



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

MANUAL DE LABORATÓRIO DE QUÍMICA ANALÍTICA APLICADA
(QUI – 0111 e QUI 0353)

NOME:

CURSO:

E-MAIL:

TELEFONE:

NATAL/RN

SUMÁRIO

		Pág.
1 -	Apresentação	4
2 -	Introdução	4
3 -	Normas Gerais de Conduta em Laboratório Químico	5
4 -	Conduta no Laboratório de Química Analítica Fundamental	6
5 -	Ficha de informação de segurança de produtos químicos - FISPQ	7
5.1	Alguns símbolos de risco	8
6 -	Química Analítica	8
6.1	Análise Qualitativa por via úmida	9
6.1.1	As técnicas de análise qualitativa semimicro	9
6.1.2	Algumas vidrarias que você utilizará durante os experimentos	14
6.1.3	Materiais e equipamentos disponíveis no Laboratório de Química Analítica Fundamental	14
6.2 -	Análise Sistemática de cátions	15
7 -	Relação de experimentos da química analítica qualitativa	18
	Experimento 01: Ensaio de precipitação e solubilidade	19
	Experimento 02: Identificação dos cátions do grupo I	26
	Experimento 03: Identificação dos cátions do grupo IV	30
8 -	Generalidades sobre a Química Analítica Quantitativa	34
8.1 -	Técnicas operacionais e materiais usados em Química Analítica	35
8.1.1 -	Materiais empregados no laboratório	35
8.1.2 -	Equipamentos para aquecimentos	35
8.1.3 -	Meios filtrantes	36
8.1.4 -	Dessecadores e dessecantes	37
8.1.5-	Reagentes	37
8.1.6	Água	39
8.1.7-	Materiais volumétricos	39
8.1.8 -	Limpeza dos materiais	40
8.1.9 -	Regras para uso da balança analítica	40
9 -	Roteiro dos Experimentos de Química Analítica Quantitativa	42
	Experimento 04: Aferição de material volumétrico	43
	Experimento 05: Preparação e padronização da solução de NaOH 0,1 mol/L utilizando biftalato de potássio 0,05 mol/L	48
	Experimento 06: Determinação de ácido acético em vinagre comercial	53
	Experimento 07: Determinação da acidez total em vinhos comerciais (branco ou tinto)	57
	Experimento 08: Determinação da acidez total titulável em refrigerantes de limão	61
	Experimento 09: Preparação e padronização da solução de ácido clorídrico (HCl) 0,1 mol/L	64

	Experimento 10: Determinação do teor de hidróxido de magnésio – $\text{Mg}(\text{OH})_2$ no “Leite de Magnésia”	68
	Experimento 11: Determinação do teor de cloreto em água potável e da pureza do sal de cozinha utilizando o método de Mohr	72
	Experimento 12: Determinação de cloreto em amostra comercial de soro fisiológico pelo Método de Mohr	77
	Experimento 13: Preparação e padronização da solução de EDTA 0,01 mol/L e determinação da dureza total em amostra de água potável	80
	Experimento 14: 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	85
10 -	Roteiro de experimentos de Química Analítica Instrumental	89
	Experimento 15: Potenciometria direta: Determinação de pH em amostras líquidas, pastosas, sólidas e suspensões	90
	Experimento 16: Titulações potenciométricas de neutralização	95
	Experimento 17: Determinação de sódio e potássio por fotometria de chama	100
	Experimento 18: Determinação de nitrato em água potável utilizando a Espectroscopia de Absorção na Região do Ultravioleta	105
11 -	Regras para a redação de relatórios	109
12 -	Bibliografia	111

1 – APRESENTAÇÃO

O presente manual é um reflexo da necessidade de elaborar um guia para ser utilizado na disciplina de Química Analítica aplicada 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 consequências 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) 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;

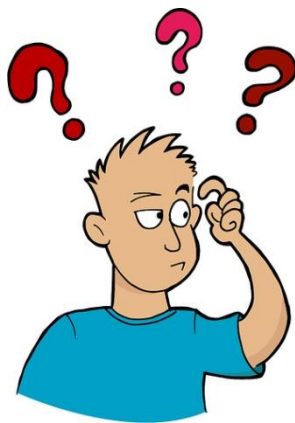
- f) Realizar as aulas experimentais com bastante atenção;
- g) Comprar luvas descartáveis, óculos de segurança e máscara para realizar os experimentos;
- h) Descartar os resíduos em frascos adequados;
- i) Assumir uma postura responsável e profissional, evitando brincadeiras no laboratório;

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 e fazer a reposição quando 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 – FISPQ e leia os roteiros com antecedência. A seguir são listados alguns símbolos de riscos.

5.1 - ALGUNS SÍMBOLOS DE RISCO

			
Corrosivo	Altamente explosivo	Facilmente inflamável	Perigoso para o meio ambiente
			
Comburente	Tóxico	Irritante e nocivo	Risco Biológico
			
Radiação Ionizante	Radiação Não-Ionizante	Alta-tensão	Atenção

6 – QUÍMICA ANALÍTICA

A Química Analítica consiste de duas grandes divisões: **análise qualitativa e análise quantitativa**. Os procedimentos de laboratório da Química Analítica Qualitativa permitem identificar os constituintes presentes em uma substância ao passo que na Química Analítica Quantitativa determinam-se as quantidades dos componentes presentes em uma determinada amostra material.

As reações químicas da análise qualitativa são efetuadas, geralmente, em solução aquosa de natureza invariavelmente iônica. Consequentemente, se uma substância como nitrato de prata é sujeita a uma análise qualitativa, os ensaios analíticos identificaram o cátion prata e o ânion nitrato.

Métodos instrumentais cromatográficos e espectroscópicos vêm substituindo, há muito tempo, os processos clássicos de análise qualitativa. No entanto, o conhecimento de Química Analítica Qualitativa é um importante instrumento didático para reforçar, não só os conteúdos de Química Inorgânica, mas também as importantes técnicas de laboratório, de maneira a desenvolver um maior grau de confiança do estudante neste tipo de atividade.

A análise qualitativa experimental inclui os processos de laboratório necessários para a identificação dos componentes de sistemas materiais por métodos sistemáticos. Várias

técnicas são empregadas na análise qualitativa. Frequentemente, a escolha por uma técnica ou um método depende do tamanho da amostra a ser analisada. A relação entre os métodos de análise e o tamanho das amostras são indicados no quadro a seguir:

RELAÇÃO ENTRE MÉTODOS E TAMANHO DAS AMOSTRAS	
Macroanálise	Amostras relativamente grandes são utilizadas com massas de soluto maiores que 100 mg e volumes maiores que 5 mL
Semimicroanálise	Corresponde a amostras relativamente pequenas, situando-se entre a macro e a microanálise. As amostras situam-se no intervalo de porção de 10 mg a 100 mg e o volume das soluções entre gotas a 5 mL.
Microanálise	É o oposto da macroanálise. Utilizam-se gotas de solução contendo frações de material a ser analisado na faixa de 1 a 10 mg. Geralmente as reações são efetuadas em lâminas de vidro e observadas ao microscópio.
Ultramicroanálise	A escala de trabalho é muito pequena utilizando-se massas de amostras inferiores a 1 mg e volumes de soluções da ordem de microlitros, μL .

A Química Analítica Qualitativa pode ser dividida em Análise Qualitativa por Via seca, como por exemplo, o teste de chama e Análise Qualitativa por via úmida. A seguir serão discutidas as principais técnicas de análise qualitativa semimicro por via úmida.

6.1 - ANÁLISE QUALITATIVA POR VIA ÚMIDA

6.1.1 - AS TÉCNICAS DE ANÁLISE QUALITATIVA SEMIMICRO

a) Amostragem

É essencial que a amostra tirada de uma grande quantidade de material para análise, seja representativa, isto é, deve conter todos os constituintes presentes no material. No caso de uma solução, é necessário apenas que seja perfeitamente misturada antes de retirar a amostra. Se ele contém matéria em suspensão, agite vigorosamente e retire a amostra rapidamente antes que os sólidos tenham tempo de decantar. Materiais sólidos podem não ser homogêneos. Mesmo depois de terem sido eles cuidadosamente misturados, a separação dos constituintes pode ocorrer depois que a mistura for guardada caso os mesmos diferirem consideravelmente em densidade. Examine o material com auxílio de uma lente para evidenciar a homogeneização e nesse caso misture completamente antes de separar uma amostra.

b) Dissolução da Amostra

Aqui, são consideradas apenas as situações mais simples que possuem as amostras desconhecidas. O solvente mais desejável é água. Teste a solubilidade de uma pequena quantidade (**menos que 20 mg**) em água. Se a amostra não se dissolve rapidamente à temperatura ambiente depois de agitação adequada, experimente aquecer por vários minutos em banho-maria. Adicione mais água se as primeiras gotas parecerem dissolver um pouco, mas não toda a amostra. Se permanece um resíduo insolúvel na água, teste sua solubilidade em ácido nítrico ou clorídrico 6 mol/L. Conceda bastante tempo para que a solução se faça. Alguns sais se hidrolizam extensivamente em água formando precipitados. Muitas vezes é mais fácil dissolvê-los diretamente em ácido do que tentar dissolver o precipitado que se forma por hidrólise. Ácidos concentrados e água régia (**3:1 HCl:HNO₃**) podem algumas vezes serem usados com vantagem, mas devem ser evitados, se possível pois o excesso de ácido teria de ser neutralizado ou removido por evaporação. Alguns sais são notadamente insolúveis em ácidos concentrados.

c) Medidas de Quantidade

As quantidades de soluções são medidas em gotas ou mililitros. Uma gota padrão corresponde a **0,05 mL**; desse modo 20 gotas correspondem a um mililitro (mL). Na maioria das vezes é suficiente supor que os conta-gotas usados liberam gotas desse tamanho. O volume de uma gota vai variar não apenas com as dimensões do conta-gotas usados, mas com o reagente. Praticamente ignoramos tais variações. Quando se requer uma medida mais precisa de volume, usa-se pipetas capilares calibradas.

As quantidades de sólidos são convenientemente medidas, com uma balança analítica de sensibilidade de **10 mg (0,01 g ou 0,1 cg)** é satisfatória para a maioria do trabalho. Pese por diferença; primeiro o tubo de ensaio e pese-o depois contendo a amostra. Quando a medida exata de uma quantidade não é importante, pode-se usar uma espátula.

d) Adição de Reagentes

É imperativo que os reagentes sejam preservados contra contaminação. Conta-gotas de frascos de reagentes devem ser mantidos acima dos tubos ou outros recipientes e não é permitido tocá-los.

Algumas vezes, particularmente na neutralização, é desejável adicionar menos de uma gota de reagente. Comprima levemente o bulbo do conta-gotas e remova com um bastão limpo a fração de uma gota que emerge primeiro da extremidade do conta-gotas, mergulhe então o bastão na solução.

e) Mistura

Devido às bocas estreitas dos tubos de ensaio, esta é uma das mais críticas e difíceis operações da análise semimicro. Uma das primeiras regras da análise é misturar perfeitamente antes de tirar qualquer conclusão. Misturar por agitação do tubo, fechando sua extremidade com o dedo ou com uma rolha, muito provavelmente ocorrerá contaminação da solução. As técnicas seguintes são mais recomendadas.

- Se a solução não enche mais da metade do tubo de ensaio pode ser misturada segurando-se firmemente o topo do tubo de ensaio entre o polegar e o indicador de uma mão e dando piparotes no fundo do tubo com o indicador da outra mão.
- Se o tubo de ensaio contém mais de 50% de sua capacidade de solução, o melhor é misturar entornando os conteúdos de um tubo para outro ou de um tubo para o cadinho de porcelana ou micro-béquer.
- A mistura pode também ser feita eficientemente sugando-se uma porção da solução com a pipeta e expelindo-a no fundo do tubo. Repita pelo menos duas vezes.
- A agitação pode ser feita com bastão de vidro em movimentos circulares para cima e para baixo. Esta é a menos eficiente das quatro técnicas. Os bastões de vidro são mais úteis para teste com papel de pH ou desagregação do precipitado do que para agitações.

f) Aquecimento de Soluções

As soluções em caçarolas podem ser aquecidas diretamente sobre a chama ou chapas de aquecimento. Isto não é satisfatório para soluções contidas em tubos de ensaio por causa da tendência em formar bolhas de vapor no fundo e expelir a solução à medida que esta aumenta e se expande. Aqueça sempre essas soluções em tubos mergulhando-as em banho-maria. Um banho simples pode ser feito utilizando um béquer de 250 mL.

g) Evaporação de Soluções

Os recipientes mais adequados para evaporação de vários mililitros de uma solução são os cadinhos de porcelana. Micro cadinhos também podem ser usados para evaporação de algumas gotas. Béqueres pequenos (5 ou 10 mL) também podem ser usados para evaporação mas não devem ser aquecidos diretamente sobre a chama.

Evaporações devem ser conduzidas de modo a que o material não se perca por projeções. Usualmente não é desejável superaquecer um resíduo por evaporação completa.

Pois ele é muitas vezes volátil ou muda para uma forma menos solúvel. As técnicas seguintes lhe ajudarão a evitar essas dificuldades.

- Durante a evaporação nos cadinhos mantenha os ingredientes agitados por uma agitação circular; o centro do material seca primeiro. Conserve-o úmido o mais possível através da agitação descrita. Antes de atingir a completa secura, retire a caçarola da chapa e deixe o calor do próprio recipiente completar a evaporação, isso evitará o superaquecimento.

h) Centrifugação

Para a separação de quantidade pequena, a centrifugação é muito mais rápida do que a filtração. Uma centrífuga submete um objeto à uma força excessivamente maior que a gravidade. Se “d” é a distância do eixo de rotação para o precipitado, a força atuante sobre este é proporcional a “d” multiplicado pelo quadrado da velocidade da rotação. Quando “d” é 11 cm e a velocidade de rotação é de 1650 rpm, a força é cerca de 330 vezes maior que a gravidade. O precipitado decantará 330 vezes mais rápido na centrífuga do que se o tubo fosse colocado na estante.

Os pontos seguintes devem ser observados no uso de centrífuga:

- O cabeçote deve ser cuidadosamente equilibrado. Equilibre o tubo contendo a amostra com outro tubo contendo igual volume de água e ponha-os em posições opostas no cabeçote. Uma centrífuga desequilibrada vibra e se desloca sobre a base. Isto pode quebrá-la e acidentar o operador. Centrifugue apenas alguns minutos, 1 ou 2 a uma velocidade 2. Não é necessário utilizar a velocidade máxima de uso da centrífuga. Compartilhe o uso da centrífuga com outros. **NÃO MONOPOLIZE!!!**
- Tubos de ensaio são satisfatórios para a maioria das centrifugações e são preferencialmente usados porque as soluções são facilmente misturadas em tubo de fundo maior.
- Algumas centrífugas podem ser freadas com a mão ou com um dispositivo mecânico, porém, isso não é aconselhável, pois se for feito muito abruptamente o precipitado pode redispersar no tubo.

h) Separação da solução sobrenadante de um precipitado

A solução clara obtida pela centrifugação pode ser simplesmente separada do precipitado, entornando-a.

Alguns precipitados aderem às paredes do tubo e não decantam. Não há inconveniente desde que ele permaneça nas paredes durante a retirada da amostra. Outros são leves e flutuam mesmo após a centrifugação.

Uma separação mais completa, mesmo quando o precipitado não se agrega firmemente, é obtida succionando o sobrenadante com a pipeta.

i) Lavagem de precipitado

Mesmo após a remoção do líquido sobrenadante, todos os precipitados conterão ainda uma pequena quantidade da solução. O precipitado pode também absorver íons da solução em sua superfície. Para remover esses íons e melhorar a pureza de precipitado, ele é lavado. O líquido de lavagem é usualmente água, mas algumas vezes é vantajoso lava-lo com uma solução muito diluída do reagente usado para precipitação. Os cloretos do 1º grupo de cátions, por exemplo, são lavados com ácido clorídrico muito diluído, porque sua solubilidade é mais baixa na presença do íon cloreto. A lavagem é efetuada adicionando-se o líquido ao precipitado e utilizando um bastão de vidro para desagregar o precipitado e dispersá-lo no líquido. Após a centrifugação o líquido de lavagem pode ser adicionado à primeira solução se contiver quantidade apreciável de íons, ou pode ser abandonado.

j) Transferência de precipitado

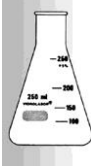
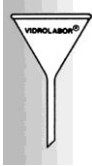
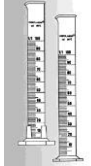
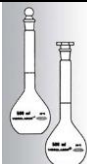
Algumas vezes é necessário transferir um precipitado de um tubo para outro. Para isso, adicione água a um precipitado, disperse-o na água com o auxílio de um bastão de vidro e entorne-o rapidamente para outro tubo e centrifugue novamente desprezando a água.

k) Teste de Acidez

Papéis indicadores são os mais indicados para esse propósito. Há várias espécies, variando desde o clássico papel de pH até papéis de larga faixa. Os últimos são impregnados com uma mistura de indicadores e mostram uma sucessão de variações de cor, numa larga faixa de valores de pH. Os indicadores podem, em geral, ser adicionados diretamente à solução, mas isso não é em geral feito, porque eles permanecem com frequência adsorvidos a superfície do precipitado mascarando as cores dos mesmos. Para usar o papel indicador, mergulhe um bastão na solução a ser testada, retire-o cuidadosamente e toque com o ele o papel. Ao retirar o bastão evite tocar as paredes do tubo. Frequentemente, por mistura inadequada as paredes superiores do tubo podem estar molhadas com ácido ou base. Se o bastão entra em contato, obtém-se um teste falso. A maioria dos erros cometidos por iniciantes nesse teste poderia ser evitado fazendo-se uma mistura perfeita. Não mergulhe o papel de filtro na solução, este absorve a solução, desvantagem séria quando há poucas gotas, e contamina a solução com indicador e fibras provenientes do papel.

A seguir são mostradas algumas vidrarias que serão utilizadas durante a realização dos experimentos.

6.1.2 - ALGUMAS VIDRARIAS QUE VOCÊ UTILIZARÁ DURANTE OS EXPERIMENTOS

			
Erlenmyer	Béquer	Funil analítico	Proveta
			
Pipeta graduada	Pipeta volumétrica	Tubos de ensaio	Bureta
			
Balão volumétrico	Vidro de relógio	Cápsula de porcelana	Cubeta

6.1.3 - MATERIAIS E EQUIPAMENTOS DISPONÍVEIS NO LABORATÓRIO DE QUÍMICA ANALÍTICA FUNDAMENTAL

- ✓ 10 Armários
- ✓ 10 Agitadores magnéticos com aquecimento
- ✓ 01 Balança analítica
- ✓ 02 Balanças semi-analítica
- ✓ 02 Banhos-maria
- ✓ 08 Centrífugas
- ✓ 03 Chapas aquecedoras
- ✓ 01 Destilador de água
- ✓ 02 Estufas de secagem
- ✓ 02 Muflas
- ✓ 05 Recipientes de (10 litros) para água destilada
- ✓ 10 maletas para armazenamento dos reagentes sólidos

6.2 – ANÁLISE SISTEMÁTICA DE CÁTIIONS

A análise sistemática de cátions por via úmida consiste em desmembrar uma amostra original ou complexa de cátions em grupos e subgrupos de componentes, seguindo uma ordem lógica de utilização de reagentes coletores de grupos.

A divisão da amostra original em grupos e subgrupos de componentes só é possível a partir da afinidade de um grupo de componentes com um reagente coletor, normalmente um agente precipitante. O grupo ou subgrupo coletado pode ter seus componentes separados, por meio de reações químicas convenientes, até que se consiga isolar o componente individual, cuja presença é evidenciada por uma dada reação química. Essa reação química pode denunciar a presença do componente individual pelo aparecimento de uma cor bem definida ou pela formação de um precipitado de aparência bem evidenciada. Esse é o objetivo da análise sistemática.

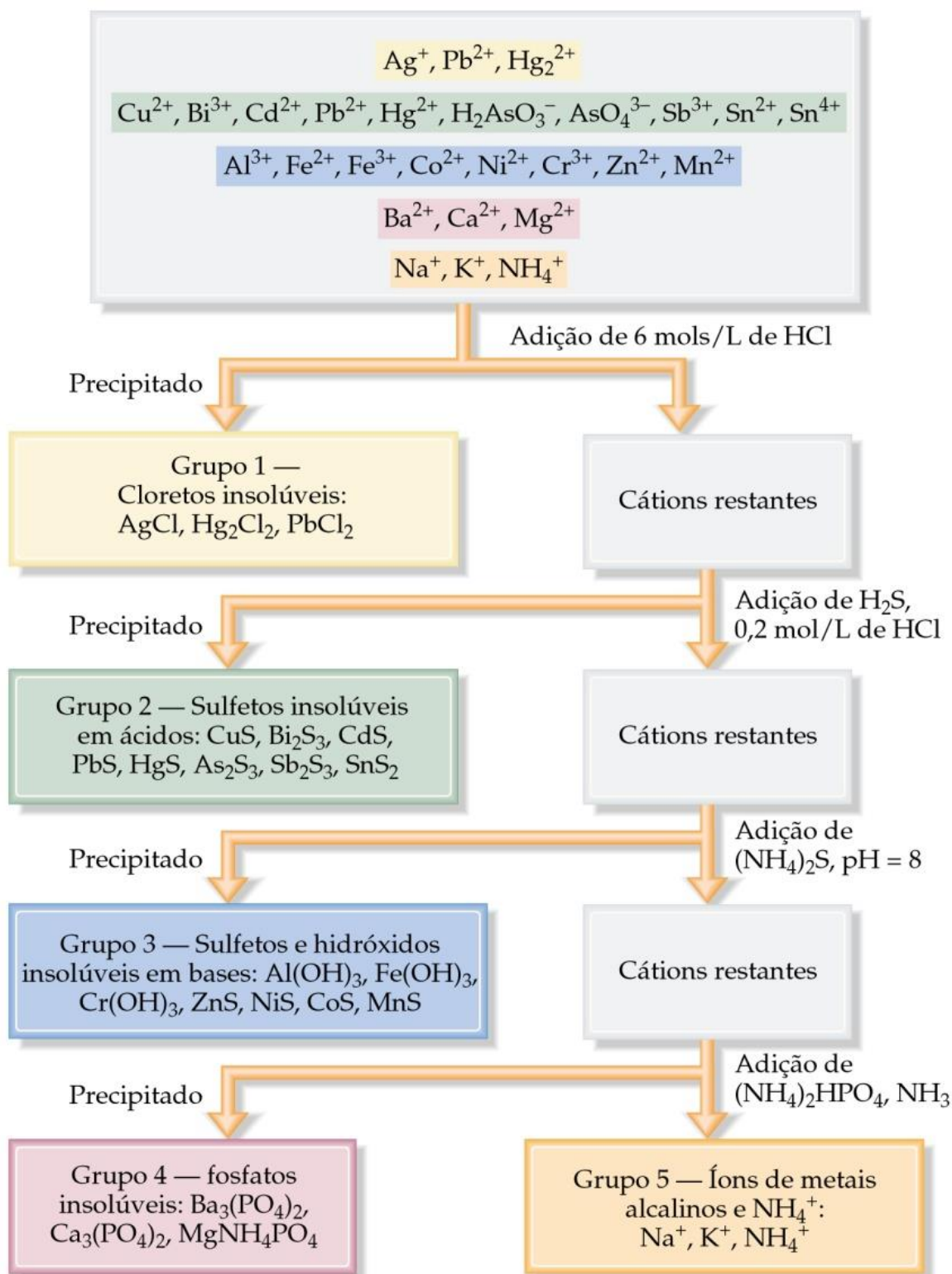
Para fins de análise qualitativa sistemática, os cátions são classificados em cinco grupos, tomando-se por base sua peculiaridade a determinados reagentes. Pelo emprego sistemático desses assim chamados reagentes de grupo (que são específicos para cada grupo), podemos tirar conclusões sobre a presença ou ausência de grupos de cátions e também separar tais conjuntos para uma posterior análise. A classificação baseia-se no modo como os cátions reagem aos reagentes específicos pela formação ou não de precipitados. Por isso, pode-se dizer que a **classificação dos íons mais comuns é baseada nas diferenças de solubilidade de seus cloretos, sulfetos e carbonatos**. Os cinco grupos estão listados na Figura 1.

Na Figura 2 é mostrado um exemplo de Análise Sistemática dos Cátions indicando o processo de separação dos grupos.

Figura 1: Classificação Sistemática dos Cátions

1º Grupo de Cátions Grupo do Ácido Clorídrico Ag^+, Hg_2^{+2} e Pb^{+2} como Cloretos
2º Grupo de Cátions Grupo do Sulfeto de Hidrogênio Ácido Hg^{+2}, Pb^{+2}, Bi^{+3}, Cu^{+2}, Cd^{+2}, As (III), As (V), Sb (III), Sb (V), Sn^{+2} e Sn^{+4} (IV) como Sulfetos
3º Grupo de Cátions Grupo do Sulfeto de Hidrogênio Básico Ni^{+2}, Co^{+2}, Fe^{+2}, Fe^{+3}, Mn^{+2}, Zn^{+2} como Sulfetos Al^{+3} e Cr^{+3} Como Hidróxidos
4º Grupo de Cátions Grupo do Carbonato de Amônio Ca^{+2}, Sr^{+2} e Ba^{+2} como Carbonatos
5º Grupo de Cátions O Grupo Solúvel Na^+, K^+, Mg^{+2} e NH_4^+

Figura 2: Exemplo de Análise Sistemática de cátions



7 - ROTEIRO DE EXPERIMENTOS DE QUÍMICA ANALÍTICA QUALITATIVA



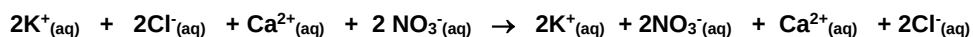
EXPERIMENTO 1: ENSAIOS DE PRECIPITAÇÃO E SOLUBILIDADE

a) INTRODUÇÃO

Não há como se equivocar quanto à ocorrência de muitas das reações químicas. A mudança de cor de verde para azul quando amônia aquosa é adicionada a um sal de níquel (II) é uma evidência visual de uma reação. Quando soluções incolores de nitrato de chumbo e iodeto de potássio são misturadas, podemos verificar a ocorrência de uma reação pela formação de placas amareladas de iodeto de chumbo. A liberação de amoníaco (NH_3) pela ação de hidróxido de sódio é uma evidência, irritante ao nariz, de que uma reação química se processou.

Quando não existem testemunhos visuais ou olfativos para uma reação, a sua ocorrência pode ser constatada através de um teste auxiliar. A neutralização do ácido láctico por hidróxido de sódio, por exemplo, não produz mudança visível de cor; entretanto, se estiver presente a fenolftaleína, um indicador ácido-base, o término da reação é assinalado pelo aparecimento da cor rósea do indicador. Podemos acompanhar esta e muitas outras reações usando células elétricas que respondam a variações de concentração de H^+ , Ag^+ ou de outros íons. Medidas de condutividade são sensíveis à presença de íons e podem ser empregadas para monitorar o progresso de uma determinada reação. Existem muitas outras propriedades físicas, semelhantes a essa, capazes de detectar a ocorrência de uma reação ao responder ao aparecimento ou ao desaparecimento de um íon.

Em alguns testes não ocorrem reações. Por exemplo, não ocorre nenhuma reação química quando soluções diluídas de cloreto de potássio e de nitrato de cálcio são misturadas. Podia-se imaginar uma troca de parceiros que resultasse na formação de nitrato de potássio e de cloreto de cálcio. No entanto, as propriedades da mistura são simplesmente aquelas dos íons potássio, nitrato, cálcio e cloreto, ligeiramente alteradas pelas interações a distância e não específicas entre eles. Tanto os sais originais quanto os produtos hipotéticos são solúveis e fortes eletrólitos, o que poderia nos tentar escrever:



Mas isto apenas mostra que as partículas são as mesmas em ambos os lados variando somente a ordem. Na verdade, não ocorreu qualquer variação. Nada de novo foi produzido. Os dois sais não reagem em solução diluída.

b) OBJETIVOS

- Observar a formação de precipitados (compostos insolúveis);
- Verificar a influência da temperatura, da adição de ácido e excesso de reagente precipitante nas reações químicas.

c) PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

MATERIAIS	REAGENTES
• 01 Centrífuga • 01 Estante de madeira • 02 Pegadores de madeira • 03 Pipetas de Pasteur • 01 Pisseta • 20 Tubos de ensaio de 10 mL	• Água destilada • AgNO_3 - 0,1 mol/L • CuSO_4 - 0,25 mol/L • KCl - 0,05 mol/L • K_2CrO_4 - 0,5 mol/L • HCl - 3 mol/L • HNO_3 - 16 mol/L (capela) • H_2SO_4 - 1mol/L • NaOH - 6 mol/L • $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ - 0,25 mol/L

OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário e na 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.

PROCEDIMENTO - 1

- Adicione 10 gotas de cada uma das soluções de AgNO_3 , $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, CuSO_4 e KCl em tubos de ensaio convenientemente identificados.
- Adicionar 5 gotas de HCl – 3 mol/L a cada tubo. Homogeneizar o conteúdo do mesmo, observar o fenômeno ocorrido e anotar as reações no espaço para anotações.
- Se ocorrer à formação de precipitados, deve-se lavá-los adequadamente com 10 gotas de água destilada, centrifugá-los e em seguida eliminar os sobrenadantes nos frascos dos resíduos químicos.
- Tratar os precipitados centrifugados com 10 gotas de água destilada e levá-los a ebulição por 2 minutos em um banho maria. Agite o tubo de ensaio durante o aquecimento. Observe se a solubilidade dos precipitados foi afetada em água quente.
- Quais precipitados foram formados?
- Quais as cores dos precipitados formados?
- O que você observou quando os precipitados formados foram aquecidos em água quente?

ESPAÇO PARA ANOTAÇÕES

OBSERVAÇÃO



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

PROCEDIMENTO - 2

- Adicione 10 gotas de cada uma das soluções de AgNO_3 , $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, CuSO_4 e KCl em tubos de ensaio convenientemente identificados.
- Adicionar 5 gotas de K_2CrO_4 – 0,5 mol/L a cada tubo. Homogeneizar o conteúdo do mesmo, observar o fenômeno ocorrido e anotar as reações no espaço para anotações.
- Se ocorrer à formação de precipitados, deve-se lavá-los adequadamente com 10 gotas de água destilada, centrifugá-los e em seguida eliminar os sobrenadantes nos frascos dos resíduos químicos.
- Tratar os precipitados centrifugados com 10 gotas de HNO_3 – 16 mol/L - (ácido nítrico). Agitar e observar se os precipitados foram solúveis ou não neste ácido forte e anotar os resultados.
- Quais precipitados foram formados?
- Quais as cores dos precipitados formados?
- O que você observou quando nos precipitados formados foi adicionado ácido nítrico concentrado (16 mol/L)?

ESPAÇO PARA ANOTAÇÕES

OBSERVAÇÃO



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

PROCEDIMENTO - 3

- Adicione 10 gotas de cada uma das soluções de AgNO_3 , $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, CuSO_4 e KCl em tubos de ensaio convenientemente identificados.
- Adicionar 5 gotas de NaOH – 6 mol/L a cada tubo. Homogeneizar o conteúdo do mesmo, observar o fenômeno ocorrido e anotar as reações abaixo.
- Se ocorrer à formação de precipitados, deve-se lavá-los adequadamente com 10 gotas de água destilada, centrifugá-los e em seguida eliminar os sobrenadantes nos frascos dos resíduos químicos.
- Tratar os precipitados centrifugados com 10 gotas de NaOH – 6 mol/L (hidróxido de sódio). Observar se os precipitados foram solúveis ou não nesta base forte e anotar o resultado.
- Quais precipitados foram formados?
- Quais as cores dos precipitados formados?
- O que você observou quando nos precipitados formados foi adicionado solução de NaOH 6 mol/L

ESPAÇO PARA ANOTAÇÕES

OBSERVAÇÃO



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

PROCEDIMENTO - 4

- Adicione 10 gotas de cada uma das soluções de AgNO_3 , $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, CuSO_4 e KCl em tubos de ensaio convenientemente identificados.
- Adicionar 5 gotas de H_2SO_4 – 1 mol/L a cada tubo. Homogeneizar o conteúdo do mesmo, observar o fenômeno ocorrido e anotar as reações abaixo.
- Se ocorrer à formação de precipitados, deve-se lavá-los adequadamente com 10 gotas de água destilada, centrifugá-los e em seguida eliminar os sobrenadantes nos frascos dos resíduos químicos.
- Tratar os precipitados centrifugados com 10 gotas de H_2SO_4 – 1 mol/L (ácido sulfúrico). Observar se os precipitados foram solúveis ou não neste ácido forte e anotar o resultado.
- Em qual teste ocorreu formação de precipitado?
- Qual a cor do precipitado?
- O precipitado formado é solúvel em excesso de H_2SO_4 ?

ESPAÇO PARA ANOTAÇÕES

OBSERVAÇÃO



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

d) QUESTÕES

- 1) O que você entende por precipitação? Por que é necessário lavar os precipitados? O que é o íon comum e como a presença deste interfere na solubilidade do ppt? Quais os tipos de ppt? Em uma reação de precipitação, um pequeno excesso do reagente precipitante é sempre desejável, por quê?
- 2) Considerando as técnicas de análise qualitativa semimicro, descreva como você poderá realizar o teste de acidez.
- 3) Mostre as reações de precipitação obtidas no Procedimento 1, inclusive indicando as cores dos produtos formados. Lembre-se que os estados físicos dos reagentes devem ser colocados.
- 4) No procedimento 1, o que ocorreu com os precipitados formados quando foi realizado o aquecimento?
- 5) Mostre as reações de precipitação obtidas no Procedimento 2, inclusive indicando as cores dos produtos formados. Lembre-se que os estados físicos dos reagentes devem ser colocados.
- 6) No Procedimento 2, o que ocorreu com os precipitados quando você adicionou 10 gotas de ácido nítrico concentrado (16 mol/L)? Mostre as reações.
- 7) Mostre as reações de precipitação obtidas no Procedimento 3, inclusive indicando as cores dos produtos formados. Lembre-se que os estados físicos dos reagentes devem ser colocados.
- 8) No Procedimento 3, o que ocorreu com os precipitados quando você adicionou 10 gotas de hidróxido de sódio (6 mol/L)? Mostre as reações.
- 9) Mostre as reações de precipitação obtidas no Procedimento 4, inclusive indicando as cores dos produtos formados. Lembre-se que os estados físicos dos reagentes devem ser colocados.
- 10) No Procedimento 4, o que ocorreu com o precipitado quando você adicionou 10 gotas de ácido sulfúrico (1 mol/L)?
- 11) O que ocorreu quando você colocou no tubo de ensaio a solução contendo o íon potássio e adicionou individualmente, soluções de ácido clorídrico (HCl), hidróxido de sódio (NaOH), ácido nítrico (HNO₃) e ácido sulfúrico (H₂SO₄)?
- 12) Escreva todas as equações químicas geral, iônica e iônica representativa de todos os precipitados formados no experimento.



EXPERIMENTO 2: IDENTIFICAÇÃO DOS CÁTIONS DO GRUPO I

a) INTRODUÇÃO

Os cátions do grupo I são: chumbo ($2+$), mercúrio ($1+$) e prata. Eles são precipitados como cloretos insolúveis pela adição de pequeno excesso de ácido clorídrico. Embora se assemelhem quanto à formação de cloreto insolúveis, em outras reações os íons apresentam uma interessante diversidade de comportamento. Assim, depois que o grupo se precipita, torna-se fácil isolar e identificar os íons, através de suas características mais específicas.

O cloreto mercurioso (Hg_2Cl_2) é o menos solúvel dos três cloretos formados. O cloreto de chumbo (PbCl_2) é o mais solúvel desse grupo em solução aquosa, sendo, por isso, considerado um precipitado ligeiramente ou moderadamente solúvel. A sua solubilidade aumenta rapidamente com o incremento da temperatura, o que não acontece com os outros dois cloretos, AgCl e Hg_2Cl_2 . Portanto, o PbCl_2 pode ser separado dos outros dois precipitados por aquecimento do sistema com água e remoção do centrifugado.

Os íons Ag^+ e Pb^{2+} tem configurações eletrônicas estáveis que não sofrem excitação pela radiação de baixa energia da luz visível. Os íons e os seus compostos são, em razão disso, incolores. O íon monoatômico mercúrio (I) Hg^+ , se existisse, deveria apresentar um elétron de valência $6s$ desemparelhado. Um íon mais estável é obtido emparelhando-se os elétrons de valência de dois destes íons resultando em $^+\text{Hg}:\text{Hg}^+$ ou Hg_2^{2+} . Esta configuração eletrônica também corresponde a um íon incolor e a compostos incolores.

b) OBJETIVOS

- Identificação os cátions do grupo I - Ag^+ , Pb^{2+} e Hg_2^{2+} ;
- Pesquisar as principais reações químicas envolvendo esses cátions.

c) PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

MATERIAIS	REAGENTES
• 01 Centrífuga • 01 Estante de madeira • 02 Pegadores de madeira • 03 Pipetas de Pasteur • 01 Pisseta • 20 Tubos de ensaio de 10 mL	• Água destilada • AgNO_3 - 0,1 mol/L • Fenolftaleína 0,5% • HCl - 3 mol/L • $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ - 0,05 mol/L • HNO_3 - 6 mol/L • K_2CrO_4 - 0,5 mol/L • NH_4OH - 15 mol/L (capela) • $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ - 0,25 mol/L

OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário e na 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.

ATENÇÃO!!!

Na identificação dos cátions do grupo I não será realizado teste com o íon mercúrio I. No entanto, todas as reações envolvidas deverão ser consideradas de forma teórica.

d) QUESTOES

- 1) Faça uma pesquisa nos livros da biblioteca e na internet sobre os elementos chumbo, mercúrio e prata.
- 2) Porque o cloreto de chumbo é mais solúvel do que os cloretos de prata e mercúrio (I)?
- 3) Uma solução contendo um íon desconhecido origina um precipitado branco ao ser tratado com HCl. Com adição de $\text{NH}_3(\text{aq})$ o precipitado é dissolvido e quando adicionado ao meio, um ácido forte, o precipitado volta a se formar novamente. Qual o íon desconhecido? Explique a sua resposta e mostre todas as reações.
- 4) Descreva qual a implicação que ocorre no procedimento analítico do Grupo I de cátions, se após a adição de HCl diluído e aquecimento, a solução é deixada resfriar à temperatura ambiente, antes de ser centrifugada?
- 5) Porque é preferível utilizar solução de ácido clorídrico diluído e não sais de cloreto para precipitar os íons do grupo I?
- 6) Em uma amostra desconhecida foi adicionado HCl 3 mol/L, observando-se a formação de um precipitado. Quais os possíveis cátions presentes nesta amostra? Dentre estes, qual o solúvel em água quente e de que forma essa propriedade é usada na análise do grupo?
- 7) Por que um leve excesso de HCl é usado na precipitação do 1º grupo de cátions, enquanto um grande excesso deve ser evitado?
- 8) Explicar por que o AgCl dissolve-se em meio amoniacal e reprecipita quando HNO_3 é adicionado.
- 9) Qual a influencia da temperatura sobre os cátions do 1º grupo?
- 10) Escreva as Equações geral, iônica e iônica representativa das reações envolvendo as soluções dos compostos AgNO_3 , $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ e $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ com HCl - 3 mol/L.

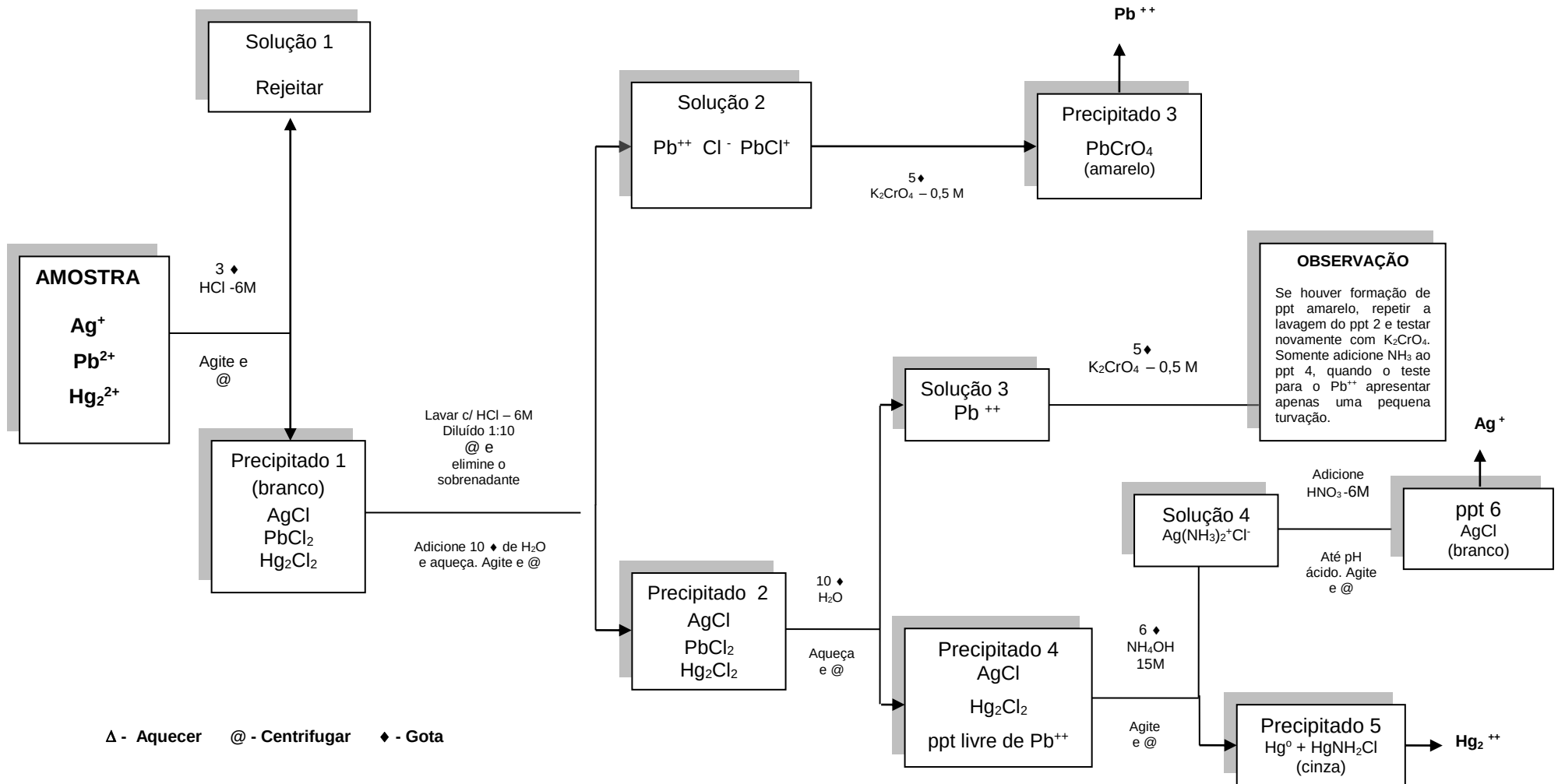
ESPAÇO PARA ANOTAÇÕES

OBSERVAÇÃO



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

GRUPO I





EXPERIMENTO 3: IDENTIFICAÇÃO DOS CÁTIOS DO GRUPO IV

a) INTRODUÇÃO

Esse grupo é constituído pelos cátions que não precipitam pelo íon cloreto, nem pelo íon sulfeto em meio ácido ou alcalino, mas precipitam como carbonatos. São eles: Ca^{2+} , Sr^{2+} e Ba^{2+} .

Os membros desse grupo configuram uma situação incomum em relação aos outros grupos da análise sistemática, pois pertencem a um mesmo grupo da Tabela Periódica. Esta relação é uma desvantagem para a química analítica, já que é muito difícil separá-los e identificá-los. Os produtos de solubilidade apresentam valores muito próximos e torna-se necessário recorrer a testes de chama, os quais, sendo propriedade dos átomos, são absolutamente específicos e confiáveis.

b) OBJETIVOS

- Identificar os cátions do Grupo IV - Ca^{2+} , Sr^{2+} e Ba^{2+} ;
- Pesquisar as principais reações químicas envolvendo esses cátions.

c) PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

MATERIAIS	REAGENTES
• 01 Bastão de vidro • 01 Cápsula de porcelana • 01 Centrífuga • 01 Estante de madeira • 02 Pegadores de madeira • 03 Pipetas de Pasteur • 01 Pisseta • 20 Tubos de ensaio de 10 mL	• Água destilada • BaCl_2 - 0,25 mol/L • CaCl_2 - 0,5 mol/L • CH_3COOH - 6 mol/L • Fenolftaleína (0,5%) • HCl - 6 mol/L • HNO_3 - 6 mol/L • HNO_3 - 16 mol/L (capela) • H_2SO_4 - 1 mol/L • K_2CrO_4 - 0,5 mol/L • Na_2CO_3 - 2 mol/L • NaOH - 6 mol/L • $\text{NH}_4\text{CH}_3\text{COO}$ - 3 mol/L • NH_4Cl - 6 mol/L • NH_4OH - 15 mol/L (capela) • $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ - 0,2 mol/L • SrCl_2 - 0,25 mol/L • Trietanolamina

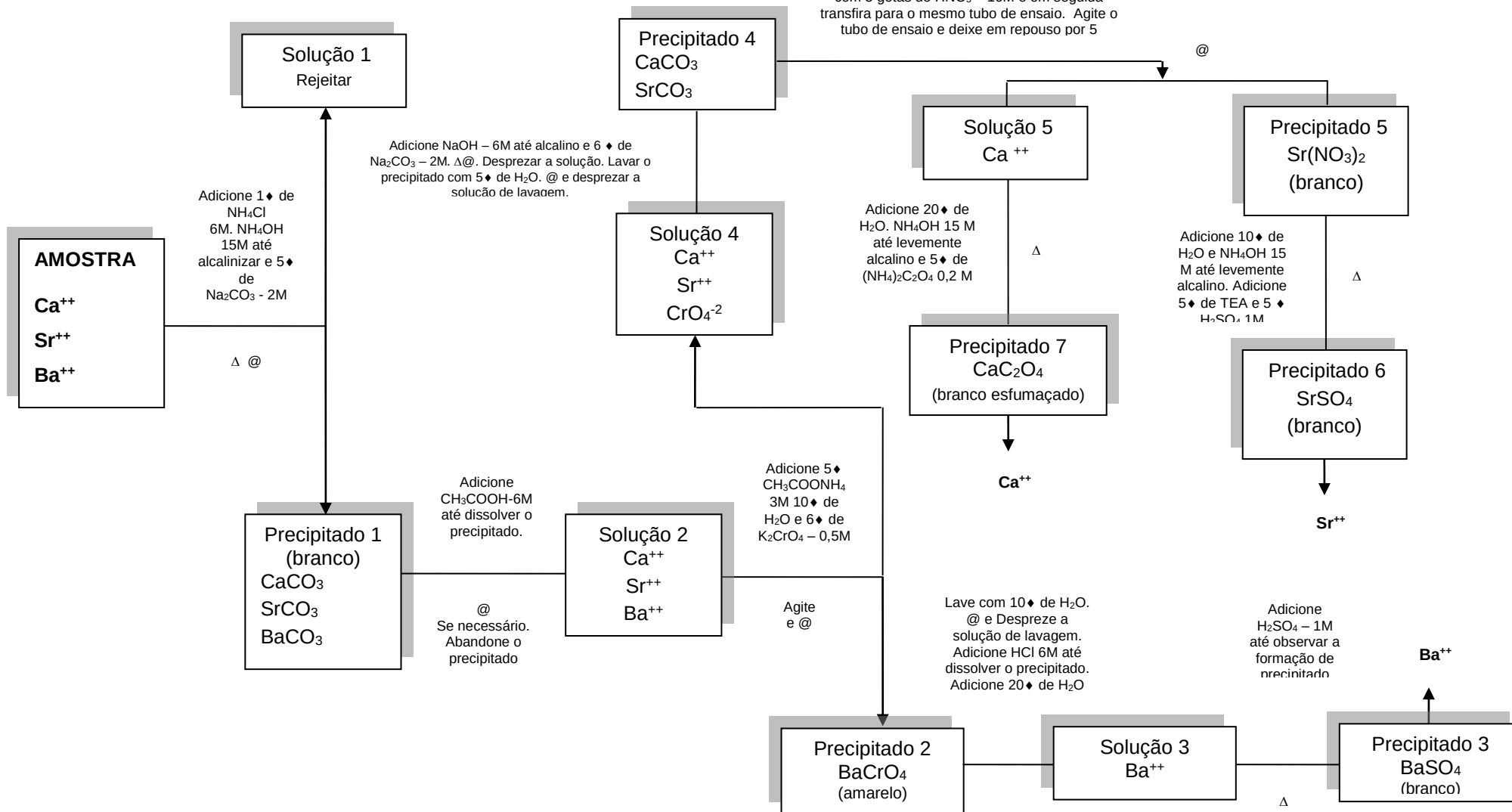
OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário e na bancada do seu grupo, consta todos os materiais necessários para a realização do experimento. Caso isso não ocorra, registre no caderno de ocorrências do laboratório.

d) QUESTÕES

- 1) Faça uma pesquisa nos livros da biblioteca e na internet sobre os elementos cálcio, estrôncio e bário.
- 2) Escreva as equações químicas geral, iônica e iônica representativa envolvendo as reações de precipitação para:
 - a) Cloreto de cálcio e carbonato de sódio
 - b) Cloreto de estrôncio e carbonato de sódio
 - c) Cloreto de bário e carbonato de sódio
- 3) O que ocorre quando após a formação dos carbonatos de cálcio, estrôncio e bário são adicionadas gotas de solução de ácido acético (CH_3COOH) – 6 mol/L. Mostre todas as equações químicas indicativas dessas reações. Não esqueçam de colocar os estados físicos.
- 4) Após a formação da solução 2, adiciona-se 5 gotas da solução de acetato de amônio, $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ - 3 mol/L e 6 gotas da solução de cromato de potássio (K_2CrO_4) – 0,5 mol/L, sendo observado a formação de um precipitado amarelo brilhante. Que composto é esse? Mostre a reação química.
- 5) Pesquise nos livros da biblioteca da sua universidade a constante do produto de solubilidade (K_{ps}) para os compostos: CaCrO_4 , SrCrO_4 e BaCrO_4 . Qual o composto mais insolúvel?
- 6) Após a formação da solução 4, adicionou-se uma solução de hidróxido de sódio – NaOH 6 mol/L – até alcalinizar o meio. Como você realizou o teste de acidez? . Na sequência, adicionou-se uma solução de Na_2CO_3 2 mol/L. Que compostos foram formados? Mostre as reações químicas.
- 7) Porque foi necessário realizar o procedimento descrito a seguir: **"Adicione HNO_3 – 6M até dissolver o precipitado. Transfira para um cadinho de porcelana, evapore à secura e resfrie. Adicione 5♦ de HNO_3 16M e transfira para um tubo de ensaio seco. Lave o cadinho com 5 gotas de HNO_3 – 16M e em seguida transfira para o mesmo tubo de ensaio. Agite o tubo de ensaio e deixe em repouso por 5 minutos"**
- 8) Qual o objetivo da utilização da Trietanolamina nesse experimento?
- 9) Como o íon cálcio é identificado no final da análise sistemática dos cátions do grupo IV. Mostre a reação química, demonstrando as equações geral, iônica e iônica representativa.
- 10) O que você entendeu sobre a identificação dos cátions do grupo IV?

GRUPO IV

Adicione HNO_3 – 6M até dissolver o precipitado. Transfira para um cadinho de porcelana, evapore à secura e resfrie. Adicione 5♦ de HNO_3 16M e transfira para um tubo de ensaio, lave o cadinho com 5 gotas de HNO_3 – 16M e em seguida transfira para o mesmo tubo de ensaio. Agite o tubo de ensaio e deixe em repouso por 5



Δ - Aquecer

@ - Centrifugar

TEA – Trietanolamina

ESPAÇO PARA ANOTAÇÕES

OBSERVAÇÃO



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

8 - GENERALIDADES SOBRE A QUÍMICA ANALÍTICA QUANTITATIVA

Essa etapa de experimentos está baseado 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 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.

8.1 - 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.

8.1.1 - 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
Polietileno	150	-	Agredidas somente por solventes orgânicos
Poliestireno	70	-	Agredidas somente por solventes orgânicos
Teflon	250	-	Inerte

8.1.2 - 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.

8.1.3 - 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 a Tabela 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 °C. A capacidade de retenção destes dispositivos são indicados pelos fabricantes e não devem ser utilizados para o manuseio de substâncias alcalinas, especialmente quando quentes.

8.1.4 - Dessecadores e Dessecantes

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

8.1.5 - 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.

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 QA 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.

8.1.6 - 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.

8.1.7 – 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.

8.1.8 – 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 pode 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) ou solução de etanolato de sódio ou potássio. 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).

8.1.9 - 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 em 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.

9 - ROTEIRO DE EXPERIMENTOS DE QUÍMICA ANALÍTICA QUANTITATIVA



EXPERIMENTO 4: AFERIÇÃO DE MATERIAL VOLUMÉTRICO

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. Consequentemente, 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*			
		Volume, mL	
Temperatura, T , °C	Em T	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	$\pm 0,02$
10,00	$\pm 0,02$
25,00	$\pm 0,03$
50,00	$\pm 0,05$
100,00	$\pm 0,08$
250,00	$\pm 0,12$
500,00	$\pm 0,20$
1000,00	$\pm 0,30$
2000,00	$\pm 0,50$

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
• 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	• Água destilada

OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário e na 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 escoa-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.



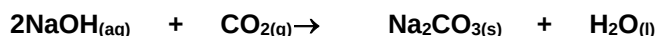
EXPERIMENTO 5: PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DA SOLUÇÃO DE NaOH 0,1 mol/L UTILIZANDO BIFTALATO DE POTÁSSIO 0,05 mol/L

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 $[\text{HKC}_6\text{H}_4(\text{COO})_2]$ 0,05 mol/L;
- Padronizar a solução de hidróxido de sódio (NaOH).

c) PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

MATERIAIS	REAGENTES
• 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	• NaOH granulado P.A • Biftalato de potássio P.A • Fenolftaleína 0,5 %

OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário e na 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 CO_2 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 BIFTALATO 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.



EXPERIMENTO 06: DETERMINAÇÃO DE ÁCIDO ACÉTICO EM VINAGRE COMERCIAL

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
• 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	• Fenolftaleína 0,5% • Solução de NaOH padronizada • Vinagre comercial branco

OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário e na 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.



EXPERIMENTO 07: DETERMINAÇÃO DA ACIDEZ TOTAL EM VINHOS COMERCIAIS (BRANCO OU TINTO)

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
• 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	• Fenolftaleína 0,5 % • Solução de NaOH padronizada • Vinho branco ou tinto

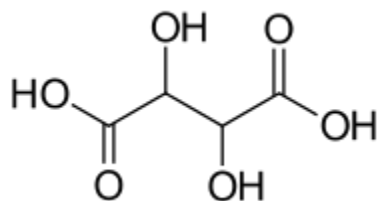
OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário e na bancada do seu grupo, consta todos os materiais necessários para a realização do experimento. Caso isso não ocorra, registre no caderno de ocorrências do laboratório.

- 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 $C_2H_4O_2(COOH)_2 = 150,087 \text{ g/mol}$).
- 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.

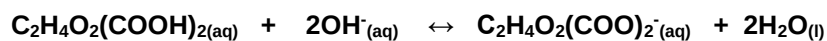
Quadro 1: Informações do volume de NaOH utilizado na titulação

Amostras	Volume de NaOH (mL)
1	
2	
3	

Figura 1: Estrutura química do ácido tartárico ($C_4H_6O_6$)



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

OBSERVAÇÃO



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



EXPERIMENTO 8: DETERMINAÇÃO DA ACIDEZ TOTAL TITULÁVEL EM REFRIGERANTES DE LIMÃO

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
• 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	• Fenolftaleína 0,5 % • Solução de NaOH padronizada • Refrigerante de limão

OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário e na 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.

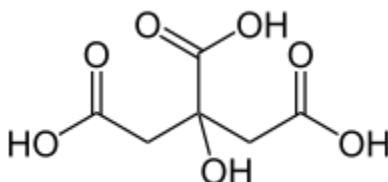
- Agite mecanicamente ou aqueça a amostra de refrigerante para eliminação do $\text{CO}_{2(g)}$ e deixe esfriar.

- 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 $C_6H_8O_7 = 192,123 \text{ g/mol}$). 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.

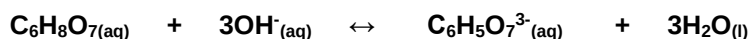
Quadro 1: Informações do volume de NaOH utilizado na titulação

Amostras	Volume de NaOH (mL)
1	
2	
3	

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



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.



EXPERIMENTO 9: PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DA SOLUÇÃO DE ÁCIDO CLORÍDRICO (HCl) 0,1 mol/L

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
• 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	• Alaranjado de metila 1,0% • HCl concentrado P.A • Carbonato de sódio P.A

OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário e na 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

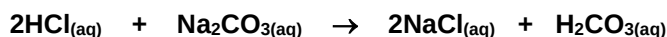
- Pesar, com máxima exatidão 0,2650 g de carbonato de sódio anidro PA, previamente dessecado a 200 °C durante 1 hora.
- Transferir para um béquer de 100 mL, dissolver bem com água destilada, em seguida, transferir para um balão volumétrico de 50 mL evitando qualquer perda. Faça lavagens

no b quer com pequenas por  es de  gua destilada e coloque no bal o. Em seguida fa a a aferi  o.

- Ap s a aferi  o, homogene ze a solu  o e armazene em um frasco de vidro e rotule com as seguintes informa  es: Nome da solu  o, concentra  o, data e os respons veis (constituintes do grupo).

PADRONIZA  O DA SOLU  O DE  CIDO CLOR DRICO 0,1 mol/L UTILIZANDO SOLU  O PADR O DE Na CO  0,05 mol/L

- Utilizando uma pipeta volum trica, me a 10 mL da solu  o de Na CO  0,05 mol/L, exatamente medidos, e transfere 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  cido fica com cor avermelhada.
- Colocar na bureta a solu  o de HCl 0,1 mol/L a ser padronizado, tendo o cuidado de lavar a bureta com pequena por  o de HCl e n o deixar bolhas de ar no bico da vidraria. Gotejar o  cido no erlenmyer agitando-se constantemente. O HCl em contato com o carbonato dar  a seguinte rea  o qu mica:



- Gotejar HCl at  que a colora  o comece a desviar da inicial; o ponto de equival ncia ainda n o foi alcan ado. A presen a de H CO  ( cido carb nico) na rea  o antecipa o ponto final, se deve ent o ferver a solu  o durante dois minutos com a finalidade de decompor o  cido carb nico em H O e CO .
- Esfriar a solu  o em  gua corrente e continuar a titula  o at  que a colora  o comece a desviar para um vermelho. Anotar no Quadro 1, o volume de HCl gasto e repetir o procedimento por mais duas vezes. Calcular a concentra  o molar do HCl.

OBS: antes de qualquer titula  o, a bureta deve ser lavada e enxaguada com por  es de  gua destilada e da solu  o que ser  usada na titula  o (rinsagem). As titula  es devem ser conduzidas gota a gota e em constante agita  o. As titula  es devem sempre ser efetuadas no m nimo em duplicatas e encontrar a concentra  o a partir da m dia das concentra  es encontradas para cada amostra. Os frascos de armazenagem devem ser sempre lavados e, posteriormente rinsados com por  es das solu  es.

Quadro 1: Informa  es do volume de HCl utilizado na titula  o

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



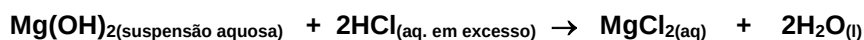
EXPERIMENTO 10: DETERMINAÇÃO DO TEOR DE HIDRÓXIDO DE MAGNÉSIO - $\text{Mg}(\text{OH})_2$ NO “LEITE DE MAGNÉSIA”

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.

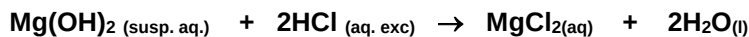
O hidróxido de magnésio é uma substância pouco solúvel em água, cuja solubilidade é cerca de 9 mg por litro de água a 18 °C.

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
• 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	• Leite de magnésia • Solução de fenolftaleína 1% • Solução de HCl padronizada • Solução de NaOH padronizada

OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário e na 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 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 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 $\text{Mg}(\text{OH})_2$, presente na amostra analisada.
- 5) Determine a porcentagem em massa do $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 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.



EXPERIMENTO 11: DETERMINAÇÃO DO TEOR DE CLORETO EM ÁGUA POTÁVEL E DA PUREZA DO SAL DE COZINHA UTILIZANDO O MÉTODO DE MOHR

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 de 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
• 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	• 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 e na 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 erlenmyer, 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:

$V = V_1 - V_2$, 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	

- Expresse 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

OBSERVAÇÃO



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



EXPERIMENTO 12: DETERMINAÇÃO DE CLORETO EM AMOSTRA COMERCIAL DE SORO FISIOLÓGICO PELO MÉTODO DE MOHR

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 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 *cúti*s. 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 ferimentos. 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
• 01 Béquer de 100 mL • 01 Bureta de 25 mL • 03 Erlenmyers de 125 mL • 01 Pipeta volumétrica de 10 mL • 01 Pera de borracha • 01 Pipetador • 01 Pisseta • 01 Proveta de 50 mL	• 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 e na 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.
- 4) Ocorreu algum problema durante a realização do experimento?

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 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. Consequentemente, 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
• 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	• 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 e na 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 ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), MM = 372,24 g mol/L, reagente quimicamente puro seco por duas horas em estufa a 130 – 150 °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 °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 CaCO_3 , 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 CaCO_3 . Observe o Quadro abaixo e classifique a água analisada.

Quadro 3: GRAU DE DUREZA TOTAL DA ÁGUA EM mg/L de CaCO_3

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 CaCO_3 , 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?
- 8) Ocorreu algum problema durante a realização do experimento?

ESPAÇO PARA CÁLCULO

OBSERVAÇÃO



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



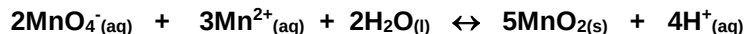
EXPERIMENTO 14: PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DA SOLUÇÃO DE KMnO_4 0,02 mol/L E DETERMINAÇÃO DO TEOR DE PERÓXIDO DE HIDROGÊNIO (H_2O_2) EM AMOSTRA DE ÁGUA OXIGENADA COMERCIAL

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 (H_2O_2). 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 (KMnO_4);
- Determinar o teor de peróxido de hidrogênio (H_2O_2) em água oxigenada comercial.

c) PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

MATERIAIS	REAGENTES
• 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 Erlenmeyers 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	• Ácido sulfúrico 1:5 • Água oxigenada – Volume 10 • Lã de vidro • Oxalato de sódio • Permanganato de potássio

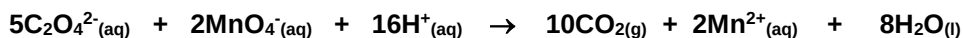
OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário e na bancada do seu grupo, consta todos os materiais necessários para a realização do experimento. Caso isso não ocorra, registre no caderno de ocorrências do laboratório.

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.

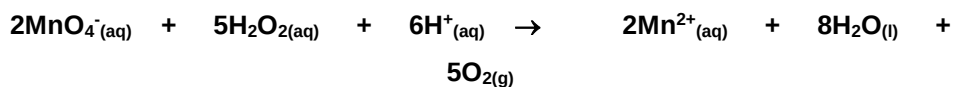
Quadro 1: Volume gasto de KMnO_4

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.
- 4) Ocorreu algum problema durante a realização do experimento?

ESPAÇO PARA ANOTAÇÕES

OBSERVAÇÃO



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

10 - ROTEIRO DE EXPERIMENTOS DE QUÍMICA ANALÍTICA INSTRUMENTAL



EXPERIMENTO 15: POTENCIOMETRIA DIRETA: DETERMINAÇÃO DE pH EM AMOSTRAS LÍQUIDAS, PASTOSAS, SÓLIDAS E SUSPENSÕES

a) INTRODUÇÃO

Os métodos potenciométricos de análises baseiam-se na medida do potencial de células eletroquímicas, sem o consumo apreciável de corrente. Há cerca de um século, as técnicas potenciométricas tem sido utilizadas para localizar o ponto final em titulações. Em métodos mais recentes, as concentrações de espécies iônicas são medidas diretamente a partir do potencial de eletrodos de membranas seletivas a íons. Esses eletrodos são relativamente livres de interferência e representam uma forma rápida, conveniente e não destrutiva de se determinar quantitativamente inúmeros cátions e ânions importantes

Os analistas realizam mais medidas potenciométricas do que, talvez, qualquer outro tipo de medida química instrumental. O número de medidas potenciométricas feitas diariamente é surpreendente. Os fabricantes medem o pH de muitos produtos comerciais; os laboratórios clínicos determinam gases sanguíneos como importantes indicadores no diagnóstico de doenças; os efluentes industriais e municipais são continuamente monitorados para determinar o pH e a concentração de poluentes; os oceanógrafos determinam o dióxido de carbono e outras propriedades relacionadas em água do mar. Medidas potenciométricas também são empregadas em estudos fundamentais para se determinar constantes de equilíbrio termodinâmicas, tais como K_a , K_b e K_{ps} . Esses exemplos são apenas alguns poucos das milhares de aplicações das medidas potenciométricas.

O equipamento empregado nos métodos potenciométricos é simples e barato e inclui um eletrodo de referência, um eletrodo indicador e um dispositivo de medida do potencial.

b) OBJETIVOS

- Aprender a calibrar e manusear um pHmetro;
- Identificar os elementos que compõem um eletrodo de vidro para medidas de pH;
- Aprender a realizar medidas diretas de pH a partir de amostras líquidas, pastosas, sólidas e suspensões;

c) PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

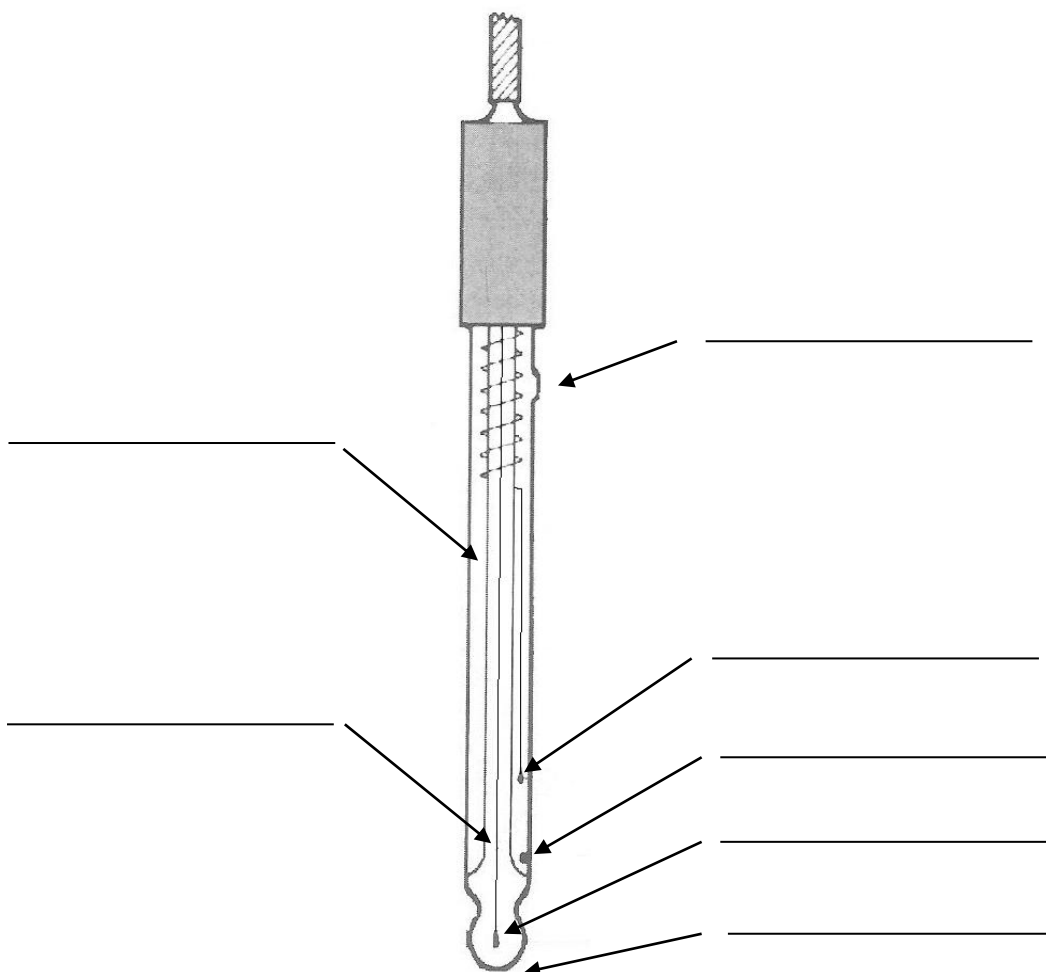
MATERIAIS	REAGENTES
• 02 Béqueres de 100 mL • 01 Eletrodo de vidro combinado para medidas de pH • 01 pHmetro • 01 Pisseta	• Amostras de água destilada, água mineral, água de consumo humano, leite, refrigerante, café, vinagre, sabão líquido, polpa de fruta, etc. • Soluções tampão para calibrar o pHmetro (pH = 4,00 e pH 7,00)

OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário e na 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.

MANUSEIO DO pHMETRO E IDENTIFICAÇÃO DE SUAS PARTES

1. Obtenha informações de como operar o pHmetro (consultar o manual ou o professor). Procure saber: como ligá-lo, como calibrá-lo, como realizar as medidas de pH e quais são os cuidados no seu manuseio, os cuidados com o eletrodo de vidro, etc.
2. Identifique as seguintes partes do eletrodo de vidro combinado: (1) membrana de vidro; (2) membrana de junção; (3) eletrodo de referência interno (3) eletrodo de referência externo (4) sensor de temperatura (5) o orifício para preenchimento com solução de KCl (6) compartimento do KCl; e (7) compartimento da solução de referência interna (HCl). Após esta identificação, preencha os espaços em branco indicados na Figura 1.

Figura 1 - Elementos de um eletrodo combinado de membrana de vidro para medidas de pH



MEDIDAS DE pH EM AMOSTRAS LÍQUIDAS HOMOGÊNEAS

- Após calibrar o equipamento com as duas soluções padrão, lave o eletrodo e o sensor de temperatura com água destilada ou deionizada e seque-o cuidadosamente;
- Para produtos líquidos que são homogêneos, claros e não contêm gás dissolvido (xaropes, sucos, vinhos, águas, etc.), coloque as amostras em um béquer e mergulhe o eletrodo de vidro e o sensor de temperatura na amostra de forma a garantir que a membrana de junção esteja completamente submersa na solução. Aguarde a estabilização da leitura e anote a medida de pH;
- Para produtos líquidos com gás carbônico dissolvido (cervejas, refrigerantes, água mineral gaseificada, etc.), submetê-los a agitação ou sonicação para eliminar o gás. O CO_2 , em solução, forma o ácido carbônico e abaixa o pH além de promover a desestabilização das medidas fazendo-as flutuar muito;

OBSERVAÇÕES

- Antes de iniciar as medidas de pH desbloqueie o orifício do compartimento de KCl para se estabelecer o equilíbrio com a pressão atmosférica e assegurar fluxo uniforme da solução de enchimento;
- Produtos com alto teor alcoólico deve demandar um tempo maior para estabilizar a leitura;
- Para assegurar a hidratação da membrana eletroativa, quando o eletrodo de vidro não estiver sendo usado por longo tempo, deve ser mantido em solução de KCl 3 mol/L em uma capa plástica apropriada para não ocorrer evaporação da água e cristalização do KCl;
- O eletrodo deve ser lavado com água destilada entre uma amostra e outra para não haver contaminação e interferência nas medidas.

MEDIDAS DE pH EM AMOSTRAS EM FORMA DE SUSPENSÃO

- Suspensões estáveis (leites, xampus, iogurtes, etc.) ou instáveis (alguns sucos de frutas, alguns medicamentos de administração oral, etc.) devem ser agitadas para misturar a parte decantada ou garantir uma maior homogeneidade das amostras. Isto proporcionará resultados concordantes, já que as partículas podem apresentar pH diferente da fase líquida.
- Coloque a amostra em um béquer de forma a garantir que a membrana de junção seja coberta;
- Usando baqueta e agitador magnético, promova a agitação e homogeneização da amostra e mergulhe o eletrodo de vidro (CUIDADO! Assegure que a baqueta não atinja o eletrodo quebrando-o);

- Espere a leitura se estabilizar e anote o valor de pH medido para a amostra;
- Lava bastante o eletrodo até garantir a remoção dos resíduos da amostra.

OBSERVAÇÕES

- Após medições de pH em meios contendo altos teores de proteínas (ex: leite), imergir o eletrodo em solução de pepsina 5% em HCl 0,1 mol/L e em seguida lavar abundantemente com água;
- Medições realizadas em meios contendo íons sulfeto, brometo e iodeto ocasionam precipitação de compostos de prata no diafragma (perceptível pelo seu escurecimento). Para limpar a membrana do eletrodo, coloque-o por uma hora em solução de tiouréia 7% ligeiramente acidificada (HCl 0,1 mol/L). Posteriormente, deve-se lavar exaustivamente o eletrodo com água destilada e trocar o eletrólito de referência;
- Diafragmas contaminados com produtos orgânicos ou com gordura devem ser limpos com solventes apropriados (benzina ou acetona) e/ou detergente. Em seguida o eletrodo deve ser exaustivamente lavado com água destilada.

MEDIDAS DE pH EM AMOSTRAS SÓLIDAS SECAS

Para medir o pH de amostras sólidas e secas (farinhas, biscoitos, solos, grãos, partes secas de vegetais, etc.) deve-se preparar um extrato com suspensão de uma massa estabelecida da amostra em um volume estabelecido de água. A massa da amostra e o volume de água utilizado no preparo do extrato devem ser informados ao se apresentar os resultados da medição, para que outros profissionais consigam reproduzi-los, pois a mesma massa da amostra pode apresentar valores de pH diferentes em diversas razões de diluição.

- Triture, com pistilo e grau, a amostra sólida e pese cerca de 10 g em um béquer e acrescente 100 mL de água deionizada;
- Submeta a amostra à agitação magnética por cerca de 2 minutos e, em seguida, deixe em repouso para haver a decantação;
- Introduza o eletrodo de vidro no líquido sobrenadante após a decantação, espere a leitura de pH estabilizar e anote o resultado.

MEDIDAS DE pH EM AMOSTRAS PASTOSAS

Amostras pastosas devem ser homogeneizadas antes de se realizar as medidas de pH. Adicionalmente, os produtos sólidos, mas com bastante umidade (queijos, frutas, carnes, etc.) devem ser processados de forma a se transformar em uma pasta homogênea. O eletrodo é então introduzido dentro dessa massa pastosa de forma a garantir que a membrana de junção seja também encoberta.

- Triture a amostra fornecida pelo professor (ex: tomate, maçã) em um liquidificador sem utilizar água até obter uma pasta mais homogênea possível;
- Transfira a pasta obtida para um béquer e introduza o eletrodo de vidro previamente calibrado. Espere a leitura se estabilizar e anote o pH da amostra;
- Ao final da prática, lave o eletrodo e guarde-o com a membrana mergulhada em uma solução saturada com KCl.

d) QUESTÕES

- 1) Por que o eletrodo utilizado para medidas de pH é caracterizado como um eletrodo combinado?
- 2) Por que é importante assegurar que a membrana de vidro do eletrodo esteja hidratada? Caso ela não esteja hidratada, como deve-se proceder para realizar a hidratação?
- 3) Explique o que é o erro ácido e o erro alcalino (ou erro do sódio). Alguns dos valores obtidos pela determinação do pH das amostras analisadas nesta prática são susceptíveis a estes tipos de erros?
- 4) Quais são os cuidados gerais que se deve ter no uso, manutenção e recuperação dos eletrodos para medida de pH?

Anote no espaço a seguir todos os valores obtidos para as amostras analisadas e faça as suas anotações e observações.

ESPAÇO PARA ANOTAÇÕES

OBSERVAÇÃO



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



EXPERIMENTO 16: TITULAÇÕES POTENCIOMÉTRICAS DE NEUTRALIZAÇÃO

a) INTRODUÇÃO

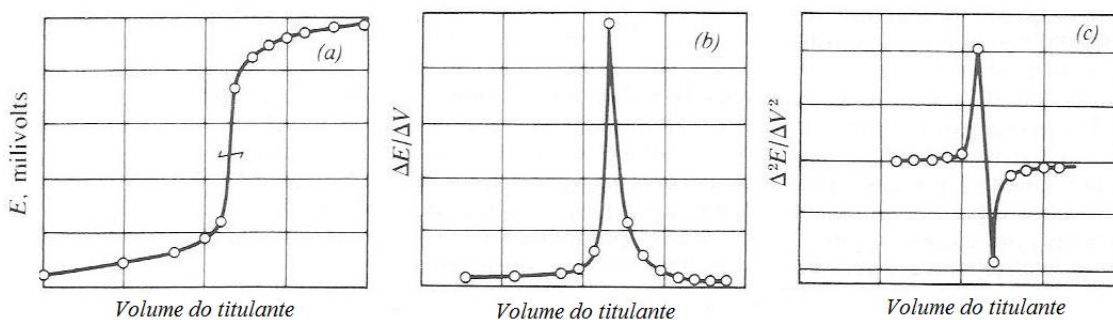
A titulação potenciométrica é um método volumétrico em que o potencial entre dois eletrodos é medido (eletrodo de referência e indicador) como função do reagente adicionado.

As titulações potenciométricas são preferidas às titulações manuais, pois são mais precisas. São também mais facilmente adaptáveis a automação, em que os sistemas de titulação automáticos podem processar volumes de amostra maiores com o mínimo de envolvimento do analista.

Quando uma titulação potenciométrica é realizada, o interesse é direcionado sobre alterações no potencial (E) de uma célula eletrolítica quando um titulante de concentração conhecida é adicionado a uma solução de concentração desconhecida. O método pode ser aplicado a todas as reações titrimétricas desde que a concentração de pelo menos uma das substâncias envolvidas possa ser seguida por meio de um eletrodo indicador adequado. A curva de titulação pode ser seguida ponto a ponto, traçando no eixo das ordenadas o E ou pH versus o volume do titulante adicionado.

Na Figura 1 são apresentadas curvas representativas de titulação, 1ª. derivada e 2ª. derivada.

Figura 2: (a) Curva de Titulação (b) 1ª. Derivada da curva de Titulação (c) 2ª. derivada da curva de Titulação



b) OBJETIVOS

- Aprender a realizar titulações potenciométricas na determinação do teor de uma substância em uma amostra;
- Aprender a fazer gráficos de titulação potenciométrica para localização do ponto final usando-se uma planilha eletrônica;

- Determinar a concentração de uma solução de ácido clorídrico por titulação potenciométrica de neutralização;
- Determinar o teor de ácido acético no vinagre por titulação potenciométrica.

c) PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

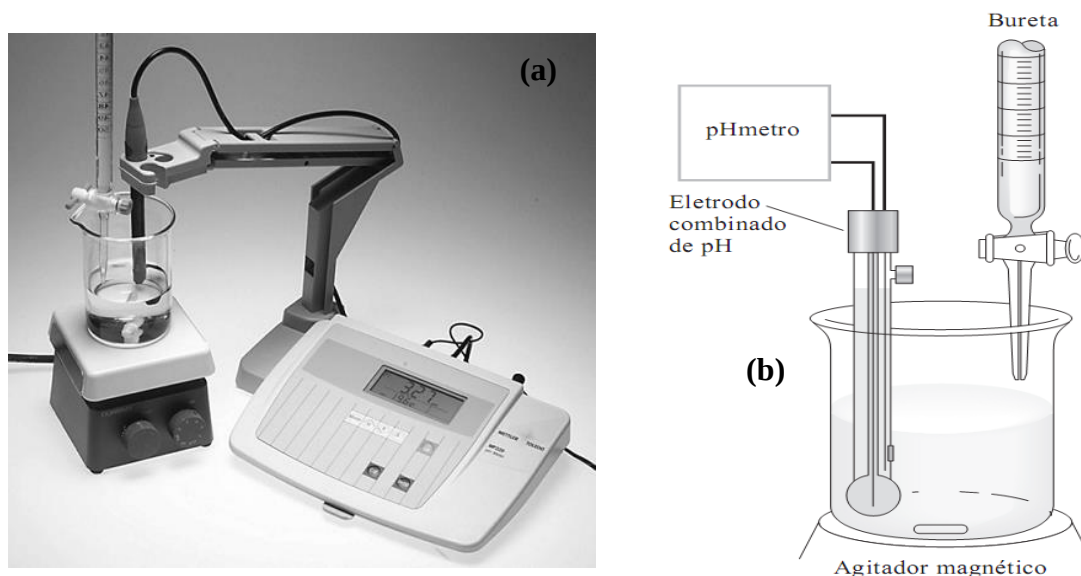
MATERIAIS	REAGENTES
• Agitador magnético • Barra magnética • 01 Béquer de 250 mL • 02 Béqueres de 100 mL • 01 Bureta de 25 mL • 01 Eletrodo de vidro combinado para medidas de pH • 01 Pipeta graduada de 5 mL • 01 Pipeta volumétrica de 10 mL • 01 pHmetro • 01 Pisseta	• Amostra de vinagre • Solução de ácido clorídrico 0,1 mol/L • Solução padrão de NaOH 0,1 mol/L • Soluções tampão para calibrar o pHmetro (pH = 4,00 e pH 7,00)

OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário e na 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.

MONTAGEM DO SISTEMA E PROCEDIMENTO GERAL PARA TITULAÇÃO POTENCIOMÉTRICA

- Inicialmente, calibrar o eletrodo de vidro com as soluções padrão recomendadas e, em seguida, montar o sistema apresentado na Figura 2;
- Colocar o béquer de 250 mL sobre o agitador magnético e por a barra magnética dentro dele;
- Posicione a bureta com a solução do titulante sobre o béquer de forma a facilitar o controle da sua liberação na solução a ser titulada. Ajuste a altura da bureta para que não haja o risco do titulante cair fora do béquer;
- Pipetar um volume estabelecido da solução a ser titulada no béquer,

Figura 2: (a) Montagem experimental para realização da titulação potenciométrica de neutralização e (b) detalhes da célula de titulação



TITULAÇÃO POTENCIOMÉTRICA DA SOLUÇÃO 0,1 mol/L DE HCl COM NaOH 0,1 mol/L

- Colocar 50 mL de água destilada ou deionizada de forma a cobrir a membrana de junção do eletrodo e usando-se uma pipeta volumétrica, transferir 10,00 mL da solução ácida a ser titulada para o béquer (célula de titulação);
- Colocar a barra magnética, ajustar a velocidade e introduzir o eletrodo de vidro combinado previamente calibrado. Ajustar o eletrodo para medidas de pH de forma a garantir que a membrana de junção fique submersa. Tome cuidado para a barra magnética não atingir o eletrodo quebrando-o;
- Iniciar a titulação controlando a liberação de titulante através da torneira da bureta. Anotar, em uma Tabela, os valores de pH ou E após a adição de volumes sucessivos de titulante em porções de 0,5 mL até pouco antes do provável ponto final. Perto do ponto final, adicione incrementos de 0,2 mL até ultrapassá-lo e novamente em volumes de 0,5 mL até o final da titulação. A cada volume do titulante adicionado na célula de titulação, esperar estabilizar a medida de pH ou E (cerca de 15 segundos) antes de anotá-la.
- Repetir a titulação com mais duas porções da amostra para que se possa calcular a média e o desvio padrão da concentração do analito;
- Utilizando-se uma planilha eletrônica, traçar os seguintes gráficos com os dados obtidos: volume do titulante x pH; volume do titulante x primeira derivada e volume do titulante x segunda derivada. Localizar o volume do ponto final.
- Com o volume do ponto final, calcular a concentração da solução de HCl utilizada.

DETERMINAÇÃO DA CONCENTRAÇÃO DE ÁCIDO ACÉTICO NO VINAGRE POR TITULAÇÃO POTENCIOMÉTRICA

- Inicialmente em um béquer de 250 mL, adicione 100 mL de água deionizada usando-se uma proveta para medir o volume da água;
- Usando-se uma pipeta graduada, transfira 1,00 mL da amostra de vinagre para o béquer de 250 mL.
- Titule a amostra com solução de NaOH 0,1 mol/L padronizada, acrescentando-se alíquotas sucessivas de 0,5 mL até o final da titulação;
- As determinações são efetuadas em triplicata, por isso, repetir a titulação com mais duas porções da amostra;
- Utilizando-se uma planilha eletrônica, traçar os seguintes gráficos com os dados obtidos: volume do titulante x pH; volume do titulante x primeira derivada e volume do titulante x segunda derivada. Localizar o volume do ponto final.
- Com o volume do ponto final, calcular a concentração de ácido acético na amostra de vinagre.

d) QUESTÕES

- 1) Qual a concentração da solução padrão de NaOH?
- 2) Quais as vantagens e desvantagens que uma titulação potenciométrica pode apresentar em relação à potencimetria direta?
- 3) Qual o objetivo de se trabalhar com os gráficos da primeira e segunda derivada nestas titulações potenciométricas?
- 4) Ocorreu algum problema durante a realização do experimento?

ESPAÇO PARA ANOTAÇÕES

OBSERVAÇÃO



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



EXPERIMENTO 17: DETERMINAÇÃO DE SÓDIO E POTÁSSIO POR FOTOMETRIA DE CHAMA

a) INTRODUÇÃO

A determinação de sódio e potássio é importante em diversos processos e suas variações nas concentrações nos tecidos e sangue alteram o metabolismo de seres vivos. É possível a determinação desses íons em matrizes biológicas e em diversas outras matrizes utilizando uma técnica relativamente simples: fotometria de emissão atômica de chama. O princípio do método baseia-se na relação da intensidade da energia emitida dessas espécies na chama com a concentração da espécie na solução analisada. Nesta aula experimental será possível a determinação da concentração de Na e K em uma amostras de refrigerante. A Figura 1 apresenta uma representação de um fotômetro de chama.

Figura 1: Fotômetro de chama



Fonte: <http://www.nei.com.br>

b) OBJETIVOS

- Determinar a concentração de sódio e potássio em amostras de refrigerantes e água de coco utilizando a Fotometria de Chama.

c) PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

MATERIAIS	REAGENTES
• 02 Balões volumétricos de 100 mL • 02 Balões volumétricos de 1000 mL • 01 Bastão de vidro • 02 Béqueres de 100 mL • 01 Espátula • 02 Funis pequenos • 01 Papel manteiga • 01 Pera • 01 Pipetador • 02 Pipetas volumétricas de 10 mL • 01 Pisseta	• Amostras de refrigerantes • Amostra de água de côco • Cloreto de sódio PA • Nitrato de potássio PA

OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário e na 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 PADRÃO DE SÓDIO A 1000 mg/L

Pesar exatamente, em papel manteiga ou em um béquer de 100 mL, a massa de cloreto de sódio (NaCl) equivalente a 0,1000 g de sódio. Dissolver cuidadosamente com água destilada e transferir para um balão volumétrico de 100 mL. Completar o volume com água destilada, homogeneizar, armazenar e rotular.

PREPARAÇÃO DE UMA SOLUÇÃO PADRÃO DE SÓDIO (100 mg/L)

Meça utilizando uma pipeta volumétrica, 10 mL da solução padrão de 1000 mg/L de sódio e transfira para um balão volumétrico de 100 mL completando em seguida com água destilada. Homogeneíze, armazene e rotule.

PREPARAÇÃO DA SOLUÇÃO PADRÃO DE POTÁSSIO A 1000 mg/L

Pesar exatamente, em papel manteiga ou em um béquer de 100 mL, a massa de nitrato de potássio (KNO_3) equivalente a 0,1000 g de potássio. Dissolver cuidadosamente com água destilada e transferir para um balão volumétrico de 100 mL. Completar o volume com água destilada, homogeneizar, armazenar e rotular.

PREPARAÇÃO DE UMA SOLUÇÃO PADRÃO DE POTÁSSIO (100 mg/L)

Meça utilizando uma pipeta volumétrica 10 mL da solução padrão de 1000 mg/L de potássio e transfira para um balão volumétrico de 100 mL completando em seguida com água destilada. Homogeneíze, armazene e rotule.

PREPARAÇÃO DO EQUIPAMENTO E REALIZAÇÃO DAS ANÁLISES

- Ligue o fotômetro pelo menos meia hora antes da obtenção das medidas;
- Utilize o manual do equipamento para seguir corretamente todos os passos no ajuste do instrumento; É importante ler o procedimento operacional padrão do equipamento (POP);
- Ligue o sistema de suprimento de ar e verifique se a aspiração está adequada observando a formação da névoa do solvente;
- Quando os padrões de sódio e de potássio estiverem prontos abra a válvula de gás butano. Para acender a chama utilize o sistema de ignição do instrumento e ajuste a chama na altura adequada. O fotômetro de emissão em chama deve ser ajustado para se obter a melhor resposta, pela variação das relações entre os gases de combustão (ar comprimido e butano).
- Insira o capilar na água destilada, aspire e zere a leitura utilizando-a como branco. Obtenha a leitura de 10 medidas de branco para o cálculo do limite de detecção e limite de quantificação para o sódio e o potássio;
- Anote o valor medido de cada leitura do branco no Quadro 1 e calcule a média aritmética, o desvio padrão, coeficiente de variação, limite de detecção e limite de quantificação para o sódio e o potássio;
- Ajuste a leitura para 100 para o sódio e depois para o potássio utilizando os respectivos padrões;
- Insira o capilar individualmente em cada amostra de refrigerante e água de coco e verifique se a concentração é compatível com a faixa do padrão (menor ou igual a 100 mg/L). Anote no Quadro 2 as concentrações de sódio e o potássio (mg/L).
- Se a leitura for superior a 100 mg/L o instrumento não fará a leitura, então proceda a tantas diluições quantas forem necessárias até que se tenha a amostra na faixa adequada, ou seja, numa concentração inferior a 100 mg/L.

Quadro 1: Dados obtidos para a leitura do branco (água destilada ou deionizada)

Leitura do branco	Sódio (mg/L)	Potássio (mg/L)	Leitura do branco	Sódio (mg/L)	Potássio (mg/L)
1			6		
2			7		
3			8		
4			9		
5			10		

Quadro 2: Concentração de sódio e potássio nas amostras de refrigerantes

Amostras	Sódio (mg/L)	Potássio (mg/L)

d) QUESTÕES

- 1) Porque é necessário o uso do branco na obtenção das medidas?
- 2) Que tipo de medida é obtida nesse experimento?
- 3) Porque não é necessária a obtenção de uma curva analítica?
- 4) Porque a chama ar/gás butano é suficiente para os elementos analisados?
- 5) Quais outros elementos poderiam ser analisados por essa técnica? E porque não serviria para os demais elementos?
- 6) Qual a sua conclusão em relação a concentração de sódio e potássio nas amostras analisadas?
- 7) Que outras amostras poderiam ser analisadas por Fotometria de Chama?
- 8) Qual o limite de detecção (LOD) e quantificação (LOQ) da técnica analítica?
- 8) Elabore um gráfico de barra com os resultados obtidos para as concentrações de sódio e potássio nas amostras analisadas.
- 9) Ocorreu algum problema durante a realização do experimento?

ESPAÇO PARA ANOTAÇÕES

OBSERVAÇÃO



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



EXPERIMENTO 18: DETERMINAÇÃO DE NITRATO EM ÁGUA POTÁVEL UTILIZANDO A ESPECTROSCOPIA DE ABSORÇÃO NA REGIÃO DO ULTRAVIOLETA

a) INTRODUÇÃO

O íon nitrato (NO_3^-) constitui um dos íons mais presentes nas águas de rios, lagos, lençóis freáticos, etc., por causa da sua alta solubilidade em água. Baixas concentrações deste íon são encontradas em águas superficiais, no entanto podem ser observados altos teores de nitratos em águas de alta profundidade.

O nitrato pode ser proveniente da degradação de matéria orgânica, que pode ser procedente do esgoto ou de folhas soltas de árvores, da ação de alguns fertilizantes, adubos e ração animal. Portanto, um alto nível de nitrato na água pode estar relacionado à falta de saneamento básico. O produto final da oxidação da matéria orgânica nitrogenada é o nitrato, ou seja: Matéria orgânica nitrogenada $\rightarrow \text{NH}_3 \rightarrow \text{NO}_2^- \rightarrow \text{NO}_3^-$.

Segundo a portaria do Ministério da Saúde No. 2914 de 12 de dezembro de 2011, a concentração máxima de nitrato nas águas potáveis usadas para consumo humano é: 10,0 mg/L expressa na forma de **N** ou 44,3 mg/L, sob a forma de **NO_3^-** .

Este método baseia-se, geralmente, na leitura direta da absorbância da amostra de água em 205 nm, com adição de ácido clorídrico 1,0 mol/L, para águas de abastecimento e mineral. No entanto é importante fazer a varredura no espectrofotômetro de absorção na região do UV-visível para escolha do comprimento de onda de máxima absorção (λ)

A região do espectro eletrônico em que são feitas as medidas de absorbância é muito sujeita a interferências espectrais. Assim, este ensaio somente é aplicável em águas com baixo conteúdo em matéria orgânica (águas naturais não contaminadas e águas de abastecimento público). O uso do ácido clorídrico é para prevenir a interferência de concentrações de hidróxido ou carbonato acima de 1000 mg CaCO_3/L . Interferentes: matéria orgânica dissolvida, surfactantes, NO_2^- e Cr^{6+} , íons inorgânicos não encontrados em águas naturais, tais como cloreto e clorato.

b) OBJETIVOS

- Elaborar uma curva analítica;
- Aplicar o Método dos Mínimos Quadrados;
- Determinar a concentração de nitrato (NO_3^-) em água para consumo humano;
- Verificar se a água encontra-se em conformidade com a Portaria do Ministério da Saúde Nº. 2914 de 12 de dezembro de 2011.

c) PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

MATERIAIS	REAGENTES
• 01 Balão volumétrico de 250 mL • 06 Balões volumétricos de 100 mL • 01 Bastão de vidro • 02 Béqueres de 100 mL • 01 Funil pequeno • 01 Papel manteiga • 01 Pera • 01 Pipetador • 01 Pipeta graduada de 10 mL • 01 Pisseta	• Amostras de água potável • Amostras de água mineral • HCl 1,0 mol/L • Nitrato de sódio ou nitrato de potássio PA

OBSERVAÇÃO: Inicialmente, verifique se no armário e na 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.

SOLUÇÃO ESTOQUE DE NITRATO A 100 mg/L

- Pese 0,0408 g de nitrato de potássio, seco a 105°C ou 0,0343 g de nitrato de sódio, seco a 105°C, transfira para um balão volumétrico de **250 mL** e complete o volume com deionizada.

OBTENÇÃO DA CURVA ANALÍTICA

- A partir da solução-padrão estoque, prepare a curva-analítica transferindo alíquotas de 1, 2, 3, 4, 5 e 7 mL da solução para balão volumétrico de 100 mL. Adicione em cada balão volumétrico 1 mL de HCl 1,0 mol/L, complete o volume com água deionizada e faça a homogeneização. Dessa forma serão obtidas as soluções padrões nas seguintes concentrações: 1, 2, 3, 4, 5 e 7 mg/L de nitrato (NO_3^-).

PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS PARA ANÁLISE

- Transfira quantitativamente as amostras de água potável e mineral para os respectivos balões volumétricos secos de 100 mL. Adicione 1 mL de ácido clorídrico 1,0 mol/L e homogeneíze.

LEITURA NO ESPECTROFOTÔMETRO UV-VISÍVEL NO COMPRIMENTO DE ONDA

- Inicialmente leia o manual do equipamento ou o Procedimento Operacional Padrão (POP) do equipamento;

- Identifique o comprimento de onda (λ) de máxima absorção utilizando uma solução padrão. A literatura indica que é em torno de 205 nm. No entanto é importante fazer a varredura e realizar a escolha;
- Em seguida faça a leitura das absorbâncias das soluções padrão (triplicata) utilizando cubeta de quartzo e anote no quadro 1.

Quadro 1: Absorbâncias das soluções padrão

Concentração das soluções padrão (NO_3^- mg/L)	A_1	A_2	A_3
1,0			
2,0			
3,0			
4,0			
5,0			
7,0			

- Agora coloque a amostra de água potável na cubeta de quartzo, leia e anote a absorbância. Em seguida, repita o procedimento para a amostra de água mineral e anote o resultado no quadro 2.
- Nota: obtendo-se leitura de absorbância acima de 1, dilua a amostra original e faça novamente a leitura. Não esqueça de considerar a diluição no cálculo da concentração.
- Determine a quantidade de nitrogênio nítrico correspondente, usando a curva-padrão previamente estabelecida

Quadro 2: Dados da absorbância das amostras

Amostras	A_1	A_2	A_3
Água potável			
Água mineral			

d) QUESTÕES

- 1) Utilizando um editor gráfico, construa a curva analítica para o nitrato (NO_3^-) expresso em **NO_3^- (mg/L)** e **N (mg/L)** e utilize o Método dos Mínimos Quadrados para obter o coeficiente linear e angular. Faça o gráfico de barra de erros da curva analítica.
- 2) Determine as concentrações de nitrato expresso em **NO_3^- (mg/L)** e **N (mg/L)** das amostras de água potável e água mineral;
- 3) Verifique a legislação em vigor para saber se a concentração de nitrato está ou não em conformidade.
- 4) Você poderia ter utilizado cubeta de vidro nesse experimento?
- 5) Porque foi necessário a utilização de solução de HCl 1 mol/L?

- 6) Ocorreu algum problema durante a realização do experimento?
- 7) Pesquise na literatura outros métodos para determinação de nitrato em diferentes amostras.

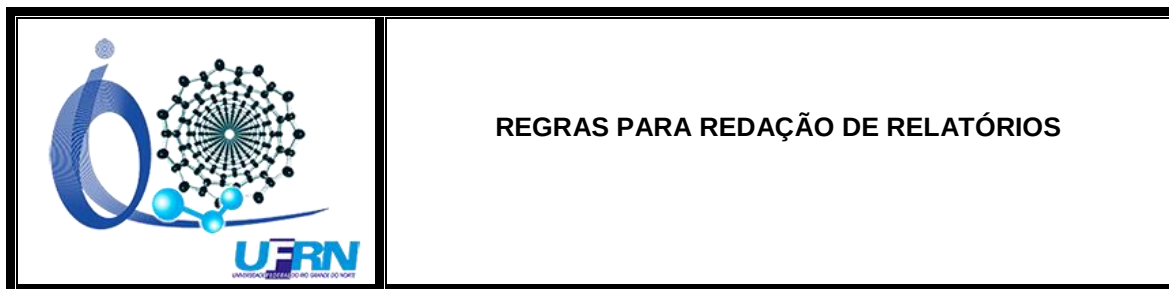
ESPAÇO PARA ANOTAÇÕES

OBSERVAÇÃO



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

11 – 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.

12 – BIBLIOGRAFIA

- 1) AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION WATER, ENVIRONMENT FEDERATION. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 19th ed. Washington, DC: American Public Health Association, 1995. chapter 4, p. 85-86.
- 2) Baccan, N; Andrade, J. C; Godinho, O. E. S; Barone, J. S. *Química Analítica Quantitativa Elementar*, Editora Edgard Blucher Ltda, São Paulo, 1979.
- 3) 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.
- 4) King, E. J., *Análise Qualitativa, Reações, Separações e Experiências*, Interamericana, 1981.
- 5) Morita, T; Assumpção, R. M. V. Manual de Soluções, Reagentes e Solventes. Editora Blucher, São Paulo, 2007.
- 6) Oliveira, A. F; Silva, A. S. S; Tenan, M. A. Redação de Relatórios para Químicos, Editora EdusfCar, São Paulo, 2005.
- 7) Rosa, G; Gauto, M; Gonçalves, F. *Química Analítica - Práticas de Laboratório*, Bookman, Porto Alegre, 2013.
- 8) Skoog, D. A; West, D. M; Holler, F. J; Crouch, S. R. *Fundamentos de Química Analítica*, Thomson, 8ª ed., São Paulo, 2006.
- 9) Vogel, A. I. *Análise Química Quantitativa*; LTC Editora; 6ª ed.; São Paulo, 2002.
- 10) Vogel, A. I. *Química Analítica Qualitativa*, Editora Mestre Jou, 5ª ed.; São Paulo, 1981.
- 11) 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.
- 12) Disponível em: www.wikipedia.org. Acesso em 15 de set. 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>