

QUÍMICA ANALÍTICA - QFL-1250

GUIA DE LABORATÓRIO - 2023

(LAB 1 a LAB 6)

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 contem 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-micro análise, 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, o conteúdo do mesmo 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 (não 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: PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÃO DE HIDRÓXIDO DE SÓDIO 0,1 MOL L⁻¹ E DE HCl 1,0 MOL L⁻¹

Proceder a padronização da solução de NaOH fornecida pelos técnicos 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 mol L⁻¹.** Adicionar 50 mL de água destilada fria isenta de CO₂. Após dissolução, juntar 3 gotas de solução indicadora de fenolftaleína e titular com a solução de NaOH 0,1 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.

Preparo de solução de HCl 1,0 mol L⁻¹:

Soluções concentradas de ácido clorídrico são fornecidas com porcentagem em massa de aproximadamente 37% (m/m) e densidade de 1,19 g cm⁻³. A partir dessas informações, prepare 100 mL de solução 1,0 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 mol L⁻¹:

Usando a sua bureta e seu balão volumétrico, ambos aferidos, prepare 100 mL de solução de HCl 0,10 mol L⁻¹ por diluição da solução de HCl 1,0 mol L⁻¹.

Padronização da solução de HCl 0,10 mol L⁻¹:

Padronizar a solução de HCl 0,10 mol L⁻¹ com a solução de NaOH 0,10 mol L⁻¹ padronizada. Para isso, pipete 25,00 mL da solução de HCl para um erlenmeyer, adicione cerca de 100 mL de água destilada e algumas gotas do indicador azul de bromotimol. Titule a solução até a viragem do indicador de amarelo para azul. Repita o procedimento e compare os resultados. A diferença entre as concentrações obtidas não deve superar 3:1000.

Pergunta: por que são usados indicadores diferentes nas titulações de padronização de NaOH e na de HCl?

LAB 2: DETERMINAÇÃO DA QUANTIDADE DE CARBONATO EM MINERAL POR TITULAÇÃO DE RETORNO; REAÇÕES DE CO₃²⁻ E SO₄²⁻

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 pelos técnicos 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- Calcule a média e o desvio padrão dos resultados e apresente a porcentagem de carbonato obtido pela classe com o respectivo intervalo de confiança a 95%.
- 4- Discuta como seu resultado ficou posicionado em relação à média e ao intervalo de confiança.
- 5- Discuta 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

Parte 2:

Reações de carbonato e sulfato – Consultar livros-texto de Química Analítica Qualitativa sobre os procedimentos:

Carbonato:

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

Sulfato:

- a) Íons bário. Verificar a dissolução em meio ácido

Pergunta: Como identificar um íon na presença do outro?

LAB 3: 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 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) aos tubos de ensaio.

Pergunta: Como identificar um íon na presença dos outros?

Determinação de cloreto pelo método de Mohr. Empregando a solução padronizada de AgNO₃ e com base em procedimento similar, determine a concentração de cloreto em amostra fornecida pelas técnicas. 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 AgNO₃. Repita a titulação e compare os resultados obtidos. Expresse o resultado em gramas de Cl⁻ por litro.

LAB 4: IDENTIFICAÇÃO DE ÍONS EM AMOSTRAS DE ÁGUA DO MAR (Ca²⁺, Mg²⁺, K⁺, Na⁺, Cl⁻, SO₄²⁻ e CO₃²⁻)

Após a adição de algumas gotas de soluções de Ca²⁺, Mg²⁺, K⁺, Na⁺, Cl⁻, SO₄²⁻ e CO₃²⁻ a tubos de ensaio (no caso do Na⁺, trabalha-se com o sólido), proceder as 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) Hidróxido de amônio – Verificar a ação de sais de amônio
 b) Fosfato de amônio, na presença de hidróxido e sais de amônio
 c) Carbonato de amônio – Verificar a ação de sais de amônio

Cálcio:

- a) Teste de chama
 b) Carbonato de amônio – Verificar a ação de sais de amônio

c) Íons oxalato

Potássio:

- a) Ácido perclórico
- b) Cobaltinitrito de sódio

Cloreto:

- a) Íons prata em presença de HNO_3 e NH_4OH

Sódio:

- a) Teste de chama

Carbonato:

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

Sulfato:

- b) Íons bário. Verificar a dissolução em meio ácido

LAB 5: 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-} : 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 BaCl_2 precisam ser conhecidos com exatidão e precisão, portanto use uma pipeta volumétrica). Tampe o erlenmeyer com vidro de relógio e aqueça até que se inicie a ebulição. Retire do aquecimento e aguarde para garantir a precipitação quantitativa do BaSO_4 . Ajuste o pH do meio com 10 mL de tampão $\text{NH}_4\text{Cl}/\text{NH}_4\text{OH}$ (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+} . 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 $\text{NH}_4\text{Cl}/\text{NH}_4\text{OH}$ (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 6 - PARTE 1: IDENTIFICAÇÃO DE METAIS DE TRANSIÇÃO (Fe^{3+} , Al^{3+} E Mn^{2+}) E ANÁLISE DE AMOSTRA /PREPARO DE SOLUÇÃO DE $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,10 MOL L⁻¹

Após a adição de algumas gotas de soluções Fe^{3+} , Al^{3+} e Mn^{2+} a 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) Tiocianato de potássio
- b) Ferrocianeto de potássio
- c) Hidróxido de sódio

 Mn^{2+} :

- a) Dióxido de chumbo em HNO_3 conc.
- b) Solução de NH_4OH e posterior adição de sais de amônio
- c) Hidróxido de sódio, com e sem oxidantes (ar, água oxigenada)

 Al^{3+} :

- a) Hidróxido de sódio
- b) Hidróxido de amônio

LAB 6 - PARTE 2: PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÃO DE $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 mol L⁻¹ e DETERMINAÇÃO DE Cu^{2+}
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 gasto 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 Cr^{3+}).

Determinação de íons cobre(II)

Pipetar uma alíquota de 25,00 mL em frasco com rolha esmerilhada de 250 mL. Adicionar 4 gotas de solução de H_2SO_4 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 Cu_2I_2).

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