



Universidade de São Paulo

Instituto de Química

QFL0240 QUÍMICA ANALÍTICA

GUIA DE LABORATÓRIO

Professores:

Marina F. M. Tavares – sala 1170 (B11-Superior)

Bruno L. Hennemann – sala 452 (B4-Superior)

Técnicos:

Daniel R. Oliveira – sala 1170 (B11-Superior)

Renato V. do Nascimento Jr. (B7-Térreo)

Roberto R. Bertoza (B7-Térreo)

Monitores:

Integral

Gabriel R. Ramos – sala 227 (B2-Térreo)

Matheus H. M. Mendes – sala 578 (B5-Superior)

Sophia C. Macedo – sala 1170 (B11-Superior)

Noturno

Camila N. Farias – sala 1261 (B12-Superior)

Geovanne L. de Assis – sala 227 (B2-Térreo)

Jéssica L. C. Mendonça – sala 273 (B2-Superior)

Raphael B. Prata – sala 273 (B2-Superior)

2023

Critério de Avaliação

O aproveitamento final, N_F , será calculado pela fórmula:

$$N_F = \sqrt{N_T \times N_L}$$

N_T é a média ponderada das notas das provas teóricas (P_1 e P_2) e listas de exercícios (**LE**):

$$N_T = \frac{4P_1 + 6P_2 + LE}{11}$$

N_L é a nota de laboratório calculada pela fórmula:

$$N_L = \frac{2A + D + 2R + Q + 3Proj}{9}$$

onde:

A = média aritmética das notas das análises qualitativas

D = média aritmética das notas das determinações quantitativas

R = média aritmética das notas dos relatórios

Q = média aritmética dos questionários dos experimentos qualitativos

Proj = Nota da apresentação do projeto

A nota N_L só poderá ser incorporada na N_F se $N_T \geq 4,0$; caso contrário, $N_F = N_T$.

O aluno com $3,0 \leq N_F < 5,0$ e frequência $\geq 70\%$ terá direito à prova de recuperação. O aluno será aprovado se $(MF + 2 \text{ Rec})/3 \geq 5,0$, onde **Rec** é a nota da prova de recuperação.

Em 2023, serão realizadas as seguintes atividades:

- 3 análises qualitativas (A1, A2 e A3)
- 5 questionários de avaliação em laboratório (Q1 a Q5)
- 2 determinações quantitativas (D1 e D2): H_3PO_4 e Cu^{2+}
- 2 relatórios (R1 e R2): acidez em vinagre e Mg^{2+}/Ca^{2+} em ovo e em anti-ácido
- 5 listas de exercícios (LE1 a LE5)

As aulas de equilíbrios e volumetria, para cada tipo de equilíbrio (ácido-base, precipitação, complexação e redox), serão ministradas em sequência; serão realizadas 2 provas teóricas, contendo os conteúdos de equilíbrios e volumetria ácido-base e precipitação na prova 1 (P1), e os conteúdos de equilíbrios e volumetria de complexação e redox na prova 2 (P2).

Bibliografia

1. Arthur I. Vogel, Química Analítica Qualitativa, Editora Mestre Jou, 5ª ed., 2000
2. V.N. Alexeyev, *Qualitative Analysis*, 4ª ed. Moscou: Mir (1980) 592p.
3. N. Baccan; O.S. Godinho; L.M. Aleixo, *Introdução à Semimicroanálise Qualitativa*, 7ª ed. Campinas: Ed. UNICAMP (1997) 295p.
4. D.A. Skoog, D.M. West, F.J. Holler, Fundamentos de Química Analítica, Cengage Learning, Tradução da 9ª ed. norte-americana, 2014.
5. D.C. Harris, Análise Química Quantitativa, LTC, 9ª ed., 2017.

INSTRUÇÕES GERAIS

Mesmo que outras disciplinas de laboratório do curso tenham apresentado e discutido as normas e fornecido esclarecimentos sobre o trabalho prático, convém lembrar 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 aluno 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. O aluno deve **TRAJAR CALÇAS COMPRIDAS E SAPATOS FECHADOS. Não será permitida a entrada de alunos usando bermudas, shorts e chinelos ou sandálias.**
5. **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.**
6. **PRENDER OS CABELOS**, evitando que estes caiam no rosto, sobre o frasco contendo reagentes químicos ou próximos ao fogo.
7. O laboratório é um lugar de trabalho sério. **EVITE QUALQUER TIPO DE BRINCADEIRAS.**
8. 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.**
9. **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.
10. As lavagens dos materiais de vidro são realizadas inicialmente com água corrente da torneira e **posteriormente com pequenos volumes de água destilada (ECONOMIZE).** Em alguns casos, é necessário o emprego de sabão ou detergente.
11. **Descarte de Material** - Há frascos nas bancadas laterais ou nas capelas para o descarte de metais pesados, resíduos ácidos, básicos e solventes orgânicos. Cuidado com resíduos tóxicos ou irritantes! Para cada resíduo, verifique se há frasco rotulado para o seu

recolhimento. Em caso de dúvidas, consulte sempre o professor, o técnico ou o monitor da disciplina.

12. Cuidado ao trabalhar com substâncias inflamáveis. Mantenha-as longe do fogo.

13. 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.

14. Todas as operações nas quais ocorre desprendimento de gases tóxicos devem ser executadas na capela (como por exemplo: evaporações de soluções ácidas, amoniacais, etc.).

15. 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.

16. Na preparação ou diluição de uma solução, use **ÁGUA DESTILADA**.

17. Verificar cuidadosamente o rótulo do frasco que contém 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.

18. CUIDADO AO TRABALHAR COM ÁCIDO CONCENTRADO. Adicionar **SEMPRE o ácido à água (*acidule a água*)**.

19. 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**.

20. Deve-se evitar o desperdício de soluções, reagentes sólidos, gás e água destilada.

21. Em semimicro 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).

22. Deve-se tomar o máximo cuidado para não impurificar 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.

23. 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.

24. Dar tempo suficiente para que um vidro quente resfrie. 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.

25. Não é permitido o uso de celulares ou rádio.

26. INFORME O PROFESSOR DE QUALQUER ACIDENTE QUE OCORRA, MESMO QUE SEJA UM DANO DE PEQUENA IMPORTÂNCIA.

27. Só é permitida a permanência no laboratório de alunos matriculados na disciplina.

28. Fora do horário de aula o aluno não poderá realizar experimentos no laboratório. Não haverá reposição de aulas.

MATERIAL DE LIMPEZA

Os alunos devem providenciar **fósforos ou isqueiro, fio de níquel-crômio (pode ser resistência de chuveiro), papel toalha, espátula (ou palito de madeira) e um frasco plástico de um litro (frasco de álcool, trazer até a segunda aula de laboratório).**

Todo material de vidro (tubos de ensaios, Becker, funis, etc) a ser utilizado em análise qualitativa 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). **ECONOMIZE.**

No início das aulas práticas, **antes de iniciar os experimentos**, organize a sua bancada de trabalho. Após cada período de aula prática, **os locais de trabalho deverão ser limpos.** Os materiais e reagentes de uso comum devem ser mantidos em seus devidos lugares, durante todo o período de trabalho. Todo material utilizado deve ser guardado ou devolvido conforme as orientações dos Docentes, Monitores ou Técnicos.

VIDRARIA E REAGENTES

Tabela 1. Material de laboratório individual

(Deve permanecer no interior do armário tipo A é de responsabilidade do aluno)

1 cápsula de porcelana	2 funis (quali)
2 bastões de vidro pequenos (~20 cm)	1 pinça madeira
1 suporte para tubo de ensaio	1 frascos de reagentes (boca e tampa esmerilhadas)
1 frasco de vidro pequeno (~2,5 cm; alt. 4 cm)	1 proveta de 100 mL
2 vidros de relógio grandes	1 proveta de 10 mL
2 vidros de relógio pequenos	1 bureta de 50 mL
1 balão volumétrico de 100 mL	2 béquers de 250 mL
2 Erlenmeyers de 250 mL	2 béquers de 100 mL
1 pissete de plástico	1 Tubos em J para sistema fechado
3 pipeta pasteur	
12 tubos de ensaio	

Ao final de cada aula os materiais utilizados deverão ser guardados devidamente limpos.

Tabela 2. KIT Reagentes Especiais comuns de bancada
(mantenha os reagentes nas caixas das respectivas bancadas)

Nº	Nome	Nº	Nome
B1	Ácido perclórico	B12	Uréia (sólida)
B2	Água oxigenada	B13	Dicromato de potássio (sólido)
B3	Água de cloro	B14	Nitrato de sódio (sólido)
B4	Nitrato de cobalto/HAc	B15	Iodeto de potássio (sólido)
B5	Nitrito de sódio (sólido)	B16	Brometo de potássio (sólido)
B6	Reativo de Nessler	B17	Sulfato de sódio (sólido)
B7	Amido	B18	Carbonato de sódio (sólido)
B8	Dimetilglioxima (DMG)	B19	Cloreto de sódio (sólido)
B9	Indicadores ácido/base (papel)	B20	Cloreto de amônio (sólido)
B10	Sulfato ferroso amoniacal (sólido)	B21	Cloreto de potássio (sólido)
B11	Fluoreto de sódio (sólido)	B22	Dioxido de chumbo (PbO ₂)
	Almofariz e pistilo		Vidro de azul de cobalto

Esses reagentes estão numa pequena caixa branca de plástico, sobre a bancada.

Tabela 3. KIT – REAGENTÁRIO

(São responsáveis os alunos da bancada. Esse KIT deve ser guardado no **armário tipo B**)

Nº	Nome	Nº	Nome
1	Acetato de Amônio – 3 M	24	Hipoclorito de Sódio – 5%
2	Acetato de Chumbo – 1 M	25	Iodeto de Potássio – 0,1 M
3	Acetato de Sódio – 1 M	26	Nitrato de Alumínio – 0,2 M
4	Ácido Acético – 4 M	27	Nitrato de Bário – 0,2 M
5	Ácido Clorídrico – 1 M	28	Nitrato de Cálcio – 0,2 M
6	Ácido Clorídrico – 6 M	29	Nitrato de Chumbo – 0,2 M
7	Ácido Nítrico – 4 M	30	Nitrato de Cobalto – 0,2 M
8	Ácido Sulfúrico – 2 M	31	Nitrato de Cobre – 0,2 M
9	Água de Barita – solução saturada	32	Nitrato de Cromo – 0,2 M
10	Brometo de Sódio – 0,2 M	33	Nitrato de Estrôncio – 0,2 M
11	Carbonato de Amônio – 1 M	34	Nitrato de Magnésio – 0,5 M
12	Carbonato de Sódio – 2 M	35	Nitrato de Manganês – 0,2 M
13	Cloreto de Amônio – 4 M	36	Nitrato de Níquel – 0,2 M
14	Cloreto de Ferro III – 0,5 M	37	Nitrato de Potássio – 0,2 M
15	Cloreto de Sódio – 1 M	38	Nitrato de Sódio – 0,5 M
16	Cromato de Potássio – 0,5 M	39	Nitrato de Zinco – 0,2 M
17	Dicromato de Potássio – 0,2 M	40	Oxalato de Amônio – 0,25 M
18	Fluoreto de Sódio – 0,2 M	41	Permanganato de Potássio – 0,02 M
19	Ferricianeto de Potássio – 0,2 M	42	Sulfato de Sódio – 0,2 M
20	Ferrocianeto de Potássio – 0,2 M	43	Tiocianato de Amônio – 0,2 M
21	Monohidrogeno fosfato de sódio – 0,2 M	44	Tiosulfato de Sódio – 0,1 M
22	Hidróxido de Amônio – 6 M	45	Sulfato de Amônio – 1M
23	Hidróxido de Sódio – 4 M	46	Sulfito de sódio – 0,1 M

Tabela 4. KIT Reagentes comuns de CAPELA - Não transporte esses reagentes para a bancada de trabalho			
Nome	FISPQ	Nome ^o	FISPQ
Ácido sulfúrico conc.	https://goo.gl/G9FtzR	Éter etílico (sala dos técnicos)	https://goo.gl/xgzUDG
Ácido nítrico conc.	https://goo.gl/3RrdL4	Acetona (sala dos técnicos)	https://goo.gl/pJ7vUp
Ácido clorídrico conc.	https://goo.gl/a7kwuF	Clorofórmio (sala dos técnicos)	https://goo.gl/XC4FTZ
Ácido acético conc.	https://goo.gl/SrbaxP	Álcool etílico (sala dos técnicos)	https://goo.gl/ESTzyW
Hidróxido de amônio conc.	https://goo.gl/iZgaZ3		
Nitrato de prata	https://goo.gl/WVGHvd		

FISPQ: Ficha de informação e segurança de produtos químicos

Os reagentes de capela devem ser manipulados exclusivamente na capela. São ácidos e bases concentrados, e solventes, com alto risco químico e físico. Sempre que necessário manipular qualquer destes reagentes, a atenção deverá ser redobrada.

<p>Ácido Sulfúrico - PERIGO Lesão ocular grave/irritação ocular Corrosivo a metais</p> 	<p>Nitrato de prata- PERIGO Corrosivo a metais Corrosivo/irritante à pele Perigoso ao ambiente aquático - crônico Oxidante</p> 
<p>Ácido Nítrico - PERIGO Tóxico agudo (dérmico) Corrosivo à pele Lesão ocular grave/irritação ocular Corrosivo a metais Oxidante</p> 	<p>Acetona - PERIGO Toxicidade a órgão-alvo específico (exposição única) Líquido inflamável Lesão ocular grave-irritação ocular</p> 
<p>Ácido Clorídrico - PERIGO Toxicidade a órgão-alvo específico (exposição única) Lesão ocular grave/irritação ocular</p> 	<p>Éter etílico - PERIGO Tóxico agudo (oral) Toxicidade a órgão-alvo específico (exposição única) Líquido inflamável</p> 
<p>Ácido Acético - PERIGO Lesão ocular grave/irritação ocular</p>	<p>Etanol - PERIGO Líquido Inflamável</p>

<p>Corrosivo a metais Líquido inflamável</p> 	<p>Lesão ocular grave/irritação ocular</p> 
<p>Hidróxido de Amônio - PERIGO Lesão ocular grave/irritação ocular Corrosivo a metais Toxicidade a órgão-alvo específico (exposição única) Perigoso ao ambiente aquático - agudo</p> 	<p>Clorofórmio - PERIGO Tóxico agudo (dérmica) Corrosivo/irritante à pele Lesão ocular grave/irritação ocular Carcinogênico Toxicidade a órgão-alvo específico - exposição repetida Tóxico à reprodução Tóxico agudo (oral)</p> 

Aula 1

AFERIÇÃO DE PIPETA

Todo material de vidro que vai ser utilizado em análise quantitativa 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, enxugue o lado externo do material com papel toalha.**

Materiais volumétricos não devem ser colocados em estufa para secar, sob o risco de deformar o material e alterar o volume fornecido pelo fabricante. **A secagem da pipeta deve ser feita por sucção a vácuo (trompa d'água).**

Verifique a temperatura da sala de balanças no momento da aferição. A partir da tabela abaixo, determine qual o volume dispensado pela pipeta. Repita o procedimento de aferição até que a diferença entre os volumes das réplicas seja menor ou igual a 0,025 mL. Anote o volume médio dispensado pela pipeta aferida para usos posteriores ao longo do curso.

Variação do volume de 1,0000g de água com a temperatura

Frasco de vidro de soda, coeficiente de expansão cúbica, 0,000025/°C					
T (°C)	Peso (g)	Volume de 1 g de H ₂ O (cm ³)	T (°C)	Peso (g)	Volume de 1 g de H ₂ O (cm ³)
10	998,39	1,0016	23	996,60	1,0034
11	998,32	1,0017	24	996,38	1,0036
12	998,23	1,0018	25	996,17	1,0038 ₅
13	998,14	1,0018 ₅	26	995,93	1,0041
14	998,04	1,0019	27	995,69	1,0043
15	997,93	1,0021	28	995,44	1,0064
16	997,80	1,0022	29	995,18	1,0048
17	997,66	1,0023	30	994,91	1,0051
18	997,51	1,0025	31	994,64	1,0054
19	997,35	1,0026	32	994,35	1,0057
20	997,18	1,0028	33	994,06	1,0060
21	997,00	1,0030	34	993,75	1,0063
22	996,80	1,0032	35	993,45	1,0066

Aula 2

Informações de segurança:

Hidróxido de sódio

Consulte a FISPQ [aqui](#)

É corrosivo. Provoca queimaduras na pele e lesões oculares graves.

SE ENTRAR EM CONTATO COM A PELE (ou o cabelo): Enxaguar a pele com água em abundância. SE ENTRAR EM CONTATO COM OS OLHOS: enxaguar cuidadosamente com água durante vários minutos. EM CASO DE INGESTÃO: enxaguar a boca. NÃO provocar o vômito.



Ácido clorídrico

Consulte a FISPQ [aqui](#).

É corrosivo se em alta concentração. Provoca irritação cutânea. Provoca irritação ocular grave. Pode provocar irritação das vias respiratórias.

SE ENTRAR EM CONTATO COM A PELE (ou o cabelo): Enxaguar a pele com água em abundância. SE ENTRAR EM CONTATO COM OS OLHOS: enxaguar cuidadosamente com água durante vários minutos.



Ácido acético

Consulte a FISPQ [aqui](#).

Corrosivo/irritante à pele. Provoca lesões oculares/irritação ocular graves.

SE ENTRAR EM CONTATO COM A PELE (ou o cabelo): Enxaguar a pele com água em abundância. SE ENTRAR EM CONTATO COM OS OLHOS: enxaguar cuidadosamente com água durante vários minutos. EM CASO DE INGESTÃO: enxaguar a boca. NÃO provocar o vômito.



Descarte de resíduos:

Os resíduos ácidos ou básicos devem ser descartados nas bombonas correspondentes, que se localizam dentro da capela do laboratório.

Ensaio 1

1.1) Em um tubo de ensaio, adicionar 5 gotas de ácido acético 4,0 mol/L. Verifique o pH com papel indicador. Adicione agora 5 gotas de acetato de sódio 1,0 mol/L. Verifique o pH.

1.2) Repita o procedimento acima substituindo ácido acético por HCl 1,0 mol/L e acetato de sódio por NaCl 1,0 mol/L.

Ensaio 2

2.1) Preparar, por diluição em balão de 100,0mL, solução de HCl 0,1 mol/L, a partir de uma solução estoque HCl 1,0 mol/L. Complete o volume do balão com água destilada. Verifique o pH inicial com papel indicador. Transfira uma alíquota de 25,0mL para um erlenmeyer, adicione 25 mL (com uma proveta) de água destilada e 3 gotas de indicador fenolftaleína. Titule a solução com NaOH 0,25 mol/L até mudança de cor do indicador.

2.2) Com outra alíquota da solução preparada no item 2.1, repita a titulação sem adição de água destilada ao erlenmeyer.

2.3) Repita o procedimento 2.1, substituindo HCl por HAc.

Aula 3

Informações de segurança:

Hidróxido de sódio

Consulte a FISPQ [aqui](#)

É corrosivo. Provoca queimaduras na pele e lesões oculares graves.

SE ENTRAR EM CONTATO COM A PELE (ou o cabelo): Enxaguar a pele com água em abundância. SE ENTRAR EM CONTATO COM OS OLHOS: enxaguar cuidadosamente com água durante vários minutos. EM CASO DE INGESTÃO: enxaguar a boca. NÃO provocar o vômito.



Descarte de resíduos:

Os resíduos ácidos ou básicos devem ser descartados nas bombonas correspondentes, que se localizam dentro da capela do laboratório.

I. Preparação (diluição) de solução de NaOH 0,25 mol L⁻¹

Determinar o volume de uma solução NaOH 4,0 mol/L que deverá ser utilizado para preparo de 700mL de solução NaOH 0,25 mol/L. Retirar esse volume calculado de uma solução NaOH 4,0 mol/L presente na sala dos técnicos e transferir para um frasco plástico de 1L, previamente limpo. Completar o volume restante (para 700mL) com água previamente fervida (isenta de CO₂). Identificar o frasco.

II. Padronização de solução de NaOH 0,25 mol L⁻¹

Proceder à padronização da solução de NaOH com hidrogenoftalato de potássio, KHC₈H₄O₄, padrão primário, já previamente seco em estufa a 120°C até peso constante. Pesar em balança analítica cerca de 1,2 g de hidrogenoftalato de potássio (± 0,1 mg) e transferir para um Erlenmeyer de 250 mL. Adicionar 50 mL de água destilada fria isenta de CO₂. Após dissolução completa*, juntar 3 gotas de solução indicadora de fenolftaleína e titular com a solução de NaOH 0,25 mol L⁻¹ 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.

*caso esteja difícil a dissolução, pode-se usar auxílio do bastão de vidro, tomando o cuidado de enxaguá-lo no próprio erlenmeyer ao fim da dissolução.

Aula 4

Informações de segurança:

Hidróxido de sódio

Consulte a FISPQ [aqui](#)

É corrosivo. Provoca queimaduras na pele e lesões oculares graves.

SE ENTRAR EM CONTATO COM A PELE (ou o cabelo): Enxaguar a pele com água em abundância. SE ENTRAR EM CONTATO COM OS OLHOS: enxaguar cuidadosamente com água durante vários minutos. EM CASO DE INGESTÃO: enxaguar a boca. NÃO provocar o vômito.



Ácido clorídrico

Consulte a FISPQ [aqui](#).

É corrosivo se em alta concentração. Provoca irritação cutânea. Provoca irritação ocular grave. Pode provocar irritação das vias respiratórias.

SE ENTRAR EM CONTATO COM A PELE (ou o cabelo): Enxaguar a pele com água em abundância. SE ENTRAR EM CONTATO COM OS OLHOS: enxaguar cuidadosamente com água durante vários minutos.



Ácido acético

Consulte a FISPQ [aqui](#).

Corrosivo/irritante à pele. Provoca lesões oculares/irritação ocular graves.

SE ENTRAR EM CONTATO COM A PELE (ou o cabelo): Enxaguar a pele com água em abundância. SE ENTRAR EM CONTATO COM OS OLHOS: enxaguar cuidadosamente com água durante vários minutos. EM CASO DE INGESTÃO: enxaguar a boca. NÃO provocar o vômito.



Descarte de resíduos:

Os resíduos ácidos ou básicos devem ser descartados nas bombonas correspondentes, que se localizam dentro da capela do laboratório.

I. Determinação da acidez total em amostra de vinagre comercial

A análise de vinagre inclui, dentre outras, as determinações de acidez total, acidez fixa e acidez volátil em ácido acético. Neste procedimento, determinar-se-á a acidez total do vinagre.

Pipetar 20,00 mL (pipeta junto à amostra de vinagre) do vinagre comercial e transferir para um balão volumétrico de 100 mL. Completar o volume com água e homogeneizar. Retirar uma alíquota de 25 mL desta solução e transferi-la para um erlenmeyer de 250 mL. Adicionar cerca de 20 mL de água destilada e 3 gotas do indicador ácido-base. Titular com solução de hidróxido de sódio 0,25mol/L recém-preparada, até a viragem do indicador fenolftaleína ($pK_a = 9,3$). Repetir a titulação até usando alaranjado de metila ($pK_a = 3,5$) como indicador.

Expressar a acidez total em g/L e % em massa.

Densidade do vinagre = $1,015 \text{ g cm}^{-3}$

II. Determinação da concentração de ácido acético e clorídrico numa mistura

Pipetar 25 mL da amostra para um erlenmeyer de 250 mL. Adicionar cerca de 20 mL de água destilada e 3 gotas do indicador ácido-base. Titular com solução de hidróxido de sódio 0,25mol/L recém-preparada, até a viragem do indicador fenolftaleína. Repetir a titulação usando alaranjado de metila como indicador.

Repetir o procedimento acima, usando desta vez um eletrodo combinado de vidro para medir a variação de pH. Usando os valores obtidos com os indicadores ácido-base como referência, verifique o pH após cada adição de 1,0mL de titulante quando distante do ponto de viragem, e a cada 0,2mL de titulante quando próximo do ponto de viragem.

Relatório 1: *Ao final dos experimentos realizados nas aulas 2 e 3, deve ser elaborado um relatório científico (dupla), nos padrões ABNT, que contenha uma breve introdução (titulação ácido-base, indicadores), objetivos, parte experimental (materiais e métodos - procure inserir aqui a padronização da solução de NaOH, aferição da pipeta, discussões acerca do eletrodo combinado de vidro), resultados e discussão (curvas de titulação, cálculo das concentrações dos ácidos, pK_a do ácido fraco, comparação dos resultados obtidos via eletrodo e via colorimétrica) e bibliografia.*

III. Determinação da concentração da solução de H_3PO_4

Completar até a marca, com água destilada, o volume do balão de 100 mL no qual foi fornecida a amostra de ácido fosfórico cuja concentração deve ser determinada (*cuidado para não ultrapassar o menisco*). **Homogeneizar** (*cuidado ao tampar o balão*). Pipetar uma alíquota de 25,00 mL (pipeta aferida) em um Erlenmeyer de 250 mL. Adicionar cerca de 30

mL de água destilada e 3 gotas de fenolftaleína. Titular com a solução de NaOH 0,25 mol L⁻¹ padronizada, até que a cor da solução mude de incolor para rosa claro, persistente.

Com os dados obtidos, calcular a concentração de H₃PO₄ na amostra, em gramas por litro. Os resultados de duas determinações, expressos em molaridade, não devem diferir em mais de 3:1000. Caso o erro seja maior, repetir a determinação.

Determinação 1: *Informe ao técnico a concentração determinada para a amostra de H₃PO₄ recebida, em g/L.*

Aula 5

Informações de segurança:

Ácido clorídrico

Consulte a FISPQ [aqui](#).

Corrosivo. Provoca irritação cutânea. Provoca irritação ocular grave. Pode provocar irritação das vias respiratórias.

EM CASO DE INALAÇÃO: retirar a pessoa para uma zona ao ar livre e mantê-la numa posição que não dificulte a respiração. SE ENTRAR EM CONTATO COM A PELE (ou o cabelo): Enxaguar a pele com água em abundância. SE ENTRAR EM CONTATO COM OS OLHOS: enxaguar cuidadosamente com água durante vários minutos.



Nitrato de Cobalto

Consulte a FISPQ [aqui](#).

Pode provocar uma reacção alérgica cutânea. Nocivo se ingerido. Muito tóxico para os organismos aquáticos.



Hidróxido de Bário (água de barita)

Consulte a FISPQ [aqui](#).

Causa irritação severa da pele e dano aos olhos.

SE ENTRAR EM CONTATO COM A PELE (ou o cabelo): Enxaguar a pele com água, em abundância. SE ENTRAR EM CONTATO COM OS OLHOS: Enxaguar cuidadosamente com água durante vários minutos.



Hidróxido de amônio

Consulte a FISPQ [aqui](#).

Nocivo por ingestão. Provoca queimaduras na pele e lesões oculares graves. Muito tóxico para os organismos aquáticos.

EM CASO DE INALAÇÃO: retirar a pessoa para uma zona ao ar livre e mantê-la numa posição que não dificulte a respiração. SE ENTRAR EM CONTATO COM A PELE (ou o cabelo): Enxaguar a pele com água, em abundância. EM CASO DE INGESTÃO: enxaguar a boca. NÃO provocar o vômito.



Permanganato de potássio

Consulte a FISPQ [aqui](#).

Nocivo por ingestão. Provoca queimaduras na pele e lesões oculares graves. Muito tóxico para os organismos aquáticos com efeitos duradouros.

SE ENTRAR EM CONTATO COM A PELE (ou o cabelo): Enxaguar a pele com água, em abundância. SE ENTRAR EM CONTATO COM OS OLHOS: Enxaguar cuidadosamente com água durante vários minutos.



Clorofórmio

Consulte a FISPQ [aqui](#).

Suspeito de causar câncer. Provoca irritação na pele. Perigoso se ingerido. Provoca irritação ocular. Suspeito de causar malformação fetal. Danoso aos órgãos em exposições prolongadas ou repetidas. Tóxico se inalado.

EM CASO DE INALAÇÃO: retirar a pessoa para uma zona ao ar livre e mantê-la numa posição que não dificulte a respiração.



Descarte de resíduos:

Os resíduos ácidos ou básicos devem ser descartados nas bombonas correspondentes, que se localizam dentro da capela do laboratório.

Resíduos contendo cobalto, bário ou permanganato devem ser descartados na bombona separada para descarte de metais pesados.

Resíduos contendo clorofórmio (mesmo os que contêm também metais pesados) devem ser descartados em bombona separada para descarte de solventes orgânicos.

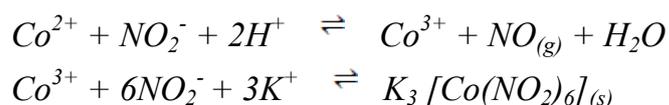
Ensaio 1

1.1) A um tubo de ensaio, adicione gotas de uma solução 0,2 M de Co^{2+} . Adicione a este tubo gotas de HCl 1,0 mol/L. Aqueça o tubo em bico de Bunsen. Depois, deixei-o sobre a bancada e espere esfriar.

1.2) Repita o experimento anterior, substituindo HCl 1,0 mol/L por HCl 6M.

Ensaio 2 – Reação de Identificação de K^+

Em um tubo de ensaio, adicione 3 gotas de solução de Co^{2+} . Adicione a esta solução uma ponta de espátula de NaNO_2 (s) e, em seguida, agite a mistura com um bastão de vidro até a eliminação dos gases (NA CAPELA, não inalar) e clareamento da solução. Adicione então gotas da solução tampão HAc/ Ac^- previamente preparada e, adicione por fim, gota a gota, uma solução contendo 0,2 M de K^+ . Retire o sobrenadante e, ao precipitado, adicione HCl 6 mol/L, gota a gota, até observar mudança na coloração. Se necessário, aqueça cuidadosamente.

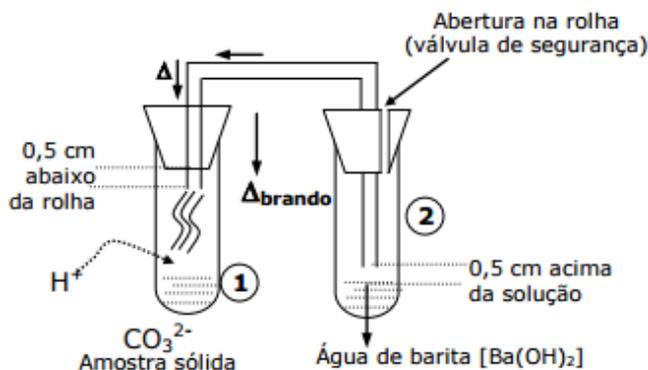
**Ensaio 3 – Reações de Identificação de NH_4^+**

3.1) Em um tubo de ensaio, adicione 5 gotas de solução NH_4Cl . Adicione, em seguida, 5 gotas de NaOH 4 mol/L e aqueça suavemente a solução. Verifique levemente o odor desprendido.

3.2) Repita o procedimento descrito em “Ensaio 2”, substituindo a solução de K^+ por uma solução de NH_4Cl .

Ensaio 4 – Identificação da presença de CO_3^{2-}

O ensaio deve ser realizado com sal sólido de Na_2CO_3 .

Sistema fechado (ácido diluído/água de barita)

1) Após montagem do tubo (2) adicione H_2SO_4 2,0 M à substância contida no tubo (1) e feche-o rapidamente.

2) Separe o ppt. do tubo (2) e adicione HAC dil.

Essa prova é específica para CO_3^{2-} . A solução de água de barita deve estar límpida e transparente (se não estiver, filtre-a antes de colocá-la no tubo). Verifique se o sistema está montado corretamente. A adição do ácido será a última ação a ser executada. Após adição do ácido feche rapidamente o sistema.

Ensaio 5

5.1) Prepare, em um tubo de ensaio, uma solução de KMnO_4 diluída: adicione 1 gota de KMnO_4 0,02 M em 1mL de água destilada

5.2) Em outro tubo, adicione 2 gotas de I^- e 20 gotas de H_2SO_4 2,0 M e 10 gotas de água destilada. Adicione, em seguida, 2 gotas da solução diluída de KMnO_4 , preparada anteriormente. Adicione, em seguida, algumas gotas de clorofórmio e observe a coloração na fase orgânica.

5.4) Repita o ensaio 5.2, substituindo a solução diluída de KMnO_4 por solução de Mn^{2+} .

Aula 6**Informações de segurança:****Hidróxido de amônio**

Consulte a FISPQ [aqui](#).

Nocivo por ingestão. Provoca queimaduras na pele e lesões oculares graves. Muito tóxico para os organismos aquáticos.

EM CASO DE INALAÇÃO: retirar a pessoa para uma zona ao ar livre e mantê-la numa posição que não dificulte a respiração. SE ENTRAR EM CONTATO COM A PELE (ou o cabelo): Enxaguar a pele com água, em abundância. EM CASO DE INGESTÃO: enxaguar a boca. NÃO provocar o vômito.



Nitrato de Bário

Consulte a FISPQ [aqui](#).

Nocivo por ingestão. Causa uma irritação suave da pele. Provoca irritação ocular grave.



Descarte de resíduos:

Os resíduos ácidos ou básicos devem ser descartados nas bombonas correspondentes, que se localizam dentro da capela do laboratório.

Resíduos contendo bário devem ser descartados na bombona separada para descarte de metais pesados.

Ensaio 1 – Reações com NH_4OH na presença em ausência de NH_4Cl

1.1) Em um tubo de ensaio, adicione solução contendo Ca^{2+} . Em seguida, adicione algumas gotas de NH_4OH 6,0 mol/L e observe se há formação de precipitado.

1.2) Em outro tubo de ensaio, adicione solução contendo Ca^{2+} e algumas gotas de NH_4Cl 4,0 mol/L. Em seguida, adicione à solução resultante NH_4OH 6,0 M e verifique se há formação de precipitado.

1.3) Repita os ensaios 1.1 e 1.2 substituindo a solução contendo de Ca^{2+} por soluções de Mg^{2+} e de Ba^{2+} .

Ensaio 2 – Reações com $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$

Em um tubo de ensaio, misture solução de Ba^{2+} e solução de $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$. Aqueça levemente o tubo em bico de Bunsen e verifique se há formação de precipitado. Separe a solução resultante em dois tubos, centrifugue, retire o sobrenadante e adicione sobre o precipitado de um dos tubos HAc 4M para verificar se há dissolução. Ao precipitado de outro tubo, adicione NH_4Cl e observe se ocorre dissolução.

Repita o procedimento acima substituindo solução de Ba^{2+} por Ca^{2+} e Mg^{2+} .

Ensaio 3 – Reações com Na_2SO_4

Em um tubo de ensaio, misture gotas de solução de Ba^{2+} e gotas de solução de Na_2SO_4 . Aqueça levemente o tubo em bico de Bunsen e verifique se há formação de precipitado.

Centrifugue, retire o sobrenadante e adicione, sobre o precipitado, HCl 1M para verificar se há dissolução.

Repita o procedimento acima substituindo solução de Ba^{2+} por Ca^{2+} e Mg^{2+} .

Ensaio 4 – Reações com solução de $(NH_4)_2C_2O_4$

Em um tubo de ensaio, misture solução de Ba^{2+} e solução de $(NH_4)_2C_2O_4$. Aqueça levemente o tubo em bico de Bunsen e verifique se há formação de precipitado. Centrifugue, retire o sobrenadante e adicione sobre o precipitado de HCl 1M para verificar se há dissolução.

Repita o procedimento acima substituindo solução de Ba^{2+} por Ca^{2+} e Mg^{2+} .

Ensaio 5 – Ensaio Microcristalográfico

Em um vidro de relógio, adicione solução de Mg^{2+} , solução de HCl 1M e, por fim, algumas gotas de solução de Na_2HPO_4 . Agite com cuidado. No centro da solução, adicione NH_4OH 6M e, sem agitar, observe ao microscópio os cristais do precipitado formado.

Repita o procedimento acima substituindo solução de Mg^{2+} por Ca^{2+} .

Ensaio 6 - Testes de Chama

Esta prova é feita utilizando-se um fio de Ni-Cr limpo e a chama oxidante de um bico de Bunsen, da seguinte maneira: toca-se com o fio no sal que contém o cátion que se quer identificar e coloca-se a ponta desse fio na região mais fria da chama oxidante.

Realize o teste de identificação da coloração na chama de sais contendo Na^+ e K^+ , a olho nu ou olhando através de um vidro azul de cobalto. Compare as diferenças observadas.

Aula 7

ANÁLISE I

SEPARAÇÃO E IDENTIFICAÇÃO DOS ÍONS Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+} e Ba^{2+}

Homogeneizar bem a amostra recebida. Separe-a em três partes: uma para testes prévios, outra para andamento da análise e uma terceira para eventual necessidade de se re-analisar a amostra.

A identificação da presença de NH_4^+ deverá ser feita diretamente na amostra sólida. Para tanto, coloque uma pequena parte da amostra homogeneizada em um tubo de ensaio, adicione NaOH e aqueça com cuidado. A liberação de NH_3 indica a presença de NH_4^+ na amostra.

Se houver NH_4^+ na amostra, este deve ser totalmente eliminado e esta solução, sem NH_4^+ deve ser utilizada para identificação de K^+ . Lembre-se de que o meio estará fortemente alcalino e, portanto, deve ser neutralizado e tamponado em pH 5,0 para a identificação de K^+ com cobaltinitrito de sódio.

Caso não haja NH_4^+ na amostra, solubilize uma pequena parte da mesma em água destilada e verifique se íons K^+ estão presentes na amostra.

Transfira uma parte da amostra para um béquer de 100mL, adicione 10 mL de água destilada e 10 gotas de HCl 1M ou até dissolução completa da amostra. Mantenha a solução em banho-maria. Em seguida, adicione NH_4OH até ligeiro excesso (cheiro leve de NH_3 sendo desprendido). Nesta condição tem-se no meio NH_4Cl , formado por neutralização, e excesso de NH_4OH , originando um sistema tampão de pH aproximadamente, 9,0. Adicione então solução de $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ gota à gota, sob aquecimento à aproximadamente 60°C (temperatura em que ainda conseguimos segurar o béquer com as mãos). Manter sob aquecimento branco por cerca de 10 min (deixar um bastão de vidro dentro do béquer, para controlar ebulição. Cuidado para não deixar secar a solução!). Deixe o precipitado decantar e verifique se a precipitação foi quantitativa (a adição de mais solução de $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ ao filtrado não promove mais a precipitação dos metais alcalino terrosos). Siga, então, o procedimento para separação, lavagem e identificação dos metais alcalinos terrosos presentes na amostra.

Aula 8

Reações de Identificação dos ânions

Informações de segurança:

Hidróxido de amônio

Consulte a FISPQ [aqui](#).

Nocivo por ingestão. Provoca queimaduras na pele e lesões oculares graves. Muito tóxico para os organismos aquáticos.

EM CASO DE INALAÇÃO: retirar a pessoa para uma zona ao ar livre e mantê-la numa posição que não dificulte a respiração. SE ENTRAR EM CONTATO COM A PELE (ou o cabelo): Enxaguar a pele com água, em abundância. EM CASO DE INGESTÃO: enxaguar a boca. NÃO provocar o vômito.



Clorofórmio

Consulte a FISPQ [aqui](#).

Suspeito de causar câncer. Provoca irritação na pele. Perigoso se ingerido. Provoca irritação ocular. Suspeito de causar malformação fetal. Danoso aos órgãos em exposições prolongadas ou repetidas. Tóxico se inalado.

EM CASO DE INALAÇÃO: retirar a pessoa para uma zona ao ar livre e mantê-la numa posição que não dificulte a respiração.



Ácido Sulfúrico

Consulte a FISPQ [aqui](#).

Corrosivo. Provoca queimaduras na pele e lesões oculares graves. Pode ser perigoso se ingerido.

SE ENTRAR EM CONTATO COM A PELE (ou o cabelo): Enxaguar a pele com água, em abundância. SE ENTRAR EM CONTATO COM OS OLHOS: Enxaguar cuidadosamente com água durante vários minutos.



Descarte de resíduos:

Os resíduos ácidos ou básicos devem ser descartados nas bombonas correspondentes, que se localizam dentro da capela do laboratório.

Resíduos contendo prata, zinco ou alumínio devem ser descartados na bombona separada para descarte de metais pesados.

Resíduos contendo clorofórmio (mesmo os que contêm também metais pesados) devem ser descartados em bombona separada para descarte de solventes orgânicos.

Ensaio 1 - Precipitação de haletos com Ag^+

1.1) Em um tubo de ensaio, adicione gotas de uma solução contendo Cl^- 1,0 M e cerca de 2mL de água destilada. Em seguida, adicione algumas gotas de solução de Ag^+ . Separe a solução contendo precipitado em 4 tubos, retire o sobrenadante e teste a solubilidade do precipitado em $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ 1,0 M, NH_4OH 6,0 M e NH_4OH concentrado. Deixe o último tubo contendo o precipitado em repouso, exposto a luz, para avaliar o efeito de fotólise.

1.2) Repita os ensaios acima, substituindo solução de Cl^- por Br^- e I^- .

Ensaio 2 - Brometo e Iodeto

Em um tubo de ensaio, adicione 5 gotas de solução 0,2M de Br^- , 3 gotas de H_2SO_4 2M e 5 gotas de clorofórmio. Adicione então água de cloro gota a gota, observando o comportamento da fase orgânica (densidades de água e clorofórmio, a 25°C: 0,9962 e 1,48g/cm³, respectivamente).

Repita o procedimento, usando solução 0,1M de I^- ao invés de Br^-

Em um terceiro tubo, adicione 5 gotas de solução 0,2M de Br^- , 2 gotas de solução 0,1M de I^- , 3 de H_2SO_4 2M e 5 gotas de clorofórmio. Adicione, em seguida, água de cloro gota a gota, até não observar mais variação de cor na fase orgânica.

Ensaio 3 - Identificação de NO_3^-

Realize os testes de identificação para NO_3^- descritos abaixo, e observe para cada caso a ocorrência ou não de reação.

Para cada teste, use cerca de 5 gotas de solução contendo o ânion de interesse.

A solução de sal de Mohr ($\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) usada como fonte de Fe^{2+} deve ser preparada no momento do teste. Para isso, prepare em um tubo de ensaio uma solução de uma ponta de espátula de sulfato ferroso amoniacal e cerca de 1mL de água destilada.

3.1) Sal de Mohr

Em um tubo de ensaio contendo solução de NO_3^- , acidule levemente com HAc diluído e, em seguida, adicione algumas gotas de solução de Fe^{2+} recém-preparada.

3.2) Prova do anel

À solução preparada no ensaio 3.1, adicione lentamente, a frio, e pelas paredes do tubo, algumas gotas de H_2SO_4 concentrado, sem agitar.

3.3) Redução Al em meio alcalino.

A um tubo de ensaio contendo solução de NO_3^- , adicione NaOH 4M até meio alcalino. Adicione uma quantidade pequena de Al em pó no tubo (alternativamente, pode-se usar Zn em pó). Aquecer cuidadosamente. Umedecer um papel indicador e colocá-lo em contato com o vapor eliminado do tubo sob aquecimento. Verificar o pH.

Ensaio 4 - Identificação de NO_2^-

Soluções de NO_2^- são muito instáveis e devem ser preparadas no momento do teste. Para isso, prepare em um tubo de ensaio uma solução de uma ponta de espátula de NaNO_2 (s) e cerca de 1mL de água destilada.

Realize os testes de identificação para NO_2^- descritos abaixo, e observe para cada caso a ocorrência ou não de reação. Para cada teste, use cerca de 5 gotas de solução contendo o ânion de interesse.

4.1) Sal de Mohr

Em um tubo de ensaio contendo solução de NO_2^- , acidule levemente com HAc diluído e, em seguida, adicione algumas gotas de solução de Fe^{2+} recém-preparada.

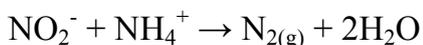
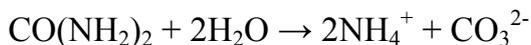
4.2) Redução Al em meio alcalino.

A um tubo de ensaio contendo solução de NO_2^- , adicione NaOH 4M até meio alcalino. Adicione uma quantidade pequena de Al em pó no tubo (alternativamente, pode-se usar Zn

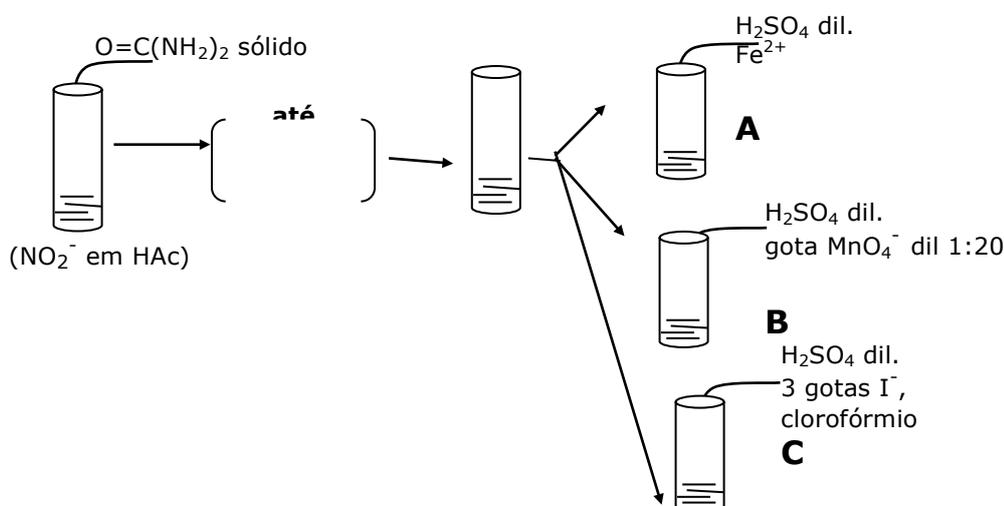
em pó). Aquecer cuidadosamente. Umedecer um papel indicador e colocá-lo em contato com o vapor eliminado do tubo sob aquecimento. Verificar o pH.

Ensaio 5 – Eliminação de NO_2^-

A eliminação de NO_2^- pode ser feita com ureia, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ou NH_4Cl



Para verificar se a eliminação foi completa, retire uma pequena alíquota da solução que se está testando e realize qualquer um dos três testes descritos abaixo (**A**, **B** ou **C**). Resultado positivo no teste A (sal de Mohr), descoloração de MnO_4^- no teste B ou formação de I_2 na fase orgânica no teste C indicam que a eliminação de NO_2^- ainda não está completa e deve continuar.



Aula 9

ANÁLISE II

IDENTIFICAÇÃO DOS ÍONS Cl^- , Br^- , I^- , NO_3^- , NO_2^- , SO_4^{2-} e CO_3^{2-}

Homogeneizar bem a amostra recebida. Separe-a em três partes: uma para testes prévios, outra para andamento da análise e uma terceira para eventual necessidade de se re-analisar a amostra.

Os ânions a serem identificados estarão todos na forma de sais solúveis de sódio ou potássio.

Usando pequenas partes da amostra sólida, faça uma dissolução, quando necessário, e realize os ensaios que julgar adequados, dentre os realizados nas aulas anteriores, para identificar quais ânions estão presentes na sua amostra. Atente-se sempre à possibilidade de interferências e ao pH necessário para realização do teste de identificação.

Aula 10

Reações de Identificação de metais de transição

Informações de segurança:

Hidróxido de sódio

Consulte a FISPQ [aqui](#)

É corrosivo. Provoca queimaduras na pele e lesões oculares graves.

SE ENTRAR EM CONTATO COM A PELE (ou o cabelo): Enxaguar a pele com água em abundância. SE ENTRAR EM CONTATO COM OS OLHOS: enxaguar cuidadosamente com água durante vários minutos. EM CASO DE INGESTÃO: enxaguar a boca. NÃO provocar o vômito.



Hidróxido de amônio

Consulte a FISPQ [aqui](#).

Nocivo por ingestão. Provoca queimaduras na pele e lesões oculares graves. Muito tóxico para os organismos aquáticos.

EM CASO DE INALAÇÃO: retirar a pessoa para uma zona ao ar livre e mantê-la numa posição que não dificulte a respiração. SE ENTRAR EM CONTATO COM A PELE (ou o cabelo): Enxaguar a pele com água, em abundância. EM CASO DE INGESTÃO: enxaguar a boca. NÃO provocar o vômito.



Ácido clorídrico

Consulte a FISPQ [aqui](#).

É corrosivo se em alta concentração. Provoca irritação cutânea. Provoca irritação ocular grave. Pode provocar irritação das vias respiratórias.

SE ENTRAR EM CONTATO COM A PELE (ou o cabelo): Enxaguar a pele com água em abundância. SE ENTRAR EM CONTATO COM OS OLHOS: enxaguar cuidadosamente com água durante vários minutos.



Ácido Nítrico

Consulte a FISPQ [aqui](#).

Comburente. Corrosivo. Provoca queimaduras na pele e lesões oculares graves.

SE ENTRAR EM CONTATO COM A PELE (ou o cabelo): Enxaguar a pele com água, em abundância. SE ENTRAR EM CONTATO COM OS OLHOS: Enxaguar cuidadosamente com água durante vários minutos.



Nitrato de Cobalto

Consulte a FISPQ [aqui](#).

Pode provocar uma reacção alérgica cutânea. Nocivo se ingerido. Muito tóxico para os organismos aquáticos.



Fluoreto de sódio

Consulte a FISPQ [aqui](#).

Tóxico por ingestão. Provoca irritação cutânea. Provoca irritação ocular grave.

SE ENTRAR EM CONTATO COM A PELE: lavar abundantemente com água.



Nitrato de Níquel

Consulte a FISPQ [aqui](#).

Nocivo por ingestão. Provoca irritação cutânea. Provoca lesões oculares graves. Suspeito de provocar anomalias genéticas. Pode provocar cancro.

SE ENTRAR EM CONTATO COM A PELE (ou o cabelo): Enxaguar a pele com água, em abundância. SE ENTRAR EM CONTATO COM OS OLHOS: Enxaguar cuidadosamente com água durante vários minutos.



Dióxido de chumbo

Consulte a FISPQ [aqui](#).

Nocivo por ingestão. Pode afetar a fertilidade ou o nascituro. Pode afetar os órgãos após exposição prolongada ou repetida. Muito tóxico para os organismos aquáticos com efeitos duradouros.



Descarte de resíduos:

Os resíduos ácidos ou básicos devem ser descartados nas bombonas correspondentes, que se localizam dentro da capela do laboratório.

Resíduos contendo quaisquer dos metais de transição aqui estudados devem ser descartados na bombona separada para descarte de metais pesados.

Ensaio 1 - Comportamento dos metais (Al^{3+} , Fe^{3+} , Co^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} e Ni^{2+}) em meio de base forte e base fraca.

Para cada teste com os metais, usar cerca de 5 gotas de solução contendo o metal.

De cada um dos metais de transição em análise, deve-se testar o comportamento em meio de base forte (NaOH) e base fraca (NH_4OH), em quantidade estequiométrica ou com excesso de base (em alguns casos haverá dissolução do precipitado de hidróxido formado mediante a adição de excesso de base forte (são os assim chamados, hidróxidos anfóteros).

Para os metais em meio de base forte, após excesso de base adicionado, deve-se adicionar 4 gotas de H_2O_2 , aquecer levemente.

Ensaio 2 - Identificação de Co^{2+}

Em um tubo de ensaio contendo solução de Co^{2+} , adicione tiocianato de amônio gota a gota. Em seguida, adicione pequena ponta de espátula de NaF (s), agite e, a seguir, algumas gotas de acetona, sem agitação. Observe a coloração na fase orgânica.

Ensaio 3 - Identificação de Fe^{3+}

Em um tubo de ensaio contendo solução de Fe^{3+} , adicione tiocianato de amônio gota a gota. Em seguida, adicione pequena ponta de espátula de NaF (s), agite e, a seguir, algumas gotas de acetona, sem agitação. Observe a coloração na fase orgânica.

Ensaio 4 - Identificação de Ni^{2+}

Em um tubo de ensaio contendo solução de Ni^{2+} , adicione NH_4OH diluído, até solução alcalina. Em seguida, adicione dimetilglioxima (DMG) gota a gota.

Ensaio 5 - Identificação de Mn^{2+}

Em um tubo de ensaio contendo solução de Mn^{2+} , adicione pequena ponta de espátula de PbO_2 (s), agite e, a seguir, algumas gotas HNO_3 concentrado, NA CAPELA. Ainda na capela, aqueça o tubo de ensaio contendo a mistura e deixe a solução do tubo decantar por alguns segundos, observando a coloração da solução após a reação.

Ensaio 6 - Identificação de Zn^{2+}

Em um tubo de ensaio contendo solução de Zn^{2+} , adicione algumas gotas de HAc diluído (até meio ácido) e, em seguida, algumas gotas de solução de ferrocianeto de potássio. Se necessário, aqueça levemente o tubo contendo a solução.

Aula 11

ANÁLISE III

IDENTIFICAÇÃO DOS ÍONS Al^{3+} , Fe^{3+} , Co^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} e Ni^{2+}

Homogeneizar bem a amostra recebida. Separe-a em três partes: uma para testes prévios, outra para andamento da análise e uma terceira para eventual necessidade de se re-analisar a amostra.

Usando pequenas partes da amostra sólida, faça uma dissolução, quando necessário, e realize os ensaios que julgar adequados, dentre os realizados nas aulas anteriores, para identificar quais ânions estão presentes na sua amostra. Atente-se sempre à possibilidade de interferências e ao pH necessário para realização do teste de identificação.

Partindo de uma solução aquosa da amostra, condicione o meio com NaOH, adicione cerca de 2mL de H_2O_2 e deixe sob aquecimento controlado por cerca de 10 min, Filtre a solução, verifique se a precipitação foi quantitativa e siga com separação e identificação dos metais presentes na amostra.

Aula 12

VOLUMETRIA DE COMPLEXAÇÃO

Informações de segurança:

Hidróxido de amônio

Consulte a FISPQ [aqui](#).

Nocivo por ingestão. Provoca queimaduras na pele e lesões oculares graves. Muito tóxico para os organismos aquáticos.

EM CASO DE INALAÇÃO: retirar a pessoa para uma zona ao ar livre e mantê-la numa posição que não dificulte a respiração. SE ENTRAR EM CONTATO COM A PELE (ou o cabelo): Enxaguar a pele com água, em abundância. EM CASO DE INGESTÃO: enxaguar a boca. NÃO provocar o vômito.



Ácido clorídrico

Consulte a FISPQ [aqui](#).

É corrosivo se em alta concentração. Provoca irritação cutânea. Provoca irritação ocular grave. Pode provocar irritação das vias respiratórias.

SE ENTRAR EM CONTATO COM A PELE (ou o cabelo): Enxaguar a pele com água em abundância. SE ENTRAR EM CONTATO COM OS OLHOS: enxaguar cuidadosamente com água durante vários minutos.



I. Preparo de uma solução tampão 2,0 mol/L, pH 10,0

A partir das soluções HCl e NH₄OH 6,0 mol/L cada, prepare 50 mL de uma solução tampão, NH₄OH/NH₄Cl de concentração total 2,0 mol/L e pH 10,0.

II. Determinação de cálcio e magnésio em casca de ovo

Os ovos foram quebrados; a clara e a gema são desprezadas. As cascas foram cuidadosamente lavadas com água da torneira, depois com água destilada e deixadas secando ao ar por vários dias em um béquer tampado ou em estufa a 110°C por 1-2 horas. As cascas foram então trituradas em um almofariz até se obter um pó fino, que foi calcinado em uma mufla a 900°C. – Procedimento previamente executado pelos técnicos de laboratório responsáveis pela disciplina.

II. Titulação de complexação:

Pesar (balança analítica) entre 0,10 e 0,12 g do material calcinado.

Transferir para um erlenmeyer e suspender com aproximadamente 10 mL de H₂O.

Adicionar 1 mL de HCl 6 mol/L para dissolução do sólido (não é necessário o aquecimento para dissolução total). Acrescentar água destilada até cerca de 25 mL)*.

Adicionar 10 mL de solução tampão (NH₄Cl/NH₄OH) de pH 10 e uma ponta de espátula de indicador Ério T.

Titular com solução padrão de EDTA 0,06 mol/L até que a cor da solução mude de vermelho para azul puro.

*Se necessário, adicione mais HCl 6 mol/L até completa dissolução.

III. Determinação de Mg²⁺ e Ca²⁺ em antiácidos estomacais:

Pesar, com exatidão, em um erlenmeyer, cerca de 0,10 g da mistura de anti-ácido. Dissolver a mistura com 2 mL de HCl 1,0 mol/L, adicionar 10 mL de tampão pH 10 e uma ponta de espátula de indicador Negro de Eriocromo T. Titular com EDTA 0,06 mol/L.

Pesar, com exatidão, diretamente em tubo de ensaio (com auxílio de um béquer), cerca de 0,10 g da mistura de anti-ácido. Dissolver a mistura com 10 - 20 gotas (menor volume possível) de HCl 6,0 mol/L, adicionar 30 gotas de uma solução 0,25 mol/L de oxalato de amônio e, em seguida, adicionar 5 gotas de NH₄OH concentrado (verificar se o meio está alcalino). Homogeneizar e centrifugar a solução; com auxílio de uma pipeta Pasteur, transferir quantitativamente o sobrenadante para um erlenmeyer. Lavar o precipitado e as paredes do tubo usando o menor volume possível de solução de oxalato de amônio 0,25mol/L. Juntar as soluções sobrenadantes no erlenmeyer, adicionar 10 mL de tampão pH 10 e uma ponta de espátula de indicador Negro de Eriocromo T. Titular com EDTA 0,06 mol/L.

Aula 13

VOLUMETRIA DE OXIDORREDUÇÃO

Determinação de íons Cu(II)

Completar até a marca, com água destilada, o volume do balão de 100 mL no qual foi fornecida a amostra de cobre. **Homogeneizar.**

Pipetar 25,00 mL da solução de íons Cu(II) e transferir para um erlenmeyer de 250 mL. Adicionar 3 gotas de solução de H₂SO₄ 1:5, agitar e, a seguir, adicionar *ca.* de 1,5 g de KI. Agitar para misturar os reagentes.

Titular o iodo gerado com solução padrão de tiosulfato até coloração levemente amarelada. Juntar 2 mL de solução indicadora de amido e prosseguir titulando até mudança de coloração azul acinzentado para branco leitoso (suspensão de Cu₄I₄).

Com os dados obtidos calcular a massa da amostra de cobre recebida. Os resultados de duas determinações, expressos em gramas, não devem diferir em mais de 3:1000. Caso o erro seja maior, repetir a determinação.

Determinação 2: *Informe ao técnico a massa determinada para a amostra de cobre recebida, em gramas.*