

**QFL-1212 - QUÍMICA ANALÍTICA II (Integral)
2023**

**GUIA DE LABORATÓRIO
Experimentos 6, 7, 8 e 9**

Horário e Local das aulas de laboratório:

Quartas-feiras, 14:00 – 18:00, Bloco 1 Superior

Programação de Laboratório, Grupos de 5 alunos

Grupo	20/09	11/10	18/10	25/10
1	<i>CO + ELE</i>	<i>POT/COND</i>	<i>VOLT</i>	<i>KF + BI</i>
2	<i>CO + ELE</i>	<i>POT/COND</i>	<i>VOLT</i>	<i>KF + BI</i>
3	<i>CO + ELE</i>	<i>POT/COND</i>	<i>VOLT</i>	<i>KF + BI</i>
4	<i>KF + BI</i>	<i>CO + ELE</i>	<i>POT/COND</i>	<i>VOLT</i>
5	<i>KF + BI</i>	<i>CO + ELE</i>	<i>POT/COND</i>	<i>VOLT</i>
6	<i>KF + BI</i>	<i>CO + ELE</i>	<i>POT/COND</i>	<i>VOLT</i>
7	<i>VOLT</i>	<i>KF + BI</i>	<i>CO + ELE</i>	<i>POT/COND</i>
8	<i>VOLT</i>	<i>KF + BI</i>	<i>CO + ELE</i>	<i>POT/COND</i>
9	<i>VOLT</i>	<i>KF + BI</i>	<i>CO + ELE</i>	<i>POT/COND</i>
10	<i>POT/COND</i>	<i>VOLT</i>	<i>KF + BI</i>	<i>CO + ELE</i>
11	<i>POT/COND</i>	<i>VOLT</i>	<i>KF + BI</i>	<i>CO + ELE</i>
12	<i>POT/COND</i>	<i>VOLT</i>	<i>KF + BI</i>	<i>CO + ELE</i>

Nome: _____

Bibliografia recomendada:

- D.A. Skoog, D.M. West, F.J. Holler, *Fundamentals of Analytical Chemistry*, Saunders, 7^a ed., 1996. Há versão traduzida para o português.
- N. Baccan, J.C. de Andrade, O.E. S. Godinho, J.S. Barone, *Química Analítica Quantitativa elementar*, Edgard Blucher, 3^a ed., 2001.
- D.C. Harris, *Análise Química Quantitativa*, LTC, 6^a ed., 2005.
- A.I. Vogel, *Análise Inorgânica Quantitativa*, Guanabara S.A., 4^a ed., 1981.
- CHRISTIAN, G.D.; O'REILLY, J.E.; *Instrumental Analysis*, 2a ed., Allyn & Bacon, Boston, 1986.
- DE MARTINIS, B.S.; DE OLIVEIRA, M.F.; *Química Forense Experimental*, 1a ed., 2015, CENGAGE Learning, São Paulo.

Regras e procedimentos para as aulas de laboratório:

- É indispensável o uso de avental de algodão, óculos de segurança, calça comprida e sapatos fechados. **Não será permitido fazer a aula sem os trajés adequados;**
- Não é permitida a permanência nos laboratórios de pessoas não matriculadas na disciplina;
- **Não há reposição de aulas** e não será permitido o uso dos laboratórios fora do horário normal de aula;
- Utilize sempre água destilada no preparo ou diluição de uma solução;
- Cuidado ao trabalhar com ácidos e bases concentradas, utilizando a capela sempre que necessário.

LABORATÓRIO: COULOMETRIA + ELETROGRAVIMETRIA (CO + ELE)

Experimento em Grupo

******OBS: TRAZER UMA AMOSTRA DE SUCO DE LARANJA (CAIXAINHA OU LATA)******

Tópicos Importantes:

1. Familiarização com Leis de Faraday, quantidade de eletricidade, eficiência de corrente de 100% para uma reação eletródica.
2. Método adequado para localização do ponto final em titulação coulométrica.
3. Aparelhagem de coulometria clássica.
4. Determinar a concentração de ácido ascórbico em amostra de suco de laranja pela técnica de coulometria e teor de cobre utilizando eletrogravimetria.

Coulometria

Calibração da corrente fornecida pelo Coulômetro

Selecione uma das correntes disponíveis no equipamento, utilizando os botões seletores, e verifique a corrente fornecida pela fonte empregando um multímetro. Anote o valor exato.

***Dica:** Correntes baixas são recomendadas para as primeiras titulações, facilitando a identificação do ponto de viragem próximo ao ponto de equivalência.*

Quantificação de Ácido Ascórbico (Indicador Visual)

Adicione à célula coulométrica 70 mL de solução tampão HAc/Ac 0,1 M, 2 g de KI e 1 mL de solução de amido. Conecte os eletrodos aos polos adequados da fonte de corrente constante, adicionando solução 0,5 M de Na_2SO_4 ao cilindro protetor. Adicione com uma micropipeta 0,050 mL de solução de ácido ascórbico (aproximadamente $0,10 \text{ mol L}^{-1}$) à célula coulométrica. Proceda à eletrólise, usando a corrente selecionada, até aparecimento de coloração levemente azul. Repita o procedimento ao menos mais duas vezes e calcule a concentração de ácido ascórbico na solução fornecida. Nesta etapa, caso exista tempo, mais titulações podem ser feitas utilizando diferentes valores de corrente.

Com o auxílio do monitor, determine o volume de amostra de suco a ser adicionado na célula coulométrica, baseado nas informações contidas no rótulo do suco. Titule a amostra, repetindo a operação por mais duas vezes. Com os dados obtidos, determine a concentração do ácido ascórbico e compare com o valor pré-estabelecido no rótulo.

Eletrogravimetria

Determinação de cobre(II)

Pesar em balança analítica a rede de platina previamente limpa e seca. Não se deve tocar na rede com os dedos; manuseá-la somente pela haste (CUIDADO)

Com auxílio do monitor, montar o aparato instrumental, posicionando a rede e o agitador corretamente. Em seguida:

- 1) Uma alíquota de 25,0 ml da solução de Cu(II) de concentração desconhecida deve ser pipetada em um balão de 100 mL. Completar o volume com água destilada.
- 2) **Da solução preparada na etapa 1**, retirar uma segunda alíquota de 25,0 mL e adicionar a um béquer de 150 mL.
- 3) Ao béquer, adicione (**NA CAPELA**) 1 mL (proveta) de HNO₃ previamente fervido e 2 mL de H₂SO₄ concentrado.
- 4) Posicionar o béquer no aparelho, baixando o conjunto rede/agitador; diluir com água destilada até cobrir cerca de 2/3 da rede.
- 5) Ligar o agitador e proceder à eletrólise, usando corrente de 0,5 A.
- 6) Decorridos 20 minutos, diluir a solução com água destilada de modo a cobrir mais uma parte da rede e observar se não há depósito de cobre na porção recém-imersa. Não ocorrendo depósito, a eletrólise está terminada; caso contrário, esperar mais 10 minutos até que a eletrólise se complete.
- 7) Desligar o agitador. Com a tensão ainda aplicada, retirar a rede da solução e lavar com água destilada (pisseta). Desligar a tensão. Retirar a rede do suporte, lavar com álcool, secar em estufa e pesar.

LABORATÓRIO: VOLTAMETRIA (VOL)

Experimento em Grupo

Tópicos Importantes:

1. Obter e interpretar as curvas de corrente *versus* tensão e tempo.
2. Avaliar a relação entre corrente limite/corrente de pico e concentração.
3. Determinar a concentração de paracetamol em amostra de fármaco pela técnica de voltametria cíclica.

Familiarização com o potenciostato

Com o auxílio do monitor, identificar os eletrodos e ligar o instrumento (inclusive, se for o caso, o microcomputador, carregando o programa apropriado).

Registrar um voltamograma cíclico de uma solução padrão de ferricianeto de potássio

Eletrodos utilizados:

- Eletrodo de trabalho: eletrodo de carbono vítreo ou “screen printed” de carbono.
- Eletrodo de referência: Ag/AgCl, (KCl sat.).
- Eletrodo auxiliar: eletrodo de platina.

Prepare uma solução de ferricianeto de potássio 10 mmol L^{-1} dissolvendo a massa necessária, pesada em balança analítica, em um balão de 10 mL. Utilizando a solução de KCl 1 mol L^{-1} já preparada pelos técnicos, preencha o volume do balão até o menisco.,

Faça o polimento da superfície do eletrodo de carbono vítreo utilizando uma suspensão de alumina (0,3 mm) e lave a superfície do eletrodo com água destilada sucessivas vezes para que este fique completamente limpo. Utilize um béquer de 10 mL como célula eletroquímica e posicione-o sobre um agitador magnético. Utilize uma estante e garras para prender o béquer, se for necessário. Ao béquer, adicione aproximadamente 5 mL de solução de KCl 1 mol L^{-1} (eletrólito suporte) e insira os três eletrodos, listados abaixo, até a total cobertura das áreas dos eletrodos pela solução, e conecte-os corretamente ao potenciostato (consulte o monitor para fazer isso).

Com a ajuda do monitor, utilize o programa do potenciostato para selecionar os parâmetros experimentais, como o potencial inicial e final da varredura cíclica (janela de potencial), direção da varredura de potencial, e velocidade de varredura do potencial.

Dica: O ferricianeto é um ânion que se reduz!

Registre um voltamograma cíclico para o eletrólito suporte (Solução de KCl - Branco). Salve o arquivo. Na próxima etapa, registre um voltamograma cíclico para a solução de ferricianeto de potássio 10 mmol L^{-1} em KCl 1 mol L^{-1} , preparada anteriormente. Terminado o experimento ligue o agitador magnético e registre novamente o voltamograma sob condições

hidrodinâmicas (agitação mecânica). Compare os resultados em termos de perfil voltamétrico obtido, relações de corrente relações e potencial.

Quantificação de paracetamol por adição de padrão

O mesmo conjunto de eletrodos e célula eletroquímica (béquer) da etapa anterior serão utilizados neste experimento. A curva de calibração será construída usando o método de adição de padrão ou adição de analito.

Pesar 1 comprimido com composição nominal contendo 750 mg de paracetamol e em seguida macerar o sólido. Pesar massa suficiente do comprimido macerado para que possa ser preparado, em um balão de 10 mL, uma **solução amostra** de aproximadamente 2 mmol L^{-1} ($M_{\text{paracetamol}} = 151,16 \text{ g mol}^{-1}$) em tampão fosfato (pH = 7.4).

Faça o polimento da superfície do eletrodo de trabalho utilizando uma suspensão de alumina (0,3 mm) e lave com água destilada sucessivas vezes a superfície do eletrodo, para que este fique completamente limpo. Insira os três eletrodos, listados abaixo, e conecte-os corretamente ao potenciostato (consulte o monitor para fazer isso).

Com a ajuda do monitor, utilize o programa do potenciostato para selecionar os parâmetros experimentais, como o potencial inicial e final da varredura cíclica (janela de potencial), direção da varredura de potencial, e velocidade de varredura do potencial.

Dica: O acetaminofeno é uma molécula que se oxida!

Preencha o béquer de 10 mL com 5 mL da **amostra** + 5 mL tampão fosfato e registre um voltamograma nas condições determinadas anteriormente. Não esqueça de sempre agitar a solução entre cada experimento e após a adição de alíquotas de solução ao eletrólito. Após o registro do primeiro voltamograma, adicione uma alíquota de $100 \mu\text{L}$ da solução de acetaminofeno 50 mmol L^{-1} , **previamente preparada pelos técnicos**, mantendo os mesmos parâmetros da voltametria cíclica do caso anterior e registre um novo voltamograma. Repita esse procedimento mais 4 vezes. Em seguida, construa uma curva de calibração no computador.

LABORATÓRIO: KARL – FISHER + BIAMPEROMETRIA (KF + BI)

Experimento em Grupo

Tópicos Importantes:

1. Familiarização com a técnica biamperométrica
2. Títulações envolvendo sistemas com pares eletroquimicamente reversíveis e irreversíveis
3. Aplicação: Determinação de água em solventes orgânicos (método de Karl Fischer) e amostras sólidas.

Biamperometria

Titulação de iodo com tiosulfato

Adicionar à célula de titulação (um béquer posicionado sobre um agitador magnético) 25,00 ml de solução saturada de iodo e adaptar adequadamente os eletrodos de platina na célula de titulação, mergulhando-os na solução a ser titulada. Ajustar a diferença de potencial entre os eletrodos de platina para 50 mV e medir a corrente elétrica no início do experimento e após cada nova adição de 0,5 ml do titulante (solução padrão de tiosulfato de sódio 0,01 mol L⁻¹), homogeneizando continuamente a solução com o auxílio de uma barrinha magnética.

Com os dados obtidos, construir a curva de titulação, relacionando a corrente medida como função do volume adicionado da solução de tiosulfato. Identificar o ponto estequiométrico no gráfico e determinar a solubilidade do iodo em água em mol L⁻¹.

Dica: a solução é saturada de iodo!

Karl-Fisher

Determinação de H₂O utilizando o reagente de Karl-Fischer

A padronização do reagente de Karl Fischer será feita titulando-se alíquotas conhecidas de água destilada (10 µL). As amostras a serem utilizadas no experimento consistem em álcool combustível. Sabendo que a porcentagem média de água na amostra de álcool combustível é de 6 %, calcule o volume a ser adicionado à célula de titulação para que seja gasta uma quantidade de reagente de Karl-Fischer similar à empregada na padronização.

LABORATÓRIO: POTENCIOMETRIA E CONDUTOMETRIA (POT/COND)

Experimento em Grupo

Tópicos Importantes:

1. Familiarização com a técnica titulações utilizando técnicas instrumentais de determinação do ponto final.
2. Acompanhamento da variação da condutividade da solução ao longo da titulação.
3. Comparação entre os métodos de indicação visual e instrumental.

Titulação de amostra de H_3PO_4 $0,1 \text{ mol L}^{-1}$

Titular uma alíquota de 25 mL da solução de H_3PO_4 com solução de NaOH $0,2 \text{ mol L}^{-1}$ acompanhando a variação de pH e condutividade da solução no decorrer da titulação empregando sistemas potenciométrico e condutométrico. Detalhes sobre os arranjos experimentais serão fornecidos previamente à realização da prática.

Fazer adições do titulante de 1 em 1 mL e, nas proximidades do ponto final, adicionar volumes menores (0,05 ou 0,10 mL).

Construir gráficos de pH e condutância em função de volume de titulante e determinar o ponto estequiométrico das titulações.