

QUÍMICA ANALÍTICA - QFL-1200

GUIA DE LABORATÓRIO - 2019

(LAB 1 a LAB 12)

BIBLIOGRAFIA - QUÍMICA ANALÍTICA QUALITATIVA

1. D.A. Skoog, D.M. West, F.J. Holler, S.R. Crouch, *Fundamentos de Química Analítica*, Thomson, 8ª ed., 2006. Há outras edições em português e versões em inglês.
2. Arthur I. Vogel, *Química Analítica Qualitativa*, Editora Mestre JOU, 5ª ed. (1981). (Há edições mais recentes)
3. V. N. Alexeyev, *Analyse Qualitative*, 4ª ed. Moscou: Mir (1980) 592p.
4. N. Baccan; O. S. Godinho; L. M. Aleixo, *Introdução à Semimicroanálise Qualitativa*, 7ª ed. Campinas: Ed. UNICAMP (1997) 295p.
5. R. K. Wismer, *Qualitative Analysis with Ionic Equilibrium*, New York: Macmillan (1991) 327p.
6. H. E. Toma, *Coleção de Química Conceitual Volume 2: Energia, Estados e Transformações Químicas*, 1ª ed. São Paulo: Edgard Blucher (2013) 148p.
7. O. Fatibello Filho, *Introdução aos conceitos e cálculos da Química Analítica: 1. Equilíbrio Químico e Introdução à Química Analítica*. Série Apontamentos, 1ª Ed. São Carlos: EduFSCar (2012), 50p.

BIBLIOGRAFIA - QUÍMICA ANALÍTICA QUANTITATIVA

1. D.A. Skoog, D.M. West, F.J. Holler, S.R. Crouch, *Fundamentos de Química Analítica*, Thomson, 8ª ed., 2006 (Há edições em português e em inglês)
2. Arthur I. Vogel, *A Textbook of Quantitative Inorganic Analysis*, Longmans, 3ª ed., 1960. Há tradução espanhola em dois volumes da 2ª edição. Há tradução, para o português, da 4ª edição.
3. I. M. Kolthoff, E.B. Sandell, *Textbook of Quantitative Inorganic Analysis*, MacMillan, 4ª ed., 1969.
4. O. A. Ohlweiler, *Química Analítica Quantitativa*, Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., 3ª ed., 1982 (2 volumes).
5. W. B. Guenther, *Química Quantitativa: Medições e Equilíbrios*, Editora E. Blücher e Editora da Universidade de São Paulo, 1972.
6. N. Baccan, J.C. de Andrade, O.E. S. Godinho, J.S. Barone, *Química Analítica Quantitativa elementar*, Edgard Blucher, 3ª ed., 2001.
7. D. C. Harris, *Análise Química Quantitativa*, LTC, 6ª ed., 2005.
8. A. I. Vogel, *Análise Inorgânica Quantitativa*, Guanabara S.A., 4ª ed., 1981. (Há edições mais recentes).

INFORMAÇÕES IMPORTANTES

Importantíssimo: Os laboratórios serão franqueados aos alunos apenas no horário correspondente às aulas práticas. Só é permitida a permanência de alunos matriculados na disciplina. **O visitante nunca entra no Laboratório. É o aluno visitado que sai!**

NÃO HAVERÁ REPOSIÇÃO DE AULAS**INSTRUÇÕES PARA O TRABALHO DE LABORATÓRIO**

Mesmo que outras disciplinas de laboratório do curso tenham apresentado e discutido as normas e fornecido esclarecimentos sobre o trabalho prático, convém relembrar alguns itens importantes, assim como mencionar aqueles de caráter específico.

1. **É INDISPENSÁVEL O USO DE ÓCULOS DE SEGURANÇA** durante todo o tempo de permanência no laboratório, ainda que o(a) aluno(a) não esteja efetuando algum experimento.
2. **NÃO USAR LENTES DE CONTATO**, ainda que os olhos estejam protegidos por óculos de segurança.
3. **É INDISPENSÁVEL O USO DE AVENTAL** de algodão. O avental não deve ser de tecido sintético facilmente inflamável.
4. **É RECOMENDÁVEL O USO DE LUVAS NITRÍLICAS AO MANUSEAR SUBSTÂNCIAS QUÍMICAS. ADQUIRIR A PRÓPRIA CAIXA DE LUVAS (TAMANHO ADEQUADO). DESCARTAR APENAS NOS LOCAIS INDICADOS.**
5. O(A) aluno(a) deve **TRAJAR CALÇAS COMPRIDAS E SAPATOS FECHADOS**. Não será permitida a entrada de alunos(as) usando bermudas, shorts e chinelos ou sandálias.
6. **IMPORTANTE. O ALUNO QUE NÃO ESTIVER DE AVENTAL, TRAJANDO ROUPAS APROPRIADAS, E COM ÓCULOS DE SEGURANÇA SERÁ IMPEDIDO DE PERMANECER E REALIZAR EXPERIMENTOS NO LABORATÓRIO. NÃO HAVERÁ REPOSIÇÃO DAS AULAS PERDIDAS.**
7. **PRENDER OS CABELOS**, evitando que estes caiam no rosto, sobre o frasco contendo reagentes químicos ou próximos ao fogo.
8. O laboratório é um lugar de trabalho sério. **EVITE QUALQUER TIPO DE BRINCADEIRA.**
9. O trabalho de laboratório poderá ser individual ou em grupo. Antes de iniciar e após o término dos experimentos, mantenha sempre **LIMPA A APARELHAGEM E A BANCADA DE TRABALHO.**
10. **ESTUDE**, com atenção os experimentos antes de executá-los, registrando, no **caderno de laboratório** as observações e conclusões que fez, após a execução dos mesmos. É necessário manter um livro de Química Analítica na bancada para que os integrantes possam consultá-lo.
11. As lavagens de vidrarias são realizadas inicialmente com água corrente da torneira e posteriormente com pequenos volumes de água destilada (**NOS DOIS CASOS**

ECONOMIZE ÁGUA). Em alguns casos, é necessário o emprego de sabão ou detergente.

12. Quando forem usadas soluções de limpeza tais como: ácido muriático (HCl comercial), água régia (mistura de HNO₃ e HCl p.a. concentrados) ou potassa alcoólica (NaOH ou KOH em etanol) deve-se proceder com cuidado para **EVITAR O CONTATO COM A PELE OU ROUPA. JAMAIS PIPETAR** essas soluções aspirando com a boca (**CUIDADO, SÃO SUBSTÂNCIAS CORROSIVAS**). Essas soluções devem ser reaproveitadas, retorne-as ao frasco estoque após o uso. Mantê-las na capela. Enxaguar a vidraria com água de torneira, e por último com água destilada. (Veja item limpeza de material de vidro).
13. Cuidado ao trabalhar com substâncias inflamáveis. Mantenha-as longe do fogo.
14. Verifique sempre se não há **VAZAMENTO DE GÁS COMBUSTÍVEL** ao abrir ou fechar a torneira de gás. Certifique-se de que as mangueiras de borracha ou plástico estão em boas condições (sem furos) e adaptadas corretamente ao bico de Bunsen e à torneira de saída de gás.
15. **TODAS AS OPERAÇÕES NAS QUAIS OCORRE DESPRENDIMENTO DE GASES TÓXICOS DEVEM SER EXECUTADAS NA CAPELA (COMO POR EXEMPLO: EVAPORAÇÕES DE SOLUÇÕES ÁCIDAS, AMONIACAIS, ETC).**
16. Ao observar o cheiro de uma substância não se deve colocar o rosto diretamente sobre o frasco que a contém. Abanando com a mão por cima do frasco aberto, desloque na sua direção uma pequena quantidade do vapor para cheirar.
17. Na preparação ou diluição de uma solução, use **ÁGUA DESTILADA**.
18. Verificar cuidadosamente o rótulo do frasco que contém um dado reagente, antes de tirar dele qualquer porção de seu conteúdo. Leia o rótulo duas vezes para verificar se o conteúdo do frasco é o que você necessita.
19. **CUIDADO AO TRABALHAR COM ÁCIDO CONCENTRADO.** Adicionar **SEMPRE o ácido à água (acidule a água)**. No caso de queimadura com H₂SO₄ concentrado, secar muito bem a parte afetada, lavar abundantemente com água fria e em seguida com solução de NaHCO₃.
20. **ÁCIDOS E BASES CONCENTRADAS ATACAM A PELE E ROUPA**, por essa razão, devem ser utilizados com o máximo de cuidado, principalmente na neutralização de um com o outro, pois a reação é violenta. Caindo sobre a pele **LAVE ABUNDANTEMENTE COM ÁGUA**.
21. Deve-se evitar o desperdício de soluções, reagentes sólidos, gás e água destilada.
22. Em semi-microanálise, trabalha-se sempre com pequenas quantidades de substância. Assim, recomenda-se que, quando as provas forem realizadas em tubos de ensaio, o volume da solução problema, bem como o de cada um dos reagentes adicionados, seja, aproximadamente igual a 5 gotas (0,25 mL). Em alguns casos pode-se usar de 10 - 20 gotas.

23. Deve-se tomar o máximo cuidado para não contaminar os reagentes sólidos e as soluções. As substâncias que não chegaram a ser usadas **NUNCA** devem voltar ao frasco de origem. **NUNCA** se deve introduzir qualquer objeto em frascos de reagentes, exceção feita para o conta-gotas com o qual estes possam estar equipados ou espátulas limpas.
24. Ao se aquecer um tubo de ensaio, deve-se fazê-lo de maneira adequada, caso contrário, seu conteúdo poderá ser projetado para fora, atingindo o operador ou outras pessoas.
25. Dar tempo suficiente para que um vidro quente esfrie. Lembre-se de que o vidro quente apresenta o mesmo aspecto de um vidro frio. Não o abandone sobre a mesa, mas sim, sobre uma tela com amianto.
26. Não é permitido o uso de celulares, rádio ou walkman no laboratório e nas aulas teóricas.
27. **INFORME O PROFESSOR DE QUALQUER ACIDENTE QUE OCORRA, MESMO QUE SEJA UM DANO DE PEQUENA IMPORTÂNCIA.**
28. É expressamente proibido que os alunos subtraíam qualquer produto químico (especialmente solventes), vidraria ou equipamento (vidrarias, eletrodos, balanças, etc.) dos laboratórios didáticos. Estes materiais devem ser utilizados somente para a execução de experiências em aulas práticas e os infratores desta norma estarão sujeitos às sanções disciplinares e legais previstas no regimento interno da USP.
29. **Descarte de Material** - Há frascos nas bancadas laterais ou nas capelas para o descarte de ácidos, bases, solventes e metais pesados. Cuidado com resíduos tóxicos ou irritantes! Para cada resíduo, verifique se há frasco rotulado para o seu recolhimento. Se não houver, descarte o material sólido no lixo e as soluções na pia, tomando o cuidado de diluí-las com água e deixar escorrer bastante água corrente, após o descarte. Em caso de dúvidas, consulte sempre o professor, o técnico ou o monitor da disciplina.
30. **Fora do horário de aula o aluno não poderá realizar experimentos no laboratório. Não haverá reposição de aulas.**

MATERIAL DE LIMPEZA

Os únicos materiais de limpeza fornecidos serão: água régia ou potassa alcoólica.

Os outros materiais necessários à limpeza, tais como detergente líquido, lenços de papel, escovas para lavagens de tubos de ensaios e panos deverão ser providenciados pelos próprios alunos. Os alunos devem providenciar, também, fósforos ou isqueiro, papel toalha, fio de níquel-crômio (pode ser resistência de chuveiro), um frasco plástico de um litro (frasco de água mineral, trazer até a segunda aula de laboratório), etiquetas brancas, tesoura, fita adesiva (durex), 100 palitos de sorvete (espátulas) e óculos de segurança. A aquisição de luvas de PVC é **recomendável**.

VIDRARIA E REAGENTES

Material de laboratório individual

(Deve permanecer no interior do armário tipo A é de responsabilidade do aluno)

- 2 Erlenmeyers de 125 mL
- 1 cápsula de porcelana
- 2 bastões de vidro pequenos (~20 cm)
- 1 suporte para tubo de ensaio
- 1 frasco de vidro pequeno
- 2 vidros de relógio grandes
- 2 vidros de relógio pequenos
- 1 balão volumétrico de 100 mL
- 2 Erlenmeyers de 250 mL
- 1 pissete de plástico
- 3 conta-gotas
- 12 tubos de ensaio
- 2 funis (quali)
- 1 pinça madeira
- 2 frascos de reagentes (boca e tampa esmerilhadas)
- 1 pipeta de 25 mL
- 1 proveta de 100 mL
- 1 proveta de 10 mL
- 1 bureta de 50 mL
- 2 béquers de 250 mL
- 3 béquers de 100 mL
- 2 Tubos em J para sistema fechado
- 4 rolhas de cortiça furadas

Ao final de cada aula os materiais utilizados deverão ser guardados devidamente limpos.

LAB 1: LIMPEZA DE MATERIAL DE VIDRO

Todo material de vidro que vai ser utilizado deve estar rigorosamente limpo. Para isso, deve-se lavá-lo com água e detergente, enxaguá-lo várias vezes com água de torneira e, por último, com pequenas porções de água destilada (5 a 10 mL). Após isso, se for observada a presença de gordura (pequenas gotículas de água nas paredes) ou outro resíduo na inspeção visual, pode-se recorrer ao tratamento com potassa-alcoólica 10%. Esse material de limpeza é altamente corrosivo e deve ser manuseado com o máximo cuidado. Qualquer respingo deve ser abundantemente lavado com água. Nunca adicionar a potassa alcoólica a um recipiente sujo; este deve ser, previamente, lavado com água e detergente e escoado ao máximo. **Jamais pipetar solução de limpeza aspirando com a boca.**

Após alguns minutos de exposição, retorna-se a potassa alcoólica para o seu frasco de origem, escoando o máximo possível e tampa-se esse frasco. Lava-se o material com água corrente (6 ou 7 vezes) e, a seguir, com pequenas porções de água destilada.

LAB 1: PESAGEM EM BALANÇAS ANALÍTICAS

As balanças analíticas são balanças de precisão que permitem a determinação de massas com um erro absoluto da ordem de 0,1 mg. Por se tratar de instrumentos delicados e caros, seu manejo envolve a estrita observância dos seguintes cuidados gerais:

1. As mãos do operador devem estar limpas e secas.
2. Durante as pesagens as portas laterais devem ser mantidas fechadas.
3. Nunca pegar diretamente com os dedos o objeto que se vai pesar. Conforme o caso, usar uma pinça ou uma tira de papel impermeável.
4. Nunca colocar ou retirar massas do prato sem antes ter travado a balança (se esta não for digital); retornar os pesos a zero e descarregar imediatamente a balança após a pesagem.
5. Para sucessivas pesagens no decorrer de uma análise, usar sempre a mesma balança.
6. O recipiente e/ou a substância que vão ser pesados devem estar em equilíbrio térmico com o ambiente.

OBSERVAÇÃO: As salas de balanças devem ser mantidas na mais absoluta ordem e limpeza. Os conhecimentos necessários ao manejo dos diferentes tipos de balanças analíticas serão ministrados pelos docentes ou monitores da turma no decorrer das primeiras aulas práticas.

LAB 1 e LAB 2: AFERIÇÃO DE MATERIAL VOLUMÉTRICO E PREPARO DE SOLUÇÃO DE NaOH 0,10 mol L⁻¹**Aferição de balão volumétrico**

O balão deve ser limpo como anteriormente descrito, adicionando-se lavagens com pequenas quantidades de etanol para facilitar a secagem. Enxuga-se externamente com papel absorvente, deixa-se o mesmo de boca para baixo, sobre papel absorvente apoiado no suporte de funis até secagem. Tapa-se com a tampa adequada e, sem tocá-lo diretamente com as mãos, coloca-se sobre o prato de uma balança de precisão. Anota-se a massa ou usa-se a tara da balança. 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 através da multiplicação da massa de água obtida pelo fator de conversão tabelado correspondente à temperatura de trabalho. A aferição destes materiais deve ser feita pelo menos duas vezes. Caso não haja concordância dentro de 0,08 mL, repetir. O ajuste do menisco é o fator de erro mais comum. Convém segurar, por traz do menisco, uma tira de papel com um traço preto (pedaço de fita isolante colada em um fundo branco, por exemplo).

Aferição de pipeta

A pipeta previamente limpa é preenchida, por aspiração, com água destilada até acima do menisco; limpa-se a parte externa da extremidade livre com papel absorvente, esvazia-se e controla-se a vazão com o dedo indicador, acerta-se o menisco com cuidado e verte-se a quantidade de água da mesma em Erlenmeyer de 125 mL previamente limpo e pesado em balança analítica (a pesagem do Erlenmeyer deve ser efetuada com um pequeno vidro de relógio tapando-o).

O escoamento da pipeta no Erlenmeyer deve ser efetuado controlando-se a vazão com o dedo, estando a ponta da pipeta encostada na parede do recipiente (tempo de escoamento mínimo: 30 segundos). Após o escoamento, afasta-se a extremidade da pipeta da parede do recipiente com cuidado. A quantidade de líquido restante na ponta da mesma não deve ser soprada para o interior do recipiente. A seguir, mede-se a massa do conjunto Erlenmeyer + água cobrindo-o com o mesmo vidro de relógio usado na pesagem do Erlenmeyer vazio. Repete-se a aferição descrita. A seguir, calcula-se o volume da pipeta. A diferença entre as duas determinações não deve exceder 0,025 mL. Caso não haja concordância entre duas aferições, repetir.

Aferição da bureta

Feita a limpeza como descrito anteriormente e com a válvula (tubo de silicone contendo esfera de vidro) instalada, enche-se a bureta até um pouco acima do traço correspondente ao zero. Verifica-se a ausência de bolhas de ar na região da válvula (próxima à esfera). As bolhas deverão ser eliminadas mediante escoamento de líquido. Caso o nível fique abaixo da marca de zero, completá-la novamente até acima da marca. Se necessário, enxuga-se a extremidade externa da ponta da bureta com papel absorvente. A seguir, acerta-se o zero, colocando por trás da bureta a tira de papel com a faixa preta. Deixa-se escoar, lentamente, a água da bureta num Erlenmeyer de 125 mL previamente pesado em balança (coberto com vidro de relógio). Ao alcançar exatamente a marca dos 20,0 mL, fecha-se a válvula e determina-se a massa de água. Em seguida, escoar-se a bureta até a marca dos 40,0 mL no mesmo Erlenmeyer. A aferição deve ser repetida para comparação dos volumes relativos a cada intervalo. Caso não haja concordância dentro de 0,025 mL entre duas aferições do mesmo intervalo, repetir. O volume do material aferido é obtido multiplicando-se a massa de água pelo fator numérico correspondente à temperatura da água. **O fator que se encontra tabelado na sala de balanças corresponde ao volume de 1,000 g de H₂O, como se o material tivesse sido aferido à 20°C e no vácuo.**

(LAB 2) Preparo de solução de NaOH 0,10 mol L⁻¹

Ferver cerca de 1500 mL de água destilada durante 5 minutos para eliminar o CO₂ dissolvido e resfriar. Pesar massa apropriada de NaOH em pastilhas, sobre um vidro de relógio, e dissolver em 100 mL de água destilada previamente fervida e já fria. Após dissolução, completar o volume a cerca de 1000 mL e guardar esta solução em frasco plástico, com tampa de plástico, previamente lavado com água destilada, e enxaguado com água isenta de CO₂. O frasco deverá ser identificado e guardado cuidadosamente, pois a solução será usada em vários experimentos das aulas seguintes. **Alternativamente poderá haver no laboratório uma solução estoque concentrada de NaOH que deverá ser diluída com a água isenta de CO₂ até se chegar à concentração aproximada de 0,10 mol L⁻¹**

LAB 3: PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÃO DE HIDRÓXIDO DE SÓDIO 0,1 MOL L⁻¹

Proceder a padronização da solução de NaOH com hidrogenoftalato de potássio, KHC₈H₄O₄, padrão primário, já previamente dessecado em estufa a 120°C até peso constante e mantido dentro de dessecador.

Pesar em balança analítica, por diferença ou diretamente, massa apropriada de hidrogenoftalato de potássio ($\pm 0,1$ mg) e transferir para um Erlenmeyer de 250 mL. **A**

massa de hidrogenoftalato de potássio deve ser tal que consuma cerca de 25 a 35 mL da solução de NaOH de concentração aproximadamente $0,1 \text{ mol L}^{-1}$. Adicionar 50 mL de água destilada fria isenta de CO_2 . Após dissolução, juntar 3 gotas de solução indicadora de fenolftaleína e titular com a solução de NaOH $0,1 \text{ mol/L}$ até aparecimento de coloração rósea clara. Os resultados de duas determinações, expressos em molaridade, não devem diferir em mais de 3:1000. Caso o erro seja maior, repetir a padronização.

ENTREGAR BALÃO VOLUMÉTRICO AFERIDO E NUMERADO PARA RECEBER A AMOSTRA DE ÁCIDO SULFÚRICO (A SER DETERMINADO NA PRÓXIMA AULA)

LAB 4: TITULAÇÃO DE AMOSTRA DE H_2SO_4

A amostra de ácido sulfúrico será recebida no balão volumétrico previamente numerado e aferido. Complete o volume com água destilada até o menisco e homogeneíze o conteúdo. Com sua pipeta volumétrica aferida transfira quantitativamente o volume de amostra para um erlenmeyer de 125 mL limpo, adicione algumas gotas de indicador vermelho de metila e proceda a titulação com a solução padronizada de NaOH até observar a mudança de cor de vermelho para amarelo indicando o ponto final da titulação. Repita o procedimento até obter resultados concordantes (3:1000). Calcule a concentração da amostra de H_2SO_4 em g L^{-1} e apresente o resultado.

LAB 5: PREPARO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÃO DE HCl $1,0 \text{ mol L}^{-1}$

Preparo de solução de HCl $1,0 \text{ mol L}^{-1}$:

Soluções concentradas de ácido clorídrico são fornecidas com porcentagem em massa de aproximadamente 37% (m/m) e densidade de $1,19 \text{ g cm}^{-3}$. A partir dessas informações, prepare 100 mL de solução $1,0 \text{ mol L}^{-1}$. O volume apropriado (calcular o volume) deve ser medido em proveta ou pipeta graduada e diluído a cerca de 100 mL com água destilada. Devido ao fato de o ácido concentrado ser altamente corrosivo e causar forte irritação ao trato respiratório, as operações devem ser efetuadas com extremo cuidado na capela. Armazene a solução em frasco apropriado e identifique-o cuidadosamente, pois essa solução será usada também no experimento da próxima aula.

Preparo da solução de HCl $0,10 \text{ mol L}^{-1}$:

Usando a sua bureta e seu balão volumétrico, ambos aferidos, prepare 100 mL de solução de HCl $0,10 \text{ mol L}^{-1}$ por diluição da solução de HCl $1,0 \text{ mol L}^{-1}$.

Padronização da solução de HCl $0,10 \text{ mol L}^{-1}$:

A padronização dessa solução é feita com padrão primário de carbonato de sódio previamente aquecido a $250^\circ \text{C} < T < 300^\circ \text{C}$ por 1 hora. O procedimento consiste em pesar em balança analítica uma massa que consuma cerca de 30 a 40 mL da solução de HCl $0,1 \text{ mol L}^{-1}$. Transferir a massa para um erlenmeyer de 250 mL, adicionar cerca de 25 mL de água destilada, 2 gotas de fenolftaleína e titular com o HCl até viragem de rosa para incolor. Após essa viragem, adicionar 2 a 3 gotas de verde de bromocresol e prosseguir a titulação até que a cor comece a mudar de azul para verde. Nesse ponto, aquece-se a solução até a ebulição por 1 a 2 minutos. Com isso a cor volta para azul. Esfriar até a temperatura ambiente e completar cuidadosamente a titulação (poucas gotas do ácido causam a viragem para verde novamente).

LAB 6: DETERMINAÇÃO DA QUANTIDADE DE CARBONATO EM MINERAL POR TITULAÇÃO DE RETORNO
Realizar o experimento em duplicata
Dissolução da Amostra:

Pesar em balança analítica uma massa entre 0,7 e 0,9 g de mineral, anotando o valor com precisão de 0,1 mg. Adicione 25,00 mL de HCl 1,0 mol L⁻¹ previamente padronizado (medidos na bureta ou na pipeta) e aqueça em bico de Bunsen até que não se observe mais dissolução de eventual resíduo. CUIDADO PARA EVITAR PERDAS DE MATERIAL DURANTE O AQUECIMENTO.

Titulação do ácido residual:

Após resfriar a solução, adicione algumas gotas de fenolftaleína e titule o ácido residual com a solução padrão de NaOH 0,50 mol L⁻¹ que será fornecida pelas técnicas do laboratório. A partir dos dados experimentais calcule a PORCENTAGEM DE CARBONATO na amostra e anote o resultado (média dos dois experimentos) na ficha que será fornecida.

A avaliação dessa prática será baseada em um relatório sucinto que contenha as seguintes informações:

- 1- Todas as reações químicas envolvidas, desde a etapa de padronização do HCl.
- 2- Todos os cálculos realizados, desde a etapa de padronização do HCl.
- 3- Cálculo da média e do desvio padrão dos resultados e apresente a porcentagem de carbonato obtido pela classe com o respectivo intervalo de confiança a 95%.
- 4- Discussão de como seu resultado ficou posicionado em relação à média e ao intervalo de confiança.
- 5- Discussão das possíveis causas de erros.

Para cálculo de intervalo de confiança, consultar:

N. Baccan, J. C. de Andrade, O.E.S. Godinho, J.S. Barone, Química Analítica Quantitativa Elementar, 3ª Edição Edgard Blucher Ltda., 2001

LAB 7: REAÇÕES DE Cl⁻, Br⁻, I⁻ e CO₃²⁻ COM Ag⁺ - DETERMINAÇÃO DE CLORETO PELO MÉTODO DE MOHR

Identificação de alguns ânions em água do mar. Adicione algumas gotas de solução de íons cloreto, brometo, iodeto e carbonato a **diferentes** tubos de ensaio. A seguir, a cada uma delas adicione gotas de solução de nitrato de prata. Após a formação dos precipitados, verifique o efeito da adição separada de soluções de HNO₃ 1 M e NH₄OH (1M e concentrado) em cada um dos tubos de ensaio. Repita estes experimentos com amostra de água do mar fornecida pelos técnicos.

Padronização de solução de AgNO₃. A determinação de haletos em água do mar é feita empregando-se como titulante uma solução de AgNO₃ (aproximadamente 0,05 mol L⁻¹, obtida com as técnicas). Pesar com precisão, em erlenmeyer, uma massa de NaCl que requeira o uso de 25 a 30 mL da solução de AgNO₃. Em seguida, adicione 80 mL de água e 1 mL de solução de cromato de potássio 5% (indicador). A padronização é feita pela adição lenta da solução de nitrato de prata, agitando-se o erlenmeyer até que a cor

avermelhada formada pela adição de cada gota desapareça. Continuar então a adição gota a gota até que ocorra uma mudança de cor fraca, mas distinta, que deve persistir após agitação forte. Repita a padronização e compare os resultados obtidos.

Determinação de cloreto pelo método de Mohr. Empregando a solução padronizada de AgNO_3 e com base em procedimento similar ao da padronização, determine a concentração de cloreto em amostra fornecida pelos técnicos. A amostra será entregue em balão volumétrico, cujo volume deverá ser completado com água destilada até o menisco. Faça a homogeneização da solução e com sua pipeta volumétrica aferida transfira uma alíquota de 25,00 mL de amostra para um erlenmeyer de 250 mL limpo, adicione 1 mL de cromato de potássio 5% e titule com a solução padrão de AgNO_3 . Repita a titulação e compare os resultados obtidos. Expresse o resultado em gramas de Cl^- por litro.

LAB 8: IDENTIFICAÇÃO DE ÍONS EM AMOSTRAS DE ÁGUA DO MAR (Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ , Na^+ , Cl^- , SO_4^{2-} e CO_3^{2-})

Após a adição de algumas gotas de soluções de Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ , Na^+ , Cl^- , SO_4^{2-} e CO_3^{2-} **a diferentes** tubos de ensaio (no caso do Na^+ , trabalha-se com o sólido), proceder às reações de identificação de acordo com o roteiro abaixo descrito. Solicite então uma amostra sólida para os técnicos e tente identificar os íons investigados.

Magnésio:

- a) Solução de hidróxido de amônio – Verificar a ação de solução de sais de amônio
- b) Solução de fosfato de amônio, na presença de solução de hidróxido e solução de sais de amônio
- c) Solução de carbonato de amônio – Verificar a ação de solução de sais de amônio

Cálcio:

- a) Teste de chama
- b) Solução de carbonato de amônio – Verificar a ação de solução de sais de amônio
- c) Solução de Íons oxalato

Potássio:

- a) Solução de ácido perclórico
- b) Solução de cobaltinitrito de sódio. Este reagente deve ser preparado.

Cloreto:

- a) Solução de íons prata em presença de HNO_3 e NH_4OH

Sódio:

- a) Teste de chama

Carbonato:

- a) Sistema fechado (ácido diluído/água de barita).

Sulfato:

- a) Solução de íons bário. Verificar a dissolução em meio ácido

LAB 9: DETERMINAÇÃO DE SO_4^{2-} EM AMOSTRAS DE ÁGUA DO MAR

Será fornecida uma solução de EDTA $0,05000 \text{ mol L}^{-1}$

Determinação da concentração de SO_4^{2-} (Esse experimento começa no dia 8/10; fazer o experimento em duplicata). Adicione uma alíquota de 25,00 mL de água do mar a um erlenmeyer, algumas gotas de HCl até o meio ficar ácido e 25,00 mL de solução de $BaCl_2$ $0,04000 \text{ mol L}^{-1}$ (os volumes de água do mar e de solução de $BaCl_2$ precisam ser conhecidos com exatidão e precisão, portanto use sua pipeta aferida). Tampe o erlenmeyer com vidro de relógio e aqueça até que se inicie a ebulição. Retire do aquecimento e guarde a solução no armário até a próxima aula (15/10) para garantir a precipitação quantitativa do $BaSO_4$. Ajuste o pH do meio com 10 mL de tampão NH_4Cl/NH_4OH (pH = 10) e titule o excesso de íons Ba^{2+} com a solução padronizada de EDTA empregando Eriocromo T como indicador. Na determinação da concentração de sulfato deve-se descontar a concentração de íons Ca^{2+} e Mg^{2+} presentes na água do mar.

Determinação da concentração total de íons Ca^{2+} e Mg^{2+} (Esse experimento é para o dia 15/10; realizar em duplicata). Esses íons estão presentes na água do mar e interferem na determinação do sulfato por titulação complexométrica. O procedimento a seguir é o mesmo para determinação de dureza de águas naturais. Adicione 25,00 mL da amostra (usando sua pipeta aferida) a um erlenmeyer. Em seguida adicione 5 mL de solução tampão NH_4Cl/NH_4OH (pH = 10) e realize a titulação com a solução padrão de EDTA, empregando Eriocromo T como indicador.

Apresente a concentração de sulfato em mol L^{-1}

Referência: D. Belle-Oudry, Quantitative analysis of sulfate in Waters by indirect EDTA titration. Journal of Chemical Education 85 (2008) 1269.

LAB 10: IDENTIFICAÇÃO DE METAIS DE TRANSIÇÃO (Fe^{3+} , Al^{3+} E Mn^{2+}) E ANÁLISE DE AMOSTRA/PREPARO DE SOLUÇÃO DE $Na_2S_2O_3$ $0,10 \text{ MOL L}^{-1}$

Após a adição de algumas gotas de soluções Fe^{3+} , Al^{3+} e Mn^{2+} a diferentes tubos de ensaio, proceder às reações de identificação de acordo com o roteiro abaixo descrito. Solicite então uma amostra sólida contendo mistura destes íons aos técnicos e tente identificar a composição do sólido. Além dos 3 cátions, a amostra também pode conter cloreto, carbonato e sulfato como ânions.

 Fe^{3+} :

- a) Solução de tiocianato de potássio
 b) Solução de ferrocianeto de potássio
 c) Solução de hidróxido de sódio

Mn²⁺:

- Dióxido de chumbo **sólido** em HNO₃ conc.
- Solução de NH₄OH e posterior adição de sais de amônio
- Solução de hidróxido de sódio, com e sem oxidantes (ar, água oxigenada)

Al³⁺:

- Solução de hidróxido de sódio
- Solução de hidróxido de amônio

Preparação de solução de tiosulfato de sódio 0,1 mol L⁻¹

Pesar massa apropriada de tiosulfato de sódio, Na₂S₂O₃·5H₂O, em balança grosseira e dissolver em 100 mL de água destilada previamente fervida e já fria. Após dissolução, completar o volume a cerca de 500 mL e guardar em frasco âmbar. Deixar em repouso por 24 horas e padronizar. Essa solução será também utilizada nos experimentos LAB11 e LAB12.

LAB 11: PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÃO DE Na₂S₂O₃ 0,1 mol L⁻¹ e DETERMINAÇÃO DE Cu²⁺
Padronização da solução de tiosulfato de sódio 0,1 mol L⁻¹ com dicromato de potássio

Pesar em balança analítica, por diferença ou diretamente, massa de dicromato de potássio suficiente para gastar de 25 a 35 mL da solução de tiosulfato de sódio e transferir para um frasco com rolha esmerilhada de 250 mL. Adicionar 100 mL de água destilada e, após dissolução, adicionar 3 g de iodeto de potássio e 5 mL de ácido clorídrico concentrado. Agitar, fechar o frasco e deixar em repouso por 10 minutos ao abrigo da luz, em banho de gelo e água. Retirar do gelo e titular rapidamente com a solução de tiosulfato de sódio até descoramento da solução para coloração amarela-esverdeada. Adicionar 2 a 3 mL de solução indicadora de amido e prosseguir a titulação lentamente até a cor da solução passar nitidamente do azul para verde claro (presença de íons Cr³⁺).

Determinação de íons cobre(II)

Após completar o balão volumétrico contendo a amostra de Cu²⁺ com água destilada, pipetar uma alíquota de 25,00 mL em frasco com rolha esmerilhada de 250 mL. Adicionar 4 gotas de solução de H₂SO₄ 1:5 e cerca de 3 g de KI. Agitar, fechar o frasco e deixar em repouso por 10 minutos ao abrigo da luz, em banho de gelo e água. Retirar do gelo e titular rapidamente com a solução de tiosulfato de sódio até coloração levemente amarela. A seguir adicionar 2 mL da solução indicadora de amido e prosseguir a titulação até mudança de coloração do azul acinzentado para bege leitoso (suspensão de Cu₂I₂).

Com os dados obtidos nas titulações, calcular a quantidade de cobre(II) na amostra.

LAB 12: DETERMINAÇÃO DE O₂ DISSOLVIDO EM AMOSTRAS DE ÁGUA**Determinação de oxigênio dissolvido**

Preencher o balão volumétrico de 100 mL até a marca com a amostra (água do mar) e adicionar imediatamente 20 gotas de solução de Mn²⁺ (MnSO₄.H₂O, 364 g L⁻¹) e 20 gotas de solução do reagente álcali-iodeto {(500g NaOH + 150g KI) L⁻¹}. A seguir, fechar o balão e agitar por inversão. Deixar o precipitado decantar até, aproximadamente, a metade do frasco (cerca de 20 minutos). Agitar o balão novamente, para que a reação se complete.

Adicionar 40 gotas (cerca de 2 mL) de ácido sulfúrico concentrado (CUIDADO!!!) e agitar até dissolver totalmente o precipitado. Transferir o conteúdo total do balão para um erlenmeyer de 250 mL e titular o iodo formado com solução de Na₂S₂O₃ 0,005 mol L⁻¹. Obs.: Se a solução padrão estoque de Na₂S₂O₃ for ≈ 0,1 mol L⁻¹, a mesma deve ser diluída de forma exata a 0,005 mol L⁻¹.

A adição da solução de tiosulfato de sódio, durante a titulação, deve prosseguir até descoramento do iodo para a coloração amarela. Adicionar, então, cerca de 1 mL (≈ 20 gotas) de solução indicadora de amido e prosseguir a titulação, lentamente, até que a cor da solução passe nitidamente de azul para incolor. Com o volume gasto na titulação, calcular a concentração de oxigênio em g L⁻¹ e mol L⁻¹. Repetir o procedimento completo.