



Universidade de São Paulo
Instituto de Química

QFL1212 - QUÍMICA ANALÍTICA II

GUIA DE LABORATÓRIO

Docentes: Mauro Bertotti (B2 Superior)

Jivaldo do Rosário Matos (B8 Térreo)

Lúcio Angnes (B12 superior)

Monitores Pós Graduação: Miguel Barbará (B5 – superior)

Luidgi Giordano (B5 – superior)

Daniel Rodrigues da Silva (B2 – Térreo)

Thalita Guedes Silva (B2 – Superior)

Monitores Graduação:

Técnicos: Armando Henrique dos Santos (B7 Térreo)

Aluno: _____

Laboratório: 1 ; 2 ; 3 **Bancada Nº** _____

Amário Nº _____

2017

RECOMENDAÇÕES INICIAIS

Essa disciplina da Química Analítica constará de **aulas teóricas e trabalhos práticos individuais (em raros casos em duplas)**, compondo um conjunto de atividades, previamente programadas. O objetivo é permitir ao aluno a aprendizagem de procedimentos e técnicas fundamentais utilizadas nas determinações quantitativas e a compreensão dos fundamentos teóricos em que se baseiam esses métodos.

O trabalho individual no laboratório envolverá a **determinação da concentração desconhecida de diferentes analitos**. Os resultados registrados pelo aluno serão avaliados dentro dos limites de erro pertinentes aos diferentes métodos usados. Esse trabalho individual é uma oportunidade para que cada aluno desenvolva sua habilidade, destreza nas práticas de laboratório e, também, adquirir confiança na emissão de um parecer a partir dos resultados obtidos. Antes de emitir o parecer faça uma reflexão para ter a certeza da coerência em relação às características da amostra e/ou analito e o resultado obtido.

As disciplinas da Química Analítica apresentam, portanto, características acentuadamente experimentais que exigirão do aluno dedicação, interesse, cuidado, atenção e, especialmente, atividades no laboratório, cuidadosamente, programadas. É uma disciplina em que, ainda na maior parte do tempo, os alunos são treinados para **adquirir noções de organização** e colocá-las em prática. Por isso é muito importante organizar a sua bancada de trabalho e vidraria a ser empregada antes de iniciar os experimentos. Elaborar previamente o planejamento das atividades e ao final do trabalho prático deixar a bancada de trabalho limpa e organizada e os materiais empregados devidamente guardados.

Para facilitar o andamento das aulas práticas será adotado um **GUIA DE LABORATÓRIO** que consta todo o conteúdo a ser ministrado. Esse **GUIA** foi elaborado, exclusivamente, para facilitar a aprendizagem do aluno, os procedimentos dos experimentos estão descritos em linhas gerais. Os alunos devem complementar informações a partir de livros textos e/ou colóquios ministrados sobre o assunto.

O aluno deverá estudar previamente o procedimento para a execução dos experimentos, a fim de que os fundamentos envolvidos em cada um deles sejam perfeitamente assimilados e compreendidos. Esta conduta não apenas facilitará o aprendizado, mas, também, permite a utilização mais racional do tempo destinado às aulas práticas.

Durante as aulas teóricas serão ministrados colóquios envolvendo as atividades do laboratório. Nesse momento serão discutidos os cuidados a serem adotados em experimentos que serão executados em aulas seguintes. Também, serão esclarecidas as dúvidas das aulas anteriores, discutidos os resultados obtidos na determinação quantitativa.

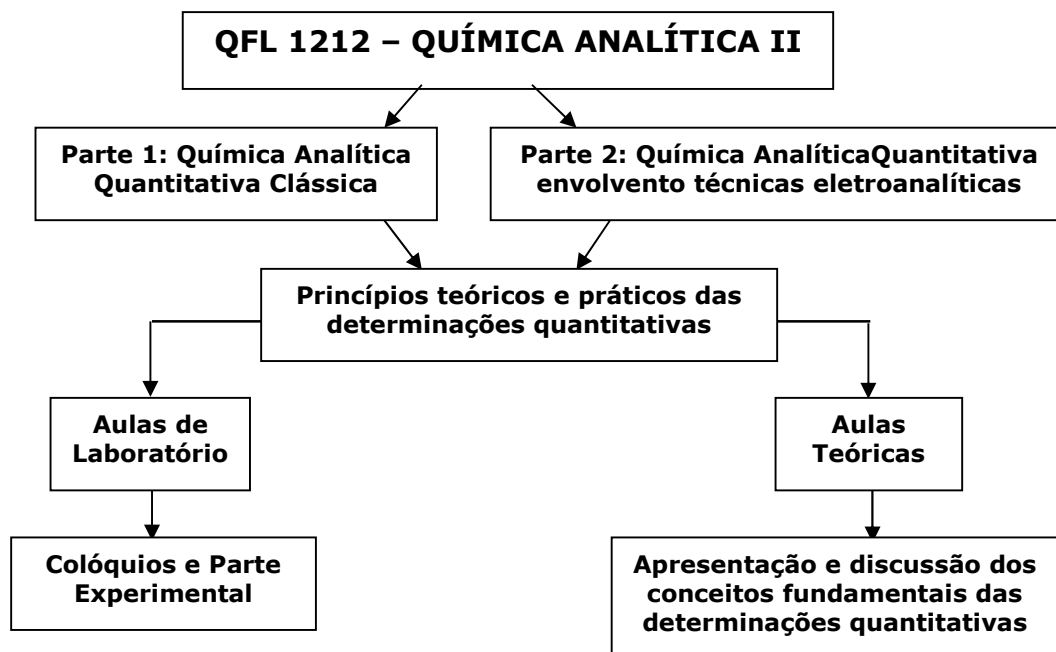
Todos os dados referentes aos trabalhos experimentais deverão constar no **caderno de laboratório**, incluindo os cálculos. As observações feitas durante a experiência deverão ser anotadas nesse caderno a fim de facilitar a interpretação dos resultados.

Esse **GUIA DE LABORATÓRIO** foi elaborado para ser aplicado em atividades de Laboratório das disciplinas de Química Analítica Quantitativa.

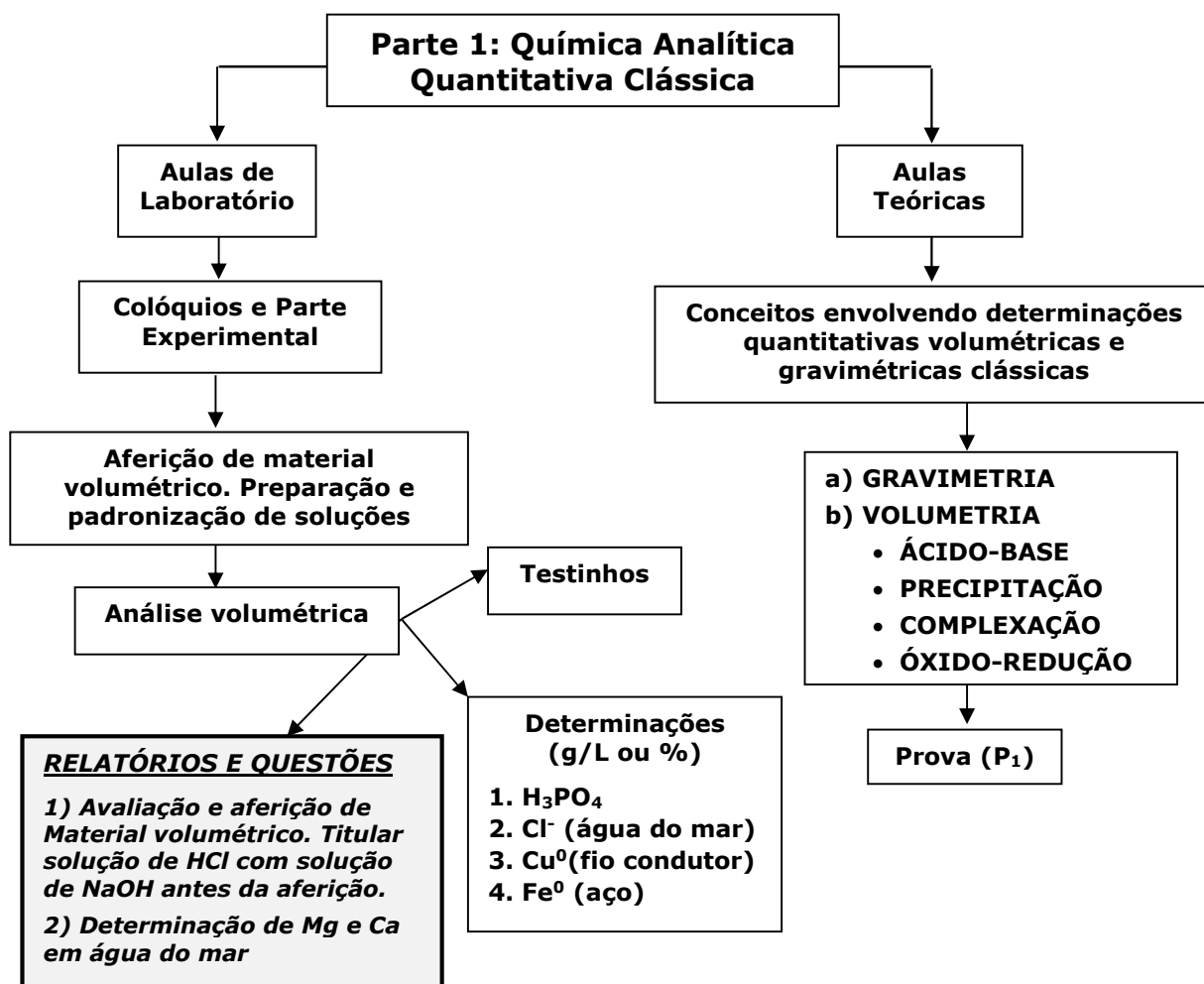
**ASPECTOS GERAIS QUANTO A PARTE PRÁTICA DA
DISCIPLINA E AO GUIA DE LABORATÓRIO**

- 1) O GUIA DE LABORATÓRIO:** Objetiva facilitar o andamento das aulas práticas e permitir a utilização racional do tempo destinado para execução dos experimentos.
- 2) APRESENTAÇÃO:** Os procedimentos dos experimentos estão descritos de forma resumida, necessitam de complementação (Colóquios e livros).
- 3) TRABALHO NO LABORATÓRIO:** É essencialmente individual (cada aluno é responsável por um armário e a grupo de materiais ao longo do semestre).
- 4) ESTRATÉGIAS:**
 - a) Estudar previamente o procedimento de execução de determinações quantitativas de espécies químicas.
 - b) Executar cuidadosamente cada procedimento.
 - c) Anotar tudo o que for observado, assim como, as equações das reações envolvidas e cálculos envolvidos.
- 5) APOIO:** Colóquios (início das aulas de laboratório ou final das aulas teóricas) para orientações e esclarecimento de dúvidas.
- 6) RECOMENDAÇÃO:** Possuir um caderno de laboratório para anotações e pelo menos um LIVRO DE QUÍMICA ANALÍTICA por bancada.
- 7) RESULTADOS ESPERADOS:**
 - a) Adquirir noções fundamentais de organização, habilidade e destreza ao trabalho prático.
 - b) Desenvolver a capacidade de colocar em prática os procedimentos de determinações quantitativas, tanto na preparação e padronização de soluções, como na resolução de problemas.
 - c) Criar o hábito de equacionar as reações empregadas e os cálculos estequiométricos, utilizando corretamente a linguagem química.
 - d) Buscar a associação dos resultados de forma lógica e adquirir o hábito de refletir quanto ao significado desse resultado antes de emití-lo.
 - e) Adquirir confiança na emissão de resultados e pareceres.

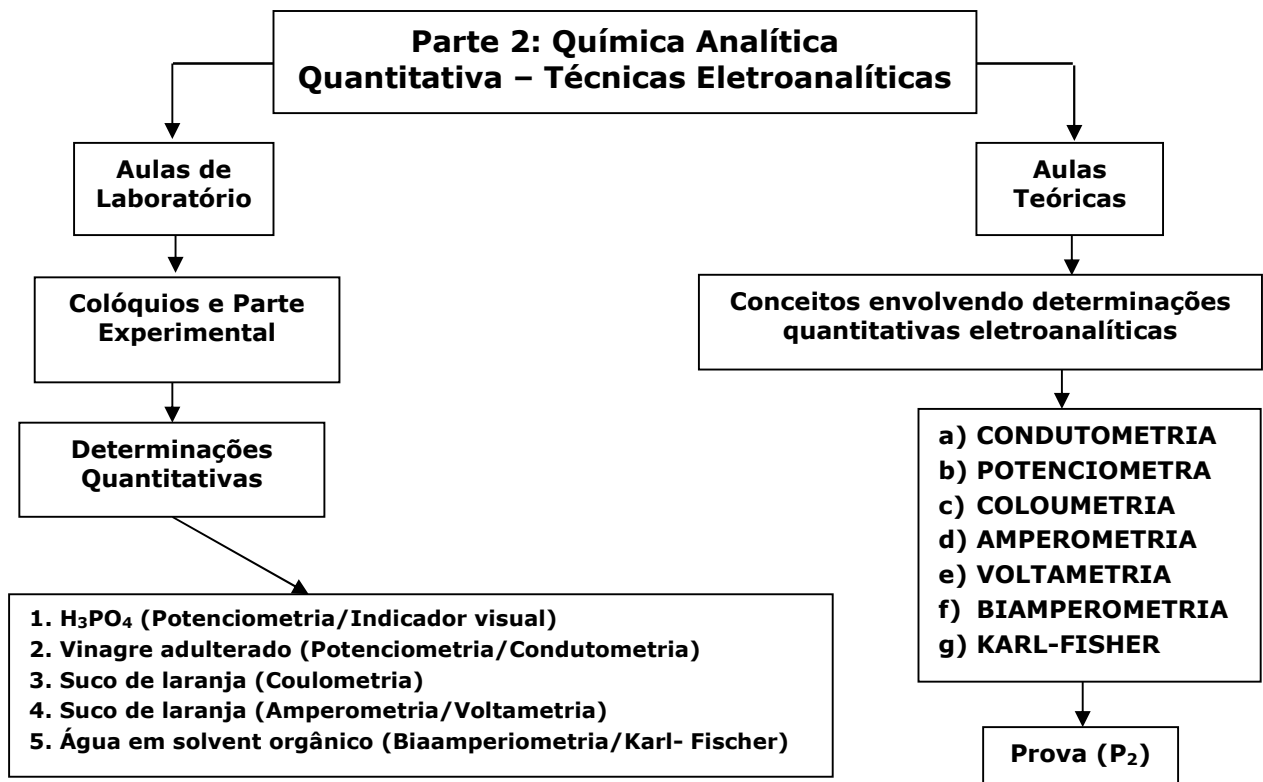
Os Fluxogramas 1 a 3 ilustram as distribuições dos tópicos para a disciplina QFL1212.



Fluxograma 1. Apresentação geral da disciplina QFL1212



Fluxograma 2. Apresentação geral da Parte 1 da disciplina QFL1212 e os tópicos a serem abordados.



Fluxograma 3. Apresentação geral da Parte 2 da disciplina QFL1212 e os tópicos a serem abordados.

CRITÉRIO DE AVALIAÇÃO

$$\text{Nota de Teoria } (N_T) = \frac{P_1 + P_2}{2}$$

$$\text{Nota de Laboratório } (N_L) = \frac{8,5 L_n + 1,5 \text{ Proj}}{10}$$

$$\text{Nota Final } (N_F) = \sqrt{N_T \times N_L}, \quad \text{desde que } N_T \geq 4,0. \text{ Caso contrário, } N_F = N_T$$

P_1 e P_2 : Notas das provas de teoria.

Proj: Nota de proposta de projeto que versa sobre a resolução de um problema analítico sob responsabilidade do grupo.

L_n : Média das notas de laboratório.

Notas:

1. O aluno que, por motivos de saúde, não comparecer a uma das provas teóricas (P_1 ou P_2) poderá realizar uma prova substitutiva, mediante apresentação de atestado médico.

2. Não serão feitas provas substitutivas dos experimentos (L). A prova de recuperação será aplicada somente aos alunos com nota final $\geq 3,0$ e frequência $\geq 70\%$.

QFL1212 - CRONOGRAMA DE ATIVIDADES

DOCENTES: Lúcio, Mauro e Jivaldo

| AULAS DE LABORATÓRIO (3^{as} feiras das 19h às 23h) | |
|--|--|
| 07/03 | Introdução à disciplina. Grandezas, Algarismos significativos, erros, erros percentuais. |
| 14/03 | LAB 1 - Conferência do material de laboratório - teste de reconhecimento da vidraria numa titulação ácido-base e utilização de indicadores de ponto final. Início da aferição do material volumétrico. |
| 21/03 | LAB 2 - Término da Aferição do material volumétrico. Preparação (diluição) e padronização de solução de NaOH 0,2 mol L ⁻¹ . Determinação da C(g/L) de amostra de H ₃ PO ₄ . |
| 28/03 | LAB 3 – Padronização de solução 0,1 mol L ⁻¹ de AgNO ₃ (Método de Mohr) . Determinação de íons Cl ⁻ em água do mar |
| 04/04 | LAB 4 - Determinação de Mg ²⁺ e Ca ²⁺ em água do mar. |
| 11/04 | Semana Santa. Não haverá aula |
| 18/04 | (Colóquio LAB 5) LAB 5 - Padronização de solução de tiosulfato 0,1 mol L ⁻¹ com K ₂ Cr ₂ O ₇ . Determinação de Cobre em fios condutores |
| 25/04 | LAB 6 - Padronização de solução de permanganato de potássio 0,02 mol L ⁻¹ com Na ₂ C ₂ O ₄ . Determinação de Ferro em amostra de aço. |
| 02/05 | Prova Teórica (P ₁) |
| 09/05 | LAB 7 – Rodízio de Experimentos (Titulação Potenciométrica com comparação visual, Titulação Potenciométrica + Condutométrica, Coulometria, Amperometria, Voltametria e Biamperometria e Karl-Fischer) |
| 16/05 | LAB 8 – Rodízio de Experimentos (Titulação Potenciométrica com comparação visual, Titulação Potenciométrica + Condutométrica, Coulometria, Amperometria, Voltametria e Biamperometria e Karl-Fischer) |
| 23/05 | LAB 9 – Rodízio de Experimentos (Titulação Potenciométrica com comparação visual, Titulação Potenciométrica + Condutométrica, Coulometria, Amperometria, Voltametria e Biamperometria e Karl-Fischer) |
| 30/05 | LAB 10 – Rodízio de Experimentos (Titulação Potenciométrica com comparação visual, Titulação Potenciométrica + Condutométrica, Coulometria, Amperometria, Voltametria e Biamperometria e Karl-Fischer) |
| 06/06 | LAB 11 – Rodízio de Experimentos (Titulação Potenciométrica com comparação visual, Titulação Potenciométrica + Condutométrica, Coulometria, Amperometria, Voltametria e Biamperometria e Karl-Fischer) |
| 13/06 | LAB 12 – Rodízio de Experimentos (Titulação Potenciométrica com comparação visual, Titulação Potenciométrica + Condutométrica, Coulometria, Amperometria, Voltametria e Biamperometria e Karl-Fischer) |
| 20/06 | Apresentação dos Projetos |
| 27/06 | Prova Teórica (P ₂) |
| | |
| OBS. 1) Trabalho individual: Determinações Quantitativas Clássicas 2) Trabalho em Grupo: Determinação da Quantitativas Eletroanalíticas. 3) A consulta periódica do cronograma é imprescindível e de responsabilidade exclusiva do aluno. | |

| AULAS DE TEORIA (4^{as} feiras das 19h as 20h40 h e 6^{as} feiras das 21h as 22h40) | |
|--|---|
| Dia | Atividade |
| 07/03 | Introdução à disciplina. Grandezas, algarismos significativos, erros, erros percentuais |
| 08/03 | Equilíbrio Ácido-Base |
| 10/03 | Equilíbrio Ácido-Base (Colóquio LAB 1) |
| 15/03 | Equilíbrio Ácido-Base |
| 17/03 | Volumetria Ácido-Base (Colóquio LAB 2) |
| 22/03 | Volumetria Ácido-Base |
| 24/03 | Volumetria Ácido-Base (Colóquio LAB 3) |
| 29/03 | Equilíbrio de Precipitação |
| 31/03 | Volumetria de Precipitação (Colóquio LAB 4) |
| 05/04 | Equilíbrio de Complexação |
| 07/04 | Volumetria de Complexação |
| 12/04 | Semana Santa. Não haverá aula |
| 14/04 | Semana Santa. Não haverá aula |
| 18/04 | (Colóquio LAB 5) LAB 5 - Determinação de cobre em fios condutores |
| 19/04 | Aula de Revisão/Discussão de exercícios (Monitores) |
| 21/04 | Recesso. Não haverá aula. |
| 26/04 | Equilíbrios Redox |
| 28/04 | Volumetria Redox |
| 02/05 | Prova Teórica (P ₁) |
| 03/05 | Introdução à Eletroanalítica |
| 05/05 | Colóquio sobre os experimentos de Eletroanalítica |
| 10/05 | Potenciometria |
| 12/05 | Potenciometria |
| 17/05 | Potenciometria |
| 19/05 | Condutometria |
| 24/05 | Condutometria |
| 26/05 | Amperometria e titulações amperométricas |
| 31/05 | Coulometria |
| 02/06 | Biamperometria e Karl-Fischer |
| 07/06 | Biamperometria e Karl-Fischer + Técnicas Voltamétricas |
| 09/06 | Técnicas Voltamétricas |
| 14/06 | Técnicas Voltamétricas |
| 16/06 | Recesso. Não haverá aula. |
| 20/06 | Apresentação dos Projetos |
| 21/06 | Voltametria em fluxo |
| 23/06 | Aula de Revisão/Discussão de exercícios (Monitores) |
| 27/06 | Prova Teórica (P ₂) |
| 28/06 | |
| 30/06 | |

BIBLIOGRAFIA

QUÍMICA ANALÍTICA QUANTITATIVA

1. A.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.
2. I.M. Kolthoff, E.B. Sandell, *Textbook of Quantitative Inorganic Analysis*, MacMillan, 4ª ed., 1969.
3. O.A. Ohlweiler, *Química Analítica Quantitativa*, Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., 3ª ed., 1982 (2 volumes).
4. W.B. Guenther, *Química Quantitativa: Medições e Equilíbrios*, Editora E. Blücher e Editora da Universidade de São Paulo, 1972.
5. N. Baccan, J.C. de Andrade, O.E. S. Godinho, J.S. Barone, *Química Analítica Quantitativa elementar*, Edgard Blucher, 3ª ed., 2001.
6. D.A. Skoog, D.M. West, F.J. Holler, *Fundamentals of Analytical Chemistry*, Saunders, 7ª ed., 1996. Há versões mais recentes e traduzidas para o português

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 visitado que sai.**

NÃO HÁ REPOSIÇÃO DE AULAS OU DE ATIVIDADES DE LABORATÓRIO

REGRAS E PROCEDIMENTOS 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 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.
- 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.
- O laboratório é um lugar de trabalho sério. **EVITE QUALQUER TIPO DE BRINCADEIRAS.**
- 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.** Quando forem usadas soluções de limpeza tais como: ácido muriático (HCl comercial), água régia (mistura de HNO₃ e HCl 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 (**CAUIDADO, 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).
- 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.** Na preparação ou diluição de uma solução, use **ÁGUA DESTILADA.**
- 15. CAUIDADO 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.
- 16. 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.**

17. Não é permitido o uso de celulares ou dispositivos eletrônicos de som.
18. **INFORME O PROFESSOR DE QUALQUER ACIDENTE QUE OCORRA, MESMO QUE SEJA UM DANO DE PEQUENA IMPORTÂNCIA.**
19. **Fora do horário de aula o aluno não poderá realizar experimentos no laboratório. Não haverá reposição de aulas.**
20. **Resultados e/ou relatórios entregues fora dos prazos serão corrigidos com nota máxima 7,0 (sete).**
21. O cronograma das aulas práticas e teóricas deve ser consultado periodicamente.
22. **Imprimir, assinar e entregar na primeira aula de Laboratório a declaração da página 11 desse Guia.**

ORGANIZAÇÃO E DISPOSIÇÃO DOS ALUNOS NOS LABORATÓRIOS

Nesta disciplina serão utilizados dois laboratórios do bloco 7 térreo, identificados como **LAB.1** (sala 0700), **LAB.2** (sala 0708). Cada **LAB.** contará com oito bancadas simples, as quais serão numeradas a partir do LAB.1. Então, no **LAB.1** estarão as bancadas de 01 a 08, no **LAB.2** as bancadas de 09 a 16. **Cada bancada simples comportará entre três e quatro alunos, para que sejam totalizados no máximo 30 alunos por laboratório.**

Cada aluno receberá um **armário** que será de sua total responsabilidade. Este armário contem um conjunto de materiais de laboratório, conforme listados na **Tabela 1**, que será utilizado para o trabalho prático durante o semestre. Na primeira aula este conjunto de materiais deve ser conferido. Este armário deve ser mantido trancado na ausência do responsável. As chaves desses armários estão organizadas num quadriculário ao lado de uma das portas de entrada de cada laboratório. Em hipótese alguma essa chave deve ser mantida com o aluno fora do horário de aula. Sempre no início da aula pegue a chave. Ao final da aula, após guardar todo seu material, feche o armário e devolva a chave no respectivo quadriculário. **Se o aluno perder a chave, além de providenciar a cópia, perderá 1,0 (HUM) ponto na média.**

Tabela 1. Lista de materiais disponíveis em cada armário

| Item | Material | Quant. |
|-------------|--|---------------|
| 01 | Béquer de 100 mL | 3 |
| 02 | Béquer de 400 mL | 1 |
| 03 | Erlenmeyer de 125 mL | 2 |
| 04 | Erlenmeyer de 250 mL | 2 |
| 05 | Proveta de 10 mL | 1 |
| 06 | Proveta de 100 mL | 1 |
| 07 | Balão volumétrico de 100 mL | 1 |
| 08 | Pipeta de 25 mL | 1 |
| 09 | Bureta de 50 mL | 1 |
| 10 | Pipeta de Pasteur com borracha de sucção | 3 |
| 11 | Pisseta de plástico | 1 |
| 12 | Cápsula de porcelana | 1 |
| 13 | Bastão de vidro pequeno | 2 |
| 14 | Frascos de reagentes com tampa esmerilhada | 2 |
| 15 | Frasco de vidro pequeno | 1 |
| 16 | Vidro de relógio pequeno | 2 |
| 17 | Funil | 2 |

Trazer de casa para a primeira aula de laboratório: Papel toalha, detergente, luvas, fósforo e um frasco plástico de 1 L (frasco de álcool vazio). Esses materiais devem ser mantidos no armário.

DECLARAÇÃO

DECLARO, QUE LI ATENTAMENTE O DOCUMENTO *“NOÇÕES ELEMENTARES DE SEGURANÇA PARA OS LABORATÓRIOS DIDÁTICOS DO IQ-USP”*, DISPONÍVEL NA PÁGINA DA GRADUAÇÃO (www.iq.usp.br/graduação).

COMPROMETO-ME A SEGUIR, INCONDICIONALMENTE, AS RECOMENDAÇÕES DO DOCUMENTO ACIMA E APRESENTAR-ME PARA QUALQUER ATIVIDADE DENTRO DOS RECINTOS LABORATORIAIS DESTE INSTITUTO, OBSERVANDO RIGOROSAMENTE TODOS OS ITENS DO DOCUMENTO ACIMA.

EM CASO DA NÃO OBSERVÂNCIA DOS ITENS 06, 07, 08, 09, 10 E 14 DO REFERIDO DOCUMENTO, ENTENDO QUE NÃO PODEREI PERMANECER NO RECINTO DOS EXPERIMENTOS.

NOME LEGÍVEL: _____

CÓDIGO USP: _____

E-MAIL: _____

CÓDIGO DA DISCIPLINA: _____ PERÍODO: _____

São Paulo, ____ de _____ de _____.

ASSINATURA

OBS.: Destacar, preencher, assinar e entregar na primeira aula de laboratório

**QFL-1212 - QUÍMICA ANALÍTICA II
PERÍODO NOTURNO – 2017**

**GUIA DE LABORATÓRIO
1ª PARTE – EXPERIMENTOS 1 A 7**

**Horário e Local das aulas de laboratório:
Terças-feiras, 19:00 – 23:00, lab 710, B7 – inf.**

| Programação de Laboratório | | |
|-----------------------------------|------------------------|---|
| 10/03 | Colóquio LAB. 1 | |
| 14/03 | LAB 1 | Conferência do material de laboratório - teste de reconhecimento da vidraria numa titulação ácido-base e utilização de indicadores de ponto final. Início da aferição do material volumétrico. |
| 17/03 | Colóquio LA.B 1 | |
| 21/03 | LAB. 2 | Término da Aferição do material volumétrico. Preparação (diluição) e padronização de solução de NaOH 0,2 mol L⁻¹. Determinação da C(g/L) de amostra de H₃PO₄. |
| 24/03 | Colóquio LAB. 3 | |
| 28/03 | LAB. 3 | Padronização de solução 0,1 mol L⁻¹ de AgNO₃ (Método de Mohr) . Determinação de íons Cl⁻ em água do mar |
| 31/03 | Colóquio LAB. 4 | |
| 04/04 | LAB. 4 | Determinação de Mg²⁺ e Ca²⁺ em água do mar. |
| 18/04 | Colóquio LAB. 5 | |
| 18/04 | LAB. 5 | Padronização de solução de tiosulfato 0,1 mol L⁻¹ com K₂Cr₂O₇. Determinação de Cobre em fios condutores. |
| 25/04 | Colóquio LAB. 6 | |
| 25/04 | LAB. 6 | Padronização de solução de permanganato de potássio 0,02 mol L⁻¹ com Na₂C₂O₄. Determinação de Ferro em amostra de aço. |
| 02/05 | | PROVA TEÓRICA (P1) |

NA AULA ANTERIOR À ANÁLISE CADA ALUNO DEVE DEIXAR O BALÃO LIMPO E AFERIDO, PARA RECEBER A AMOSTRA. QUEM NÃO DEIXAR O BALÃO PERDE O DIREITO DE EXECUÇÃO DA ANÁLISE.

PARTE 1: QUÍMICA ANALÍTICA QUANTITATIVA CLÁSSICA

LAB. 1

I. CONFERÊNCIA E LIMPEZA DE MATERIAL DE VIDRO

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, 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-alcólica 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 alcólica 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 alcólica 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. Para verificar se os materiais volumétricos estão limpos adequadamente: a) preencha o material (bureta, pipeta volumétrica, balão volumétrico) com água deionizada e em seguida escoe essa água; b) observe se água escoou livre e completamente (não podem restar gotículas de água presas internamente); c) caso haja gotículas de água presas internamente lavar novamente o material.

Materiais volumétricos não devem ser secados em estufa. A secagem da pipeta deve ser feita por sucção a vácuo (trompa d'água).

LAB. 1

II. TESTE DE RECONHECIMENTO DA VIDRARIA NUMA TITULAÇÃO ÁCIDO-BASE E UTILIZAÇÃO DE INDICADORES DE PONTO FINAL

II.1. Titulação de HCl com solução de NaOH 0,10 mol L⁻¹

1. Transferir para dois erlenmeyers de 125 mL distintas alíquotas de 25 mL de solução de HCl. Para a medição dos 25 mL de HCl utilizar o recipiente listado na Tabela 2, conforme a sua bancada de laboratório.
2. Adicionar à alíquota do primeiro erlenmeyer três gotas do indicador fenolftaleína;
3. Adicionar à alíquota do segundo erlenmeyer três gotas do indicador alaranjado de metila.
4. Preencher a bureta de 50 mL com solução de padrão do NaOH 0,1 mol L⁻¹ (utilizar um béquer de 100 mL para a transferência da base). Retirar o ar da ponta da bureta e acertar o zero.
5. Proceder a titulação com a solução padronizada de NaOH até observar o aparecimento de coloração rosa persistente (alíquota do primeiro erlenmeyer) e amarelo (alíquota do segundo erlenmeyer).
6. Calcular a concentração (g L⁻¹) da solução de HCl. O trabalho é individual e o resultado deve ser anotado na lista correspondente.

***Para pensar: Como a solução de HCl deve ser transferida para o erlenmeyer? Para compreender a importância do uso da vidraria correta, a medição da alíquota da solução de HCl deve ser feita utilizando (consultar a Tabela 3): a) béquer de 100 mL; b) proveta de 100 mL; c) pipeta volumétrica de 25 mL. d) Erlenmeyer de 125 mL Repetir o procedimento pelo menos uma vez para avaliação da precisão. Qual a diferença encontrada na concentração do HCl utilizando ambos indicadores?**

Tabela 2 – Medição das alíquotas de HCl e HAc de acordo com a bancada

| LABORATÓRIO 1 | | LABORATÓRIO 2 | |
|---------------|--|---------------|--|
| Bancada | Material para medição das alíquotas de 25 mL | Bancada | Material para medição das alíquotas de 25 mL |
| 01 | Béquer de 100 mL | 09 | Béquer de 100 mL |
| 02 | Proveta de 100 mL | 10 | Proveta de 100 mL |
| 03 | Pipeta volumétrica de 25 mL | 11 | Pipeta volumétrica de 25 mL |
| 04 | Erlenmeyer de 125 mL | 12 | Erlenmeyer de 125 mL |
| 05 | Béquer de 100 mL | 13 | Béquer de 100 mL |
| 06 | Proveta de 100 mL | 14 | Proveta de 100 mL |
| 07 | Pipeta volumétrica de 25 mL | 15 | Pipeta volumétrica de 25 mL |
| 08 | Erlenmeyer de 125 mL | 16 | Erlenmeyer de 125 mL |

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 cuidados gerais listados na Tabela 3.

Tabela 3. Cuidados gerais com as balanças analíticas

| Item | Descrição |
|------|--|
| 1 | As mãos do operador devem estar limpas e secas. Tenha em mãos um bloco para anotações. |
| 2 | Ao trabalhar com as balanças seja delicado e extremamente cuidadoso. Sempre se utilize de movimentos leves. Não se apoie nas balanças ou nas mesas de balanças. O local de instalação deve ser livre de vibrações. |
| 3 | Durante as pesagens as portas laterais das balanças devem ser mantidas fechadas. |
| 4 | Nunca pegar diretamente com os dedos o objeto que se vai pesar. Conforme o caso, usar uma pinça ou uma tira de papel impermeável. |
| 5 | Nas pesagens de sais, não deixe cair materiais sólidos no interior das balanças, caso isso ocorra faça a limpeza imediatamente. |
| 6 | Para sucessivas pesagens no decorrer de uma análise, usar sempre a mesma balança. |
| 7 | O recipiente e/ou a substância que vão ser pesados devem estar em equilíbrio térmico com o ambiente. O recipiente deve estar limpo e seco externamente. |
| 8 | Ao término das pesagens: a) o prato da balança deve estar limpo; b) todo e qualquer material utilizado na operação de pesagem deve ser retirado e guardado; c) papéis absorventes e/ou papéis de anotações devem ser recolhidos; d) deixe a balança desligada. |

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. Os alunos de uma determinada bancada serão responsáveis por uma dada balança. Esses alunos devem se organizar para a utilização dos sistemas de pesagem.

III.1. Aferição de balão volumétrico (usar a balança semi-analítica)

Estando o balão limpo, como anteriormente descrito, enxuga-se externamente com papel absorvente, deixa-se o mesmo de boca para baixo, sobre papel absorvente apoiado no suporte de funis. Após 24 horas ele deve estar seco. Tapa-se com a rolha e, sem tocá-lo diretamente com as mãos, coloca-se sobre o prato de uma balança de precisão automática. Anota-se a massa ou usa-se a tara da balança. Após isso, enche-se com água destilada, até o menisco, leva-se até a balança, medindo-se a massa. Anota-se a temperatura da água e calcula-se o volume do balão através da multiplicação da massa de água obtida pelo fator de conversão tabelado correspondente à temperatura de trabalho. A aferição destes materiais deve ser feita pelo menos duas vezes. Caso não haja concordância dentro de **0,08 mL**, repetir. O ajuste do menisco é o fator de erro mais comum. Convém segurar, por traz do menisco, uma tira de papel com um traço preto (pedaço de fita isolante colada em um fundo branco, por exemplo).

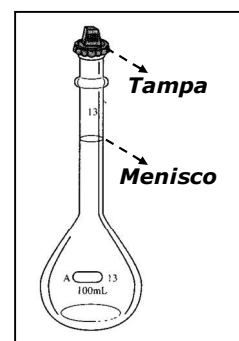


Ilustração do balão volumétrico a ser empregado.

III. 2. Aferição de pipeta (usar a balança analítica)

A pipeta previamente limpa é preenchida, por aspiração, com água destilada até acima do menisco; se limpa a parte externa da extremidade livre com papel absorvente, esvazia-se e controla-se a vazão com o dedo indicador, acerta-se o menisco com cuidado e verte-se a quantidade de água da mesma em Erlenmeyer de 125 mL previamente limpo e pesado em balança analítica (a pesagem do Erlenmeyer deve ser efetuada com um pequeno vidro de relógio tapando-o).

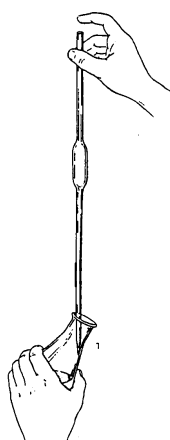
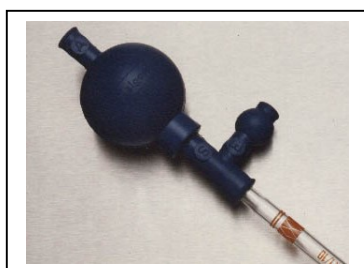


Ilustração da pipeta volumétrica e forma de pipetagem.

O escoamento da pipeta no Erlenmeyer deve ser efetuado controlando-se a vazão com o dedo, estando a ponta da pipeta encostada na parede do recipiente (tempo de escoamento mínimo: 30 segundos). Após o escoamento, afasta-se a extremidade da pipeta da parede do recipiente com cuidado. A quantidade de líquido restante na ponta da mesma não deve ser soprada para o interior do recipiente. A seguir, mede-se a massa do conjunto Erlenmeyer + água cobrindo-o com o mesmo vidro de relógio usado na pesagem do Erlenmeyer vazio. Repete-se a aferição descrita. A seguir, calcula-se o volume da pipeta. A diferença entre as duas determinações não deve exceder **0,025 mL**. Caso não haja concordância entre duas aferições, repetir.



Usar pera de sucção para o preenchimento da pipeta.

III.3. Aferição da bureta (usar a balança analítica)

Feita a limpeza como descrito anteriormente e com a válvula (tubo de silicone contendo esfera de vidro) instalada, enche-se a bureta até um pouco acima do traço correspondente ao zero. Verifica-se a ausência de bolhas de ar na região da válvula (próxima à esfera). As bolhas deverão ser eliminadas mediante escoamento de líquido. Caso o nível fique abaixo da marca de zero, completá-la novamente até acima da marca. Se necessário, enxuga-se a extremidade externa da ponta da bureta com papel absorvente. A seguir, acerta-se o zero, colocando por trás da bureta a tira de papel com a faixa preta. Deixa-se escoar, lentamente, a água da bureta num Erlenmeyer de 125 mL previamente pesado em balança (coberto com vidro de relógio). Ao alcançar exatamente a marca dos 20,0 mL, fecha-se a válvula e determina-se a massa de água. Em seguida, escoar-se a bureta até a marca dos 40,0 mL no mesmo Erlenmeyer. A aferição deve ser repetida para comparação dos volumes relativos a cada intervalo (**0 a 20 mL e 20 a 40 mL**). Caso não haja concordância dentro de **0,02 mL** entre duas aferições do mesmo intervalo, repetir.

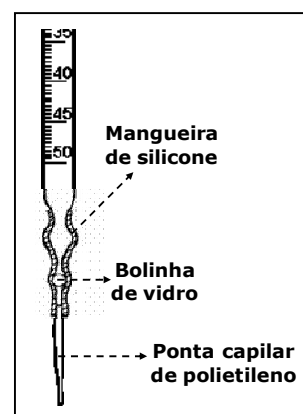
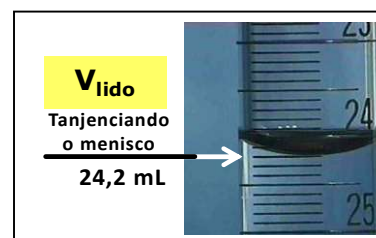


Ilustração da bureta a ser empregada.



Forma correta para a leitura de volume.

$$V_{\text{real}} = m_{\text{água}} \times f_{\text{correção}}$$

De acordo com a temperatura da **água empregada na pesagem**, procure o fator na **Tabela 4**.

| MATERIAL | V _{nominal} ou lido (mL) | V _{real} ou corrigido (mL) |
|--|-----------------------------------|--|
| BALÃO VOLUMÉTRICO | 100 | |
| Fator balão = V _{real} /V _{nominal} = _____ mL | | Esse fator será empregado apenas nessa disciplina para possibilitar a correção das análises. |

| MATERIAL | V _{nominal} ou lido (mL) | V _{real} ou corrigido (mL) |
|--------------------|-----------------------------------|-------------------------------------|
| PIPETA VOLUMÉTRICA | 25 | |

| MATERIAL | V _{nominal} ou lido do intervalo (mL) | V _{real} ou corrigido ou lido (mL) |
|----------|--|---|
| BURETA | 0 - 20 | |
| | 20 - 40 | |

Anotar e guardar os valores de aferição de seu material volumétrico. Sugestão cole na porta do seu armário

Tabela 4 – Volume (cm³) de 1 g de H₂O a 20°C.

| Frasco de vidro de soda, coeficiente de expansão cúbica, 0,000025/°C | | | | | |
|---|--|--------|--|--------|--|
| T (°C) | Volume de 1 g de H ₂ O (cm ³) | T (°C) | Volume de 1 g de H ₂ O (cm ³) | T (°C) | Volume de 1 g de H ₂ O (cm ³) |
| 10 | 1,0016 | 19 | 1,0026 | 28 | 1,0046 |
| 11 | 1,0017 | 20 | 1,0028 | 29 | 1,0048 |
| 12 | 1,0018 | 21 | 1,0030 | 30 | 1,0051 |
| 13 | 1,0018 ₅ | 22 | 1,0032 | 31 | 1,0054 |
| 14 | 1,0019 | 23 | 1,0034 | 32 | 1,0057 |
| 15 | 1,0021 | 24 | 1,0036 | 33 | 1,0060 |
| 16 | 1,0022 | 25 | 1,0038 ₅ | 34 | 1,0063 |
| 17 | 1,0023 | 26 | 1,0041 | 35 | 1,0066 |
| 18 | 1,0025 | 27 | 1,0043 | 36 | 1,0069 ₅ |

OBS. Não se esqueça de deixar o balão aferido para receber a amostra de H₃PO₄. Numere corretamente o seu balão, conforme número informado na lista de presença (não é o número do armário).

VOLUMETRIA DE NEUTRALIZAÇÃO

LAB. 2

IV. Preparação (diluição) e padronização de solução de NaOH 0,2 mol L⁻¹. Determinação da C (g/L) de H₃PO₄

IV.1. Procedimento 2 (Diluição)

1. Ferver cerca de 1000 mL de água destilada durante 5 minutos para eliminar o CO₂ dissolvido e resfriar a temperatura ambiente.
2. Usando uma proveta, medir 25 mL de uma solução de NaOH aproximadamente 4 mol L⁻¹.
3. Cuidadosamente, transfira a solução de NaOH para um frasco plástico (com tampa de plástico, previamente lavado com água deionizada, e enxaguado com água isenta de CO₂)
4. Complete o volume a cerca de 500 mL usando água previamente fervida.
5. Rotular o frasco, identificando-o também com turma, curso, nome e data.

Para pensar: Sabe-se que a solução de NaOH deve ser preparada com água destilada isenta de CO₂. Como a influência do CO₂ pode ser investigada?

Proceder à padronização da solução de NaOH com hidrogenoftalato de potássio, $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ (massa molar = 204,22 g/mol), padrão primário, já previamente dessecado em estufa a 120°C até peso constante. Transferir uma quantidade suficiente deste para um pesa filtro.

1. Pesar em balança analítica, por diferença ou diretamente, cerca de 1,2 g de $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ ($\pm 0,1$ mg).
2. Transferir para um Erlenmeyer de 250 mL e adicionar 50 mL de água destilada fria isenta de CO_2 .
3. Após completa dissolução, adicionar 3 gotas de solução indicadora de **fenolftaleína**.
4. Titular com a solução de NaOH 0,2 mol L^{-1} até aparecimento de coloração rósea clara.
5. Os resultados de duas determinações, expressos em molaridade, não devem diferir em mais de 3:1000. Caso o erro seja maior, repetir a padronização.

Calcule o pH no ponto estequiométrico, conforme o volume total da solução, ao final da titulação. Esboce a curva de titulação

IV.3. Determinação da concentração da solução de H_3PO_4

1. Retirar o balão volumétrico com a alíquota de H_3PO_4 da caixa de balões, certificando-se que retirou o seu próprio balão.
2. Completar, até a marca, com água destilada o volume do balão de 100 mL que contém a amostra de H_3PO_4 (*cuidado para não ultrapassar o menisco*).
3. **Homogeneizar** (*verifique se o balão está fechado corretamente para não perder solução antes da homogeneização*).
4. Utilizando a pipeta volumétrica aferida retirar alíquotas de 25 mL dessa solução.
5. Transferi-las para erlenmeyers de 250 mL.
6. Adicionar 20 mL de água destilada e 4 gotas do **indicador ácido-base** vermelho de metila.
7. Titular com solução de NaOH, previamente padronizada, até a mudança de cor do indicador. Esse indicador apresenta viragem na faixa de pH entre 4,4 e 6,2, que permite definir a neutralização do primeiro H^+ do H_3PO_4 , com a formação de H_2PO_4^- e, portanto, o volume gasto de NaOH será V_1 .
8. A partir desse conhecimento, repetir a titulação com outras duas alíquotas de H_3PO_4 empregando como indicador **fenolftaleína** (zona de transição entre os valores de pH 8 e 10), que permite a neutralização do primeiro e do segundo H^+ do H_3PO_4 , com a formação de HPO_4^{2-} e, portanto, o volume gasto de NaOH será V_2 , onde $V_2 = 2V_1$.
9. Com os dados obtidos da titulação empregando como indicador fenolftaleína, calcular a concentração de H_3PO_4 em g L^{-1} e expressá-la em mol L^{-1} .
10. Os resultados de duas determinações, expressos em mol L^{-1} , não devem diferir em mais de 3:1000. Caso o erro seja maior, repetir a determinação.

V. Determinação de Cl^- em água do marV.1. Padronização de solução $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ de AgNO_3 (Método de Mohr)**Método de Mohr – Formação de um precipitado colorido**

Esse método foi desenvolvido para a determinação de íons Cl^- , Br^- e I^- usando como titulante uma solução padrão de AgNO_3 e como indicador uma solução de K_2CrO_4 .

Reação de titulação: $\text{Ag}^+ + \text{Cl}^- \rightarrow \text{AgCl(s)}$ (precipitado branco)

Reação do indicador: $2 \text{Ag}^+ + \text{CrO}_4^{2-} \rightarrow \text{Ag}_2\text{CrO}_4(\text{s})$ (precipitado vermelho tijolo)

1. Pesar aproximadamente 0,18 g de NaCl (padrão primário) em balança analítica e transferir, quantitativamente, para erlenmeyer de 250 mL.
2. Adicionar 25 mL de água destilada e 20 gotas ($\sim 1 \text{ mL}$) de solução indicadora de K_2CrO_4 .
3. Titular, utilizando um fundo branco, com solução de AgNO_3 sob constante agitação. O ponto final desta titulação é indicado pelo aparecimento da coloração avermelhada do precipitado.
4. Com os dados obtidos calcular a concentração de AgNO_3 em mol L^{-1} . Anote seus resultados na **Tabela 5**, que conterá os resultados de todos os alunos da turma. Essa tabela será avaliada para que seja obtido o valor médio de concentração molar da solução estoque.

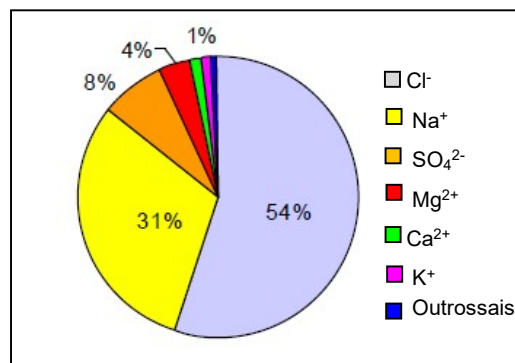
Tabela 5. Dados de padronização da solução de Ag^+ $0,1 \text{ mol/L}$

| Nº balão | m_{NaCl} (g) | V_{AgNO_3} (mL) | $[\text{Ag}^+]$ (mol L^{-1}) | | Nº balão | m_{NaCl} (g) | V_{AgNO_3} (mL) | $[\text{Ag}^+]$ (mol L^{-1}) |
|-------------|-----------------------|-----------------------------|--|--|-------------|-----------------------|-----------------------------|--|
| 1 | | | | | 27 | | | |
| 2 | | | | | 28 | | | |
| 3 | | | | | 29 | | | |
| 4 | | | | | 30 | | | |
| 5 | | | | | 31 | | | |
| 6 | | | | | 32 | | | |
| 7 | | | | | 33 | | | |
| 8 | | | | | 34 | | | |
| 9 | | | | | 35 | | | |
| 10 | | | | | 36 | | | |
| 11 | | | | | 37 | | | |
| 12 | | | | | 38 | | | |
| 13 | | | | | 39 | | | |
| 14 | | | | | 40 | | | |
| 15 | | | | | 41 | | | |
| 16 | | | | | 42 | | | |
| 17 | | | | | 43 | | | |
| 18 | | | | | 44 | | | |
| 19 | | | | | 45 | | | |
| 20 | | | | | 46 | | | |
| 21 | | | | | 47 | | | |
| 22 | | | | | 48 | | | |
| 23 | | | | | 49 | | | |
| 24 | | | | | 50 | | | |
| 25 | | | | | 51 | | | |
| 26 | | | | | 52 | | | |

$$[\overline{\text{Ag}^+}] = \text{_____} (\text{mol/L})$$

V.2. Determinação de íons Cl^- em água do mar

Introdução. Na oceanografia química a água do mar é considerada como uma substância na qual estão presentes diversos tipos de sólidos e gases, nas formas dissolvidas ou particuladas, constituída por solvente (água) e por soluto (sais). A água dos oceanos é salgada porque contém sais dissolvidos (com concentrações entre cerca de 33 e 37 g por kg de água do mar). Apenas sete elementos respondem por cerca de 93,5% dos sais dissolvidos, todos em sua forma iônica (**Figura 1**) (Matsuura, 2001; Visser, 2001).



Procedimento Experimental

1. Retirar o balão volumétrico com a alíquota de água do mar da caixa de balões, certificando-se que retirou o seu próprio balão.
2. Completar até a marca, com água destilada, o volume do balão de 100 mL que contém a amostra de água do mar (*cuidado para não ultrapassar o menisco*).
3. **Homogeneizar** (*verifique se o balão está fechado corretamente para não perder solução antes da homogeneização*).
4. Utilizando a pipeta volumétrica aferida, retirar alíquotas de 25 mL dessa solução.
5. Transferi-las para erlenmeyers de 250 mL e adicionar 2 mL de solução indicadora de K_2CrO_4 .
6. Titular com a solução de AgNO_3 previamente padronizada (a concentração a ser usada corresponde ao valor médio da turma).
7. Os resultados de duas determinações, expressos em mol L^{-1} , não devem diferir em mais de 3:1000. Com os dados obtidos, calcular a concentração de Cl^- ($M = 35,45 \text{ g mol}^{-1}$) na amostra, em gramas por litro.

LAB. 4

VOLUMETRIA DE COMPLEXAÇÃO

VI. Determinação de Mg^{2+} e Ca^{2+} em água do mar

VI.1. Preparação de Solução de EDTA 0,05 mol/L

1. Pesar ca. de 9,3 g (até 0,1 mg) do sal dissódico ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, designado por $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), previamente seco a 70-80°C por 2 horas em estufa. As duas moléculas de água de hidratação permanecem intactas nas condições de secagem utilizadas.
2. Transferir quantitativamente o sal pesado para um balão volumétrico de 500 mL.
3. Adicionar cerca de 300 mL de água deionizada e agitar até dissolução completa do sal. Avolumar e homogeneizar.
4. Transferir a solução obtida para um frasco plástico. Nestas condições, o EDTA pode ser considerado padrão primário e a concentração exata pode ser calculada considerando o volume utilizado e a massa pesada em balança analítica.

Obs.: Durante longos períodos de armazenamento, a solução de EDTA deve ser periodicamente padronizada, por exemplo, utilizando CaCO_3 anidro e P.A. (padrão primário).

VI.2. Padronização da Solução de EDTA 0,05 mol L⁻¹

1. Em um erlenmeyer, pesar cerca de 0,15 g (até 0,1 mg) de CaCO₃ anidro e p.a. (padrão primário, previamente seco a 200°C/2h em estufa) e suspender em cerca de 25 mL de água destilada.
2. Dissolver completamente o CaCO₃ com 5 mL de solução aquosa de HCl 0,2 mol/L (*se necessário aqueça brandamente e em seguida resfrie à temperatura ambiente*).
3. Adicionar 10 mL de solução tampão de **pH 10 (NH₃/NH₄Cl*)** e uma ponta de espátula de indicador Ériocromo T. Diluir até cerca de 50 mL.
4. Titular com solução de EDTA até que a cor da solução mude de vermelho para azul puro. *Obs.: antes de adicionar EDTA, a solução é de coloração avermelhada (vinho róseo) e no ponto de viragem a cor muda para azul. Quando observar o aparecimento da coloração violeta, adicionar o EDTA de 2 em 2 gotas, anotando sempre o volume. Quando a cor azul claro for atingida, considerar o volume anterior para cálculo da concentração.*
5. Calcular a concentração da solução de EDTA em mol L⁻¹. Os resultados de duas determinações, expressos em mol L⁻¹, não devem diferir em mais de 3:1000. Caso o erro seja maior, repetir a padronização.

(*) Solução tampão de pH 10: Dissolver 65 g de NH₄Cl em H₂O destilada, adicionar 570 mL de solução de NH₃ concentrada e diluir a 1 litro. Armazenar em frasco de polietileno para evitar a passagem de íons metálicos do vidro para a solução tampão. Este frasco deve permanecer bem fechado para evitar a perda de NH₃ e entrada de CO₂.

VI.3. Determinação de Mg²⁺ e Ca²⁺ em água do mar

Os teores de Mg²⁺ e Ca²⁺ em amostras de água do mar podem ser determinados por vários procedimentos. Neste momento serão utilizadas duas alíquotas distintas. Numa primeira alíquota, serão determinados os somatórios dos teores de Mg²⁺ e Ca²⁺ a partir da titulação complexométrica direta com solução padrão de EDTA 0,05 mol L⁻¹, empregando negro de eriocromo T como indicador. Na segunda alíquota, o Ca²⁺ deve ser separado por precipitação como CaC₂O₄ e a solução de Mg²⁺ é recolhida num erlenmeyer e é titulada com a mesma solução de EDTA, na presença do mesmo indicador.

VI.3.a. Determinação conjunta de Ca²⁺ e Mg²⁺

1. Pipetar uma alíquota de 25,00 mL (pipeta aferida) diretamente da amostra (previamente filtrada) de água do mar e transferir para um erlenmeyer de 250 mL.
2. Adicionar 10 mL de solução tampão (NH₄OH/NH₄Cl) pH 10 e diluir a cerca de 50 mL com água destilada.
3. Aquecer a cerca de 60°C e adicionar uma ponta de espátula do indicador negro de Eriocromo T (***Preparação do Negro de Eriocromo T: Triturar 100 mg do indicador com 10 g de NaCl, até pó bem fino e guardar em frasco bem fechado***).
4. Titular com solução padrão de EDTA dissódico (0,05 mol/L) até mudança da coloração vermelha inicial para azul. *Obs.: antes de adicionar EDTA, a solução é de coloração avermelhada (vinho róseo) e no ponto de viragem a cor muda para azul. Quando observar o aparecimento da coloração violeta, adicionar o EDTA de 2 em 2 gotas, anotando sempre o volume. Quando a cor azul claro for atingida, considerar o volume anterior para cálculo da concentração.*
5. O ponto final é atingido quando a adição de meia gota de solução de EDTA não provocar qualquer alteração na tonalidade da coloração azul.

6. Calcular o número total de mols em Ca^{2+} e Mg^{2+} . Fotografar a solução: i) inicial, antes da adição das primeiras gotas de EDTA; ii) algumas gotas antes de se atingir o ponto estequiométrico (a solução apresentará uma mistura de colorações entre vermelho e azul, ou seja, será levemente violeta); iii) logo após o ponto estequiométrico. Apresentar essas fotos no relatório. Executar o experimento em duplicata.

VI.3.b Separação do Ca^{2+} e determinação apenas do Mg^{2+}

1. Pipetar uma alíquota de 25,00 mL (pipeta aferida), diretamente da amostra (previamente filtrada) de água do mar, transferir para béquer de 250 mL.

2. Adicionar cerca de 50 mL de água destilada e algumas gotas de solução aquosa de ácido acético 4 mol L^{-1} , para ajustar o pH da solução a aproximadamente 5 (medir o pH da solução de partida).

3. Aquecer a mistura a cerca de 60°C .

4. Adicionar, gota a gota, 10 mL de solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$. Observe que na adição do reagente ocorrerá a precipitação do CaC_2O_4 .

5. Mantenha o aquecimento a 60°C (sem ferver) por aproximadamente 15 minutos.

6. Filtrar a solução, que contém Mg^{2+} , para um erlenmeyer de 250 mL.

7. Lavar as paredes internas do béquer que continha a amostra, assim como, o precipitado retido no papel de filtro com solução morna e diluída de $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ [o material do béquer deve ser transferido completamente para o papel de filtro, que deve ser lavado, pelo menos, três vezes com pequenas porções da solução diluída de $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$].

8. Adicionar 10 mL de solução tampão ($\text{NH}_4\text{OH}/\text{NH}_4\text{Cl}$) pH 10 à solução recolhida no erlenmeyer de 250 mL.

9. Aquecer a solução a cerca de 60°C , adicionar uma ponta de espátula do indicador negro de Eriocromo T.

10. Titular com solução padrão de EDTA dissódico ($0,05 \text{ mol/L}$) até mudança da coloração vermelha inicial para azul. *Obs.: antes de adicionar EDTA a solução é de coloração avermelhada (vinho róseo) e no ponto de viragem a cor muda para azul. Quando observar o aparecimento da coloração violeta, adicionar o EDTA de 2 em 2 gotas, anotando sempre o volume. Quando a cor azul claro for atingida, considerar o volume anterior para cálculo da concentração.*

11. Calcular o número total de mols em Mg^{2+} . Fotografar a solução: i) inicial, antes da adição das primeiras gotas de EDTA; ii) algumas gotas antes de se atingir o ponto estequiométrico (a solução apresentará uma mistura de colorações entre vermelho e azul, ou seja, será levemente violeta); iii) logo após o ponto estequiométrico. **Apresentar essas fotos no relatório.** Calcular o número de mols de Mg^{2+} .

12. Calcular o teor de Mg^{2+} e Ca^{2+} presente na amostra de água do mar. Executar o experimento em duplicata.

13. Comparar os seus resultados com os teores de Ca^{2+} e Mg^{2+} em água do mar descritos na literatura.

VOLUMETRIA DE ÓXIDO-REDUÇÃO

VII.1 IODOMETRIA

LAB. 5

VII.1.1. Preparação de solução de tiosulfato de sódio 0,1 mol L⁻¹

1. Pesar cerca de 10 g de tiosulfato de sódio, Na₂S₂O₃.5H₂O P.A., em balança semi-analítica.
2. Dissolver em 100 mL de água destilada previamente fervida e já fria.
3. Após dissolução, completar o volume a cerca de 400 mL e guardar em frasco âmbar. Deixar em repouso por 24 horas e padronizar.

VII.1.2. Padronização de solução de tiosulfato 0,1 mol L⁻¹ com K₂Cr₂O₇.

1. Pesar em balança analítica cerca de 0,15 a 0,16 g ($\pm 0,1$ mg) de K₂Cr₂O₇ (padrão primário) e transferir, quantitativamente, para um frasco de vidro de 250 mL com boca e tampa esmerilhada.
2. Adicionar 100 mL de água previamente fervida e resfriada.
3. Após dissolução total do K₂Cr₂O₇, adicionar, rapidamente, 3 g de KI e 5 mL de HCl concentrado.
4. Fechar o frasco, agitar (movimentos circulares horizontais) e deixar em repouso por 10 minutos ao abrigo da luz, em banho de gelo e água (não esqueça de identificar o seu frasco).
5. Retirar o frasco do banho de gelo e água e titular rapidamente a mistura com solução de tiosulfato de sódio, até descoramento do I₂ (solução marron escuro) e aparecimento de coloração amarelo esverdeada.
6. Adicionar, então, 2 a 3 mL de solução indicadora de amido e prosseguir a titulação, lentamente, até a cor da solução passar de azul escuro para verde claro.
7. Com os dados obtidos calcular a concentração de S₂O₃²⁻ em mol L⁻¹. Anote seus resultados na **Tabela 6**, que conterá os resultados de todos os alunos da turma. Essa tabela será avaliada para que seja obtido o valor médio de concentração molar da solução estoque.

VII.1.3. Determinação de Cobre em fios condutores

1. Certa massa da amostra de fio condutor foi colocada em um béquer de 100 mL identificado com o número do balão volumétrico do aluno.
2. Dissolver a amostra usando solução de HNO₃, de acordo com procedimento discutido em sala de aula.
3. Após completa dissolução da amostra, transferir quantitativamente a solução de Cu²⁺ obtida para o balão volumétrico de 100 mL. Completar até a marca, com água destilada (*cuidado para não ultrapassar o menisco*).
4. **Homogeneizar** (*verifique se o balão está fechado corretamente para não perder solução antes da homogeneização*).
5. Utilizando a pipeta volumétrica (25,00 mL) aferida retirar alíquotas de 25 mL da solução de Cu²⁺ e transferir para um frasco de vidro de 250 mL com boca e tampa esmerilhada. Adicionar 4 gotas de solução de H₂SO₄ 1:5 e cerca de 3 g de KI.
7. Fechar o frasco, agitar (movimentos circulares horizontais) e deixar em repouso por 10 minutos ao abrigo da luz, em banho de gelo e água (não se esqueça de identificar o seu frasco).

8. Retirar o frasco do banho de gelo e água e titular rapidamente a mistura com solução de tiosulfato de sódio, até descolorimento do I_2 (solução marron escuro) e aparecimento de 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).

9. Os resultados de duas determinações, expressos em molaridade, não devem diferir em mais de 3:1000. Com os dados obtidos, calcular a concentração de Cu^{2+} ($M = 63,54 \text{ g mol}^{-1}$) na amostra de fio condutor, em gramas por litro.

Tabela 6. Dados de padronização da solução de $S_2O_3^{2-}$ $0,1 \text{ mol L}^{-1}$

| Nº balão | m($K_2Cr_2O_7$) (g) | V($S_2O_3^{2-}$) (mL) | [$S_2O_3^{2-}$] (mol L ⁻¹) | | Nº balão | m($K_2Cr_2O_7$) (g) | V($S_2O_3^{2-}$) (mL) | [$S_2O_3^{2-}$] (mol L ⁻¹) |
|-------------|--------------------------|----------------------------|---|--|-------------|--------------------------|----------------------------|---|
| 1 | | | | | 27 | | | |
| 2 | | | | | 28 | | | |
| 3 | | | | | 29 | | | |
| 4 | | | | | 30 | | | |
| 5 | | | | | 31 | | | |
| 6 | | | | | 32 | | | |
| 7 | | | | | 33 | | | |
| 8 | | | | | 34 | | | |
| 9 | | | | | 35 | | | |
| 10 | | | | | 36 | | | |
| 11 | | | | | 37 | | | |
| 12 | | | | | 38 | | | |
| 13 | | | | | 39 | | | |
| 14 | | | | | 40 | | | |
| 15 | | | | | 41 | | | |
| 16 | | | | | 42 | | | |
| 17 | | | | | 43 | | | |
| 18 | | | | | 44 | | | |
| 19 | | | | | 45 | | | |
| 20 | | | | | 46 | | | |
| 21 | | | | | 47 | | | |
| 22 | | | | | 48 | | | |
| 23 | | | | | 49 | | | |
| 24 | | | | | 50 | | | |
| 25 | | | | | 51 | | | |
| 26 | | | | | 52 | | | |

| |
|---|
| $\overline{[S_2O_3^{2-}]} = \text{_____} \text{ (mol L}^{-1}\text{)}$ |
|---|

VII.2. PERMANGANOMETRIA

LAB. 6

VII.2.1. Preparação de solução de permanganato de potássio 0,02 mol L⁻¹

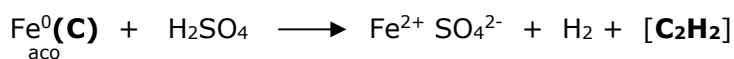
1. Pesar cerca de 1,6 g de KMnO₄ p.a. em balança não analítica em béquer de 100 mL.
2. Transferir para um Erlenmeyer de 1000 mL, juntar cerca de **500 mL de água** e após dissolução aquecer a solução a 70°C por duas horas.
3. Após resfriamento, guardar a solução em **frasco de vidro âmbar** e deixar em repouso por um dia.
4. Filtrar no dia seguinte (alternativamente pode-se dispensar o aquecimento deixando em repouso por uma semana antes de filtrar).
5. Filtrar a solução empregando um funil com placa porosa de vidro sintetizado ou funil com lã de vidro, recolhendo o filtrado em Kitassato.
6. Lavar adequadamente o frasco escuro, em seguida enxague-o o com alguns mililitros da solução filtrada, desprezar essa porção e transferir o restante da solução.

VII.2.2. Padronização da solução de KMnO₄ 0,02 mol L⁻¹ com Na₂C₂O₄

1. Pesar em balança analítica cerca de 0,2 g ($\pm 0,1$ mg) de Na₂C₂O₄ (padrão primário) diretamente em Erlenmeyer de 250 mL .
2. Dissolver o Na₂C₂O₄ com cerca de 70 mL de água destilada.
3. Adicionar 30 mL de H₂SO₄ 1:5 (v/v) e aquecer a mistura a 70–75°C.
4. Titular com a solução de KMnO₄, usando fundo branco, para que haja contraste, manter a temperatura entre 60 e 75°C durante toda a titulação. O ponto final desta titulação é indicado pelo aparecimento de coloração levemente rósea, persistente por uns 30 segundos.
7. Com os dados obtidos calcular a concentração de MnO₄⁻ em mol L⁻¹. Anote seus resultados na **Tabela 7**, que conterà os resultados de todos os alunos da turma. Essa tabela será avaliada para que seja obtido o valor médio de concentração molar da solução estoque. Para efetuar os cálculos, inicialmente, escreva a equação de reação entre MnO₄⁻ e C₂O₄²⁻ fazendo o balanceamento dos coeficientes pelo método do íon-elétron ou das semi-reações.

VII.2.3. Determinação de Ferro em grampos de aço

1. Certa massa da amostra de grampos de aço foi colocada em um béquer de 100 mL identificado com o número do balão volumétrico do aluno.
2. Em uma capela, adicionar 25 mL de H₂SO₄ 2 mol L⁻¹ e aquecer o sistema até dissolução total da amostra, interrompendo o aquecimento em intervalos regulares para evitar superaquecimento e projeção de material. (Cuidado! Nesse processo é formada uma mistura de gases inflamáveis).



3. Filtrar a solução resultante, recolhendo o filtrado diretamente em um balão volumétrico (100 mL) aferido.
4. Utilizar pequenas porções de água destilada para a lavagem do béquer e do material retido no filtro, recolhendo essas águas de lavagens no próprio balão (quanto mais lavar melhor). Completar o volume do balão com água destilada até o menisco e homogeneizar.

5. Pipetar alíquotas de 25 mL (pipeta aferida) da amostra contida no balão e transferir para um erlenmeyer de 250 mL.
6. Diluir a amostra com 25 mL de água destilada e adicionar 15 mL de H_3PO_4 1 mol L^{-1} (ou 1 mL do H_3PO_4 conc.).
7. Titular a solução de Fe^{2+} com solução de MnO_4^- 0,02 mol L^{-1} até o aparecimento solução levemente rósea.
8. Os resultados de duas determinações, expressos em molaridade, não devem diferir em mais de 3:1000. Com os dados obtidos, calcular a concentração de Fe^{2+} ($M = 55,85$ g mol^{-1}) na amostra de grampos de aço, em gramas por litro.

Tabela 7. Dados de padronização da solução de MnO_4^- 0,02 mol L^{-1}

| Nº balão | m($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) (g) | V(MnO_4^-) (mL) | [MnO_4^-] (mol L^{-1}) | | Nº balão | m($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) (g) | V(MnO_4^-) (mL) | [$\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$] (mol L^{-1}) |
|----------|--|----------------------------|---|--|----------|--|----------------------------|--|
| 1 | | | | | 27 | | | |
| 2 | | | | | 28 | | | |
| 3 | | | | | 29 | | | |
| 4 | | | | | 30 | | | |
| 5 | | | | | 31 | | | |
| 6 | | | | | 32 | | | |
| 7 | | | | | 33 | | | |
| 8 | | | | | 34 | | | |
| 9 | | | | | 35 | | | |
| 10 | | | | | 36 | | | |
| 11 | | | | | 37 | | | |
| 12 | | | | | 38 | | | |
| 13 | | | | | 39 | | | |
| 14 | | | | | 40 | | | |
| 15 | | | | | 41 | | | |
| 16 | | | | | 42 | | | |
| 17 | | | | | 43 | | | |
| 18 | | | | | 44 | | | |
| 19 | | | | | 45 | | | |
| 20 | | | | | 46 | | | |
| 21 | | | | | 47 | | | |
| 22 | | | | | 48 | | | |
| 23 | | | | | 49 | | | |
| 24 | | | | | 50 | | | |
| 25 | | | | | 51 | | | |
| 26 | | | | | 52 | | | |

| |
|--|
| $\overline{[\text{MnO}_4^-]} = \text{_____ (mol L}^{-1}\text{)}$ |
|--|