

QFL 1212 – Química Analítica II

Docentes: Lúcio Angnes, Mauro Bertotti,
Gabriel Meloni e Diele Araújo

Monitores: Paula, Débora, Bruno e
Primaggio

Técnicos: Roberto e Renato

Estrutura da disciplina

Professores:

Mauro Bertotti – sala 0258 (B2-S)

Lúcio Angnes – sala 1270 (B12-S)

Gabriel Meloni e Diele – sala 0261 (B2-S)

Monitores:

Paula, Débora, Bruno e Primaggio

Site da disciplina: e-disciplinas

Critério de avaliação:

$$\text{Nota de Teoria } (N_T) = \frac{P_1 + P_2}{2} \quad \text{Nota de Laboratório } (N_L) = \frac{2L_n + Proj}{3}$$

$$\text{Nota Final } (N_F) = \sqrt{N_T \times N_L},$$

desde que $N_T \geq 4,0$. Caso contrário, $N_F = N_T$.

Proj é a nota de proposta de Projeto que versa sobre a resolução de um problema analítico sob responsabilidade do grupo. L_n é a média das notas das atividades de laboratório.

Aulas:

- terças-feiras, 08:00-09:40
- quartas-feiras, 14:00-18:00
- sextas-feiras, 10:00-11:40

Cronograma de aulas

08/08	T1- Introdução à disciplina. Grandezas, Algarismos significativos, exatidão, precisão, erros, desvio padrão + <u>Equil. de Precipitação</u> (Colóquio LAB 1)
09/08	LAB 1 - Conferência do material, limpeza e início da aferição. Avaliação de vidrarias (individual)
11/08	T2 - Equilíbrio de Precipitação
15/08	T3 - Volumetria de Precipitação (Colóquio LAB 2)
16/08	LAB 2 - Conclusão da aferição. Determinação da porcentagem de <u>NaCl</u> em sal de cozinha (individual)
18/08	T4 - Equilíbrio de Complexação
22/08	T5 - Volumetria de Complexação (Colóquio LAB 3)
23/08	LAB 3 - Determinação do teor de ácido acético em vinagre (individual)
25/08	T6 - Equilíbrio Ácido-Base
29/08	T7 - Volumetria Ácido-Base (Colóquio LAB 4 e 5)
30/08	LAB 4 - Determinação de Ca^{2+} e CO_3^{2-} em cascas de ovos (dupla)
01/09	T8 - Volumetria Ácido-Base
05/09	Semana da Pátria. Não haverá aula
06/09	Semana da Pátria. Não haverá aula
08/09	Semana da Pátria. Não haverá aula
12/09	T9 - Volumetria Ácido-Base
13/09	LAB 5 - Determinação de Ca^{2+} e CO_3^{2-} em cascas de ovos (dupla)
15/09	T10 - Volumetria Ácido-Base
19/09	T11 - Equilíbrio Redox (Colóquio LAB 6 a 9)
20/09	LAB 6 - Rodízio entre <u>potenciometria/conductometria</u> + <u>voltametria</u> + <u>biamperometria/Karl-Fischer</u> + <u>coulometria/eletrogravimetria</u>
22/09	T12 - Volumetria Redox
26/09	Semana da Química. Não haverá aula
27/09	Semana da Química. Não haverá aula
29/09	Semana da Química. Não haverá aula
03/10	Aula de Revisão/Discussão de exercícios (Monitores)
04/10	Prova Teórica (P ₁)

06/10	T13 - Introdução aos métodos instrumentais
10/10	T14 - Introdução às técnicas <u>eletroanalíticas</u>
11/10	LAB 7 - Rodízio entre <u>potenciometria/condutometria + voltametria + biamperometria/Karl-Fischer + coulometria/eletrogravimetria</u>
13/10	Recesso. Não haverá aula
17/10	T15 - <u>Potenciometria</u>
18/10	LAB 8 - Rodízio entre <u>potenciometria/condutometria + voltametria + biamperometria/Karl-Fischer + coulometria/eletrogravimetria</u>
20/10	T16 - Condutometria
24/10	T17 - <u>Eletrogravimetria e Coulometria</u>
25/10	LAB 9 - Rodízio entre <u>potenciometria/condutometria + voltametria + biamperometria/Karl-Fischer + coulometria/eletrogravimetria</u>
27/10	T18 - Apresentação das propostas de projetos pelos alunos
31/10	T19 - Aplicação de pulsos de potencial em sistemas eletroquímicos
01/11	LAB 10 - Execução dos Projetos
03/11	Recesso. Não haverá aula
07/11	T20 - <u>Amperometria e titulações amperométricas</u>
08/11	LAB 11 - Execução dos Projetos
10/11	T21 - <u>Biamperometria e Karl-Fischer</u>
14/11	T22 - Voltametria
15/11	Recesso. Não haverá aula
17/11	T23 - Comparação entre as diferentes técnicas <u>eletroanalíticas</u>
21/11	T24 - Projetos
22/11	LAB 12 - Execução dos Projetos
24/11	Discussão de exercícios (Monitores)
28/11	Apresentação dos resultados dos Projetos
29/11	Apresentação dos resultados dos Projetos
01/12	Prova Teórica (P₂)

Analytical Chemistry (ACS)

- **Is About Obtaining Information**

Analytical chemistry is the science of obtaining, processing, and communicating information about the composition and structure of matter. *In other words, it is the art and science of determining what matter is and how much of it exists.*

Qualidade da água

TABLE 10 Parameters monitored in water

Routine

pH	BOD	Total organics
Colour	Heavy metals	Turbidity
NO ₂ ⁻	Hardness	Fluoride
NO ₃ ⁻	Cl ⁻	Na ⁺
SO ₄ ²⁻	Cl ₂	K ⁺
PO ₄ ³⁻	NH ₃	Dissolved oxygen
Total solids	Conductivity	

Non-routine

Pesticide residues
Polycyclic aromatic compounds
Polychlorinated biphenyls (PCB's)
Unusual organic pollutants e.g. acrylonitrile
Asbestos fibre

Análise de Fe em amostra

- Amostra de minério de ferro
- Amostra de água do mar

Aspectos a analisar:

- Quantidade de Fe
- Existem interferentes?

Como executar determinações quantitativas?

- **Titulações**
- **Curvas de calibração**
- **Pesagem (métodos diretos)**

Titulações

Adição de volumes crescentes de um **titulante** a uma solução contendo um **analito** de interesse, de tal forma que haja consumo do analito pelo titulante

Sabendo-se a **quantidade de titulante que reage com o analito** e a **proporção estequiométrica**, pode-se determinar a quantidade de analito desde que a adição do titulante seja feita exatamente em quantidade igual à do analito



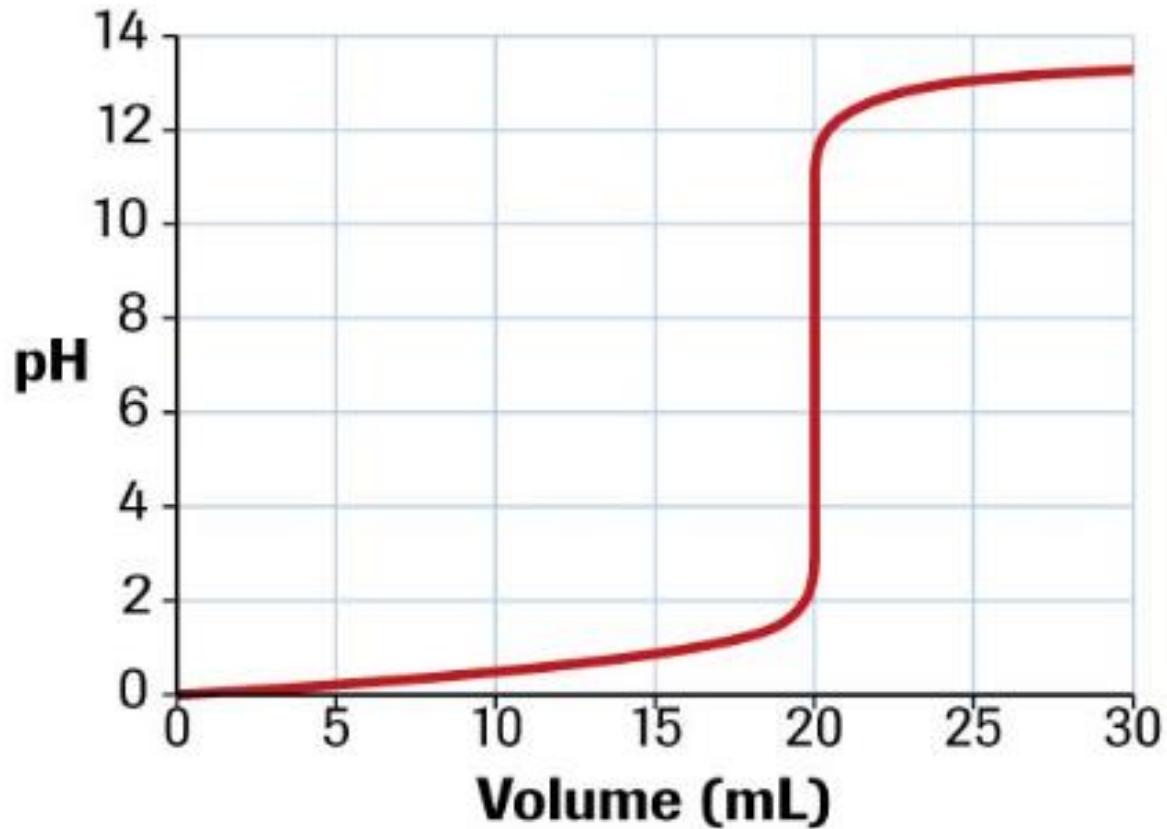
Visualização do ponto final

Indicadores visuais

Métodos instrumentais

**Diferença entre ponto final
 (“ponto de viragem”) e ponto
 estequiométrico (ou
 equivalência)**

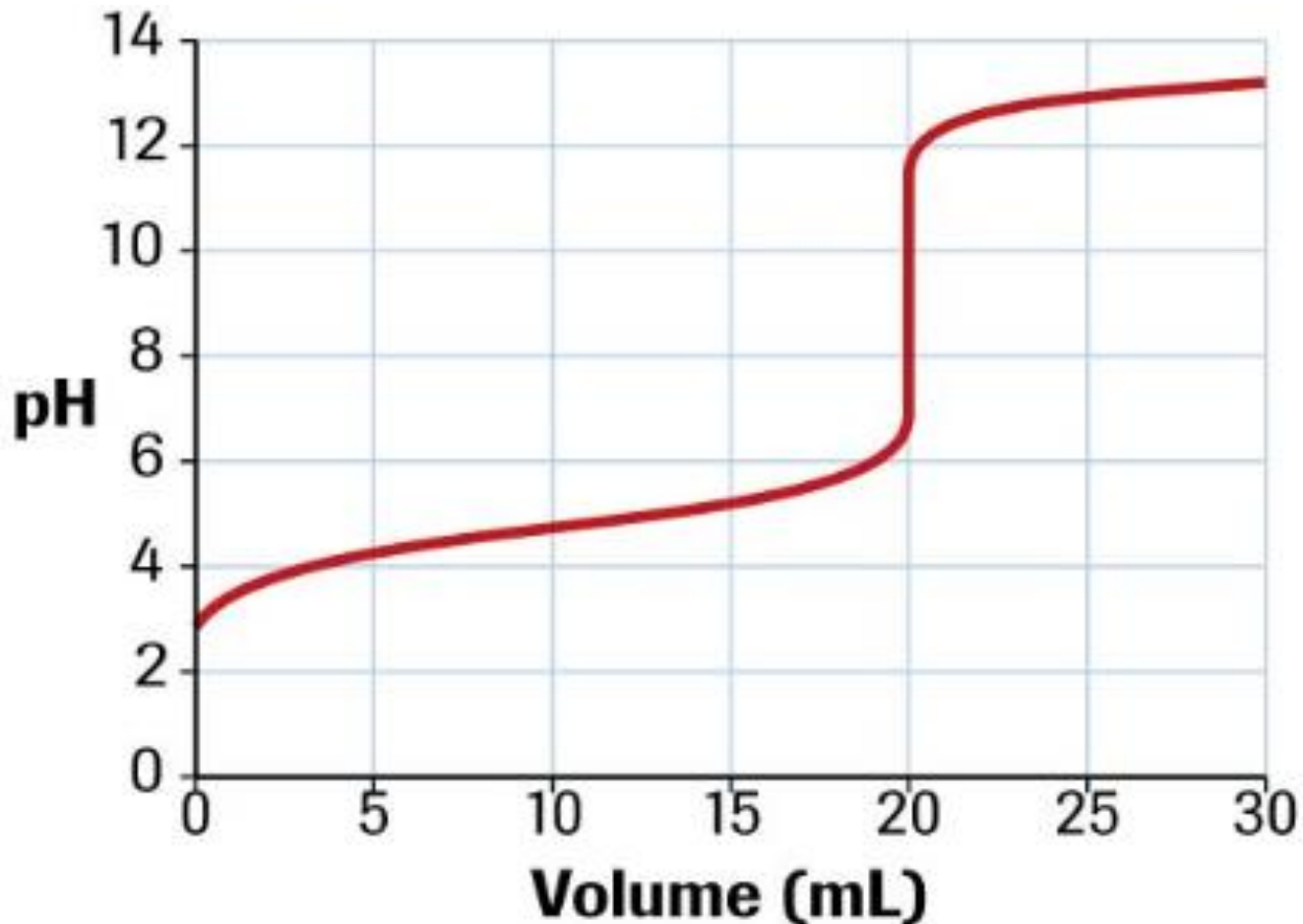
Titulação de 40 mL HCl com NaOH 1,0 M



Concentração de HCl = ???

Indicador????

Titulação de **????** com NaOH 1,0 M



Indicador ???

Tipos de titulações

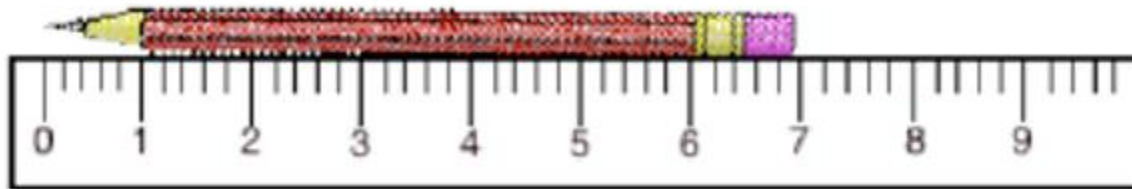
- Ácido/base
- Precipitação
- Redox
- Complexação

Procedimento Analítico (Laitinen and Harris)

- **Definição do objetivo**
- **Amostragem**
- **Separação do analito de possíveis interferentes**
- **Medição da quantidade de analito presente na amostra**
- **Avaliação, interpretação e comunicação dos resultados obtidos**

**Grandezas, Algarismos Significativos,
Exatidão, Precisão, Erros, Desvio Padrão**

Qual é o tamanho desse lápis?



> 6,9 cm

< 7,0 cm

É possível fazer uma estimativa ainda melhor? 6,95 cm?

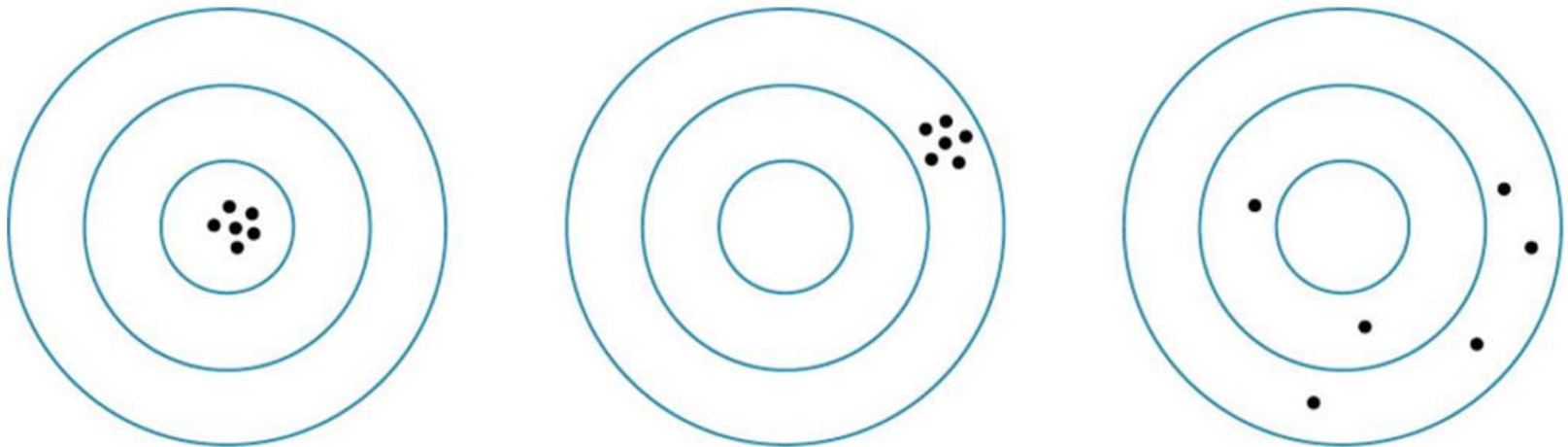
O último dígito é certamente impreciso!

Os algarismos significativos em um número são todos aqueles sobre os quais não há dúvidas + aquele duvidoso

Precisão e Exatidão: qual é a diferença???

Precisão: grau de coincidência entre medições sucessivas de uma mesma quantidade

Exatidão: grau de coincidência entre o valor medido e o valor considerado “verdadeiro” (ou aquele aceito como “verdadeiro”)



Pode haver precisão sem exatidão, mas a exatidão sempre é acompanhada pela precisão!!!!

Precisão

Erros determinados: são conhecidos e podem ser evitados (pipeta com volume incorreto, uso de solução mal padronizada, balança descalibrada)

Erros indeterminados: são acidentais, aleatórios e inerentes a qualquer medição (distribuição randômica, curva de Gauss)

Erro e Incerteza

Erro relativo: desvio porcentual da medida em relação ao valor tomado como correto

Valor correto = 50 g

Valor medido = 49 g, portanto erro relativo = ????

Incerteza: tem relação com a precisão da medida. Em uma bureta com escala de 0,1 mL, pode-se estimar a incerteza como 0,05 mL, portanto todos os valores devem ser expressos com essa incerteza. Por exemplo, (31,50 ± 0,05) mL.

Precisão na QFL 1212

Determinação do volume de pipeta de ~ 50 mL

1º valor: 50,00 mL

2º valor: 50,50 mL

Pode-se fazer a média dos 2 valores?

Determinação da concentração de solução de HCl ~ 0,1 M

1º valor: 0,1010 M

2º valor: 0,1015 M

Pode-se fazer a média dos 2 valores?

A resposta para as 2 questões é: depende da incerteza aceitável!!!!

Desvio padrão

O desvio padrão de uma série de medidas experimentais é dado por

$$\sigma = \sqrt{\sum(x_i - \mu)^2/N}$$

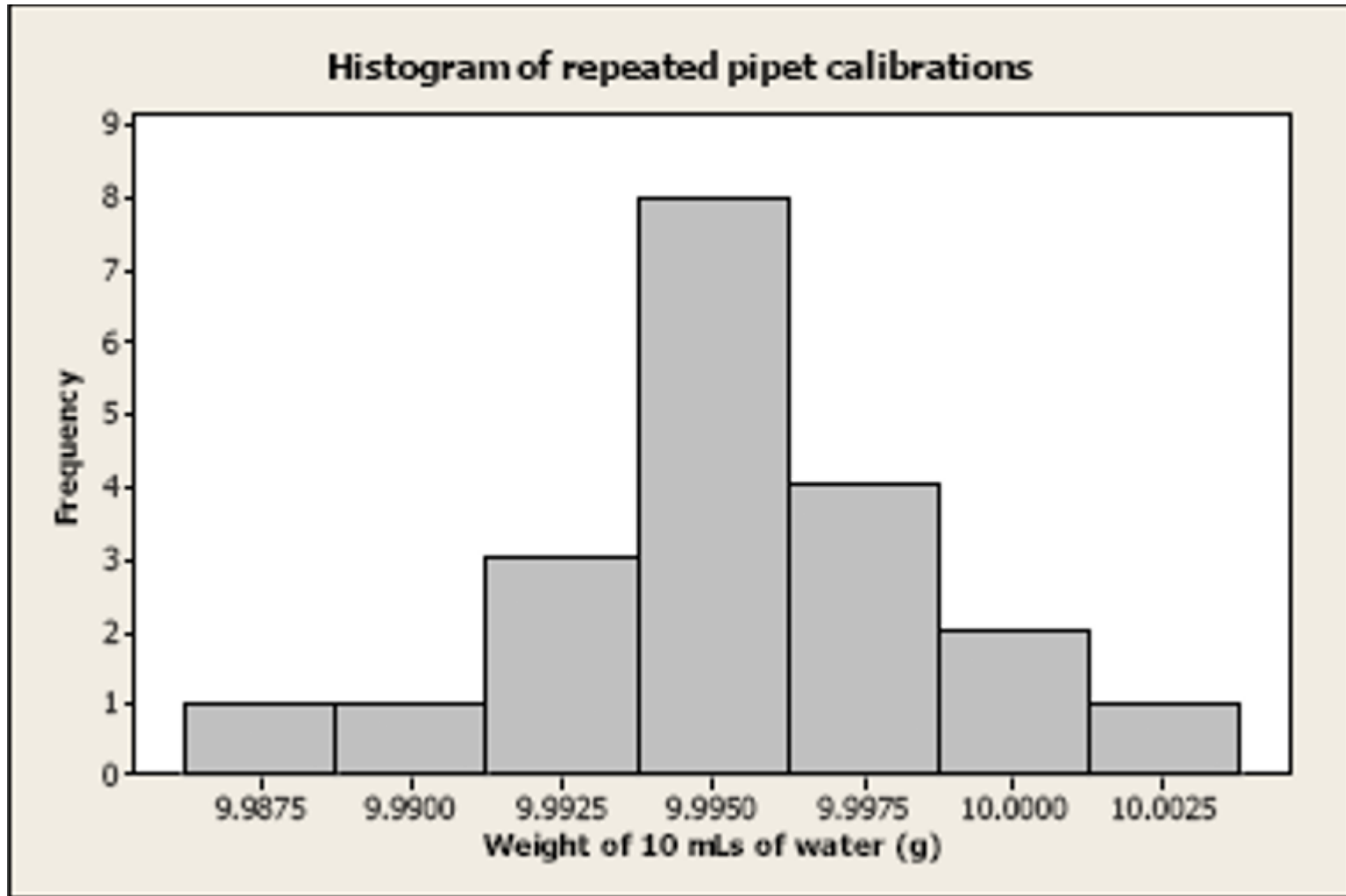
X_i = valor da medida i

μ = média aritmética das medidas

N = número de medidas

Curva de Gauss

Medições da mesma amostra apresentam valores que não são necessariamente iguais.....



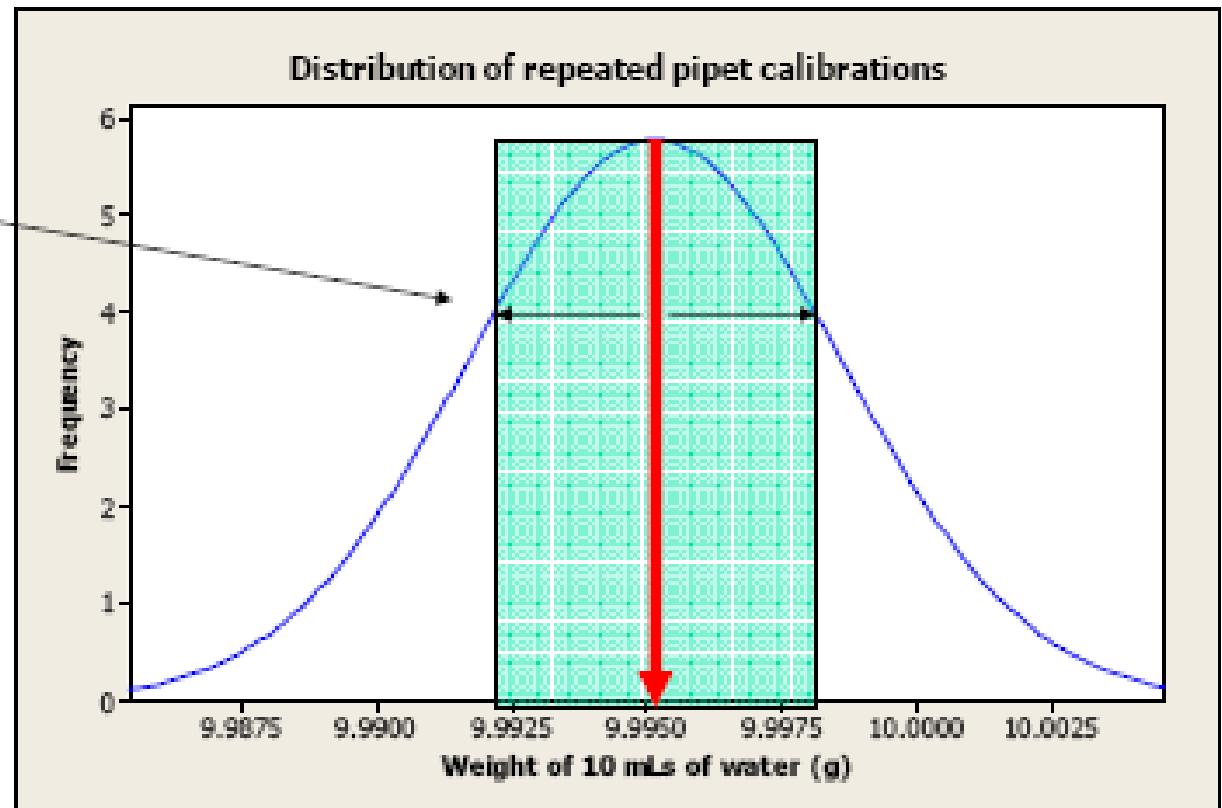
Curva de Gauss

The standard deviation (s or σ) from the mean is a measure of the spread or width of the distribution (i.e. precision)

Average \pm absolute standard deviation
= 9.995 ± 0.003 g

1 standard deviation = 68.3% of area under the curve

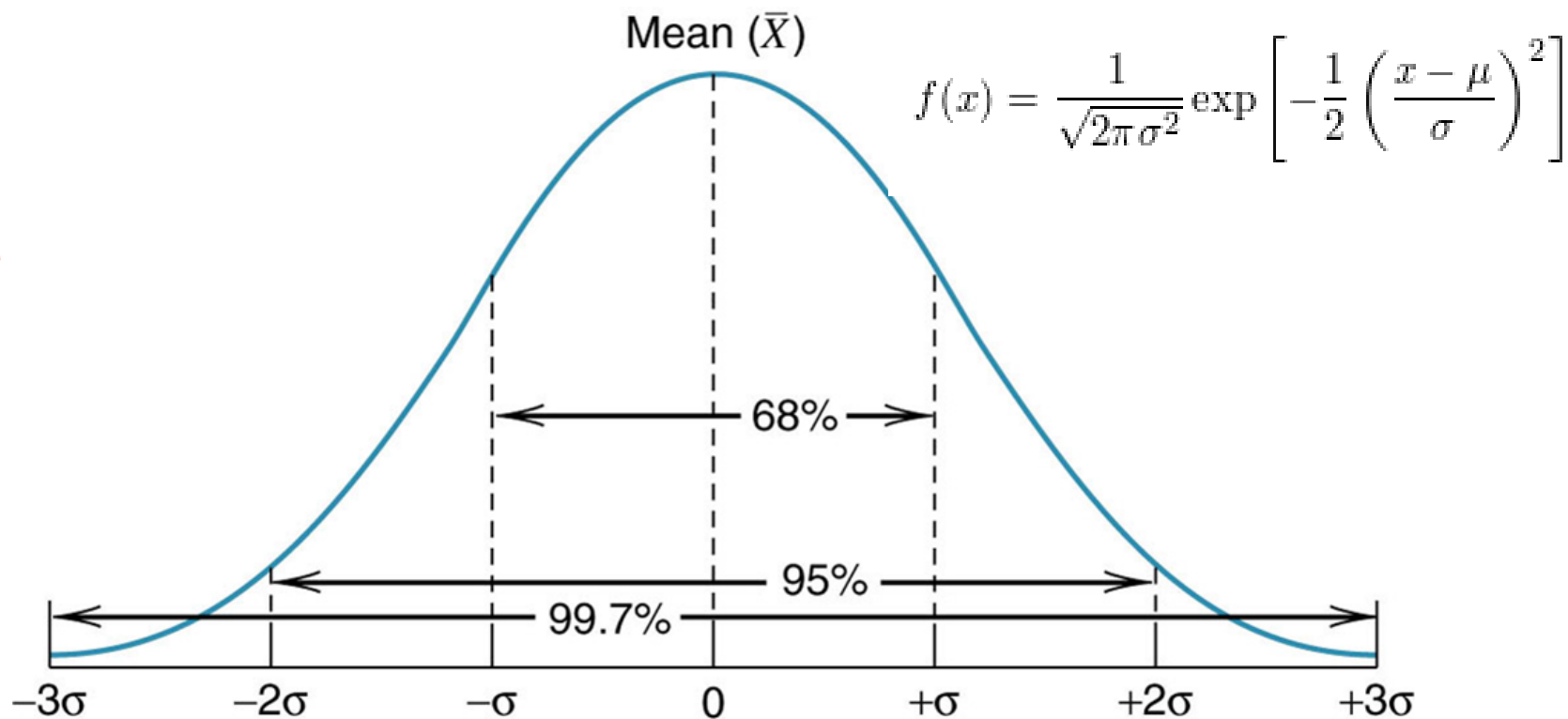
S = sample st.dev.
 Σ = population st.dev.



Curva de Gauss

Random errors follow a Gaussian or normal distribution.

We are 95% certain that the true value falls within 2σ (infinite population), IF there is no systematic error.



Standard deviations from the mean

Fig. 3.2 Normal error curve.