe A)

Volume (mL)	Tolerâncias (mL)
5,00	$\pm 0,01$
10,00	$\pm 0,02$
25,00	$\pm 0,03$
50,00	$\pm 0,05$
100,00	$\pm 0,20$

Quadro 3 - Tolerâncias de Pipetas de Transferência Classe A

Volume (mL)	Tolerâncias (mL)
0,500	$\pm 0,006$
1,000	$\pm 0,006$
2,000	$\pm 0,006$
5,00	$\pm 0,01$
10,00	$\pm 0,02$
20,00	$\pm 0,03$
25,00	$\pm 0,03$
50,00	$\pm 0,05$
100,00	$\pm 0,08$

Observação: Os tipos de materiais de vidro incluem os de Classe A e Classe B. O recipiente **Classe A** é fabricado com vidros Pyrex, borossilicato ou Kimax, para as menores tolerâncias. As tolerâncias da **Classe B** (econômica) são aproximadamente duas vezes superiores às da Classe A.

b) OBJETIVOS

- Melhorar a técnica de manuseio de vidrarias volumétricas;
- Aprender a calibrar vidrarias volumétricas (buretas, pipetas, balões volumétricos, etc.) para medir exatamente os volumes contidos ou transferidos.

c) PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

MATERIAIS	REAGENTES
<ul style="list-style-type: none">• 01 Balão volumétrico de 50 mL• 01 Bureta de 25 mL• 01 Pera de borracha• 01 Pipetador• 01 Pipeta volumétrica de 10 mL• 01 Pipeta de Pasteur• 01 Pisseta• 01 Termômetro	<ul style="list-style-type: none">• Água destilada

OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário sob a bancada do seu grupo, consta todos os materiais necessários para a realização do experimento. Caso isso não ocorra, registre no caderno de ocorrências do laboratório.

AFERIÇÃO DE BALÃO VOLUMÉTRICO DE 50 mL

Estando o balão volumétrico de 50 mL limpo, seco e com tampa, coloca-se sobre o prato de uma balança semi-analítica, sem tocá-lo diretamente com as mãos. Anota-se a massa. Após isso, enche-se com água destilada, até o menisco leva-se até a balança, medindo-se a massa. Anota-se a temperatura da água e calcula-se o volume do balão utilizando-se a Tabela 1. A aferição destes materiais deve ser feita pelo menos duas vezes. Caso não haja concordância, repetir.

NOTA: Nunca se deve secar balão volumétrico, pipeta e bureta em estufa.

AFERIÇÃO DE PIPETA VOLUMÉTRICA DE 10 mL

Uma pipeta volumétrica de 10 mL, previamente limpa, é cheia por aspiração, com água destilada até acima do menisco; limpa-se a parte externa da extremidade livre com papel absorvente, esvazia-se se controlando a vazão, acerta-se o menisco com cuidado e verte-se a quantidade de água da mesma para um erlenmeyer ou béquer, previamente limpo e pesado em balança analítica.

O escoamento da pipeta no erlenmeyer ou béquer deve ser efetuado controlando-se a vazão (lentamente), estando com a ponta da pipeta encostada na parede do recipiente. Após o escoamento, afasta-se a extremidade da pipeta da parede com cuidado. A quantidade de líquido restante na ponta da pipeta não deve ser soprada para o interior do recipiente. A seguir, mede-se a massa do conjunto erlenmeyer ou béquer + água. Repete-se a aferição descrita. A seguir, calcula-se o volume da pipeta. A diferença entre as duas determinações não deve exceder de 0,025 mL. Caso não haja concordância entre duas aferições, repetir.

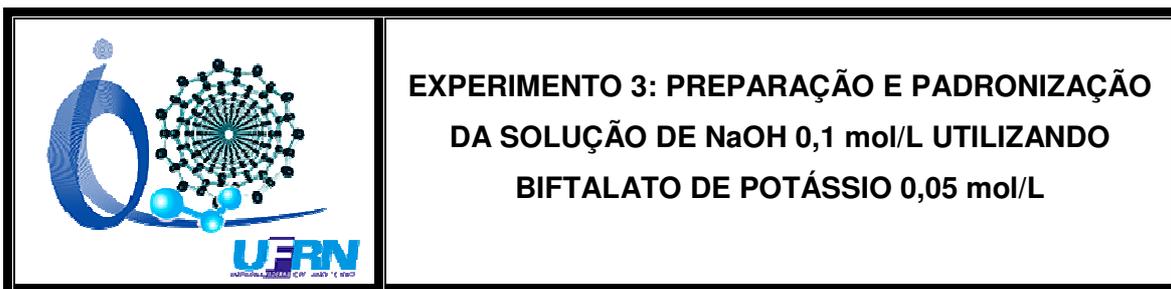
AFERIÇÃO DE BURETA DE 25 mL

Utilizando-se uma bureta limpa, fixe-a no suporte apropriado. Preencha a bureta com água destilada (equilibrada termicamente com a sala de trabalho) até acima do zero da escala menisco. Observe para que não tenha nenhuma bolha de ar no corpo da bureta, na ponta abaixo da torneira, e também para que não ocorram vazamentos, verificando a lubrificação da torneira. Em seguida, coincida o nível mínimo do menisco com o zero da escala da bureta, tocando a ponta da bureta com outro recipiente para remover qualquer excesso ou gota aderida. Enxuga-se a extremidade externa da ponta com papel absorvente (não permitir que o papel absorva

água da ponta da bureta). Deixa-se escoar, lentamente, metade do volume de água da bureta num erlenmeyer previamente pesado. Mede-se a massa de água. No mesmo erlenmeyer escoar-se a outra metade do volume de água. A aferição deve ser repetida para comparação dos volumes relativos a cada intervalo. Caso não haja concordância entre as duas aferições, repetir. Anota-se a temperatura da água e calcula-se o volume da bureta utilizando-se a Tabela 1.

ESPAÇO PARA ANOTAÇÕES

Observação: Nessa aula não gera-se resíduo.

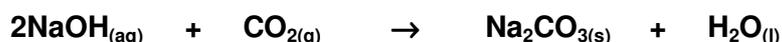


a) INTRODUÇÃO

Quando se dispõe de um reagente com pureza adequada, pode-se preparar uma solução com concentração molar conhecida pesando-se uma determinada quantidade da substância e completando-se com o solvente até um volume conhecido. As seguintes substâncias, que podem ser obtidas com alto grau de pureza, são adequadas ao preparo de soluções padrões: Carbonato de sódio, hidrogenoftalato de potássio, tetraborato de sódio, hidrogeniodato de potássio, oxalato de sódio, cloreto de sódio, iodo, bromato de potássio, iodato de potássio, dicromato de potássio, nitrato de chumbo e óxido de arsênio (III).

Quando o reagente não está disponível em pureza suficiente, como ocorre com a maior parte dos hidróxidos básicos, alguns ácidos inorgânicos e várias substâncias deliquescentes, prepara-se inicialmente uma solução de concentração aproximadamente igual a desejada. Esta solução é, então, padronizada por titulação com uma solução de uma substância pura de concentração conhecida.

O hidróxido de sódio (NaOH) não é um padrão primário porque sempre contém uma certa quantidade indeterminada de **água** e **Na₂CO₃** adsorvida no sólido. É considerada uma substância higroscópica, ou seja, absorve a umidade do ar e tanto no estado sólido como em solução, absorve rapidamente CO₂ da atmosfera produzindo carbonato de sódio, segundo a reação:



O carbonato de sódio pode ser completamente removido quando se prepara uma solução saturada de NaOH, a qual é deixada em repouso por 24 horas. Nesse caso, o carbonato de sódio precipitará, podendo ser removido da solução de NaOH.

Por esta razão é necessário preparar uma solução de NaOH de concentração próxima daquela desejada e determinar a concentração real através de titulações mediante a utilização de uma solução padrão primário, como por exemplo, o hidrogenoftalato de potássio ou biftalato de potássio [HKC₆H₄(COO)₂].

O hidrogenoftalato de potássio ou biftalato de potássio (KHC₈H₄O₄ ou C₈H₅KO₄), abreviado como KHP do inglês (K hydrogen phthalate), é um sólido branco ou incolor e iônico derivado do ácido ftálico e hidróxido de potássio. O hidrogênio é

levemente ácido e se apresenta como útil para ser usado como um padrão primário, uma vez que é estável ao ar, fazendo-o fácil de ser pesado precisamente. É também utilizado para calibração de pHmetro, uma vez que seu pH em solução é muito estável.

OBSERVAÇÃO: As soluções de hidróxido de sódio reagem com o vidro e dissolvem a sílica com a formação de silicatos solúveis. A presença de silicatos solúveis causa erros e as soluções de hidróxidos devem ser conservadas em frascos de **polietileno**.

b) OBJETIVOS

- Melhorar a técnica de manuseio de vidrarias volumétricas;
- Preparar uma solução de hidróxido de sódio (NaOH) – 0,1 mol/L;
- Preparar uma solução de hidrogenoftalato de potássio ou biftalato de potássio [HKC₆H₄(COO)₂] 0,05 mol/L;
- Padronizar a solução de hidróxido de sódio (NaOH).

c) PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

MATERIAIS	REAGENTES
<ul style="list-style-type: none"> • 01 Balão volumétrico de 50 mL • 01 Balão volumétrico de 250 mL • 03 Béqueres de 100 mL • 01 Bastão de vidro • 01 Bureta de 25 mL • 02 Etiquetas • 01 Erlenmyer de 500 mL • 03 Erlenmyers de 125 mL • 01 Frasco de polietileno de 300 ou 500 mL • 01 Frasco de vidro de 100 mL • 01 Funil pequeno • 01 Pera de borracha • 01 Pipetador • 01 Pipeta volumétrica de 10 mL • 01 Pisseta • 01 Vidro de relógio 	<ul style="list-style-type: none"> • NaOH granulado P.A • Biftalato de potássio P.A • Solução de fenolftaleína 1%

OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário sob a bancada do seu grupo, consta todos os materiais necessários para a realização do experimento. Caso isso não ocorra, registre no caderno de ocorrências do laboratório.

PREPARAÇÃO DE 250 mL DE SOLUÇÃO DE NaOH 0,1 mol/L

- Para a preparação da solução de hidróxido de sódio, calcule a massa de NaOH necessária para preparar 250 mL de uma solução 0,1 mol/L.
- Ferva cerca de 300 mL de água destilada para eliminar o CO₂ nela existente. Não esqueça de tampar o frasco com um vidro de relógio após o aquecimento. Em seguida deixe o frasco sob a bancada até atingir a temperatura ambiente;
- Com o auxílio de um béquer de 100mL, pese numa balança semi-analítica ou analítica a massa de NaOH P.A que você calculou e anote a massa pesada.
- Dissolva o NaOH com aproximadamente 100 mL de água destilada recém fervida e resfriada, com o auxílio de um bastão de vidro e em seguida transfira quantitativamente para um balão volumétrico de 250 mL.
- Lave o béquer com pequenos volumes de água destilada, transfira para o balão volumétrico e finalmente complete o volume (aferição) com água destilada até o volume de 250 mL.
- Armazene a solução de NaOH em um frasco de polietileno. Em seguida rotule com as seguintes informações: Nome da solução, concentração teórica, data e os responsáveis (constituintes do grupo). Esta solução deverá ser padronizada na sequência.

PREPARAÇÃO DE 50 mL DE SOLUÇÃO DE BIFALATO DE POTÁSSIO 0,05 mol/L

- Veja no frasco que contém o biftalato de potássio a sua massa molar e calcule, a partir desta, a massa necessária para preparar 50 mL de uma solução 0,0500 mol/L.
- Pese o biftalato de potássio que foi previamente seco em estufa por 1 - 2 horas a 110 °C em um béquer de 100 mL. Em seguida adicione aproximadamente 20 mL de água destilada, dissolva a substância com auxílio de um bastão de vidro e transfira quantitativamente para um balão volumétrico de 50 mL (lavando as paredes do béquer com água destilada para que não ocorra perda da massa do biftalato). Transfira as águas de lavagens para o balão volumétrico.
- Complete com água destilada o volume do balão volumétrico até a marca de 50 mL.
- Após a aferição, homogeneíze a solução e armazene em um frasco de polietileno (ou vidro) e rotule com as seguintes informações: Nome da solução,

concentração real (4 algarismos significativos), data e os responsáveis (constituintes do grupo).

- OBS: como o biftalato de potássio é uma substância padrão primário, a solução obtida não necessita de padronização. É necessário conhecer somente sua concentração a partir da massa pesada e do volume de diluição. Esta solução padrão será utilizada para a padronização da solução de hidróxido de sódio.

PADRONIZAÇÃO DA SOLUÇÃO DE HIDRÓXIDO DE SÓDIO (NaOH) 0,1 mol/L

- Lave (rinse) uma bureta de 25 com uma pequena porção da solução de NaOH 0,1mol/L.
- Fixe corretamente a bureta no suporte universal. Feche a torneira de controle de escoamento.
- Com auxílio de um béquer de 100 mL, encha a bureta com a solução de NaOH 0,1 mol/L e observe se há vazamento. Verifique se há **bolhas** entre a torneira e a extremidade inferior da bureta.
- Caso tenha, abra a torneira rapidamente até removê-la.
- Em seguida, complete a bureta com NaOH 0,1mol/L e acerte o menisco com o traço de aferição (zero), que fica na parte superior.
- Retire com uma pipeta volumétrica, uma alíquota de 10,0 mL da solução de biftalato de potássio 0,05 mol/L, preparada e transfira para um erlenmeyer de 125 mL.
- Acrescente 2 gotas da solução alcoólica de fenolftaleína 1% e adicione lentamente, com o auxílio de uma bureta, a solução de NaOH até que se observe uma coloração levemente rosa que não desaparece quando você agita a solução.
- Repita os dois itens anteriores mais duas vezes, assim irá obter o resultado em triplicata. **Lembre-se de aferir a bureta a cada análise.**
- Anote no Quadro 1, os volumes gastos de NaOH. Em seguida rotule corretamente o frasco contendo essa solução, após o cálculo da concentração real (utilize 4 algarismos significativos).

Quadro 1: Informações do volume de NaOH utilizado na titulação

Amostras	Volume de NaOH (mL)
1	
2	
3	

d) QUESTÕES

- 1) Leia o rótulo de um frasco de hidróxido de sódio e anote as impurezas presentes nesse reagente.
- 2) Qual a massa teórica de NaOH (em grama) que você calculou?

- 3) Qual a massa (em grama) aproximada de NaOH que você pesou?

- 4) Porque a massa de NaOH não ficou estabilizada durante a pesagem?
- 5) Porque é necessário ferver a água destilada antes da preparação da solução de NaOH?
- 6) Você poderia preparar a solução de NaOH utilizando uma proveta? Explique.
- 7) Porque a solução de NaOH não pode ser armazenada em um frasco de vidro?
- 8) Calcule o desvio padrão e o coeficiente de variação da análise.
- 9) Qual a massa teórica (em grama) do biftalato de potássio que você calculou?

- 10) Qual a massa (em grama) de biftalato de potássio que você pesou?

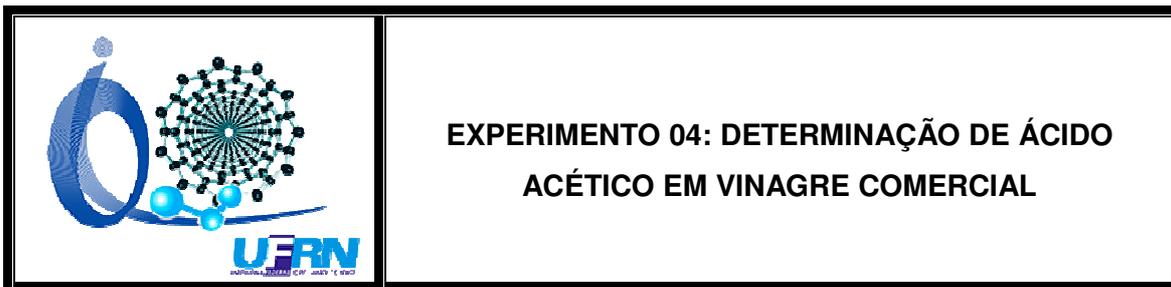
- 11) Qual a concentração real da solução de biftalato de potássio (utilize 4 algarismos significativos).
- 12) Qual a concentração real (utilize 4 algarismos significativos) da solução de NaOH que você preparou?
- 13) Leia um rótulo de um frasco de biftalato de potássio e anote as impurezas presentes nesse reagente.
- 14) Mostre a reação de neutralização entre o hidróxido de sódio e o biftalato de potássio.
- 15) Ocorreu algum problema durante o experimento?
- 16) Pesquise como você pode tratar o resíduo químico gerado nessa aula.

ESPAÇO PARA ANOTAÇÕES

OBSERVAÇÃO



APÓS A FINALIZAÇÃO DO EXPERIMENTO ARMAZENE O RESÍDUO DA TITULAÇÃO NO FRASCO INDICADO PELO PROFESSOR.



a) INTRODUÇÃO

O ácido acético (CH_3COOH) é um ácido fraco, monoprótico e tem um K_a de $1,8 \times 10^{-5}$. Pode ser titulado com solução padrão de hidróxido de sódio em presença de indicadores com zona de transição situadas na região fracamente alcalina, tais como fenolftaleína, timolftaleína e azul de timol. Ele é usado amplamente em química industrial na forma de ácido acético glacial (densidade = $1,053\text{g/cm}^3$ e 99,8 % m/m) ou em soluções de diferentes concentrações. Na indústria alimentícia é consumido como vinagre, que é uma solução diluída do ácido acético glacial (3,5 a 8% m/v). O vinagre pode conter outros ácidos além do ácido acético, mas o resultado é dado como se toda a acidez fosse proveniente deste ácido. Alguns vinagres são escuros e a observação da viragem com fenolftaleína é dificultada. Dessa forma é necessário diluir mais a solução. Considerando a Instrução Normativa Nº 6, de 3 de abril de 2012 do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento a acidez volátil expressa em ácido acético (g/100 mL) é de 4,00 a 7,99.

O vinagre, solução de ácido acético aromatizada, é obtido pela fermentação do vinho, da cidra, do malte ou do álcool diluído. Quando se usa cidra, malte ou vinho, o teor de ácido acético no vinagre resultante raramente excede a 5% (m/v), em virtude das limitações do teor de açúcar. Quando o álcool diluído é a matéria prima, o ácido acético pode atingir até 12 ou 14% (m/v), quando então a acidez impede a atividade das bactérias. Quando se transformam sucos de frutas em vinagre, formam-se certos ésteres, de acordo com a matéria prima, que atribui ao produto um paladar característico.

No laboratório, a análise da acidez é realizada através da titulação de neutralização utilizando solução NaOH 0,1mol/L padronizada e fenolftaleína 1% como indicador. O NaOH reage quantitativamente com o ácido acético (ver reação abaixo) presente no vinagre e após a reação total, um pequeno excesso de NaOH torna a solução alcalina e o indicador adquire uma coloração rosa. A acidez total é predominantemente devida à presença de ácido acético. Embora o vinagre contenha ainda outros ácidos orgânicos, o resultado é expresso em termos de ácido acético.



b) OBJETIVOS

- Determinar o teor de ácido acético no vinagre comercial utilizando a Volumetria de Neutralização;
- Verificar se o teor de ácido acético no vinagre está em conformidade com a Legislação Brasileira.

c) PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

MATERIAIS	REAGENTES
<ul style="list-style-type: none">• 01 Balão volumétrico de 50 mL• 02 Béqueres de 100 mL• 01 Bureta de 25 mL• 03 Erlenmeyers de 125 mL• 01 Funil pequeno• 01 Pipeta volumétrica de 5 mL• 01 Pipeta volumétrica de 10 mL• 01 Pera de borracha• 01 Pipetador• 01 Pisseta• 01 Proveta de 50 mL	<ul style="list-style-type: none">• Solução de fenolftaleína 1%• Solução de NaOH padronizada• Vinagre comercial branco

OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário sob a bancada do seu grupo, consta todos os materiais necessários para a realização do experimento.

Caso isso não ocorra, registre no caderno de ocorrências do laboratório.

- Homogeneíze a amostra de vinagre branco; pipete uma alíquota de 5mL para um balão volumétrico de 50mL, complete o volume com água destilada fervida e resfriada, e em seguida faça a aferição.
- Transfira uma alíquota de 10 mL da solução de vinagre utilizando uma pipeta volumétrica para um erlenmeyer de 125 mL.
- Em seguida adicione 20 mL de água destilada (use uma proveta para medir o volume de água).
- Adicione 2 gotas da solução de fenolftaleína a 1% e homogeneíze.
- Lave a bureta com um pequeno volume da solução de NaOH que você preparou e padronizou anteriormente. Em seguida descarte esse volume em frasco de resíduo indicado pelo professor.
- Fixe corretamente a bureta no suporte universal e feche a torneira de controle de escoamento.
- Com auxílio de um béquer de 100 mL, encha a bureta com a solução de NaOH padronizada e observe se há vazamento.

- Verifique se há **bolhas** entre a torneira e a extremidade inferior da bureta. Caso tenha, abra a torneira rapidamente até removê-la.
- Em seguida, encha a bureta com a solução de NaOH que você preparou e padronizou e acerte o menisco com o traço de aferição (zero), que fica na parte superior.
- Titule com a solução de NaOH até obter uma coloração levemente rosa que não desaparece quando você agita a solução.
- As determinações devem ser efetuadas em triplicata, portanto repita a titulação com mais duas alíquotas de 10 mL. Lembre-se de sempre aferir a bureta a cada titulação.
- Anote os volumes utilizados da solução de NaOH no Quadro 1 para calcular o teor de ácido acético no vinagre comercial, calculando o teor de acidez em g/100 mL e a porcentagem de ácido acético no vinagre.

Quadro 1: Informações do volume de NaOH utilizado na titulação

Amostras	Volume de NaOH (mL)
1	
2	
3	

d) QUESTÕES

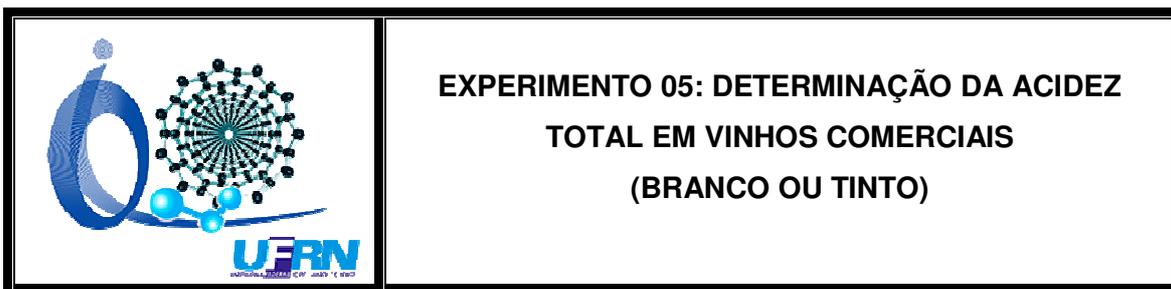
- 1) Porque o vinagre é ácido? Porque é necessário diluir a amostra de vinagre em água?
- 2) A técnica aprendida nesta aula pode ser utilizada em uma indústria para o controle da acidez de vinagre? Justifique.
- 3) Compare o valor experimental com o dado fornecido pelo fabricante.
- 4) Por que a acidez do vinagre tende a diminuir quando exposto ao ar?
- 5) Qual o teor de acidez em g/100 mL do vinagre?
- 6) Qual o teor (%) de ácido acético contido no vinagre? Está dentro dos padrões estabelecidos pelo Ministério da agricultura, pecuária e abastecimento (MAPA)? Indique os cálculos.
- 7) Ocorreu algum problema durante o experimento?
- 8) Pesquise como você pode tratar o resíduo químico gerado nessa aula.

ESPAÇO PARA ANOTAÇÕES

OBSERVAÇÃO



APÓS A FINALIZAÇÃO DO EXPERIMENTO ARMAZENE O RESÍDUO DA TITULAÇÃO NO FRASCO INDICADO PELO PROFESSOR.



a) INTRODUÇÃO

O vinho é um produto alimentar produzido a partir de uvas que apresenta elevada complexidade química. Os três tipos mais consumidos são o branco, o tinto e o *rosé* (ou rosado). Os vinhos apresentam em sua constituição quantidades relativas consideráveis de ácidos orgânicos dissociados e não dissociados, os quais determinam o pH e o grau de acidez total do produto, podendo ser divididos em dois grandes grupos:

Acidez fixa: constituída pelos ácidos orgânicos que não são arrastados pelo vapor da água (tartárico, málico, cítrico, láctico, succínico, sulfúrico e fosfórico); e

Acidez volátil: constituída pelos ácidos orgânicos arrastados pelo vapor da água (acético, fórmico, propiônico e butírico).

A acidez total de um vinho pode ser expressa por qualquer um dos ácidos orgânicos, sendo o mais utilizado o **ácido tartárico**, por ser o mais forte, influir muito no pH, aumentar a resistência ao ataque bacteriano e contribuir para as características sensoriais dos vinhos.

A legislação brasileira determina um grau de acidez total para os diferentes tipos de vinhos no intervalo aceitável de 55 a 130 mEq/L (miliequivalentes por litro). Essa unidade de concentração está em desuso e corresponde a 0,41 a 0,98% (expresso como a quantidade de ácido tartárico em gramas por 100 mL de vinho). A unidade de concentração em massa/volume é hoje a mais usual e recomendada pela IUPAC (BRASIL, 1988).

Uma maneira usual de eliminar a contribuição do gás carbônico (CO_2) e do dióxido de enxofre (SO_2), normalmente presentes no vinho, para a sua acidez total é diluir a amostra de vinho com água destilada fervida, resfriar a solução e proceder à titulação alcalimétrica.

Durante a fabricação do vinho, é importante verificar a acidez titulável do mosto a fim de determinar qual é a quantidade correta de dióxido de enxofre que deve ser adicionada para corrigir a acidez do produto.

b) OBJETIVOS

- Determinar acidez total em vinhos comerciais (branco ou tinto);
- Verificar se a acidez total está em conformidade com a Legislação Brasileira.

c) PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

MATERIAIS	REAGENTES
<ul style="list-style-type: none">• 01 Béquer de 100 mL• 01 Bureta de 25 mL• 03 Erlenmyer de 125 mL• 01 Funil pequeno• 01 Pipeta volumétrica de 10 mL• 01 Pera de borracha• 01 Pipetador• 01 Pisseta• 01 Proveta de 50 mL	<ul style="list-style-type: none">• Solução de fenolftaleína 1%• Solução de NaOH padronizada• Vinho branco ou tinto

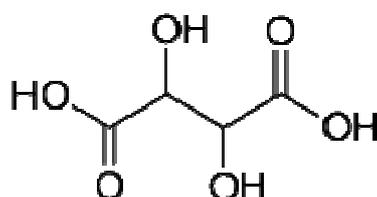
OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário sob a bancada do seu grupo, consta todos os materiais necessários para a realização do experimento. Caso isso não ocorra, registre no caderno de ocorrências do laboratório.

- Transfira, com uma pipeta volumétrica, 5 mL da amostra de vinho branco para um erlenmyer de 125 mL. Adicione 20 mL de água destilada fervida e resfriada e, em seguida, 3 gotas de solução de fenolftaleína 1%.
- Titule com a solução de NaOH que você preparou e padronizou, até que o aparecimento de um leve róseo persistente na solução do erlenmyer indique o ponto final da titulação.
- Repita o procedimento para outras duas alíquotas de vinho branco, calculando seu teor médio de ácido tartárico (massa molar do $C_2H_4O_2(COOH)_2 = 150,087$ g/mol).
- Para uma amostra de vinho tinto, deve-se repetir o procedimento, observando que o ponto final será evidenciado pelo aparecimento de uma cor cinza-esverdeada. A acidez titulável do vinho normalmente é expressa em termos de ácido tartárico % m/v.
- Anote os volumes utilizados da solução de NaOH no Quadro 1 para calcular a acidez total do vinho analisado.
- A Figura 1 apresenta a estrutura química do ácido tartárico e em seguida é mostrado a reação de neutralização.

Quadro 1: Informações do volume de NaOH utilizado na titulação

Amostras	Volume de NaOH (mL)
1	
2	
3	

Figura 1: Estrutura química do ácido tartárico (C₄H₆O₆)



REAÇÃO DE NEUTRALIZAÇÃO



d) QUESTÕES

- 1) Qual o significado da sigla IUPAC?
- 2) Escreva a estrutura química dos ácidos tartárico, málico, cítrico, láctico, succínico, sulfúrico e fosfórico que compõem a acidez fixa de um vinho.
- 3) Escreva a estrutura química dos ácidos acético, fórmico, propiônico e butírico que compõem a acidez volátil de um vinho.
- 4) Qual a acidez total da amostra de vinho analisada? Verifique se o resultado está em conformidade com a Legislação Brasileira.
- 5) Ocorreu algum problema durante o experimento?
- 6) Pesquise como você pode tratar o resíduo químico gerado nessa aula.
- 7) Calcule a média aritmética, desvio-padrão e coeficiente de variação da acidez total.

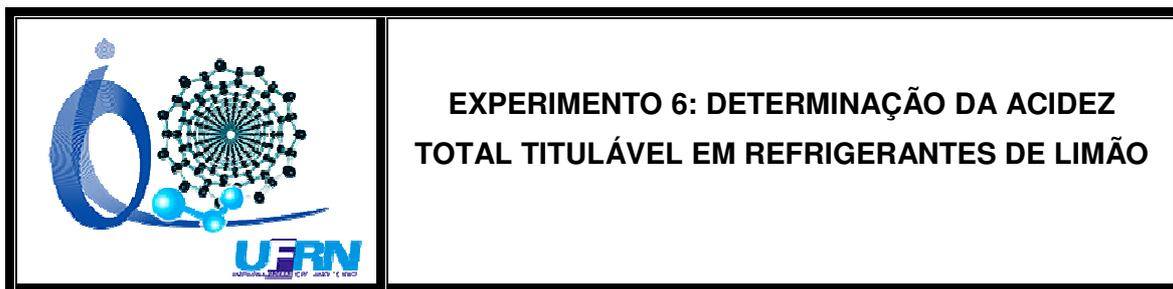
ESPAÇO PARA ANOTAÇÕES

A large empty rectangular box with a thin black border, intended for handwritten notes.

OBSERVAÇÃO



APÓS A FINALIZAÇÃO DO EXPERIMENTO ARMAZENE O RESÍDUO DA TITULAÇÃO NO FRASCO INDICADO PELO PROFESSOR.



a) INTRODUÇÃO

Os acidulantes são ácidos orgânicos ou inorgânicos que desempenham quatro funções básicas no refrigerante: regulam o açúcar, realçam o sabor, ajustam o pH (ação tamponante) e inibem a proliferação de micro-organismos. A acidez dos refrigerantes se encontra na faixa de pH de 2,7 a 3,5, conforme a bebida. Os principais acidulantes usados em refrigerantes são o ácido cítrico (componente natural do limão e da laranja), o ácido tartárico (componente natural da uva) e o ácido fosfórico (inorgânico) utilizado em refrigerantes do tipo cola. O ácido cítrico é o responsável pelo sabor refrescante nos refrigerantes de limão.

A legislação brasileira determina um grau de acidez da ordem de 0,25% (expresso como a quantidade de ácido cítrico em gramas por 100 mL de refrigerante) (BRASIL, 1988).

b) OBJETIVOS

- Determinar acidez total titulável em refrigerante de limão;
- Verificar se a acidez total titulável está em conformidade com a Legislação Brasileira.

c) PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

MATERIAIS	REAGENTES
<ul style="list-style-type: none">• 01 Béquer de 100 mL• 01 Bureta de 25 mL• 03 Erlenmyers de 125 mL• 01 Funil pequeno• 01 Pipeta volumétrica de 10 mL• 01 Pera de borracha• 01 Pipetador• 01 Pisseta• 01 Proveta de 50 mL	<ul style="list-style-type: none">• Solução de fenolftaleína 1%• Solução de NaOH padronizada• Refrigerante de limão

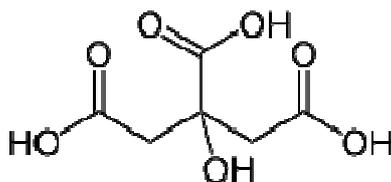
OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário sob a bancada do seu grupo, consta todos os materiais necessários para a realização do experimento. Caso isso não ocorra, registre no caderno de ocorrências do laboratório.

- Agite mecanicamente ou aqueça a amostra de refrigerante para eliminação do $\text{CO}_{2(g)}$ e deixe esfriar.
- Pipete, com pipeta volumétrica aferida, 10 mL do refrigerante para um erlenmeyer de 125 mL, adicione 20 mL de água destilada medida em proveta e 3 gotas de fenolftaleína 1%.
- Titule com uma solução padrão de NaOH contida em uma bureta aferida de 25 mL até o aparecimento de um leve róseo persistente na solução do erlenmeyer por 30 segundos que indica o ponto final da titulação.
- Repita o procedimento para outras duas alíquotas de refrigerante à base de limão, calculando seu teor médio de ácido cítrico (massa molar do $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 = 192,123 \text{ g/mol}$). A acidez titulável do refrigerante de limão normalmente é expressa em termos de ácido cítrico % m/v.
- Anote os volumes utilizados da solução de NaOH no Quadro 1 para calcular a acidez total titulável no refrigerante de limão analisado.
- A Figura 1 apresenta a estrutura química do ácido cítrico e em seguida é mostrado a reação de neutralização.

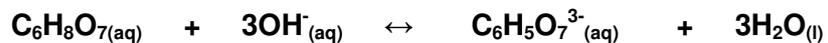
Quadro 1: Informações do volume de NaOH utilizado na titulação

Amostras	Volume de NaOH (mL)
1	
2	
3	

Figura 1: Estrutura química do ácido cítrico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$)



REAÇÃO DE NEUTRALIZAÇÃO



d) QUESTÕES

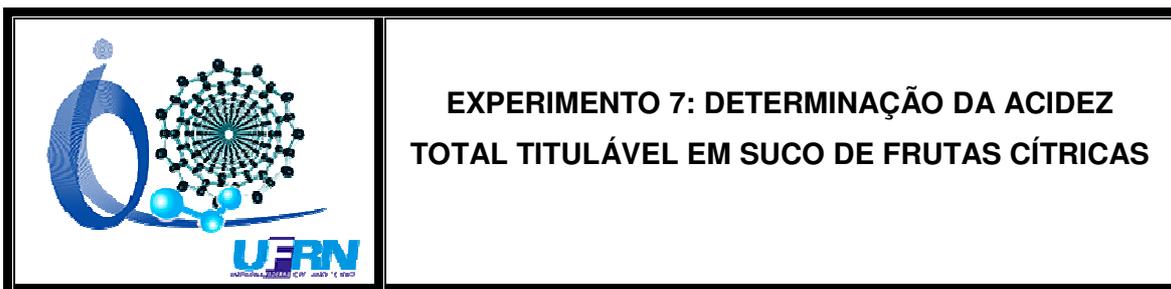
- 1) Pesquise sobre o processo de fabricação do refrigerante.
- 2) Qual a função de um acidulante?
- 3) Qual a acidez total titulável da amostra de suco de limão analisada? Verifique se o resultado está em conformidade com a Legislação Brasileira?
- 4) Ocorreu algum problema durante o experimento?
- 5) Pesquise como você pode tratar o resíduo químico gerado nessa aula.

ESPAÇO PARA ANOTAÇÕES

OBSERVAÇÃO



APÓS A FINALIZAÇÃO DO EXPERIMENTO ARMAZENE O RESÍDUO DA TITULAÇÃO NO FRASCO INDICADO PELO PROFESSOR.



a) INTRODUÇÃO

O método é aplicável à determinação da acidez em soluções claras ou levemente coloridas de frutas cítricas, como laranja, limão, abacaxi, tangerina (mexerica ou bergamota), caju, acerola, jaboticaba, lima, marmelo, nêspera, pêssigo, romã, tamarindo. A acidez total titulável deve ser expressa em gramas de ácido cítrico por 100 mL de suco.

Uma faixa de 0,5 – 1,5% de acidez total é considerada adequada para o processamento industrial do suco de frutas cítricas.

b) OBJETIVOS

- Determinar acidez total titulável em suco de frutas cítricas;
- Verificar se a acidez total titulável em suco de frutas cítricas está em conformidade com a Legislação Brasileira.

c) PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

MATERIAIS	REAGENTES
<ul style="list-style-type: none"> • 01 Béquer de 100 mL • 01 Bureta de 25 mL • 03 Erlenmeyers de 125 mL • 01 Funil pequeno • 01 Pipeta volumétrica de 10 mL • 01 Pera de borracha • 01 Pipetador • 01 Pisseta • 01 Proveta de 50 mL 	<ul style="list-style-type: none"> • Solução de fenolftaleína 1% • Solução de NaOH padronizada • Suco de frutas cítricas

OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário sob a bancada do seu grupo, consta todos os materiais necessários para a realização do experimento. Caso isso não ocorra, registre no caderno de ocorrências do laboratório.

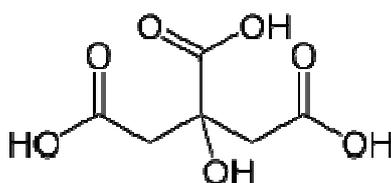
- Obtenha um líquido límpido do suco a partir do fruto natural espremido ou processado em um liquidificador e, em seguida, filtre-o ou coe-o.

- Pipete, com pipeta volumétrica aferida, 10 mL do suco de fruta límpido para um erlenmeyer de 125 mL, adicione 20 mL de água destilada medidos em proveta e 3 gotas de fenolftaleína 1%.
- Titule com uma solução padrão de NaOH contida em uma bureta aferida de 25 mL até o aparecimento de um leve róseo persistente na solução do erlenmeyer por 30 segundos, indique o ponto final da titulação.
- Repita o procedimento para outras duas alíquotas de suco de fruta cítrica, calculando seu teor médio de ácido cítrico (massa molar do $C_6H_8O_7 = 192,123$ g/mol). A acidez total titulável do suco de fruta cítrica normalmente é expressa em gramas de ácido cítrico por 100 mL de suco.
- Anote os volumes utilizados da solução de NaOH no Quadro 1 para calcular a acidez total titulável no suco de fruta cítrica analisado.
- A Figura 1 apresenta a estrutura química do ácido cítrico e em seguida é mostrado a reação de neutralização.

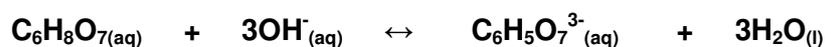
Quadro 1: Informações do volume de NaOH utilizado na titulação

Amostras	Volume de NaOH (mL)
1	
2	
3	

Figura 1: Estrutura química do ácido cítrico ($C_6H_8O_7$)



REAÇÃO DE NEUTRALIZAÇÃO



d) QUESTÕES

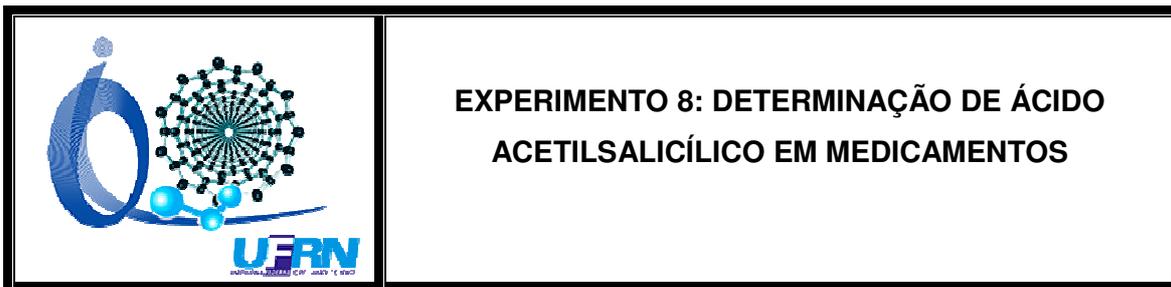
- 1) Qual o suco que você analisou?
- 2) Qual a acidez total titulável da amostra de suco de frutas cítricas analisada? Verifique se o resultado está em conformidade com a Legislação Brasileira.
- 3) Ocorreu algum problema durante o experimento?
- 4) Pesquise como você pode tratar o resíduo químico gerado nessa aula.
- 5) Calcule a média aritmética, desvio-padrão e coeficiente de variação da acidez total.

ESPAÇO PARA ANOTAÇÕES

OBSERVAÇÃO



APÓS A FINALIZAÇÃO DO EXPERIMENTO ARMAZENE O RESÍDUO DA TITULAÇÃO NO FRASCO INDICADO PELO PROFESSOR.

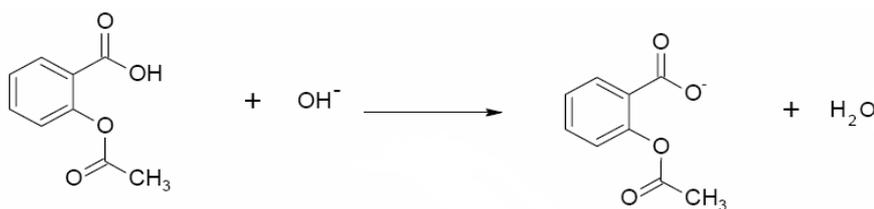


a) INTRODUÇÃO

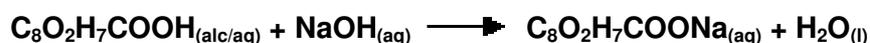
O ácido acetilsalicílico - ácido 2-(acetoxi) benzóico foi preparado pela primeira vez em 1853 por Gerhard fazendo reagir o cloreto de acetila com ácido salicílico. Posteriormente, F. Hofmann estudou sua ação farmacológica e em 1898 foi estudado por Dresser e lançado pela Bayer & company na Alemanha, sob o nome patentado de Aspirina, nome popularmente conhecido em vários países, inclusive no Brasil. Pertence ao grupo dos analgésicos, alivia as dores brandas e moderadas e não causam dependência ao usuário.

O ácido acetilsalicílico (AAS), massa molar 180,16 g/mol, pode ser determinado através da volumetria de neutralização utilizando uma solução padrão de hidróxido de sódio e como indicador do ponto final da titulação, uma solução alcoólica de fenolftaleína 1%. Através da estequiometria da reação de neutralização do AAS e tendo conhecimento do número de mols de NaOH empregado na titulação, é possível determinar a concentração do AAS no comprimido. Na Figura 1 é mostrado a reação de neutralização.

Figura 1: Reação de neutralização do ácido acetilsalicílico



REAÇÃO DE NEUTRALIZAÇÃO



b) OBJETIVOS

- Determinar a concentração de ácido acetilsalicílico em comprimidos de analgésicos.
- Comparar os valores obtidos com a concentração exposta no rótulo do medicamento.

c) PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

MATERIAIS	REAGENTES
<ul style="list-style-type: none">• 01 Agitador magnético e barra• 01 Bastão de vidro• 03 Béqueres de 100 mL• 01 Bureta de 25 mL• 03 Erlenmeyers de 125 mL• 01 Grau de porcelana com pistilo• 01 Funil pequeno• 01 Pera de borracha• 01 Pipetador• 01 Pipeta volumétrica de 25 mL• 01 Pisseta• 01 Proveta de 50 mL	<ul style="list-style-type: none">• Comprimido de AAS• Álcool etílico P.A• Solução de fenolftaleína 1%• Solução padrão de NaOH

OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário sob a bancada do seu grupo, consta todos os materiais necessários para a realização do experimento. Caso isso não ocorra, registre no caderno de ocorrências do laboratório.

MÉTODO DIRETO

- Pese um comprimido de AAS em um béquer e anote a sua massa exata que posteriormente será usada nos cálculos.
- Triture em um grau de porcelana 4 a 5 comprimidos até obter um pó fino.
- Pese aproximadamente 0,5000 g do triturado em um béquer de 100 mL (anote corretamente a massa na Tabela 1). Na sequência, dissolva com 25 mL de etanol gelado e **transfira quantitativamente** para um erlenmeyer de 125 mL, agite para solubilizar a amostra.
- Em seguida adicione três gotas da solução de fenolftaleína 1%.
- Titule com a solução de NaOH que você preparou e padronizou até o aparecimento de um leve róseo persistente na solução do erlenmeyer por 30 segundos.
- Repita mais duas vezes todo o procedimento com a massa remanescente do AAS no grau de porcelana.

- Calcular a porcentagem de AAS na amostra.
- Calcular a quantidade de AAS presente em mg por tablete.
- Anote os volumes utilizados da solução de NaOH no Quadro 1 para calcular a porcentagem de AAS na amostra.

Quadro 1: Informações da massa do comprimido e volume de NaOH utilizado na titulação

Amostras	Massa do comprimido	Volume de NaOH (mL)
1		
2		
3		

d) QUESTÕES

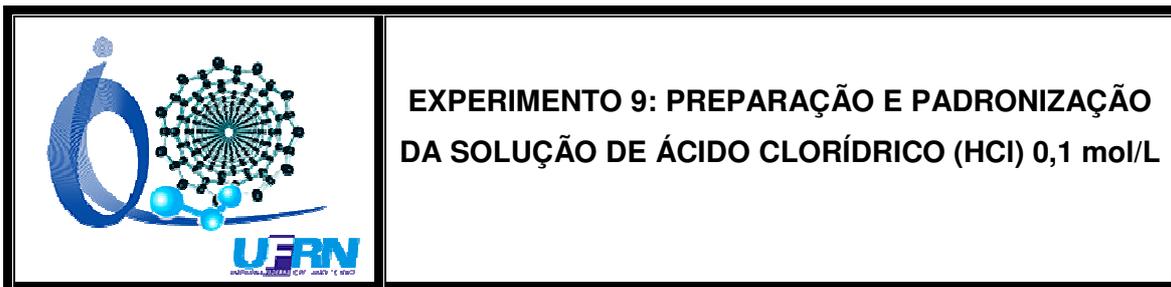
- 1) Leia o rótulo do medicamento e anote as informações referentes a quantidade de princípio ativo e aos excipientes.
- 2) Pesquise qual a finalidade de cada excipiente identificado na bula.
- 3) No processo de dissolução da amostra do medicamento ocorreu dissolução completa? Se não ocorreu, o que pode ter acontecido?
- 4) Ocorreu algum problema durante o experimento?
- 5) Pesquise como você pode tratar o resíduo químico gerado nessa aula.
- 6) Calcule a média aritmética, desvio-padrão e coeficiente do teor de ácido acetilsalicílico no comprimido.

ESPAÇO PARA ANOTAÇÕES

OBSERVAÇÃO



**APÓS A FINALIZAÇÃO DO EXPERIMENTO ARMAZENE O RESÍDUO DA
TITULAÇÃO NO FRASCO INDICADO PELO PROFESSOR**



a) INTRODUÇÃO

O ácido clorídrico também não é um padrão primário e por isso torna-se necessário padronizá-lo. Sabe-se que o cloreto de hidrogênio (HCl gasoso) tem uma massa molar de 36,5 g/mol e que uma solução saturada deste gás fornece uma solução em torno de 35,6% em massa de HCl com uma densidade $d \cong 1,18$ g/mL.

O carbonato de sódio é um sal branco e translúcido de fórmula química Na_2CO_3 , usado entre outras coisas na fabricação de sabão, vidro e tintas. É conhecido comumente de "barrilha". É um padrão primário muito utilizado para padronização de soluções ácidas. A sua massa molar é de 105,99 g/mol. O referido carbonato, para fins analíticos, contém umidade, devendo ser dessecado por meio com cuidado para que não haja rompimento de suas ligações e consequente produção de gás carbônico:



Durante uma titulação são observados dois pontos de inflexão. O primeiro ponto ocorre a pH 8,3 no qual corresponde a conversão do carbonato (CO_3^{2-}) a hidrogenocarbonato (HCO_3^-) e o segundo ponto de inflexão ocorre a pH 3,8 e envolve a formação de ácido carbônico.

O segundo ponto é sempre utilizado para a padronização porque a mudança de pH é maior do que ao primeiro ponto. O aquecimento da solução elimina o tampão $\text{H}_2\text{CO}_3/\text{HCO}_3^-$, possibilitando uma melhor visualização da mudança de coloração do indicador.

b) OBJETIVOS

- Preparar uma solução de ácido clorídrico (HCl) – 0,1 mol/L;
- Padronizar a solução de ácido clorídrico com solução de carbonato de sódio (Na_2CO_3) 0,05 mol/L.

c) PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

MATERIAIS	REAGENTES
<ul style="list-style-type: none">• 01 Balão volumétrico de 100 mL• 01 Balão volumétrico de 50 mL• 01 Bastão de vidro• 02 Béqueres de 100 mL• 01 Bureta de 25 mL• 03 Erlenmeyers de 125 mL• 02 Frascos de vidro de 100 mL• 02 Etiquetas• 01 Funil pequeno• 01 Pera de borracha• 01 Pipetador• 01 Pipeta volumétrica de 10 mL• 01 Pipeta graduada de 10 mL• 01 Pisseta	<ul style="list-style-type: none">• Alaranjado de metila 1,0%• HCl concentrado P.A• Carbonato de sódio P.A

OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário sob a bancada do seu grupo, consta todos os materiais necessários para a realização do experimento. Caso isso não ocorra, registre no caderno de ocorrências do laboratório.

PREPARAÇÃO DE 100 mL DE SOLUÇÃO DE HCl 0,1 mol/L

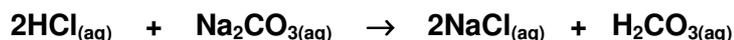
- Leia o rótulo do HCl concentrado e anote as informações sobre a % m/m e a densidade.
- Calcule o volume necessário do ácido clorídrico concentrado necessário para preparar 100 mL de uma solução 0,1 mol/L de HCl.
- Prepare a solução, adicionando, em um béquer o ácido concentrado sobre cerca de 30 mL de água destilada (**NUNCA ADICIONAR ÁGUA DIRETAMENTE SOBRE O ÁCIDO CONCENTRADO**); **O CERTO É ADICIONAR O ÁCIDO SOBRE A ÁGUA**).
- Em seguida transfira para um balão volumétrico de 100 mL. Faça lavagens no béquer com pequenas porções de água destilada e coloque no balão. Em seguida faça a aferição.
- Após a aferição, homogeneíze a solução e armazene em um frasco de vidro e rotule com as seguintes informações: Nome da solução, concentração, data e os responsáveis (constituintes do grupo).

PREPARAÇÃO DE 50 mL DE SOLUÇÃO DE CARBONATO DE SÓDIO 0,05 mol/L

- Pesar, com máxima exatidão 0,2650 g de carbonato de sódio anidro PA, previamente dessecado a 200 °C durante 1 hora.
- Transferir para um béquer de 100 mL, dissolver bem com água destilada, em seguida, transferir para um balão volumétrico de 50 mL evitando qualquer perda. Faça lavagens no béquer com pequenas porções de água destilada e coloque no balão. Em seguida faça a aferição.
- Após a aferição, homogeneíze a solução e armazene em um frasco de vidro e rotule com as seguintes informações: Nome da solução, concentração, data e os responsáveis (constituintes do grupo).

PADRONIZAÇÃO DA SOLUÇÃO DE ÁCIDO CLORÍDRICO 0,1 mol/L UTILIZANDO SOLUÇÃO PADRÃO DE Na₂CO₃ 0,05 mol/L

- Utilizando uma pipeta volumétrica, meça 10 mL da solução de Na₂CO₃ 0,05 mol/L, exatamente medidos, e transfira para um erlenmeyer acrescentado uma gota de alaranjado de metila (metilorange) 1%. O alaranjado de metila em meio alcalino fica com cor amarela, e em meio ácido fica com cor avermelhada.
- Colocar na bureta a solução de HCl 0,1 mol/L a ser padronizado, tendo o cuidado de lavar a bureta com pequena porção de HCl e não deixar bolhas de ar no bico da vidraria. Gotejar o ácido no erlenmyer agitando-se constantemente. O HCl em contato com o carbonato dará a seguinte reação química:



- Gotejar HCl até que a coloração comece a desviar da inicial; o ponto de equivalência ainda não foi alcançado. A presença de H₂CO₃ (ácido carbônico) na reação antecipa o ponto final, se deve então ferver a solução durante dois minutos com a finalidade de decompor o ácido carbônico em H₂O e CO₂.
- Esfriar a solução em água corrente e continuar a titulação até que a coloração comece a desviar para um alaranjado mais escuro. Anotar no Quadro 1, o volume de HCl gasto e repetir o procedimento por mais duas vezes. Calcular a concentração molar do HCl.

OBS: antes de qualquer titulação, a bureta deve ser lavada e enxaguada com porções de água destilada e da solução que será usada na titulação (rinsagem). As titulações devem ser conduzidas gota a gota e em constante agitação. As titulações devem

sempre ser efetuadas no mínimo em duplicatas e encontrar a concentração a partir da média das concentrações encontradas para cada amostra. Os frascos de armazenagem devem ser sempre lavados e, posteriormente rinsados com porções das soluções.

Quadro 1: Informações do volume de HCl utilizado na titulação

Amostras	Volume de HCl (mL)
1	
2	
3	

d) QUESTÕES

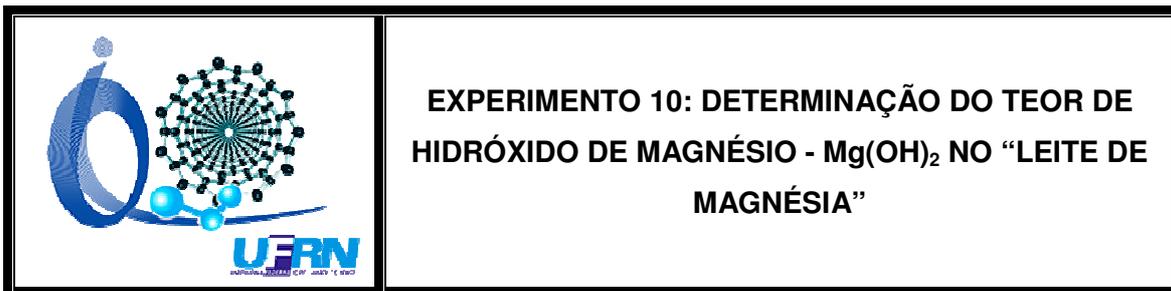
- 1) Qual a % m/m do HCl? _____ e a densidade? _____
- 2) Qual o volume de HCl que você precisará pipetar para preparar a solução?
- 3) Porque é necessário padronizar a solução de HCl?
- 4) Porque não se deve adicionar água diretamente sobre um ácido concentrado?
- 5) Relacione outros procedimentos para padronizar a solução de ácido clorídrico?
- 6) Cite outros tipos de padrão primário.
- 7) Ocorreu algum problema durante o experimento?
- 8) Pesquise como você pode tratar o resíduo química gerado nessa aula.

ESPAÇO PARA ANOTAÇÕES

OBSERVAÇÃO



APÓS A FINALIZAÇÃO DO EXPERIMENTO ARMAZENE O RESÍDUO DA TITULAÇÃO NO FRASCO INDICADO PELO PROFESSOR



a) INTRODUÇÃO

Antiácidos são substâncias amplamente usadas por pessoas que sofrem de perturbações gástricas, causadas por uma produção excessiva de ácido estomacal, o ácido clorídrico. Os mais comuns apresentam em sua composição pelo menos uma das seguintes substâncias: bicarbonato de sódio, carbonato de cálcio, carbonato de magnésio, hidróxido de alumínio, hidróxido de magnésio e trissilicato de magnésio.

O hidróxido de magnésio é uma substância pouco solúvel em água, cuja solubilidade é cerca de 9 mg por litro de água a 18 °C.

O "leite de magnésia" é um dos antiácidos mais baratos, composto de uma suspensão de hidróxido de magnésio em água. A reação responsável pela ação antiácida deste medicamento é representada pela seguinte equação química:



A análise do teor de hidróxido de magnésio numa amostra de "leite de magnésia" não pode ser feita por titulação direta, devido à baixa solubilidade deste composto, que dificulta a determinação do ponto de equivalência da titulação. Por essa razão, utiliza-se o método de Retrotitulação, no qual o hidróxido é totalmente neutralizado por uma quantidade em excesso, porém conhecida de solução ácida padrão. Em seguida, o excesso de ácido (que não reagiu com o hidróxido de magnésio) é titulado por uma solução básica padrão.

As equações químicas envolvidas no procedimento de Retrotitulação são:



b) OBJETIVOS

- Determinar a massa de hidróxido de magnésio em uma amostra de leite de magnésia, empregando o Método de Retrotitulação;

- Calcular a porcentagem em massa do hidróxido de magnésio no leite de magnésia.

c) PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

MATERIAIS	REAGENTES
<ul style="list-style-type: none"> • 01 Béquer de 100 mL • 01 Bureta de 25 mL • 03 Erlenmyers de 125 mL • 01 Funil pequeno • 01 Pera de borracha • 01 Pipetador • 01 Pipeta volumétrica de 20 mL • 01 Pisseta 	<ul style="list-style-type: none"> • Leite de magnésia • Solução de fenolftaleína 1% • Solução de HCl padronizada • Solução de NaOH padronizada

OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário sob a bancada do seu grupo, consta todos os materiais necessários para a realização do experimento. Caso isso não ocorra, registre no caderno de ocorrências do laboratório.

- Agite o frasco que contém a amostra do leite de magnésia.
- Tare a balança com um erlenmyer de 125 mL limpo, seco e vazio. Pese no erlenmeyer 0,3 g da amostra de leite de magnésia (anote a massa corretamente) no Quadro 1.
- Adicione 20,0 mL de solução de ácido clorídrico 0,1 mol/L que você preparou e padronizou e duas gotas de solução indicadora de fenolftaleína 1% ao erlenmyer e agite. Encha e zere a bureta com a solução padronizada de NaOH. A seguir, coloque o erlenmyer sobre o agitador magnético e ligue-o para manter a mistura em agitação constante, deixando-o na posição de iniciar a titulação.
- Efetue a titulação da amostra até o aparecimento de uma coloração rósea persistente.
- Repita todo o procedimento mais duas vezes. Anote no Quadro abaixo os resultados dos volumes da solução de NaOH.
- Lembre-se que a cada titulação é necessário fazer a aferição da bureta, zerando no menisco.

Quadro 1: Informações da massa de leite de magnésia e volume de NaOH utilizado na titulação

Amostras	Massa de Leite de Magnésia (g)	Volume de NaOH (mL)
1		
2		
3		

d) QUESTÕES

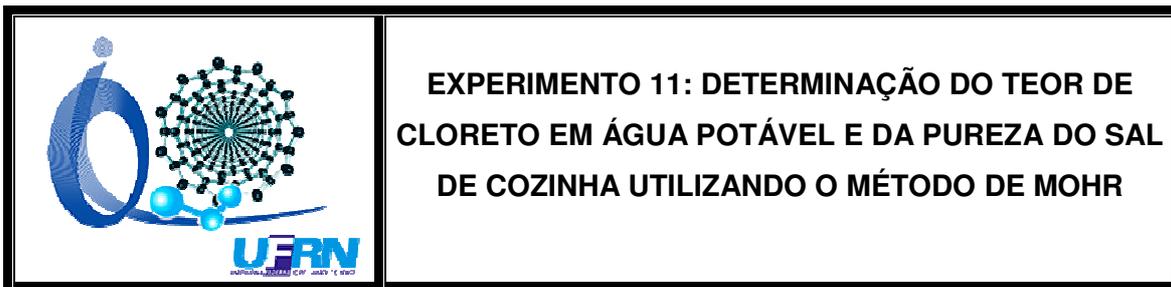
- 1) Qual o significado de retrotitulação?
- 2) Explique porque o $Mg(OH)_2$ não pode ser determinado usando um método de titulação direta.
- 3) Determine a quantidade de matéria (em mol) de HCl em excesso, a partir dos dados obtidos na titulação com o NaOH.
- 4) Determine a quantidade de matéria e a massa de HCl que efetivamente reagiram com o $Mg(OH)_2$, presente na amostra analisada.
- 5) Determine a porcentagem em massa do $Mg(OH)_2$ na amostra de "leite de magnésia"
- 6) Verifique no rótulo da embalagem a porcentagem em massa do leite de magnésia comercial e compare com o valor encontrado por meio do experimento.
- 7) O excesso de HCl, resultante de uma reação química para a análise de um determinado composto, foi titulado usando-se 10,4 mL de solução padronizada de NaOH 0,25 mol/L. Sabendo-se que foram usados 20,0 mL de solução 0,25 mol/L de HCl na reação química inicial, calcule a quantidade de matéria (em mols) e a massa de ácido consumidos nesta reação.
- 8) Pesquise na literatura outras aplicações envolvendo o método de retrotitulação.
- 9) Pesquise a Ficha de Informação de Segurança de Produtos Química da Fenolftaleína e relacione suas principais características.
- 10) Ocorreu algum problema durante o experimento?
- 11) Pesquise como você pode tratar o resíduo químico gerado nessa aula.

ESPAÇO PARA ANOTAÇÕES

OBSERVAÇÃO



APÓS A FINALIZAÇÃO DO EXPERIMENTO ARMAZENE O RESÍDUO DA TITULAÇÃO NO FRASCO INDICADO PELO PROFESSOR.



a) INTRODUÇÃO

Uma reação com formação de precipitado pode ser utilizada para titulação, desde que se processe com velocidade adequada, que seja quantitativa e que o ponto de equivalência seja determinado. Estes métodos são conhecidos por volumetria de precipitação. Os processos mais importantes na análise titrimétrica de precipitação utilizam o nitrato de prata como reagente (processos argentimétricos). Dentre os métodos argentimétricos temos os Métodos de **Mohr, Volhard e Fajans**.

Para verificar a presença e a concentração de cloretos em algum material é possível utilizar o método Mohr. Neste método, os cloretos são titulados usando-se uma solução padrão de nitrato de prata (AgNO_3) usando como indicador o cromato de potássio. O final da reação produz um precipitado marrom-avermelhado de cromato de prata (Ag_2CrO_4), que pode ser quantificado. Pelo processo estequiométrico é determinada a concentração de cloretos.

O nitrato de prata é um sal inorgânico, sólido à temperatura ambiente, de coloração esbranquiçada e sensível à luz. É venenoso e forte agente oxidante, a ponto de causar queimaduras por contato direto, e irritação por inalação ou em contato com a pele, mucosas ou olhos. É bastante solúvel em água, formando soluções incolores. Por ser forte oxidante, pode inflamar materiais combustíveis, e é explosivo quando misturado com materiais orgânicos ou outros materiais também oxidantes. Em temperaturas elevadas, pode decompor-se com emissão de gases tóxicos.

O sal de cozinha é uma mistura de alguns sais: NaCl (cloreto de sódio - o constituinte principal, acima de 99%), KI (iodeto de potássio - responsável pela presença de iodo no sal), ferrocianeto de sódio e alumínio silicato de sódio (responsáveis pela diminuição da umidade do produto, evita que o sal empedre). O sal de cozinha quando dissolvido em água, forma uma solução turva, que é decorrente da não solubilidade destes anti-umectantes em água.

b) OBJETIVOS

- Preparar uma solução de nitrato de prata 0,1 mol/L;
- Padronizar a solução de nitrato de prata 0,1 mol/L;
- Determinar a concentração de cloreto em água potável;
- Determinar a pureza do cloreto de sódio no sal de cozinha.

c) PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

MATERIAIS	REAGENTES
<ul style="list-style-type: none">• 01 Balão volumétrico de 100 mL• 01 Balão volumétrico de 50 mL• 01 Bastão de vidro• 01 Béquer de 100 mL• 01 Bureta de 25 mL• 03 Erlenmeyers de 125 mL• 02 Etiquetas• 01 Espátula• 01 Frasco de vidro âmbar de 100 mL• 01 Frasco de vidro de 100 mL• 02 Etiquetas• 01 Funil pequeno• 01 Pipeta volumétrica de 5 mL• 01 Pipeta graduada de 10 mL• 01 Pera de borracha• 01 Pipetador• 01 Pisseta• 01 Proveta	<ul style="list-style-type: none">• Carbonato de cálcio - CaCO_3• Cloreto de sódio - NaCl• Nitrato de prata – AgNO_3• Sal de cozinha comercial• Solução de cromato de potássio 5%

OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário sob a bancada do seu grupo, consta todos os materiais necessários para a realização do experimento. Caso isso não ocorra, registre no caderno de ocorrências do laboratório.

PREPARAÇÃO DAS SOLUÇÕES DE AgNO_3 0,1 mol/L e NaCl 0,05 mol/L

- Prepare 100 mL de AgNO_3 0,1 mol/L usando água destilada e armazene esta solução em um frasco escuro para evitar a redução dos íons Ag^+ . Esta solução deve ser padronizada.
- Prepare 50 mL de solução de NaCl 0,05 mol/L usando o sal previamente dessecado a 105 °C. Esta solução é um padrão primário, pois o NaCl é considerado um padrão primário, portanto, deve ser cuidadosamente pesado e preparada.

PADRONIZAÇÃO DA SOLUÇÃO DE AgNO_3 0,1 mol/L

- Retire com uma pipeta volumétrica uma alíquota de 5,0 mL da solução de NaCl e transfira para um erlenmeyer. Em seguida adicione **5 gotas** do indicador K_2CrO_4 a 5%;
- Adicione gota a gota com o auxílio de uma bureta, a solução de AgNO_3 até observar uma leve coloração castanho que não desaparece após agitação;
- Repita todo o procedimento mais duas vezes e anote o volume gasto.
- As reações que ocorrem durante o processo de titulação podem ser representadas pelas equações:



OBS: Faça um ensaio em branco. Em outro erlenmeyer, adicione 10,0 mL de água destilada, **5 gotas** da solução de K_2CrO_4 5% e aproximadamente 0,2 g de carbonato de cálcio livre de cloreto. Titule com a solução de nitrato de prata (AgNO_3), previamente padronizada até obtenção da mesma coloração anteriormente observada. A adição de CaCO_3 tem a finalidade de facilitar a igualdade de cores, uma vez que ambos recipientes, contém precipitados brancos. O volume do ensaio em branco (0,05 a 0,1 mL) deve ser descontado do volume de nitrato de prata gasto na titulação do NaCl, ou seja:

$$V = V_1 - V_2, \text{ onde:}$$

V = volume de AgNO_3 que reagiu apenas com o íon cloreto;

V_1 = volume de AgNO_3 que reagiu com o íon cloreto e com o íon cromato;

V_2 = volume de AgNO_3 que reagiu apenas com o íon cromato (ensaio em branco).

- Anote no Quadro 1, os volumes de AgNO_3 utilizados na padronização e no branco.

Quadro 1: Informações do volume de AgNO_3 utilizado na titulação

Amostras	Volume de AgNO_3 (mL)
1	
2	
3	
Branco	

- Exprese a concentração da solução de AgNO_3 em mol/L e rotule corretamente o recipiente contendo esta solução.

DETERMINAÇÃO DO TEOR DE CLORETO EM ÁGUA POTÁVEL

- Meça exatamente 50,0 mL de água para consumo humano obtida na torneira do laboratório. Transfira para um erlenmeyer e adicione **5 gotas** da solução de K_2CrO_4 a 5%.
- Titule com solução de nitrato de prata que você padronizou até que se observe uma coloração castanha que não desaparece por agitação.
- Repita todo o procedimento mais duas vezes.
- Calcule o teor de cloreto expressando o resultado em ppm (partes por milhão) ou mg/L e em g/100 mL. **Não esqueça de considerar o resultado do ensaio do branco que você realizou.**

OBS: De acordo com a organização mundial da saúde (OMS), a água potável deve conter até 250 ppm de cloreto ($1 \text{ ppm} \cong 1 \text{ mg/L}$ ou 10^{-6} g/mL).

Atualmente a **Portaria Nº 2914 de 12 de dezembro de 2011** do Ministério da Saúde estabelece para o teor de cloreto 250 mg/L, como o valor máximo permitido para a água potável.

Anote no Quadro 1, os volumes de AgNO_3 utilizados para determinar o teor de cloreto na água potável.

Quadro 1: Informações do volume de AgNO_3 utilizado na titulação

Amostras	Volume de AgNO_3 (mL)
1	
2	
3	

DETERMINAÇÃO DA PUREZA DE CLORETO DE SÓDIO EM SAL DE COZINHA COMERCIAL

- Pesar em torno de 0,1 g de sal de cozinha (anotar a massa exata), dissolver em água destilada e completar a solução para um balão volumétrico de 50 mL;
- Meça exatamente com uma pipeta volumétrica 10,0 mL da solução, transfira para um erlenmyer de 125 mL e adicione **5 gotas** da solução de K_2CrO_4 a 5%;

- Titule com a solução de nitrato de prata (AgNO_3) que você padronizou até que se observe uma coloração castanho que não desaparece por agitação. Repita todo o procedimento mais duas vezes.
- Calcule a pureza de cloreto de sódio encontrado no sal de cozinha, expressando o resultado em porcentagem. **Não esqueça de considerar o resultado do ensaio do branco que você realizou.**
- Anote no Quadro 1, os volumes de AgNO_3 utilizados para determinar o teor de cloreto no sal de cozinha.

Quadro 1: Informações do volume de AgNO_3 utilizado na titulação

Amostras	Volume de AgNO_3 (mL)
1	
2	
3	

d) QUESTÕES

- 1) Qual a concentração real da solução de nitrato de prata?
- 2) Porque a solução de nitrato de prata deve ser armazenada em um frasco escuro?
- 3) Qual a concentração de cloreto na água para consumo humano? O resultado está em conformidade com a legislação atual?
- 4) Qual a pureza do sal de cozinha que você analisou? Esse sal pode ser comercializado? Pesquise a legislação vigente para comercialização do sal de cozinha.
- 5) Ocorreu algum problema durante o experimento?
- 6) Pesquise como você pode tratar o resíduo químico gerado nessa aula.

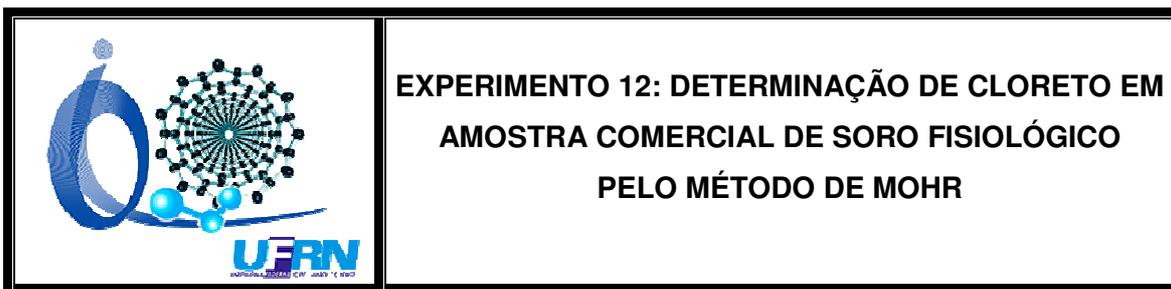
ESPAÇO PARA ANOTAÇÕES

Empty rectangular box for notes.

OBSERVAÇÃO



APÓS A FINALIZAÇÃO DO EXPERIMENTO ARMAZENE O RESÍDUO DA TITULAÇÃO NO FRASCO INDICADO PELO PROFESSOR



a) INTRODUÇÃO

O soro fisiológico é uma solução isotônica em relação aos líquidos corporais que contem 0,9%, em massa, de NaCl em água destilada. Cada 100mL da solução aquosa contém 0,9 gramas do sal (0,354 gramas de Na^+ e 0,546 gramas de Cl^- com $\text{pH} = 6,0$). A solução estéril é normalmente usada para infusão intravenosa (devido à isotonicidade com relação ao sangue humano), lavagem de lentes de contato, irrigação nasal, e muitas vezes usada para limpar um novo *piercing*, além de utilizada na hidratação da pele. Isso porque o soro possui propriedades de limpeza, capaz de diminuir a dilatação dos poros do rosto e nutrir a *cútis*. Também é um bom meio para armazenar um dente avulsionado (arrancado) até que possa ser re-implantado por um dentista.

Soluções salinas estão disponíveis em várias formulações para diferentes fins. Também são utilizadas em biologia celular, biologia molecular, bioquímica e em experiências.

Como uso pode-se verificar as seguintes possibilidades: Higienização nasal: o soro fisiológico ajuda não só na limpeza e hidratação do nariz, mas também na prevenção de resfriados, gripes e nos sintomas alérgicos. A solução pode ser feita de forma caseira, com meio copo de água e uma colher (café) de sal aplicados em um conta-gotas no nariz. Desidratação: para reposição de íons de sódio e cloro, Limpeza de fermentos. Enxágue de lentes de contato. Em preparados para microscopia. Para nebulização para asma. Deve ser usado frio e devidamente esterilizado, portanto, deve ser guardado em geladeira.

b) OBJETIVOS

- Determinar a concentração de cloreto em soro fisiológico;
- Verificar se a concentração está em conformidade com a Legislação Brasileira.

c) PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

MATERIAIS	REAGENTES
<ul style="list-style-type: none">• 01 Béquer de 100 mL• 01 Bureta de 25 mL• 03 Erlenmeyers de 125 mL• 01 Pipeta volumétrica de 10 mL• 01 Pera de borracha• 01 Pipetador• 01 Pisseta• 01 Proveta de 50 mL	<ul style="list-style-type: none">• Solução de cromato de potássio 5%• Solução de nitrato de prata – AgNO_3 0,1 mol/L• Soro fisiológico

OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário sob a bancada do seu grupo, consta todos os materiais necessários para a realização do experimento. Caso isso não ocorra, registre no caderno de ocorrências do laboratório.

- Transfira, com uma pipeta volumétrica aferida, 5 mL de uma solução de soro fisiológico (0,9%) para um erlenmeyer de 125 mL.
- Adicione 10 mL de água destilada medidos em uma proveta, **5 gotas** de solução indicadora de cromato de potássio a 5% e titule vagarosamente com solução padrão de nitrato de prata contida em uma bureta, agitando constantemente o frasco de erlenmeyer até que uma mudança de cor tendendo ao avermelhado persista na solução por 30 segundos.
- Repita o procedimento mais duas vezes e anote os volumes gastos da solução de AgNO_3 no Quadro 1. Em seguida calcule a concentração em % m/v de íons cloreto (massa molar do cloreto = 35,453 g/mol) na amostra de soro fisiológico.
- **Não esqueça de considerar o resultado do ensaio do branco que você realizou.**

Quadro 1: Informações do volume de AgNO_3 utilizado na titulação

Amostras	Volume de AgNO_3 (mL)
1	
2	
3	

d) QUESTÕES

- 1) Ocorreu algum problema durante o experimento?
- 2) Pesquise como você pode tratar o resíduo químico gerado nessa aula.
- 3) Qual a concentração de cloreto no soro fisiológico? Calcule o desvio-padrão e coeficiente de variação do resultado obtido.

ESPAÇO PARA ANOTAÇÕES

OBSERVAÇÃO



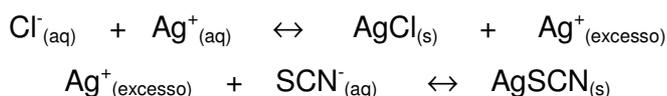
APÓS A FINALIZAÇÃO DO EXPERIMENTO ARMAZENE O RESÍDUO DA TITULAÇÃO NO FRASCO INDICADO PELO PROFESSOR



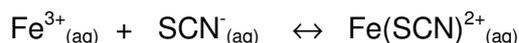
EXPERIMENTO 13: PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DA SOLUÇÃO DE TIOCIANATO DE POTÁSSIO 0,1 mol/L UTILIZANDO O MÉTODO DE VOLHARD E DETERMINAÇÃO DA CONCENTRAÇÃO DE CLORETO DE SÓDIO EM SORO FISIOLÓGICO

a) INTRODUÇÃO

O método de Volhard é um procedimento indireto para a determinação de íons que precipitam com a prata, como por exemplo, Cl^- , Br^- , I^- e SCN^- . Neste procedimento, adiciona-se um excesso de uma solução de nitrato de prata à solução contendo íons cloretos. O excesso da prata é em seguida determinado por meio de uma titulação, com uma solução padrão de tiocianato de potássio ou de amônio usando-se íons Fe(III) como indicador.



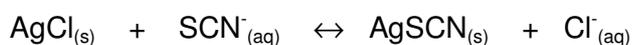
O ponto final da titulação é detectado pela formação do complexo vermelho, solúvel, de ferro com tiocianato, o qual ocorre logo ao primeiro excesso do titulante:



Um indicador que pode ser utilizado é uma solução concentrada ou saturada do alumen férrico, $[\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$, em ácido nítrico 20%, que ajuda evitar a hidrólise do íon Fe(III) .

Para o caso da titulação de I^- e Br^- , que forma compostos mais insolúveis do que o AgCl , não é necessário que o precipitado seja removido da solução antes da titulação com o tiocianato. Deve-se considerar, porém, que, no caso do I^- , o indicador não pode ser colocado até que todo iodeto esteja precipitado, pois este seria oxidado pelo Fe(III) .

Por outro lado, como o AgSCN é menos solúvel do que o AgCl , então a espécie SCN^- pode reagir com o AgCl , dissolvendo-o lentamente.



Por esta razão, o precipitado de AgCl deve ser removido da solução antes da titulação com o tiocianato. Como este procedimento levaria a alguns erros, uma alternativa é adicionar uma pequena quantidade de nitrobenzeno à solução contendo o AgCl precipitado e agitar. O nitrobenzeno é um líquido orgânico insolúvel em água, o qual formará uma película sobre as partículas de AgCl impedindo-as de reagirem com o tiocianato.

É importante considerar também que o método de Volhard pode ser usado para a determinação direta de prata com tiocianato ou de tiocianato com prata.

b) OBJETIVOS

- Preparar uma solução de tiocianato de potássio 0,1 mol/L;
- Padronizar a solução de tiocianato de potássio;
- Determinar o teor de cloreto em soro fisiológico.

c) PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

MATERIAIS	REAGENTES
<ul style="list-style-type: none"> • 01 Balão volumétrico de 50 mL • 01 Bastão de vidro • 01 Béquer de 100 mL • 01 Bureta de 25 mL • 03 Erlenmyers de 125 mL • 01 Frasco de vidro âmbar de 100 mL • 02 Etiquetas • 01 Funil pequeno • 01 Pera de borracha • 01 Pipeta volumétrica de 5 mL • 01 Pipeta graduada de 10 mL • 01 Pipetador • 01 Pisseta 	<ul style="list-style-type: none"> • Ácido nítrico 5 mol/L • Soro fisiológico • Sulfato férrico amoniacal 40% • Tiocianato de potássio sólido • Nitrato de prata – AgNO₃

OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário sob a bancada do seu grupo, consta todos os materiais necessários para a realização do experimento. Caso isso não ocorra, registre no caderno de ocorrências do laboratório.

PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DA SOLUÇÃO DE TIOCIANATO DE POTÁSSIO 0,1 mol/L

- Prepare 50 mL de KSCN 0,1 mol/L e padronize conforme o roteiro a seguir:
- Retire com o auxílio de uma pipeta de transferência 5,0 mL da solução de AgNO_3 que você padronizou anteriormente e transfira para um erlenmeyer;
- Adicione 1,5 mL de HNO_3 5 mol/L e 0,25 mL de sulfato férrico amoniacal (\cong 40%) - (indicador);
- Adicione com o auxílio de uma bureta a solução de KSCN que você preparou até observar o aparecimento de uma coloração vermelho alaranjado;
- Deixe o precipitado sedimentar e observe se a solução sobrenadante apresenta a coloração alaranjada;
- Agite fortemente. Caso a coloração não mude, o processo de titulação estará terminado, caso contrário, continue a titulação;
- Repita todo o procedimento mais duas vezes para obtenção de um valor médio de consumo da solução de trabalho (triplicata) e anote os valores no Quadro 1.
 - Quadro 1: Informações do volume de KSCN utilizado na titulação

Amostras	Volume de KSCN (mL)
1	
2	
3	

- Calcule a real concentração de KSCN em mol/L da solução preparada. As reações que ocorrem durante o processo de titulação são expressas pelas equações que se seguem:



OBS: No início da precipitação se produz um precipitado branco que dá a solução uma aparência leitosa e cada gota de tiocianato de potássio adicionado produzirá uma coloração castanho vermelho-alaranjado que logo desaparece por agitação. Ao aproximar-se o ponto final, o precipitado coagula e sedimenta. Finalmente, quando uma gota de tiocianato de potássio produzir uma leve coloração vermelho-alaranjado que não desaparece, ter-se-á chegado ao ponto final da titulação.

DETERMINAÇÃO DA CONCENTRAÇÃO DE CLORETO DE SÓDIO EM SORO FISIOLÓGICO UTILIZANDO O MÉTODO DE VOLHARD

- Medir utilizando um pipeta volumétrica, 5 mL de uma solução de soro fisiológico (0,9%) e transferir para um erlenmyer de 125 mL;
- Adicionar 10 mL da solução de nitrato de prata $0,1 \text{ mol L}^{-1}$, filtrar em um filtro de papel e adicionar 1,0 mL de indicador (solução saturada de sulfato férrico amoniacal ~ 40%,) acidificar o meio com 3,0 mL de HNO_3 $6,0 \text{ mol L}^{-1}$.
- Titular com solução de tiocianato de potássio $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ padrão até que apareça uma coloração marrom-avermelhada.

Obs. A primeira mudança perceptível de cor para o avermelhado ocorre cerca de 1% antes do ponto de equivalência, por que os íons prata ainda estão presentes na superfície do precipitado, por adsorção. Após o aparecimento da primeira mudança de cor, continua-se a titulação forte até o aparecimento de uma coloração marrom-avermelhado, que persiste mesmo sob forte agitação.

- Repita o procedimento mais duas vezes e anote os volumes gastos da solução de KSCN no Quadro 2.

Quadro 2: Informações do volume de KSCN utilizado na titulação

Amostras	Volume de KSCN (mL)
1	
2	
3	

d) QUESTÕES

- 1) Calcular a porcentagem de NaCl e Cl^- no soro fisiológico e comparar com os dados da embalagem.
- 2) Calcular o erro relativo, média e desvio padrão entre as medidas.

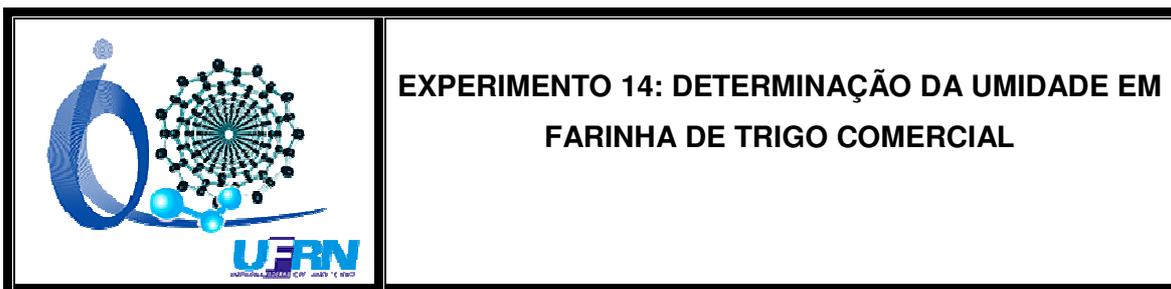
ESPAÇO PARA ANOTAÇÕES

Empty rectangular box for notes.

OBSERVAÇÃO



APÓS A FINALIZAÇÃO DO EXPERIMENTO ARMAZENE O RESÍDUO DA TITULAÇÃO NO FRASCO INDICADO PELO PROFESSOR



a) INTRODUÇÃO

Os alimentos possuem como principal função o fornecimento de energia ao organismo. Eles são compostos complexos constituídos por carboidratos, proteínas, lipídeos, vitaminas e minerais. Muitas análises são realizadas nos alimentos, como determinação da composição química, umidade, cinzas, etc.

A análise de cereais inclui, entre outras, as determinações de umidade, cinzas, proteínas, lipídeos, hidratos de carbono, fibra, além de sua identificação através das características microscópicas.

No processo de secagem a determinação de umidade é fundamental e é uma das medidas mais importantes e utilizadas na análise de alimentos. A umidade de um alimento está relacionada com sua estabilidade, qualidade e composição e pode afetar características do produto.

A umidade é o principal fator para os processos microbiológicos, como o desenvolvimento de fungos, leveduras e bactérias. O conhecimento do teor de umidade das matérias primas é de fundamental importância na conservação e armazenamento, na manutenção da sua qualidade e no processo de comercialização. Amostras com alto teor de umidade devem sofrer secagem antes da incineração, e, portanto muitas vezes é vantajoso combinar a determinação direta de umidade e cinzas.

De acordo com a legislação **CNNPA nº. 12 de 1978**, a farinha de trigo é o produto obtido pela moagem, exclusivamente, do grão de trigo ***Triticum Vulgares***, beneficiado e deve ter no máximo 15% de umidade.

b) OBJETIVO

- Determinar a umidade em farinha de trigo comercial;

c) PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

MATERIAIS	REAGENTES
<ul style="list-style-type: none">• 01 Estufa de secagem• 01 Cápsula de porcelana• 01 Dessecador• 01 Espátula de porcelana• 01 Pinça	<ul style="list-style-type: none">• Farinha de trigo

OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário sob a bancada do seu grupo, consta todos os materiais necessários para a realização do experimento. Caso isso não ocorra, registre no caderno de ocorrências do laboratório.

Anotar a massa da cápsula de porcelana previamente seca em estufa com temperatura a 135 °C e que estava armazenada no dessecador. Em seguida tarar e adicionar aproximadamente 3 gramas de farinha de trigo, anotando cuidadosamente a massa. Levar para estufa a 135 °C por uma hora (Anotar a hora de início). Após esse tempo, com o auxílio de uma pinça, transferir para o dessecador até atingir a temperatura ambiente. Pesquisar novamente a cápsula de porcelana com a farinha de trigo seca e anotar a massa. Faça o cálculo da umidade e verifique se atende a legislação vigente.

ESPAÇO PARA ANOTAÇÕES



**EXPERIMENTO 15: PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO
DA SOLUÇÃO DE EDTA 0,01 mol/L E
DETERMINAÇÃO DA DUREZA TOTAL EM AMOSTRA
DE ÁGUA POTÁVEL**

a) INTRODUÇÃO

Historicamente, a “dureza” de uma água foi definida em termos da capacidade dos cátions na água em deslocar os íons sódio ou potássio em sabões e formar produtos pouco solúveis que produzem uma espécie de resíduo que adere às pias e banheiras. Ela causa prejuízos, tais como o maior consumo de sabão nas lavagens e a formação de crosta branca no fundo das panelas, caldeiras, podendo provocar explosão. A maioria dos cátions com cargas múltiplas compartilha dessa propriedade indesejável. Em águas naturais, entretanto, a concentração de íons cálcio e magnésio geralmente excede muito a de qualquer outro íon metálico. Conseqüentemente, a dureza é expressa atualmente em termos de concentração de carbonato de cálcio (CaCO_3) que é equivalente à concentração total de todos os cátions multivalente presentes na amostra.

O cálcio e o magnésio estão presentes na água, principalmente como bicarbonatos e sulfatos de cálcio e magnésio. Os bicarbonatos de cálcio e de magnésio são responsáveis pela alcalinidade, causam a dureza chamada temporária e, pela ação de calor ou de outras substâncias com caráter alcalino, originam precipitados de CaCO_3 e MgCO_3 . Os sulfatos e outros (cloretos, por exemplo) dão a água a dureza denominada permanente.

A determinação da dureza é um teste analítico útil que fornece uma medida da qualidade da água para uso doméstico e industrial. O teste é importante para a indústria porque a água dura, ao ser aquecida, precipita carbonato de cálcio, que obstrui as caldeiras e tubulações.

A água dura é geralmente determinada por meio de uma titulação com EDTA após a amostra ter sido tamponada a pH 10. O magnésio, que forma o complexo menos estável com EDTA dentre todos os cátions multivalentes comuns nas amostras típicas de água, não é titulado até que tenha sido adicionado reagente suficiente para complexar todos os outros cátions na amostra. Portanto, um indicador para o íon magnésio, como a calmagita ou Negro de Eriocromo T, pode servir como indicador nas titulações de água dura. Frequentemente, uma pequena quantidade de quelato

magnésio-EDTA é incorporada no tampão ou no titulante para assegurar a presença de íons magnésio suficiente para uma ação satisfatória do indicador.

A água dura ou muito dura pode ser aplicada em diversas situações, como no combate a incêndios, na lavagem de ruas, na irrigação de jardins e flutuação de barcos. No entanto, a água dura ou muito dura é inadequada para uso doméstico ou industrial, por exemplo, para a alimentação, a lavagem de roupas e a alimentação de caldeiras a vapor (em que pode provocar o surgimento de incrustações nas tubulações). A remoção parcial ou total dos íons Ca^{2+} e Mg^{2+} (denominada amaciamento) para minimizar a dureza da água pode ser realizada por precipitação química ou permutação iônica.

b) OBJETIVOS

- Preparar uma solução do sal de EDTA ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 0,01 mol/L;
- Padronizar a solução do sal de EDTA ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$);
- Determinar a dureza total da água de consumo humano.

c) PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

MATERIAIS	REAGENTES
<ul style="list-style-type: none">• 01 Balão volumétrico de 50 mL• 01 Balão volumétrico de 100 mL• 01 Bastão de vidro• 02 Béqueres de 100 mL• 01 Bureta de 25 mL• 01 Etiqueta• 03 Erlenmyer de 125 mL• 01 Frasco de 100 mL de polietileno• 01 Funil pequeno• 01 Papel indicador de pH• 01 Pera de borracha• 01 Pipetador• 01 Pipeta volumétrica de 10 mL• 01 Proveta de 50 mL	<ul style="list-style-type: none">• Ácido ascórbico• Carbonato de cálcio• Hidróxido de amônio concentrado• Sal dissódico dihidratado de EDTA• Negro de ericromo T• Solução tampão ($\text{NH}_3/\text{NH}_4\text{Cl}$) – pH 10

OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário sob a bancada do seu grupo, consta todos os materiais necessários para a realização do experimento. Caso isso não ocorra, registre no caderno de ocorrências do laboratório.

PREPARAÇÃO DA SOLUÇÃO DE EDTA E DE CARBONATO DE CÁLCIO

- ✓ Prepare 100 mL de solução de EDTA 0,01 mol/L utilizando-se o sal dissódico dihidratado ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$), $\text{MM} = 372,24 \text{ g mol/L}$, reagente quimicamente puro seco por duas horas em estufa a $130 - 150 \text{ }^\circ\text{C}$ e esfriado em dessecador. Dissolva o sal em água destilada, completando o volume da solução com a mesma;
- ✓ Aquecer o CaCO_3 em estufa a $500 \text{ }^\circ\text{C}$ por 1 h e em seguida preparar 50 mL de solução 0,01 mol/L (**solução padrão**) utilizando água destilada e HCl diluído para auxiliar na dissolução do carbonato de cálcio.

PADRONIZAÇÃO DA SOLUÇÃO DE EDTA

- Pipetar, utilizando uma pipeta volumétrica, 10,0 mL da solução padrão de CaCO_3 , transferindo este volume para um erlenmyer de 125 mL. Adicione solução de amônia concentrada gota a gota até pH alcalino. Em seguida, adicione mais 3 mL da solução tampão pH 10,0 e alguns cristais do indicador negro de eriocromo T e titular com a solução de EDTA até mudança de cor da solução de **lilás** para **azul puro (não violeta)**.
- Repita todo o procedimento mais duas vezes e efetue seus cálculos para descobrir a real concentração da solução de EDTA.
- Anote no Quadro 1, os volumes da solução de EDTA utilizados na titulação da solução de CaCO_3 .

Quadro 1: Informações do volume de EDTA utilizado na titulação

Amostras	Volume de EDTA (mL)
1	
2	
3	

DETERMINAÇÃO DA DUREZA TOTAL DA ÁGUA

- Colocar 50,0 mL da amostra de água para consumo humano (torneira) para um erlenmyer de 125 mL. Adicionar cerca de 3 mL do tampão pH 10,0. Adicione alguns cristais de ácido ascórbico e do indicador negro de eriocromo – T

(somente para a visualização). Titular com solução de EDTA até ocorrer mudança de cor da solução de **lilás** para **azul (não violeta)**;

- Repita o procedimento, mais duas vezes e determine a dureza total da água, expressando o resultado em mg/L de CaCO₃, ppm e grau alemão.
- Anote no Quadro 2, os volumes da solução de EDTA utilizados na titulação da água potável.

Quadro 2: Informações do volume de EDTA utilizado na titulação da dureza da água potável

Amostras	Volume de EDTA (mL)
1	
2	
3	

- A dureza total da água é expressa em mg/L de CaCO₃. Observe o Quadro abaixo e classifique a água analisada.

Quadro 3: GRAU DE DUREZA TOTAL DA ÁGUA EM mg/L de CaCO₃

CaCO ₃ em mg/L	0 - 75	75 - 150	150 - 300	> 300
Grau de dureza	Mole	Moderadamente dura	Dura	Muito Dura

EM GRAU ALEMÃO

OBS: ppm = mg/L de CaO e DH° (grau alemão) = 1 DH° = 10 ppm de CaO

Escala de dureza da água em grau alemão:

0 – 4 DH° = muito branda; 4 – 8 DH° = branda; 8 – 12 DH° = semi-dura; 12 – 18 DH° = bastante dura; 18 – 30 DH° = dura e > 30 DH° = muito dura.

Atualmente a **Portaria Nº. 2914 de 12 de dezembro de 2011** do Ministério da Saúde estabelece para a dureza, o teor de 500 mg/L em termos de CaCO₃, como o valor máximo permitido para a água potável.

d) QUESTÕES

- 1) Qual o significado da dureza total da água?
- 2) Quais os tipos de dureza?

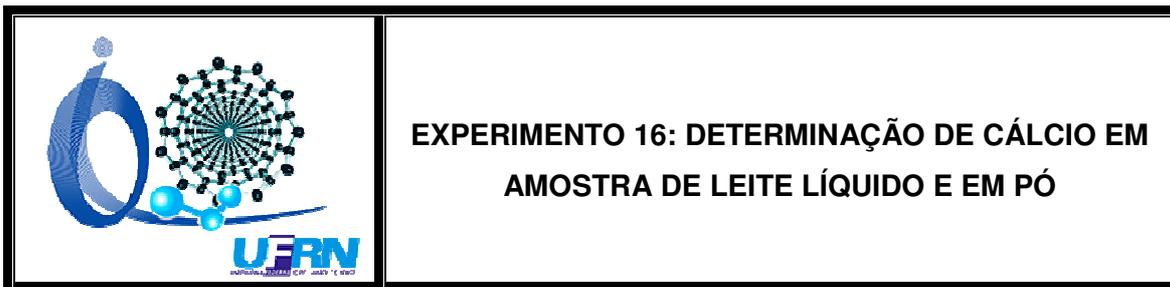
- 3) Que tipo de indicador metalocrômico foi utilizado no experimento?
- 4) Como funciona o indicador metalocrômico na titulação?
- 5) Qual a função do ácido ascórbico na titulação?
- 6) Qual a dureza da água potável que você analisou em termos de CaCO_3 ? O resultado está em conformidade com a legislação atual?
- 7) Em quais aplicações podem ser utilizadas águas duras ou muito duras?

ESPAÇO PARA CÁLCULO

OBSERVAÇÃO



APÓS A FINALIZAÇÃO DO EXPERIMENTO ARMAZENE O RESÍDUO DA TITULAÇÃO NO FRASCO INDICADO PELO PROFESSOR.



a) INTRODUÇÃO

O leite é um dos alimentos mais preciosos para o homem, pois encerra uma combinação quase ideal de valores nutritivos. Existe no leite água, proteínas (caseína), lipídios (oleína e palmitina), glicídios (lactose e glicose), sais minerais (NaCl, KCl), vitaminas (A, B₁, B₂, C, D, E), enzimas (fosfatases e lactases) e gases (CO₂, O₂).

O leite é uma das melhores fontes de cálcio disponível. Por isso, este alimento é essencial para a saúde dos ossos e dentes e seu consumo irá prevenir a osteoporose. O alimento é um aliado de quem pratica exercícios e é especialmente necessário na infância e adolescência, mas importante até a terceira idade. Pode ser encontrado de diferentes formas, sendo citadas algumas a seguir:

Leite pasteurizado: Submetido a um tratamento térmico chamado *high temperature short time* (HTST) que envolve submeter o leite a uma temperatura de 72 a 75 °C por 15 a 20 segundos. Pode ser encontrado nas versões integral, contendo no mínimo 3% de gordura em 100 gramas de leite, semi-desnatado, com 0,6 a 2,9% de gordura em 100 gramas, e desnatado, que pode ter no máximo 0,5% de gordura. Não é recomendado ferver o leite pasteurizado, pois a fervura a 100 °C faz com que o leite perca diversos nutrientes.

Leite UHT ou longa vida: Este leite passa por um tratamento térmico que ocorre a 130 a 150 °C por 2 a 4 segundos. Assim como o pasteurizado pode ser encontrado nas versões integral, semi-desnatado e desnatado.

Leite em pó: Trata-se do leite submetido aos tratamentos de concentração e secagem que envolvem temperaturas de aproximadamente 72°C. Este produto é obtido por desidratação do leite de vaca integral, desnatado ou parcialmente desnatado. Este tipo de leite pode ser integral, teor de gordura maior ou igual a 26%, parcialmente desnatado, teor de gordura entre 1,5% e 25,9% e desnatado, teor de gordura menor do que 1,5%.

b) OBJETIVOS

- Determinar a concentração de cálcio em amostras de leite líquido e em pó;
- Avaliar a diferença em amostra de leite tradicional e enriquecido com cálcio.

c) PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

MATERIAIS	REAGENTES
<ul style="list-style-type: none">• 01 Béquer de 100 mL• 01 Bureta de 25 mL• 03 Erlenmeyers de 125 mL• 01 Funil pequeno• 01 Pera de borracha• 01 Pipetador• 01 Pipeta graduada de 10 mL• 01 Pipeta volumétrica de 10 mL• 01 Pisseta	<ul style="list-style-type: none">• Amostra de leite líquido• Amostra de leite em pó• Negro de eriocromo T• Solução do sal dissódico dihidratado de EDTA• Solução tampão (NH₃/NH₄Cl) – pH 10• Solução de Mg-EDTA

OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário sob a bancada do seu grupo, consta todos os materiais necessários para a realização do experimento. Caso isso não ocorra, registre no caderno de ocorrências do laboratório.

DETERMINAÇÃO DE CÁLCIO EM AMOSTRA DE LEITE LÍQUIDO

- Pipete, utilizando uma pipeta volumétrica aferida de 10 mL, uma alíquota de amostra de leite líquido para um erlenmeyer de 125 mL;
- Adicione 1,0 mL de solução-tampão pH 10 (NH₃/NH₄Cl), 10 gotas de solução de magnésio (Mg-EDTA) e 3 gotas ou uma pitada de negro de eriocromo – T (no momento da titulação);
- Proceda à titulação com solução padrão de EDTA 0,01 mol/L a partir da bureta até a mudança de coloração da solução de vermelho-vinho para azul puro (não violeta) no erlenmeyer.
- Repita o procedimento mais duas vezes e calcule o teor de Ca na amostra de leite líquido, expressando o resultado em mg/100 mL.

REAÇÃO



Anote no Quadro abaixo os volumes de EDTA utilizados na titulação.

Quadro 1: Volume gasto de EDTA

Amostras	Volume gasto de EDTA (mL)
1	
2	
3	

DETERMINAÇÃO DE CÁLCIO EM AMOSTRA DE LEITE EM PÓ

- Pese ao redor de 1,0 g em balança analítica com exatidão de 0,1 mg, uma amostra de leite em pó (Anote a massa corretamente). Transfira quantitativamente a massa pesada para um erlenmeyer de 125 mL e acrescente 25 mL de água destilada para dissolver completamente o leite em pó. Caso necessário, aqueça levemente a solução para a dissolução completa do leite em pó e resfrie antes de continuar a análise.
- Adicione 1,0 mL de solução-tampão pH 10 ($\text{NH}_3/\text{NH}_4\text{Cl}$), 10 gotas de solução de magnésio (Mg-EDTA) e 3 gotas ou uma pitada de negro de eriocromo - T (no momento da titulação).
- Proceda à titulação com solução padrão de EDTA 0,01 mol/L a partir da bureta até a mudança de coloração da solução **lilás para azul puro (não violeta)** no erlenmyer.
- Repita o procedimento mais duas vezes e calcule o teor de Ca na amostra de leite em pó, expressando o resultado em termos de mg/g.

Anote no Quadro abaixo os volumes de EDTA utilizados na titulação.

Quadro 2: Volume gasto de EDTA

Amostras	Volume gasto de EDTA (mL)
1	
2	
3	

d) QUESTÕES

- 1) Porque foi necessário utilizar a solução de Mg-EDTA na determinação do cálcio em amostras de leite líquido e em pó?
- 2) Calcule a concentração de cálcio em ambas as amostras. Os resultados estão em conformidade com a legislação atual?

ESPAÇO PARA ANOTAÇÕES

OBSERVAÇÃO



APÓS A FINALIZAÇÃO DO EXPERIMENTO ARMAZENE O RESÍDUO DA TITULAÇÃO NO FRASCO INDICADO PELO PROFESSOR



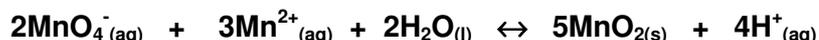
**EXPERIMENTO 17: PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO
DA SOLUÇÃO DE KMnO_4 0,02 mol/L E
DETERMINAÇÃO DO TEOR DE PERÓXIDO DE
HIDROGÊNIO (H_2O_2) EM AMOSTRA DE ÁGUA
OXIGENADA COMERCIAL**

a) INTRODUÇÃO

O permanganato de potássio não é um padrão primário. É difícil obter esta substância com grau de pureza elevado e completamente livre de dióxido de manganês. Além disso, a água destilada ordinária costuma conter substâncias redutoras (traços de matéria orgânica etc.) que reagem com o permanganato de potássio para formar dióxido de manganês. A presença deste composto é muito prejudicial porque ele catalisa a autodecomposição da solução de permanganato:



O permanganato é instável na presença de íons manganês (II):



Esta reação é lenta em solução ácida, mas muito rápida em solução neutra. Por estas razões, a solução de permanganato de potássio é raramente feita por dissolução em água de quantidades conhecidas do sólido purificado. É mais comum preparar a solução imediatamente antes do uso, aquecê-la até a ebulição por 15 a 30 minutos, deixar esfriar até a temperatura normal e filtrar em cadinho filtrante de vidro sinterizado (porosidade n. 4). Usa-se, também, deixar a solução em repouso por 2 a 3 dias na temperatura normal, antes da filtração. As soluções de permanganato de potássio devem ser conservadas em um frasco escuro (cor âmbar), limpo e provido de rolha de vidro esmerilhada. O frasco deve ser previamente limpo com uma solução de limpeza e lavado com grandes quantidades de água deionizada. Soluções ácidas e básicas são menos estáveis do que as neutras. As soluções de permanganato devem ser protegidas de exposição desnecessária à luz. Recomenda-se o uso de recipientes de cor escura. A luz difusa do dia não causa decomposição apreciável, mas a luz solar direta decompõe, lentamente, mesmo as soluções puras.

A água oxigenada, produto de uso corrente no nosso dia-a-dia é de fácil acesso, sendo vendido livremente em farmácias, supermercados, etc, e é constituída por uma solução diluída de peróxido de hidrogênio (H₂O₂). É normalmente encontrado em soluções que contêm cerca de 3%, 6%, 12% ou 30% de peróxido de hidrogênio em água, conhecidas como soluções de peróxido de hidrogênio a 10, 20, 40 e 100 volumes, respectivamente. Esta terminologia baseia-se no volume de oxigênio liberado quando a solução é decomposta por aquecimento até a ebulição. Nestas condições, 1 mL de peróxido de hidrogênio a 100 volumes libera 100 mL de oxigênio na temperatura e pressões normais.

À temperatura ambiente, quando puro, o peróxido de hidrogênio é um líquido viscoso quase incolor (possui uma leve coloração azul) e apresenta um característico sabor amargo. Decompõe-se facilmente produzindo água (no estado líquido) e oxigênio (no estado gasoso), liberando calor, de acordo com a seguinte reação:



b) OBJETIVOS

- Preparar e padronizar uma solução de permanganato de potássio (KMnO₄);
- Determinar o teor de peróxido de hidrogênio (H₂O₂) em água oxigenada comercial.

c) PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

MATERIAIS	REAGENTES
<ul style="list-style-type: none"> • 02 Balões volumétricos de 50 mL • 01 Bastão de vidro • 02 Béqueres de 100 mL • 01 Bureta de 25 mL • 01 Cadinho sinterizado • 01 Etiqueta • 01 Frasco de cor âmbar de 100 mL • 03 Erlenmyers de 125 mL • 01 Funil pequeno • 01 Lã de vidro • 01 Pipeta volumétrica de 10 mL • 01 Pipeta graduada de 5 mL • 01 Pera de borracha • 01 Pipetador • 01 Pisseta • 01 Proveta de 50 mL 	<ul style="list-style-type: none"> • Ácido sulfúrico 1:5 • Água oxigenada – Volume 10 • Lã de vidro • Oxalato de sódio • Permanganato de potássio

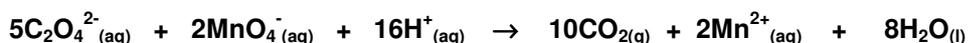
OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário sob a bancada do seu grupo, consta todos os materiais necessários para a realização do experimento. Caso isso não ocorra, registre no caderno de ocorrências do laboratório.

PREPARAÇÃO DE 50 mL DA SOLUÇÃO DE KMnO_4 0,02 mol/L

- Calcule a massa de permanganato de potássio necessária para preparar 50 mL de solução 0,02 mol/L. Dissolva o sal em água destilada e aqueça a solução até a ebulição por 1 hora. Deixe a solução esfriar a temperatura ambiente. Filtre-a utilizando lã de vidro ou cadinho de vidro sinterizado. Transfira para um frasco escuro e proteja a solução de vapores redutores e da ação da luz. Se o dióxido de manganês sedimentar depois de algum tempo, filtre e padronize a solução novamente.

PADRONIZAÇÃO DA SOLUÇÃO DE KMnO_4 0,02 mol/L

- Em meio ácido, o íon oxalato ($\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$) é oxidado pelo íon permanganato a dióxido de carbono e água, segundo a reação:



- Pese aproximadamente 0,015 g de oxalato de sódio ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) previamente dessecado em estufa a 105 °C. (Anote corretamente a massa). Transfira, quantitativamente, para um erlenmyer de 125 mL e dissolva com aproximadamente 30 mL de água destilada. Junte 10 mL de H_2SO_4 1:5, aqueça a 80 – 90 °C e titule à quente com KMnO_4 até aparecimento permanente da cor rosa.
- Anote o volume gasto na bureta e repita o procedimento mais duas vezes. Por fim, calcule a concentração molar da solução de permanganato de potássio.
- Anote no Quadro abaixo os volumes da solução de KMnO_4 utilizado na titulação.

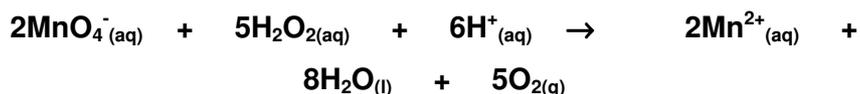
Quadro 1: Volume gasto de KMnO_4

Amostras	Volume gasto de KMnO_4 (mL)
1	
2	
3	

OBS: A temperatura da solução deverá estar acima de 60 °C no ponto final da titulação. As primeiras gotas de permanganato reagem vagarosamente com o oxalato, devido à ausência de Mn^{2+} no início da titulação.

DETERMINAÇÃO DE PERÓXIDO DE HIDROGÊNIO (H_2O_2)

- Retire uma alíquota de 1,0 mL de água oxigenada comercial (volume 10) e transfira para um balão volumétrico de 50 mL completando o volume com água destilada, seguido de homogeneização.
- Retire uma alíquota de 10,0 mL desta solução e transfira para um erlenmyer de 125 mL e junte 10 mL de H_2SO_4 1:5.
- Titule com a solução de permanganato até o aparecimento de uma cor rosa persistente.
- Repita o procedimento mais duas vezes e calcule a massa por litro e o teor de H_2O_2 . Em seguida, calcule a força em volume da solução, segundo a reação:



REAÇÃO DE DECOMPOSIÇÃO DO H_2O_2



- Anote no Quadro abaixo os volumes da solução de $KMnO_4$ utilizado na titulação da água oxigenada

Quadro 2: Volume gasto de $KMnO_4$.

Amostras	Volume gasto de $KMnO_4$ (mL)
1	
2	
3	

d) QUESTÕES

- 1) Qual indicador você utilizou na Permanganometria?
- 2) Tem outros procedimentos para padronizar a solução de permanganato de potássio?

- 3) Qual a concentração da solução de permanganato de potássio que você encontrou após a padronização e o da água oxigenada? Calcule o desvio padrão e coeficiente de variação.

ESPAÇO PARA ANOTAÇÕES

OBSERVAÇÃO



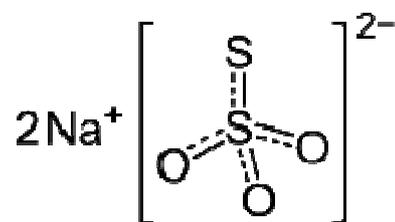
APÓS A FINALIZAÇÃO DO EXPERIMENTO ARMAZENE O RESÍDUO DA TITULAÇÃO NO FRASCO INDICADO PELO PROFESSOR

	<p>EXPERIMENTO 18: PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DA SOLUÇÃO 0,1 mol/L DE TIOSSULFATO DE SÓDIO (Na₂S₂O₃·5H₂O)</p>
---	---

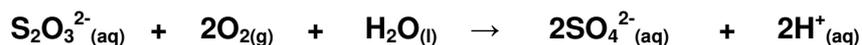
a) INTRODUÇÃO

O tiosulfato de sódio (Figura 1) é o redutor mais empregado como titulante do iodo gerado nas metodologias iodométricas.

Figura 1: Estrutura química do tiosulfato de sódio



Normalmente, as soluções são preparadas a partir do sal penta-hidratado, Na₂S₂O₃·5H₂O (massa molar = 248,18 g/mol), e devem ser posteriormente padronizadas, pois esse sal não se enquadra como um padrão primário. As soluções devem ser preparadas com água destilada previamente fervida, para eliminar o CO₂ dissolvido e também para prevenir a decomposição do tiosulfato por bactérias. Geralmente adiciona-se algumas gotas de clorofórmio, que funciona como um eficiente preservativo. Além disso, cerca de 0,1 g/L de Na₂CO₃ (no máximo) é adicionado para garantir uma leve alcalinidade na solução, pois o íon S₂O₃²⁻ (tiosulfato) se decompõe em meio ácido, catalisado pela ação da luz, liberando enxofre coloidal e conferindo uma turbidez na solução. Por outro lado, hidróxidos de metais alcalinos, Na₂CO₃ > 0,1 g/L e bórax, não devem ser adicionados pois tendem a acelerar a decomposição sob ação do oxigênio atmosférico:



Assim, a solução deve ser armazenada em frasco escuro (âmbar) logo após a preparação.

O íon tiosulfato é um agente redutor moderadamente forte. Na presença de iodo, ele é quantitativamente oxidado para formar o íon tetrationato (S₄O₆²⁻), de acordo com a seguinte semirreação: $2\text{S}_2\text{O}_3^{2-}(\text{aq}) \leftrightarrow \text{S}_4\text{O}_6^{2-}(\text{aq}) + 2\text{e}^-$

O procedimento empregado na determinação de agentes oxidantes envolve a adição de um excesso de iodeto de potássio a uma solução levemente ácida do analito. A redução do analito produz uma quantidade estequiometricamente equivalente de iodo. Então, o iodo liberado é titulado com uma solução padrão de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (tiosulfato de sódio).

UTILIZAÇÃO DA GOMA DE AMIDO

Em reações redox envolvendo iodo como agente oxidante ou iodeto como redutor, a goma de amido é utilizada como indicador sensível, pois forma um complexo de coloração azul intensa com o iodo, mesmo em uma concentração da ordem de 10^{-5} mol/L. Na presença de um excesso de agente oxidante, a razão das concentrações de iodo e iodeto é elevada, fornecendo uma cor azul para a solução. Como o excesso de redutor, por outro lado, o íon iodeto predomina e a cor azul se faz ausente. A goma de amido não é um indicador redox porque é específica à presença de I_2 , e não a uma modificação do potencial redox.

A fração ativa da goma de amido é a amilose, um polímero do açúcar α - D - glicose. O polímero existe como uma hélice em espiral em que pequenas moléculas podem se ajustar. Na presença da goma de amido e de iodeto, as moléculas de iodo formam cadeias de I_6 , que ocupam o centro da hélice da amilose. A cor azul escura da goma de amido-iodo surge da absorção visível pela ligação da cadeia de I_6 dentro da hélice.

O denominado amido solúvel é encontrado comercialmente e se dispersa facilmente em água. Uma vez que o amido é suscetível ao ataque por microorganismos, é recomendável preparar a solução no dia da análise. Normalmente, prepara-se solução de amido solúvel a 0,5-1,0% (m/v) e adiciona-se **ácido bórico** como preservativo, para prolongar o tempo de vida útil.

Em iodimetria (titulação com o I_3^-), a goma de amido pode ser adicionada no início da titulação. A primeira gota de excesso de I_3^- após o ponto de equivalência causa a mudança da cor da solução para azul escuro.

Em iodometria (titulação do I_3^-), o íon triiodeto está presente em toda a reação até o ponto de equivalência. A goma de amido não deve ser adicionada à reação até que esteja imediatamente antes do ponto de equivalência, em que a concentração de iodo é baixa. De outro modo, algum iodo tende a permanecer ligado às partículas de goma de amido após o ponto de equivalência ser alcançado.

O amido se decompõe irreversivelmente em soluções contendo concentrações elevadas de iodo. Portanto, na titulação de soluções de iodo com tiosulfato, assim como na determinação indireta de oxidantes, a adição do indicador é adiada até que a cor da solução mude de vermelho-marrom para amarelo (e até que a maior parte do

iodo tenha sido reduzida); nesse ponto, a titulação está quase completa. O indicador pode ser adicionado ao sistema desde o início, quando soluções de tiosulfato estão sendo tituladas diretamente com o iodo.

Uma vantagem do uso de amido como indicador é o seu baixo custo, mas ele apresenta algumas desvantagens: é pouco solúvel em água fria, em soluções muito diluídas apresenta um ponto final pouco seguro e sofre hidrólise em soluções ácidas (acelerada pelo iodo) formando produtos que, após reagirem com o amido remanescente em solução, conferem à solução uma coloração vermelha (irreversível) que mascara o ponto final da titulação. É por esta razão que em titulações iodométricas a solução de amido deve ser adicionada bem próximo do ponto final.

b) OBJETIVOS

- Preparar e padronizar a solução de tiosulfato de sódio 0,1 mol/L;
- Preparar a suspensão de amido 0,5%.

c) PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

MATERIAIS	REAGENTES
<ul style="list-style-type: none">• 01 Balão volumétrico de 100 mL• 01 Balão volumétrico de 250 mL• 01 Bastão de vidro• 02 Béqueres de 100 mL• 01 Bureta de 25 mL• 03 Erlenmeyers de 125 mL• 01 Etiqueta• 01 Frasco de 100 mL• 01 Frasco de cor âmbar de 250 mL• 01 Funil pequeno• 01 Pera de borracha• 01 Pipetador• 01 Pisseta• 01 Proveta de 50 mL	<ul style="list-style-type: none">• Ácido bórico• Ácido clorídrico - 1 mol/L• Amido• Carbonato de sódio anidro• Iodato de potássio• Iodeto de potássio• Solução de HCl 0,1 mol/L• Tiosulfato de sódio

OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário sob a bancada do seu grupo, consta todos os materiais necessários para a realização do experimento. Caso isso não ocorra, registre no caderno de ocorrências do laboratório.

PREPARAÇÃO DA SUSPENSÃO DE AMIDO 0,5%

- Pesar e triturar 1,0 g de amido e 1,0 mg de ácido bórico (preservativo) com um pouco de água destilada e adicionar a suspensão água quente até completar 100 mL, sob agitação. Prosseguir o aquecimento até se obter uma solução clara. Esta deve ser filtrada, **caso presente turbidez** após alguns minutos de aquecimento. Após a solução resultante se resfriar, proceder sua transferência para um recipiente adequado, mantendo-o fechado e, se possível, em um refrigerador.

PREPARAÇÃO DE 250 mL DA SOLUÇÃO DE TIOSSULFATO DE SÓDIO 0,1 mol/L

Utilizar o sal penta-hidratado para a produção da solução de tiosulfato de sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$). Dissolver 6,225 g de tiosulfato hidratado e puro e 0,05 g de carbonato de sódio anidro (Na_2CO_3) que é utilizado para evitar precipitação do enxofre), em 250 mL de água destilada previamente fervida (o CO_2 dissolvido torna a solução ácida e promove o desproporcionamento de $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$):



Deixe decantar por 24 horas e em seguida padronize a solução.

PADRONIZAÇÃO DA SOLUÇÃO DE TIOSSULFATO DE SÓDIO 0,1 mol/L COM IODATO DE POTÁSSIO (KIO_3)

O iodato de potássio é um excelente padrão primário para soluções de tiosulfato. Nessa aplicação, quantidades conhecidas do reagente de grau padrão primário são dissolvidas em água contendo um excesso de iodeto de potássio. Quando essa mistura é acidificada com um ácido forte, a reação a seguir ocorre instantaneamente: $\text{IO}_3^-(\text{aq}) + 5\text{I}^-(\text{aq}) + 6\text{H}^+(\text{aq}) \rightarrow 3\text{I}_2(\text{s}) + 2\text{H}_2\text{O}(\text{l})$. Então, o iodo liberado é titulado com a solução de tiosulfato de sódio. A estequiometria da reação é: 1 mol de $\text{IO}_3^- = 3$ mols de $\text{I}_2 = 6$ mols de $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$.

- Pesar, com exatidão, de 0,10 g de iodato de potássio - KIO_3 (anotar corretamente a massa na balança analítica), previamente dessecado (aquecer em estufa a 150 - 180 °C durante 1 h) para dentro de um erlenmyer de 125 mL e dissolver com 20 mL de água destilada.

- Adicionar 1,5 g de iodeto de potássio (KI) e agitar até que a dissolução seja completada. Adicionar 10 mL de HCl - 1 mol/L e titular, imediatamente, com a solução de tiosulfato de sódio até que a coloração da solução torne-se amarelo fraco. Então, adicionar 2 mL de suspensão de amido 1,0 % e prosseguir a titulação até o desaparecimento da coloração azul. Repetir o processo mais duas vezes. Anotar o volume de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilizado nas titulações no Quadro 1 e calcular a concentração molar da solução de tiosulfato de sódio.
- Armazenar em frasco de cor âmbar e rotular com as seguintes informações: Nome da solução, concentração real, data e os responsáveis (constituintes do grupo).

Quadro 1: Informações do volume de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilizado na titulação

Amostras	Massa de KIO_3 (g)	Volume de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (mL)
1		
2		
3		

d) QUESTÕES

- 1) Qual é a diferença entre Iodometria e Iodimetria? Em qual técnica o indicador de suspensão de amido não é adicionado até um pouco antes do ponto de equivalência? Porque?
- 2) Descreva a formação do complexo amido-iodo.
- 3) Pesquise outras formas de padronizar a solução de tiosulfato de sódio.
- 4) Qual o procedimento utilizado para preparar a solução de amido?
- 5) Qual a função do ácido clorídrico nesse procedimento?
- 6) Qual a finalidade da utilização de carbonato de sódio anidro na preparação da solução de tiosulfato de sódio?
- 7) Porque na preparação da suspensão de amido é necessário adicionar ácido bórico?

ESPAÇO PARA ANOTAÇÕES

OBSERVAÇÃO



APÓS A FINALIZAÇÃO DO EXPERIMENTO ARMAZENE O RESÍDUO DA TITULAÇÃO NO FRASCO INDICADO PELO PROFESSOR

O frasco de titulação deve ser fechado com papel alumínio durante o procedimento para evitar a absorção de oxigênio adicional do ar. A pequena oxidação causada pelo oxigênio já dissolvido na solução não é significativa, mas a agitação contínua em um erlenmeyer aberto pode absorver uma quantidade de oxigênio suficiente para causar um erro significativo na determinação. Existem vários agentes oxidantes que podem ser empregados na determinação de vitamina C, sendo que um dos mais simples é o iodo.

O **método iodimétrico**, baseia-se na conversão de iodo molecular em íon iodeto. Na prática a ser desenvolvida, prepararemos uma solução de vitamina C que será titulada com uma solução padrão de iodo. A vitamina C provoca a redução do iodo a iodeto, que em solução aquosa é incolor.

O iodo reduzido não pode reagir com a molécula de amido, mas quando ocorre o consumo total das moléculas de ácido ascórbico (vitamina C), as moléculas de iodo sem presença de iodeto reagem com as macromoléculas de amido (amido e amilopectina) e formam complexos de adsorção com os íons triiodeto, conferindo à mistura de reação uma coloração azul intensa, conforme reação apresentada abaixo e mostrado na Figura 3.

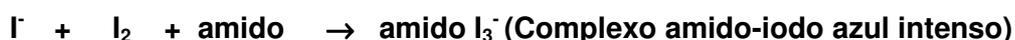


Figura 3: Complexo de amido com iodo



b) OBJETIVOS

- Preparar e padronizar uma solução de iodo 0,03 mol/L;
- Determinar a concentração de ácido ascórbico utilizando o método iodimétrico.

c) PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

MATERIAIS	REAGENTES
<ul style="list-style-type: none">• 02 Balões volumétricos de 100 mL• 01 Bastão de vidro• 02 Béqueres de 100 mL• 01 Bureta de 25 mL• 01 Etiqueta• 01 Frasco de cor âmbar para armazenar solução• 03 Erlenmeyers de 125 mL• 01 Funil pequeno• 01 Pera de borracha• 01 Pipetador• 01 Pipeta graduada de 5 mL• 02 Pipetas volumétricas de 10 mL• 01 Pisseta• 01 Proveta de 50 mL• 01 Vidro de relógio	<ul style="list-style-type: none">• Amostra de vitamina C• Iodo• Iodeto de potássio• Suspensão de amido 1%

OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário sob a bancada do seu grupo, consta todos os materiais necessários para a realização do experimento. Caso isso não ocorra, registre no caderno de ocorrências do laboratório.

PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DA SOLUÇÃO DE IODO 0,03 mol/L

O iodo não é muito solúvel em água (0,001 mol/L). Para obter soluções de concentrações analíticas úteis do elemento, o iodo é comumente dissolvido em soluções moderadamente concentradas de iodeto de potássio. Nesse meio, o iodo é razoavelmente solúvel em consequência da reação:

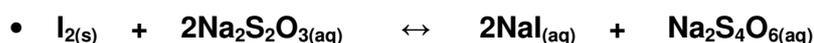


O iodo se dissolve lentamente em soluções de KI, particularmente se a concentração de iodeto for baixa. Para garantir a completa de dissolução, o iodo sempre é dissolvido em um pequeno volume de uma solução concentrada de KI. As soluções preparadas pela dissolução de iodo em uma solução de KI são aproximadamente chamadas de **soluções de triiodeto**, tendo estabilidade baixa por inúmeras razões – uma delas é a volatilidade do soluto.

Mesmo na presença de um excesso de íons iodeto, as perdas de iodo a partir de um frasco aberto ocorrem em um período relativamente curto. Além disso, o iodo

ataca vagarosamente a maioria dos materiais orgânicos, conseqüentemente, as rolhas ou tampas de borracha nunca são empregadas para fechar os frascos de reagente.

- Pesar aproximadamente 0,76 g de iodo puro em um vidro de relógio e transferir para um béquer de 100 mL contendo 2 g de iodeto de potássio dissolvido em 10 mL de água. Agitar cuidadosamente para dissolver todo o iodo. Se necessário, colocar mais um pouco de água. Transferir todo o conteúdo do béquer para um balão volumétrico de 100 mL; completar até a marca com água destilada e homogeneizar. Após, acondicionar a solução em frasco âmbar de 100 mL.
- Para padronizar, titular 10 mL de solução padrão de tiosulfato de sódio 0,1 mol/L contra a solução 0,03 mol/L de iodo. Os 10 mL de tiosulfato são transferidos para um erlenmyer de 125 mL com o auxílio de uma pipeta volumétrica. Adicionar 1 mL de suspensão de amido 1% ao erlenmyer como indicador e titular até o aparecimento da cor azul. A reação em questão é:



- A concentração molar do iodo na solução é:
- $[\text{I}_2] = [\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3] \times V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} / 2V_{\text{I}_2}$
- Repetir o procedimento mais duas vezes e anotar o volume da solução de iodo na Quadro 1.

Quadro 1: Informações do volume de iodo utilizado na titulação

Amostras	Volume da solução de iodo (mL)
1	
2	
3	

DETERMINAÇÃO DA CONCENTRAÇÃO DE ÁCIDO ASCÓRBICO (C₆H₈O₆)

- Usar como amostra ¼ de comprimido de vitamina C (Vitasay®, Cetiva®, Cebion®, Cenevit®, etc) de maneira a obter-se uma amostra com aproximadamente 0,500 g. Pesar a amostra evitando-se contato manual e transferir para um balão volumétrico de 100 mL, previamente lavado. Com a

solução titulante de iodo 0,03 mol/L pronta, dissolver o comprimido no balão, adicionando aproximadamente 50 mL de água destilada ou deionizada. Fechar o frasco e agitá-lo até que o material se dissolva. Pode haver uma pequena quantidade de aglutinante que não irá dissolver, mas isso não causará erros.

- A seguir, completar o volume do balão até a marca com água deionizada, colocando a solução de iodo 0,03 mol/L que você preparou na bureta. Pipetar exatamente 10 mL de solução de vitamina C e transferir para um erlenmyer de 125 mL.
- Adicionar 5 mL de solução de indicador de amido. Cobrir a boca do erlenmyer com papel alumínio ou cartolina, tendo uma pequena abertura para inserir a ponta da bureta, e titular rapidamente até o aparecimento da cor azul. Fazer o ensaio em triplicata, mas não transferir a amostra seguinte para o erlenmyer até que a anterior tenha sido titulada.
- Anotar no Quadro 1, os volumes da solução de iodo utilizadas durante a titulação.

Quadro 1: Informações do volume de iodo utilizado na titulação

Amostras	Volume da solução de iodo (mL)
1	
2	
3	

$$\% \text{ ácido ascórbico} = V_{I_2} \times [I_2] \times 176,13 \times 10 / 1000 \times m_{\text{comprimido}} \times 1000$$

V_{I_2} = volume de solução de iodo gasto, em mL

$[I_2]$ = concentração molar da solução de iodo

$m_{\text{comprimido}}$ = massa de amostra do comprimido

d) QUESTÕES

- 1) Observe um rótulo de um medicamento de vitamina C e anote os excipientes contidos no comprimido.
- 2) Qual a % de ácido ascórbico encontrado no comprimido? Está em conformidade com o indicado no medicamento.

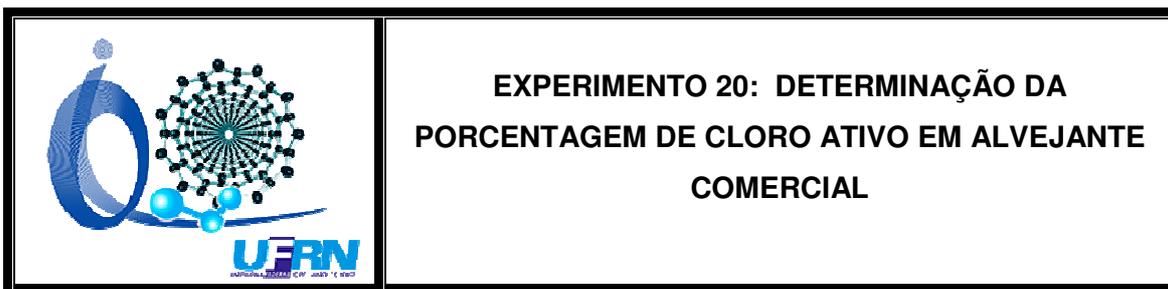
ESPAÇO PARA ANOTAÇÕES

Empty rectangular box for notes.

OBSERVAÇÃO



APÓS A FINALIZAÇÃO DO EXPERIMENTO ARMAZENE O RESÍDUO DA TITULAÇÃO NO FRASCO INDICADO PELO PROFESSOR



a) INTRODUÇÃO

Nessa prática, é feita a dosagem de cloro ativo em uma amostra de alvejante a base de hipoclorito de sódio ou cálcio - a famosa água sanitária, de uso doméstico e em lavanderias. No tratamento de água de piscina, utiliza-se o hipoclorito de cálcio, $\text{Ca}(\text{OCl})_2$, misturado com cloreto de cálcio básico, $\text{CaCl}_2 \cdot \text{Ca}(\text{OH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

O constituinte ativo de uma solução alvejante é a quantidade de cloro que pode ser liberada sob ação de ácido diluído, sendo expressa em % (m/v); no caso de amostras sólidas, em % (m/m). Portanto, por análise química do conteúdo de hipoclorito, calcula-se, por estequiometria, a concentração em termos da porcentagem de cloro-ativo da amostra, e vice-versa. Essa forma de expressar o teor de hipoclorito já se tornou corriqueira e está normatizada como padrão de qualidade de alvejantes a base de hipoclorito.

b) OBJETIVOS

- Determinar a porcentagem de cloro ativo em alvejante comercial.

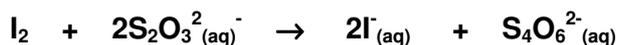
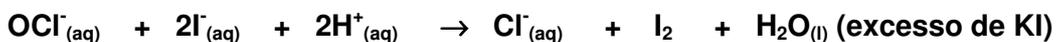
c) PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

MATERIAIS	REAGENTES
<ul style="list-style-type: none"> • 01 Balão volumétrico de 50 mL • 01 Bastão de vidro • 02 Béqueres de 100 mL • 01 Bureta de 25 mL • 03 Erlenmyer de 125 mL • 01 Funil pequeno • 01 Pera de borracha • 01 Pipetador • 02 Pipetas volumétricas de 10 mL • 01 Pipeta volumétrica de 5 mL • 01 Pisseta 	<ul style="list-style-type: none"> • Amostra de alvejante • Iodeto de potássio • Solução padrão de tiosulfato de sódio 0,1 mol/L • Solução de H_2SO_4 2 mol/L • Suspensão de amido 0,2%

OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário sob a bancada do seu grupo, consta todos os materiais necessários para a realização do experimento. Caso isso não ocorra, registre no caderno de ocorrências do laboratório.

- Pipetar 10 mL de amostra de alvejante utilizando uma pipeta volumétrica e colocar em um balão volumétrico de 50 mL, diluir com água destilada até a marca e homogeneizar.
- Pipetar três alíquotas de 10 mL para dentro de frascos erlenmyer de 125 mL. Adicionar (somente no momento da titulação e na ordem); 0,4 g de iodeto de potássio (KI), 3 mL de H₂SO₄ - 2 mol/L e titular com solução padrão de Na₂S₂O₃ (tiosulfato de sódio) 0,1 mol/L que você preparou e padronizou até chegar a uma coloração amarelo pálido. Adicionar 5 mL de suspensão de amido 0,2% e continuar a titulação até o desaparecimento da cor azul. Determinar a porcentagem de cloro ativo (massa molar = 70,92 g/mol) no alvejante.
- Anotar no Quadro 1, os volumes de tiosulfato de sódio 0,1 mol/L utilizados na titulação.

REAÇÕES QUÍMICAS



O constituinte ativo é o hipoclorito, responsável pela ação alvejante (OCl⁻/Cl⁻)



Cloro ativo

Quadro 1: Informações do volume de Na₂S₂O₃ utilizado na titulação

Amostras	Volume de Na ₂ S ₂ O ₃ (mL)
1	
2	
3	

d) QUESTÕES

- 1) Que método de iodometria é empregado nesta técnica?
- 2) Porque a adição de amido somente deve ser feita pouco antes do ponto final?
- 3) O que determina o desaparecimento da cor azul no ponto final?
- 4) Quais as causas de erro (devido ao iodo) na iodometria?
- 5) Ocorreu algum problema durante o experimento?
- 6) Pesquise como você pode tratar o resíduo químico gerado nessa aula.

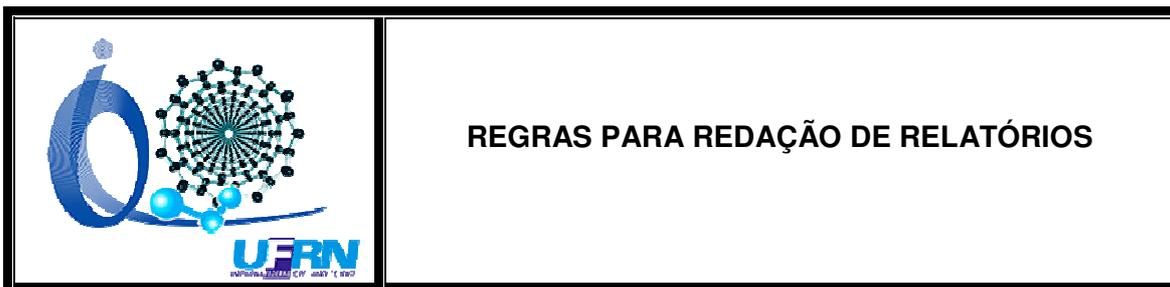
ESPAÇO PARA ANOTAÇÕES

OBSERVAÇÃO



APÓS A FINALIZAÇÃO DO EXPERIMENTO ARMAZENE O RESÍDUO DA TITULAÇÃO NO FRASCO INDICADO PELO PROFESSOR

8 – REGRAS PARA REDAÇÃO DE RELATÓRIOS



a) Tópicos do Relatório

O relatório de disciplinas experimentais de Química é um texto dissertativo, escrito de forma impessoal, em terceira pessoa, de preferência, escrito em voz ativa sempre que possível e no passado.

Deve conter, essencialmente, os seguintes tópicos:

- **CAPA**
 - Deve conter as informações necessárias para a identificação do relatório. Exemplo (nome da instituição, título do experimento, nome de cada aluno do grupo, nome da disciplina e do professor, data e local).
- **SUMÁRIO**
 - Relação dos itens presentes no relatório
- **RESUMO**
 - Resume os principais aspectos do relatório. Deve conter toda informação relevante do relatório, ou seja, contextualização, proposta do experimento, citar a metodologia aplicada, os principais resultados obtidos e as principais conclusões.
- **INTRODUÇÃO**
 - A introdução é a parte do relatório em que os autores informam o porquê do experimento, expondo a finalidade e os objetivos do experimento;
 - A introdução de um texto científico tem uma estrutura e um fluxo da informação que devem ser seguidos;
 - A informação no texto flui do geral para o específico, chegando em sua proposta experimental;
 - Compõe uma boa introdução: Contextualização, em que é apresentada a grande área e os processos gerais que envolvem o experimento,

Sumário de pesquisas anteriores, onde deve-se buscar trabalhos envolvendo a área, e finalmente a proposta experimental;

- Evite dissertar excessivamente sobre o assunto. A escrita científica exige objetividade. Seja claro e conciso.
- Citar as referências e de onde as ideias vieram. Lembre-se que **cópia é plágio, e plágio é crime**. Deve-se ler e interpretar a ideia, colocando-a no trabalho.
- Use o último parágrafo para apresentar a proposta experimental, ou seja, o objetivo do experimento (Exemplos: Neste experimento,... ou O objetivo deste experimento...).

- **METODOLOGIA**

- Deve-se descrever o que foi efetivamente realizado no laboratório. Deve conter os seguintes subitens:
 - Materiais – Materiais que foram empregados;
 - Equipamentos – Equipamentos utilizados;
 - Procedimento Experimental – Detalhar o procedimento experimental realizado;
 - Análise dos dados - Descreva métodos utilizados para o processamento e análise de dados, citando o nome dos *softwares* utilizados;

- **RESULTADOS E DISCUSSÃO**

- Resultados e discussão é a parte mais importante do relatório;
- Neste tópico, os valores numéricos e os resultados obtidos devem ser apresentados fazendo uso de objetos como tabelas, figuras (incluindo gráficos e equações) e TEXTO;
- Para a descrição de cada objeto (tabela, figura ou equação), usualmente é seguida a ordem: citação do objeto no texto; apresentação do objeto com legenda; descrição do que pode ser observado no objeto; e discussão sobre aspectos relevantes, considerando alguma teoria, outros objetos, etc. Deve-se ter em mente os objetivos do relatório durante essa discussão;
- Iniciar descrevendo os resultados obtidos, seguindo para a interpretação dos resultados obtidos e comparação com o que já foi obtido até hoje, legislação ou outros trabalhos.

- **CONCLUSÕES**

- A conclusão estabelece a importância do experimento para o entendimento da grande área;

- Em contraste com a introdução, a conclusão inicia o movimento do específico para o geral;
- Compõe uma boa conclusão: Os Principais resultados, enfatizando a importância do experimento realizado, a interpretação das principais conclusões, reafirmando a interpretação dos principais resultados, as implicações do experimento, como ele contribuiu no entendimento da grande área, e finalmente, perspectivas, que é opcional e traz possíveis trabalhos futuros.
- **REFERÊNCIAS**
 - As referências, costumeiramente, seguem as normas da ABNT. Nessa norma, adota-se a apresentação do autor na forma SOBRENOME e ABREVIACÃO DO NOME (por exemplo, cita-se a autora Nedja Suely Fernandes como FERNANDES, N. S.).
 - A citação de nomes varia de acordo com o número de autores da obra. Para uma obra com dois ou mais autores, separa-se os nomes com ponto e vírgula. No caso de uma obra com mais de três autores, para efeito de concisão, cita-se o primeiro autor apenas, seguido da locução latina *et al.*, a qual significa “e outros”.
 - Após o nome dos autores, identifica-se o título da obra em itálico, o número da edição, o local, a editora, o ano e o número de páginas;
 - **ATENÇÃO:** Ver norma da ABNT atual para referências.

OBSERVAÇÃO: O relatório deve ser impresso utilizando frente e verso da folha. Dessa forma, você estará contribuindo com o planeta e diminuindo os custos.

9 - BIBLIOGRAFIA

- 1) Baccan, N; Andrade, J. C; Godinho, O. E. S; Barone, J. S. *Química Analítica Quantitativa Elementar*, Editora Edgard Blucher Ltda, São Paulo, 1979.
- 2) Dias, S. L. P; Vaghetti, J. C. P; Lima, E. C; Brasil, J. L; Pavan, F. A. *Química Analítica - Teoria e Prática Essenciais*, Bookman, Porto Alegre, 2016.
- 3) Morita, T; Assumpção, R. M. V. *Manual de Soluções, Reagentes e Solventes*. Editora Blucher, São Paulo, 2007.
- 4) Oliveira, A. F; Silva, A. S. S; Tenan, M. A. *Redação de Relatórios para Químicos*, Editora EdusfCar, São Paulo, 2005.
- 5) Rosa, G; Gauto, M; Gonçalves, F. *Química Analítica - Práticas de Laboratório*, Bookman, Porto Alegre, 2013.

- 6) Skoog, D. A; West, D. M; Holler, F. J; Crouch, S. R. *Fundamentos de Química Analítica*, Thomson, 8ª ed., São Paulo, 2006.
- 7) Vogel, A. I. *Análise Química Quantitativa*; LTC Editora; 6ª ed.; São Paulo, 2002.
- 8) Vogel, A. I. *Química Analítica Qualitativa*, Editora Mestre Jou, 5ª ed.; São Paulo, 1981.
- 9) Disponível em <http://www.intertox.com.br/index.php/elaboracao-revisao-adequacao-e-avaliacao-de-fispg-sds-fds> . Acesso em 13 de maio de 2013.
- 10) Disponível em: www.wikipedia.org. Acesso em 15 de set. 2017.
- 11) Disponível em: <http://www.minhavidacom.br/alimentacao/tudo-sobre/18018-leite-beneficios-nutrientes-e-importancia-de-consumir>. Acesso em 11 de dez. 2017.



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

Marie Curie

Fonte: <https://kdfrases.com/autor/marie-curie>