

Nome:

N° USP:

**Roteiro para laboratório de reações de oxirredução, precipitação e complexação****Reagentes:**

- Iodeto de potássio.
- Negro de Eriocromo T.
- Alaranjado de xilenol.
- Fio condutor.

**Soluções:**

- HNO<sub>3</sub> 4,0 M.
- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1:5 (V/V).
- Solução padronizada de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,1 M.
- Solução indicadora de amido.
- Solução indicadora de K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>.
- Solução padronizada de AgNO<sub>3</sub> 0,25 M.
- Tampão NH<sub>4</sub>OH/NH<sub>4</sub>Cl pH 10.
- Tampão CH<sub>3</sub>COOH/CH<sub>3</sub>COONa pH 5,5.
- EDTA dissódico 0,05 M.
- Água do mar.

**Vidrarias:**

- 3 béqueres de 100 mL.
- 1 a 3 buretas de 25 ou 50 mL.
- 1 proveta de 10 mL.
- 1 proveta de 50 mL.
- 4 balões volumétricos de 100 mL.
- 1 pipeta graduada 10 mL.
- 1 pipeta graduada de 25 mL.
- 4 erlenmeyers de 250 mL.
- 1 rolha para erlenmeyer de 250 mL.

**Outros materiais:**

- Espátula.
- Papel (para pesagem de sólidos).
- Balança semi analítica.
- Caixa de isopor com gelo e água.

## Procedimento:

### I. *Determinação de cobre em fios condutores:*

Coloque cerca de 1,0 g de fio condutor em um béquer de 100 mL. Na capela, acrescente cerca de 10 mL de  $\text{HNO}_{3(aq)}$  4 mol  $\text{L}^{-1}$  a quente. Após a reação se completar e a mistura esfriar, transfira a solução de cobre para um balão volumétrico de 100 mL. Complete o volume com água destilada e homogeneize a mistura. Use uma pipeta graduada para transferir 25 mL da amostra para um erlenmeyer de 250 mL. Adicione 4 gotas de solução de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1:5 (V/V) e cerca de 3,0 g de iodeto de potássio. Tampe o frasco com uma rolha e agite suavemente. Deixe o sistema em repouso por 10 min, em banho de gelo e protegido da luz. Enquanto isso, encha a bureta com solução de tiosulfato de sódio ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ). Lembre-se de retirar o ar da ponta da bureta e ajustar o “zero”. Em seguida, faça rapidamente a titulação da mistura até descoramento do  $\text{I}_2$  (solução marrom escura) e aparecimento de coloração levemente amarela. A seguir adicione 2 mL da solução indicadora de amido e prossiga com a titulação até mudança de coloração do azul acinzentado para bege leitoso.

### II. *Determinação $\text{Cl}^-_{(aq)}$ na água do mar:*

Com uma pipeta graduada de 10 mL, colete 10 mL da amostra de água do mar e transfira a solução para um balão volumétrico de 100 mL. Complete o volume do balão utilizando água destilada. Após homogeneizar a amostra, use uma pipeta de 25 mL para transferir 25 mL da mistura para um erlenmeyer de 250 mL. Acrescente à solução 1 mL de solução do indicador cromato de potássio ( $\text{K}_2\text{CrO}_4$ ). Com um béquer de 100 mL, transfira a solução padronizada de  $\text{AgNO}_3$  0,25 mol. $\text{L}^{-1}$  para a bureta. Retire o ar da ponta da bureta para ajustar o “zero”. Faça a titulação da amostra diluída, sabendo que o ponto de viragem é percebido pela persistência da coloração amarela na solução. Lembre-se de agitar suavemente o erlenmeyer durante a titulação. Anote suas observações.

**NOTA:** Vocês têm duas amostras disponíveis: uma é de água do mar, a outra, de estuário. As duas receberam identificações genéricas, e vocês terão que descobrir qual corresponde a cada uma delas. Grupos 1, 3, 5 e 7 titulam a amostra A. Grupos 2, 4, 6 e 8 titulam a amostra B. Ao redigir o relatório, após a atividade, vocês poderão trocar informações entre os grupos com os valores da concentração de cloreto. Os grupos que titularem a mesma amostra podem utilizar a média dos dados como resultado, calculando o respectivo desvio padrão.

III. *Determinação da dureza total da água:*

a. *Titulação em meio básico*

Colete 50 mL de água da torneira e transfira para um balão volumétrico de 100 mL. Acrescente 10 mL de solução tampão  $\text{NH}_4\text{OH}/\text{NH}_4\text{Cl}$  pH 10 e complete o volume com água destilada. Após homogeneizar a amostra, transfira 25 mL da amostra para um erlenmeyer de 250 mL. Adicione uma ponta de espátula do indicador negro de Eriocromo T. Faça a titulação da amostra com solução padronizada de EDTA dissódico  $0,05 \text{ mol L}^{-1}$  até mudança da coloração vermelha para azul. O ponto de equivalência é atingido quando a cor azul permanece mesmo após adição de mais EDTA.

b. *Titulação em meio ácido*

Colete 50 mL de água da torneira e transfira para um balão volumétrico de 100 mL. Acrescente 10 mL de solução tampão  $\text{CH}_3\text{COOH}/\text{CH}_3\text{COONa}$  pH 5,5 e complete o volume com água destilada. Após homogeneizar a amostra, transfira 25 mL da amostra para um erlenmeyer de 250 mL. Adicione uma ponta de espátula do indicador alaranjado de xilenol. Faça a titulação da amostra com solução padronizada de EDTA dissódico  $0,05 \text{ mol L}^{-1}$  até mudança da coloração vermelha para amarela. O ponto de equivalência é atingido quando a cor amarela permanece mesmo após adição de mais EDTA.

**NOTA: Grupos 1, 3, 5 e 7 titulam a amostra em meio ácido. Grupos 2, 4, 6 e 8 titulam a amostra em meio básico. Ao redigir o relatório, após a atividade, vocês poderão trocar informações entre os grupos com os resultados obtidos para os diferentes meios. Os grupos que titularem a mesma amostra podem utilizar a média dos dados como resultado, calculando o respectivo desvio padrão.**