

1) Uma massa de 0,100 g de material vegetal (Folha de Mandioca) foi submetida ao procedimento kjeldahl. Após a digestão da amostra, o extrato foi destilado, transferindo todo nitrogênio para o erlenmeyer contendo ácido bórico. O erlenmeyer foi titulado com uma solução de ácido clorídrico 0,02 mol L<sup>-1</sup> gastando até o ponto final, 10,2 mL, já descontado o valor do branco. Qual a porcentagem de nitrogênio nesta amostra? **R: 2,86%**

**0,02mol ---- 1000ml**

**N ----- 10,2ml                     $N=2,04 \cdot 10^{-4}$  mols**

**Proporção estequiométrica = 1mol N: 1mol H+. Logo,**

**1mol (N) ----- 14g**

**$2,04 \cdot 10^{-4}$  ----- M                     $M=2,856 \cdot 10^{-3}g$**

**0,1g ----- 100%**

**$2,856 \cdot 10^{-3}g$ ----- P                    **P=2,86%****

2) Um pesquisador, utilizando a técnica analítica de gravimetria, determinou o teor de Enxofre em uma amostra de um minério usando a reação:  $Ba^{2+} + SO_4^{2-} \rightarrow BaSO_4$  (sólido precipitado) Esta reação precipita todo enxofre (na forma de sulfato) como Sulfato de Bário, que pode ser separado por filtração e pesado posteriormente a calcinação. A massa de Sulfato de Bário obtido é proporcional à massa de Enxofre presente na amostra. Considerando que o procedimento experimental o pesquisador realizou três replicatas da amostra e três replicatas de um padrão primário de K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, pesando as massas e obtendo os seguintes resultados:

**Peso amostra replicata 1 = 1,0023 g / Peso do precipitado = 0,7298 g**

**Peso amostra replicata 2 = 1,1063 g/ Peso do precipitado = 0,7955 g**

**Peso amostra replicata 3 = 0,9998 g/ Peso do precipitado = 0,7302 g**

Peso do Padrão replicata 1 = 0,5438 g / Peso do precipitado = 0,7281 g

Peso do Padrão replicata 2 = 0,5437 g / Peso do precipitado = 0,7282 g

Peso do Padrão replicata 3 = 0,5438 g / Peso do precipitado = 0,7281 g

Sabendo que o padrão de K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pode ser utilizado como um referencial de exatidão, responda as questões abaixo:

a) Qual a porcentagem de enxofre (S) média da amostra e padrão? **R: Amostra: 9,99% e Padrão: 18,43%**

b) Qual o desvio padrão da amostra e do padrão? **R: Amostra: 0,082; Padrão: 0,003**

c) Qual o coeficiente de variação da amostra e do padrão? **R: Amostra: 0,823; Padrão: 0,018**

d) Podemos afirmar que a metodologia utilizada tem uma boa exatidão? Justifique sua resposta. **R: Sim, porque o valor recuperado do padrão é próximo ao valor teórico de S = 18,42%**

e) Podemos afirmar que a metodologia aplicada tem uma boa precisão? Justifique sua resposta. **R: Sim, os valores de coeficiente de variação são inferiores a 1%**

**a) Amostra replicata 1:**

233g (1mol de BaSO<sub>4</sub>) ----- 32g (1mol de S)

0,7298g (precipitado de BaSO<sub>4</sub>)--- X1

**X1=0,10023 g**

**Amostra replicata 2:**

233g ----- 32g

0,7955g --- X2

**X2=0,10925g**

**Amostra replicata 3:**

233g ----- 32g

0,7302g --- X3

**X3= 0,10028g**

Média das massas das replicatas da amostra:

$$(1,0023 + 1,1063 + 0,9998)/3 = 1,03613g$$

Média das massas de enxofre:

$$(0,10023 + 0,10925 + 0,10028)/3 = 0,10325g$$

Teor médio de enxofre na amostra:

1,03613g ---- 100%

0,10325g ---- T

**T= 9,99%**

Padrão replicata 1:

233g (massa molar BaSO<sub>4</sub>) ----- 32g (massa molar de S)

0,7281g ----- X1

**X1=0,09999g**

Padrão replicata 2

233g ----- 32g

0,7282 ----- X2

**X2=0,10001g**

### Padrão replicata 3

233g ----- 32g

0,7281--- X3

**X3= 0,09999g**

Outra forma de calcular o teor: calcular os teores de enxofre individualmente para cada replicata e depois calcular a média dos três teores obtidos.

Teor replicata 1:

$$(0,09999/0,5438) \times 100 = \mathbf{18,387\%}$$

Teor replicata 2:

$$(0,10001/0,5437) \times 100 = \mathbf{18,394\%}$$

Teor replicata 3:

$$(0,09999/0,5438) \times 100 = \mathbf{18,387\%}$$

Média dos teores:

$$(18,987+18,394+18,387)/3 = 18,389 = \mathbf{18,39\%}$$

Valor teórico da porcentagem de enxofre no padrão (usar massa molar do K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)

174g ----- 100%

32g ----- T

**T = 18,39%**

b)

$$S = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

c)


$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100$$

d) Exatidão: comparar o teor teórico com o teor calculado com o experimento. A diferença entre eles é mínima = **BOA EXATIDÃO!!**

e) Coeficiente de variação é menor que 1% = **BOA PRECISÃO!!**

3) Uma massa de 0,500 g do sal hidratado  $\text{BaCl}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$  foi transferida para um cadinho de porcelana. Este foi aquecido por 30 minutos a  $500^\circ\text{C}$  até massa constante. Após o resfriamento em dessecador, a massa remanescente foi de 0,435 g (cinza).

a) Calcule a concentração de água de cristalização em  $\text{g kg}^{-1}$  em uma amostra de  $\text{BaCl}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ . R:  $130 \text{ g kg}^{-1}$

b) Determine também a fórmula molecular indicando o número de mols de água. R:  $\text{BaCl}_2 \cdot 1,73 \text{ H}_2\text{O}$

a) Massa de água = massa inicial – massa do resíduo

$$\text{Massa de água} = 0,500\text{g} - 0,435\text{g} = 0,065\text{g}$$

$$0,500\text{g}(\text{sal hidratado}) \text{ --- } 0,065\text{g}(\text{água})$$

$$1000\text{g} \text{ ----- } X$$

$$X = 130\text{g} = 130\text{g Kg}^{-1}$$

b) Massa molar do sal anidro =  $208\text{g/mol}$

$$208\text{g} \text{ ---- } 1\text{mol}$$

$$0,435\text{g} - N \quad N = 2,09 \cdot 10^{-3}$$

Massa molar da água =  $18\text{g/mol}$

$$18\text{g} \text{ ----- } 1\text{mol}$$

$$0,065 \text{ --- } Z \quad Z = 3,611 \cdot 10^{-3}$$

Obtendo a formula molecular

$2,09 \cdot 10^{-3}$  mols (sal) -----  $3,611 \cdot 10^{-3}$  mols (água)  
1mol ----- X

**X=1,73 mols de água**

Logo a fórmula molecular é

**BaCl<sub>2</sub>.1,73H<sub>2</sub>O**

1) Qual o poder de neutralização (PN) de uma amostra de calcário no qual seguiu o seguinte procedimento:

- 1) Pesar 1 g de amostra de calcário
- 2) Adicionar 50 mL de uma solução de ácido clorídrico 0,5 mol L<sup>-1</sup>.
- 3) Ferver o conjunto por 5 min.
- 4) Transferir o extrato para balão volumétrico de 100 mL e completar com água.
- 5) Transferir 50 mL do extrato que esta no balão para erlenmeyer.
- 6) Adicionar duas gotas de fenolftaleína e titular com solução de NaOH de 0,2 mol L<sup>-1</sup>.

O volume gasto nesta titulação foi de 47,5 mL (já descontado o branco analítico).

**Na determinação do poder de neutralização (PN), sempre precisamos determinar o branco analítico, que é a quantidade inicial de ácido (H<sup>+</sup>) em excesso, para obter a quantidade de mols ácido que não reagiu com o calcário da amostra.**

**Branco analítico = Reagiu com calcário + Não reagiu com calcário\*\***

**\*\*Este volume é determinado pela titulação da amostra contendo calcário, ou seja, o número determina-se o número de mols remanescente. Então**

**Reagiu com calcário = Branco analítico – Não reagiu**

**Neste exercício, ele já forneceu o volume de NaOH que reage diz respeito ao ácido que reage com calcário, ou seja, já fez a subtração do**

total (excesso) e da quantidade que não reagiu. Então concluímos que o volume de 47,5ml é o volume de NaOH que diz respeito a reação do calcário.

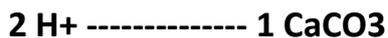
$$0,2\text{mol} \text{ ---- } 1000\text{ml}$$

$$N \text{ ----- } 47,5\text{ml}$$

$$N=9,5 \cdot 10^{-3}$$

O N obtido é a quantidade de mols de OH<sup>-</sup>, proveniente do NaOH que, é igual ao número de H<sup>+</sup>, pela proporção estequiométrica.

Porém, a proporção estequiométrica de reação do H<sup>+</sup> com o calcário é 2:1.



$$9,5 \cdot 10^{-3} \text{ ---- } x$$

$$x=4,75 \cdot 10^{-3}$$

Considerar as diluições (alíquota)

$$4,75 \cdot 10^{-3} \text{ mols CaCO}_3 \text{ ----- } 50\text{ml}$$

$$Y \text{ ----- } 100\text{ml}$$

$$y=9,5 \cdot 10^{-3}$$

Agora é só calcular a massa a partir da massa molar do CaCO<sub>3</sub> (100g/mol)

$$1\text{mol} \text{ ----- } 100\text{g}$$

$$9,5 \cdot 10^{-3} \text{ --- } m$$

$$m=0,95\text{g}$$

Obter o teor de calcário em relação ao total de amostra (PN)

1g ----- 100%

0,95g --- PN

**PN=95%**