

Ciências da Vida e da Natureza



Química Analítica no Laboratório

Marcela Boroski

Coleção Manuales

Química Analítica no Laboratório

Marcela Boroski

Marcela Boroski

Química Analítica no Laboratório

© 2022 EDUNILA – Editora Universitária

Catálogo na Publicação (CIP)

Boroski, Marcela.

B736q Química Analítica no Laboratório / Marcela Boroski. Foz do Iguaçu: EDUNILA, 2022.

PDF (97 p.) : il. Col. Manuales.

ISBN: 978-65-86342-31-4

1. Química analítica. 2. Caderno de laboratório. 3. Experimentos. I. Boroski, Marcela. II. Universidade Federal da Integração Latino Americana - UNILA. III. Título.

CDU 543

Ficha catalográfica elaborada por Leonel Gandi dos Santos CRB11/753

Todos os direitos reservados. Nenhuma parte desta obra poderá ser reproduzida, arquivada ou transmitida por qualquer meio ou forma sem prévia autorização por escrito da EDUNILA – Editora Universitária.

EDUNILA – Editora Universitária
Av. Silvio Américo Sasdelli, 1842
Térreo – Edifício Comercial Lorivo
Bairro Itaipu A | Foz do Iguaçu/PR
CEP: 85866-000 | Caixa Postal 2044
+55 (45) 3522-9832
+55 (45) 3522-9836
editora@unila.edu.br
<https://portal.unila.edu.br/editora>


Associação Brasileira
das Editoras Universitárias


Editora da
Universidade Federal da
Integração Latino-Americana

UNIVERSIDADE FEDERAL DA INTEGRAÇÃO LATINO-AMERICANA	
Gleisson Pereira de Brito	<i>Reitor</i>
Luis Evelio Garcia Acevedo	<i>Vice-reitor</i>
EDUNILA – EDITORA UNIVERSITÁRIA	
Antonio Rediver Guizzo	<i>Chefe da EDUNILA</i>
Ailda Santos dos Prazeres	<i>Assistente em administração</i>
Francieli Padilha Bras Costa	<i>Programadora visual</i>
Leonel Gandi dos Santos	<i>Bibliotecário-documentalista</i>
Natalia de Almeida Velozo	<i>Revisora de textos</i>
Ricardo Fernando da Silva Ramos	<i>Assistente em administração</i>
CONSELHO EDITORIAL	
Antonio Rediver Guizzo	<i>Presidente do Conselho</i>
Natalia de Almeida Velozo	<i>Representante do Órgão Executivo da EDUNILA</i>
Anderson Antonio Andreata	<i>Representante dos técnico-administrativos em educação da UNILA</i>
Diego Moraes Flores	<i>Representante do Instituto Latino-Americano de Tecnologia, Infraestrutura e Território (ILATIT – UNILA)</i>
Andrea Ciacchi	<i>Representante do Instituto Latino-Americano de Arte, Cultura e História (ILAACH – UNILA)</i>
Marcela Boroski	<i>Representante do Instituto Latino-Americano de Ciências da Vida e da Natureza (ILACVN – UNILA)</i>
Gilson Batista de Oliveira	<i>Representante do Instituto Latino-Americano de Economia, Sociedade e Política (ILAESP – UNILA)</i>
Laura Beatriz Tauro	<i>Representante da Universidad Nacional de Misiones – UNAM (Argentina)</i>
Raquel Quadros Velloso	<i>Representante da PUC – Rio de Janeiro (Brasil)</i>
Alai García Diniz	<i>Representante da UNIOESTE – Cascavel (Brasil)</i>
Paulínia García Rámirez	<i>Representante da Universidad CES (Colômbia)</i>
Luis Eduardo Aragon Vaca	<i>Representante da UFPA (Brasil)</i>
Joselaine Raquel da Silva Pereira	<i>Representante dos discentes de pós-graduação da UNILA</i>
Rafael Alexander Velasco Castillo	<i>Representante dos discentes de graduação da UNILA</i>
EQUIPE EDITORIAL	
Natalia de Almeida Velozo	<i>Revisão de textos</i>
Leonel Gandi dos Santos	<i>Normalização bibliográfica</i>
Francieli Padilha Bras Costa	<i>Capa, projeto gráfico e diagramação</i>

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Bolas coloridas ou miçangas para serem utilizadas na prática de amostragem.
Diâmetro aproximado de 0,5 cm 33

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 – Absorbância em função do comprimento de onda (nm) do complexo de íons Fe^{3+} a 50 mg L^{-1} e tiocianato em meio ácido. Comprimento de onda máximo em 460 nm
..... 84

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Tolerância das vidrarias volumétricas classe A	22
Quadro 2 – Massa específica da água a diferentes temperaturas	23
Quadro 3 – Valores experimentais da aferição de balão volumétrico	26
Quadro 4 – Tratamento dos dados experimentais obtidos a partir da aferição de balão volumétrico	26
Quadro 5 – Valores percentuais (%) das diferentes cores contidas no pacote de bolas coloridas, fornecido pelo fabricante	34
Quadro 6 – Resumo dos resultados da prática de padronização da solução de NaOH .	43
Quadro 7 – Resumo dos resultados da prática de padronização da solução de HCl.....	43
Quadro 8 – Resumo dos resultados da determinação de íons cloreto em amostra de soro fisiológico	55
Quadro 9 – Resumo dos resultados da determinação de NaCl em amostras de sal de cozinha.....	56
Quadro 10 – Valores de pH de soluções ácidas e básicas	61
Quadro 11 – Valores de pH de soluções-tampão.....	61
Quadro 12 – Resumo dos resultados da prática de determinação da dureza da água da amostra A.....	69
Quadro 13 – Resumo dos resultados da prática de determinação da dureza da água da amostra B.....	69
Quadro 14 – Resumo dos resultados da prática de padronização da solução de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ $0,1 \text{ mol L}^{-1}$	77
Quadro 15 – Resumo dos resultados da prática de padronização da solução de I_2 $0,03 \text{ mol L}^{-1}$	78
Quadro 16 – Resumo dos resultados da prática de determinação de vitamina C em amostras de comprimido.....	80
Quadro 17 – Valores de absorvância em função de diferentes concentrações de Fe^{3+}	87
Quadro 18 – Valores de absorvância em função de diferentes concentrações de Fe (III)	89
Quadro 19 – Dados da prática de gravimetria envolvendo a precipitação de CaCO_3 ...	95
Quadro 20 – Dados da prática de gravimetria envolvendo a conversão de CaCO_3 em CaO	96

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Dados individuais.....	34
Tabela 2 – Dados dos grupos, expressos em valores percentuais (%).....	35
Tabela 3 – Avaliação da amostragem.....	36
Tabela 4 – Constituintes (bolas amarelas) em baixos níveis de concentração.....	37
Tabela 5 – Limites para a dureza da água.....	65

SUMÁRIO

APRESENTAÇÃO	10
NORMAS DE APRESENTAÇÃO DE CADERNO DE LABORATÓRIO.....	11
NORMAS DE APRESENTAÇÃO DE RELATÓRIO.....	14
PRÁTICA 1 – PREPARO DE SOLUÇÕES.....	21
PRÁTICA 2 – AMOSTRAGEM E TRATAMENTO DE DADOS.....	31
PRÁTICA 2 – AMOSTRAGEM E TRATAMENTO DE DADOS.....	31
PRÁTICA 3 – PADRONIZAÇÃO DE ÁCIDOS E BASES.....	39
PRÁTICA 4 – DETERMINAÇÃO DA ACIDEZ TOTAL EM VINAGRES.....	46
PRÁTICA 5 – DETERMINAÇÃO DE ÍONS CLORETO EMPREGANDO MÉTODO DE MOHR.....	51
PRÁTICA 6 – SOLUÇÕES TAMPÃO E HIDRÓLISE.....	58
PRÁTICA 7 – DETERMINAÇÃO DA DUREZA DA ÁGUA.....	64
PRÁTICA 8 – DETERMINAÇÃO DO TEOR DE VITAMINA C EM AMOSTRAS DE SUPLEMENTOS	72
PRÁTICA 9 – DETERMINAÇÃO DE FERRO EMPREGANDO TIOCIANATO.....	83
PRÁTICA 10 – GRAVIMETRIA.....	91

APRESENTAÇÃO

As práticas descritas neste manual foram selecionadas para aprofundar o conhecimento de química a estudantes da disciplina de química analítica experimental. O conhecimento de química analítica é fundamental para a formação de qualquer estudante que deseje utilizar o laboratório para quantificação de analitos.

Esta disciplina tem como objetivo aprofundar os conhecimentos de química, de modo que os estudantes sejam capazes de compreender as noções fundamentais de química analítica necessárias à formação acadêmica; desenvolver métodos de trabalho, capacidade de observação crítica e de resolução de problemas inerentes ao trabalho de laboratório; desenvolver habilidades para manipulação de reagentes e materiais; aprimorar a capacidade de observação, raciocínio e dedução lógica; promover o domínio dos métodos clássicos quantitativos de análise e interpretação de resultados; ensinar as ferramentas analíticas para independência no laboratório, tornando o aluno apto a formular experimentos que demandem rigor analítico; promover o conhecimento de aplicações relevantes para a futura atuação como docente no ensino de química.

NORMAS DE APRESENTAÇÃO DE CADERNO DE LABORATÓRIO

Por que ter um caderno de laboratório?

Um caderno de laboratório tem como objetivo central incluir todas as informações relacionadas a uma atividade laboratorial, como os conhecimentos prévios necessários para o desenvolvimento do experimento, a coleta de dados ou o desenvolvimento dos cálculos. A organização de um caderno de laboratório é algo pessoal, sendo algumas pessoas mais detalhistas, enquanto outras são mais diretas. Assim, não há um formato único; entretanto, todos os cadernos devem contar com itens essenciais.

Por que ele deve ser completo?

Um caderno de laboratório organizado e completo tem como objetivo o registro de todas as atividades desenvolvidas no laboratório, servindo como apoio para o desenvolvimento de futuras pesquisas e atividades profissionais. As informações pessoais, as modificações no roteiro experimental e os ajustes feitos para a análise de determinadas amostras podem auxiliar em procedimentos que serão desenvolvidos na vida profissional. Não raro há relatos de pesquisadores que ainda recorrem aos seus cadernos de laboratório para consulta de informações não descritas nos roteiros experimentais.

Por que o caderno de laboratório precisa ser individual?

Outro objetivo do caderno de laboratório é o desenvolvimento da habilidade da escrita científica, cuja principal característica é a objetividade. Portanto, é primordial descrever todas as observações relevantes diretamente no caderno, sem a necessidade de adicioná-las em rascunhos. Toda atividade de redação é um exercício individual de aprendizagem, assim como o treinamento da redação científica.

Como devo me preparar para a aula prática?

O caderno de laboratório tem a função de auxiliar o estudante a se preparar para a aula prática. Em geral, um caderno organizado denota a habilidade de organização do analista antes da execução da prática, seja pela realização dos cálculos necessários, seja pela pesquisa de informações relevantes para a plena execução do experimento. Após a leitura da prática, o estudante deve indicar no caderno de laboratório as informações essenciais para a execução da prática, sem a consulta excessiva ao roteiro experimental. Alguns estudantes optam por redigir todo o conteúdo do roteiro experimental; outros, preferem um resumo; ainda há aqueles que preferem adicionar as informações de modo bastante visual. Não há apenas um modo. Sugere-se que o estudante procure sua melhor forma de se preparar para aula prática, buscando, a cada aula, melhorar seu desempenho.

O que anotar no caderno de laboratório?

Tudo que envolver a aula prática! Essa é a melhor resposta. Todas as observações sobre a execução dos experimentos devem estar contidas no caderno. Estas anotações farão toda a diferença no momento da discussão dos resultados, pois irão fornecer elementos sobre como os resultados foram atingidos, as evidências de erros experimentais ou de método. São essas informações que trazem a personalidade de quem executou a prática. Além disto, a escrita tem como objetivo organizar os dados coletados durante as práticas e incluir todas as observações científicas durante o experimento.

Seguem algumas normas para o preparo do caderno de laboratório:

1. Não se esqueça de trazer o caderno de laboratório em todas as aulas. Não faça uso de papéis soltos ou bloco de anotações, visto que todas as informações devem ser transcritas diretamente no caderno. Faça as anotações imediatamente para evitar esquecimento.
2. Escolha um caderno de capa dura e brochura, por dois motivos: a capa dura torna o caderno mais resistente e a brochura evita que folhas sejam removidas.

3. Destine o caderno unicamente para o uso no laboratório.
4. Numere as páginas do caderno. Você pode comprar um caderno com folhas numeradas ou numerá-las a próprio punho.
5. O caderno é de uso individual.
6. Faça as anotações de forma legível e à caneta (preferivelmente). Os cálculos podem ser feitos a lápis, mas a versão definitiva deve ser feita à caneta.
7. A cada novo experimento, sempre comece a escrever em uma nova folha, inutilizando o espaço em branco eventualmente deixado na página anterior. Indique a data e o horário de início do experimento, os estudantes que participaram da atividade, o título do experimento, o objetivo, o resumo (esquema), as pesquisas e os cálculos prévios.
8. Nunca apague um dado ou rasgue uma página. Isso tira toda a autenticidade e validade do caderno. Se houver essa necessidade, em caso extremo, use a expressão “digo”, colocando a parte a ser substituída entre parênteses e, após, a parte que irá substituir. As correções devem ser feitas traçando-se uma linha por cima, de forma que permaneça legível; não rasure nem apague.
9. Não deixe espaços em branco. Inutilize, com um traço, o espaço em branco entre os dados registrados e a assinatura ou o restante do texto.
10. Indique todas as fórmulas usadas para os cálculos.
11. Indique quaisquer modificações no roteiro e inclua as observações durante o experimento, as marcas comerciais dos reagentes e os equipamentos usados (chapa aquecedora, agitador etc.).
12. Os resultados de cada experimento devem ser claramente descritos com suas possíveis conclusões e interpretações sobre cada passo. Se possível e aplicável, inclua a análise estatística. Indique a bibliografia consultada quando pertinente.

NORMAS DE APRESENTAÇÃO DE RELATÓRIO

1. Digite os manuscritos em fonte Times New Roman 12.
2. Utilize o formato A4 (210 mm x 297 mm), com alinhamento justificado, mantendo margens laterais de 2,5 cm e espaçamento de 1,5 cm em todo o texto.
3. Remova o espaçamento entre os parágrafos.
4. Apenas as tabelas devem ser confeccionadas com espaçamento simples.
5. O recuo para elaboração do parágrafo deve ser: tab=1,25 cm. Todas as páginas devem ser numeradas no canto inferior direito.
6. Numere as páginas consecutivamente a partir da introdução.
7. Para evitar os frequentes problemas com impressoras, imprima o documento com antecedência.
8. Utilize o corretor de revisão de ortografia e gramática para evitar erros no texto.
9. Redija os relatórios em português ou espanhol.
10. Em relação a unidades, utilize mg L^{-1} em vez de mg/L ou mg.L^{-1} .

As questões propostas como atividades tem o objetivo de orientá-los sobre os aspectos principais das práticas que devem estar incluídos na discussão dos resultados.

A seguir, apresentamos o modelo de capa e outras normas a serem seguidas para elaboração do relatório.

**INSTITUTO LATINO-AMERICANO DE CIÊNCIAS DA VIDA
E DA NATUREZA (ILACVN)**

Curso: Química – Licenciatura

Disciplina: Química Analítica Quantitativa (QUI0052)

Professora: Marcela Boroski



**Atenção para as margens!
Superior, inferior, direita e
esquerda: 2,5 cm**

**RELATÓRIO DA PRÁTICA 1
“DETERMINAÇÃO DO TEOR DE CÁLCIO EM BEBIDAS LÁCTEAS”**

Estudantes: Aline S. Fontana
Clarissa N. de Souza

**Os nomes dos estudantes
devem estar completos e
com a mesma redação que
consta no Sigaa.
Colocar em ordem
alfabética.**

Foz do Iguaçu, 10 de março de 2023

1. Introdução

Nesta seção, antes de iniciar a pesquisa, leia o objetivo da prática.

As referências devem ajudar a atingir o objetivo da prática, embasando as discussões dos resultados.

Esta seção deve ter entre 1 e 2 páginas.

Citar pelos menos 3 referências. Artigos que não tenham a autoria não servem como referência para os relatórios.

Nada de copiar um parágrafo inteiro ou, pior, um texto inteiro sem citar a referência. Isto pode ser considerado plágio e trazer indesejáveis consequências!

Vamos aprender a fazer um relatório corretamente, que sirva para toda a vida acadêmica e profissional de vocês!

O relatório é dividido nestas seções:

1. **Introdução**
2. **Objetivo**
3. **Materiais e métodos**
4. **Resultados e discussão**
5. **Conclusões**
6. **Referências**
7. **Anexos**

Não é necessário colocar um item em cada página. Com exceção da capa, o relatório pode ser impresso frente e verso. Todos os títulos das diferentes seções do texto devem ser apresentados em **negrito** e ter apenas a primeira letra de cada palavra em letra maiúscula. Caso seja necessária a utilização de subtópicos nas seções do texto, esses devem ser apresentados sem negrito, mas em *itálico*.

As citações literais ou as que se referem a ideias de autores devem ser feitas pelo sobrenome do autor (em letras maiúsculas), seguido do ano de publicação e página (SOARES, 2017, p. 5). Quando houver dois ou mais autores, os sobrenomes devem ser separados por ponto e vírgula (SOARES; KALIW, 2008). Quando houver três ou mais autores, deve-se citar o primeiro autor seguindo de *et al.* (SILVA *et al.*, 2014).

Exemplo:

O linho (*Linum usitatissimum* L.) é uma espécie que se destina à produção de fibras têxteis de alta qualidade e sua semente, a linhaça, é matéria-prima para produção de óleo e diversos produtos alimentícios (MORRIS, 2005).

Observem o tempo verbal!

Usar o verbo no infinitivo!

2. Objetivos

Determinar os níveis de cálcio em bebidas lácteas.

Comparar duas metodologias volumétricas e indicar a mais adequada para avaliação do teor de cálcio em bebidas lácteas.

3. Materiais e métodos

Usar a terceira pessoa do singular ou do plural do tempo verbal pretérito perfeito para relatar com detalhes o experimento. Atenção! Frequentemente ocorrem modificações da aula prática. Descreva as modificações nesta seção.

Exemplo:

Para a obtenção dos extratos, utilizaram-se 10,0 g das folhas desidratadas de trigo colhidas aos 80 dias. O extrato metanólico foi obtido por meio da percolação de 70 mL de solvente metanol através das amostras trituradas durante 48h, com adição de novas alíquotas de metanol a cada 24h. O solvente foi removido em evaporador rotatório a pressão reduzida a 40 °C.

4. Resultados e discussão

- Tabelas, quadros e figuras

As tabelas têm por finalidade sintetizar dados numéricos, geralmente com tratamento estatístico. Os quadros apresentam os resultados brutos e possuem linhas de grade, de modo a formar um quadro. As tabelas não devem apresentar grades laterais e as grades internas devem ser utilizadas apenas se necessário (ver exemplo a seguir). As notas têm por função conceituar ou esclarecer o conteúdo da tabela e, se necessário, devem ser indicadas no rodapé da tabela por letras ou símbolos gráficos e em tamanho de letra menor do que aquela utilizada no corpo da tabela.

Os resultados devem ser apresentados em tabelas, quadros e figuras, os quais devem ser numerados em algarismos arábicos, segundo a ordem em que aparecem no texto. Tabelas, quadros e figuras devem sempre ser acompanhados de um título que descreva claramente o conteúdo apresentado. Ele deve ser autoexplicativo e complementar o texto. Não é necessário utilizar o mesmo título da apostila; o ideal é complementá-lo. Para tabelas e quadros, o título deve ser apresentado na parte superior; já para as figuras, ele aparece na parte inferior. As tabelas, as figuras e os quadros devem ser mencionados no texto como apresentado a seguir:

A tabela 1 apresenta os valores de concentração de diferentes frações preparadas a partir dos extratos obtidos das folhas de linho. Quanto menor os valores, maior a eficiência como antioxidante para promover a inibição do radical DPPH. Desse modo, os melhores resultados foram encontrados para a fração acetato, seguido da butanoica e hexânica. Os dados encontrados foram similares aos de Castro e Souza (2005), que investigaram folhas de linho colhidas aos 40 dias. Embora o tempo de colheita seja inferior, os resultados foram similares.

Submeter a tabela ao autoajuste de janela

Tabela 1 – Concentração ($\mu\text{g mL}^{-1}$) dos extratos obtidos das folhas de linho colhidas aos 80 dias, necessário para inibir 50% do radical DPPH

Fração	Concentração ($\mu\text{g mL}^{-1}$)
Hexânica	241,9 \pm 2,3
Acetato	153,7 \pm 1,0
Butanoica	228,7 \pm 0,9
Metanólica	387,0 \pm 3,8
Aquosa	> 500

Os resultados são médias \pm desvio padrão de análises em triplicata.

- Equações matemáticas

As equações devem ser centralizadas e numeradas sequencialmente. Quando da apresentação de fórmulas matemáticas no texto, essas devem ser confeccionadas utilizando-se a ferramenta Microsoft Equation, implementada no Word® (ou similar), e devem ser numeradas no canto direito com a numeração entre parênteses. Quando necessário, deve-se utilizar legenda para descrever os componentes das fórmulas.

Exemplo:

Os cálculos foram feitos segundo método de Joseph e Ackman (1992), conforme a equação 1:

$$M_x = \frac{A_x \times M_p \times F_{ct}}{A_p \times M_a \times F_{cea}} \quad (1)$$

Onde:

M_x : massa do ácido graxo x em mg g⁻¹ de lipídio;

M_p : massa do padrão interno em mg;

M_a : massa da amostra de lipídios totais em g;

A_p : área do padrão interno;

A_x : área do ácido graxo x;

F_{cea} : fator de conversão de metil éster para ácido graxo;

F_{ct} : fator de correção (do detector de ionização chama) teórico do ácido graxo.

Importante!! Figuras, quadros e tabelas têm como objetivo organizar a apresentação dos resultados. Torna-se essencial discuti-los no texto, citando os principais resultados obtidos na tabela, indicando a média acompanhada do desvio padrão e o coeficiente de variância.

5. Conclusões

As conclusões devem ser relevantes e congruentes com os objetivos, ou seja, devem responder à(s) pergunta(s) de pesquisa. Nesta seção, não devem ser apresentadas citações bibliográficas, sugestões e/ou considerações adicionais.

6. Referências

As referências devem ser apresentadas de acordo com as normas da ABNT NBR 6023:2018.

7. Anexos

Caso sejam incluídas informações adicionais, como cálculos, estes podem ser apresentados nos anexos.

PRÁTICA 1 – PREPARO DE SOLUÇÕES

Preparação para a prática:

- Ler o roteiro experimental e fazer o esquema da prática no caderno de laboratório.
- Pesquisar a solubilidade do carbonato de cálcio (mg L^{-1}) em água.
- Apresentar um resumo sobre os cuidados no manuseio de HCl e NaOH no caderno de laboratório.
- Fazer os cálculos das questões 1 a 7 no caderno de laboratório (individualmente).

Objetivo:

Aprender e aprofundar os conhecimentos referentes ao preparo de soluções no laboratório.

1. INTRODUÇÃO

O preparo de soluções no laboratório de química envolve uma série de etapas, como a limpeza das vidrarias, a pesagem correta dos solutos e os cálculos para indicar a concentração das soluções, que são conhecimentos adquiridos na disciplina de química geral experimental. A química analítica, por sua vez, requer um aprofundamento desses conhecimentos, visto que, em geral, o preparo de soluções exige precisão e exatidão elevadas, especialmente quando se deseja preparar soluções empregando um padrão primário, fazendo uso das técnicas de padronização.

Em busca da exatidão dos resultados, deve-se considerar a necessidade de calibração das vidrarias. O preparo de uma solução de ácido clorídrico, em geral, não requer o uso de balões volumétricos calibrados, enquanto o preparo de qualquer solução padrão requer vidrarias aferidas.

A aferição de aparelhos volumétricos consiste em verificar se os valores nominais das graduações originais correspondem aos valores verdadeiros, dentro dos limites de tolerância admitidos, e em fazer a respectiva correção, se for o caso. Como toda medida química é passível de erros, as medições são feitas diversas vezes, para calcular o desvio padrão e verificar se a tolerância é admitida. No quadro 1 são indicadas as tolerâncias admitidas para materiais volumétricos. No quadro 2 são apresentados os valores de densidade da água a diferentes temperaturas, os quais são empregados nos ensaios de aferição de vidrarias volumétricas.

Quadro 1 – Tolerância das vidrarias volumétricas classe A

Buretas		Balões volumétricos		Pipetas volumétricas	
Volume (mL)	Desvio (mL)	Volume (mL)	Desvio (mL)	Volume (mL)	Desvio (mL)
5	±0,01	5	±0,02	0,5	±0,006
10	±0,02	25	±0,03	1	±0,006
25	±0,03	50	±0,05	2	±0,006
50	±0,05	100	±0,08	5	±0,01
100	±0,10	250	±0,12	10	±0,02
-	-	500	±0,20	20	±0,03
-	-	1000	±0,30	25	±0,03
		2000	±0,50	50	±0,05
				100	±0,08

Fonte: Adaptado de HARIS, D. C. (2008).

*Observação: Estes dados podem variar de acordo com o material e fabricante das vidrarias.

Quadro 2 – Massa específica da água a diferentes temperaturas

Temperatura (°C)	Densidade (g mL⁻¹)
15	0,9991
16	0,9989
17	0,9988
18	0,9986
19	0,9984
20	0,9982
21	0,9980
22	0,9978
23	0,9975
24	0,9973
25	0,9970
26	0,9968
27	0,9965
28	0,9962
29	0,9959
30	0,9956

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

2.1 Materiais e reagentes

Materiais / Vidrarias (quantidade)	Reagentes
Balão volumétrico 25 mL (1)	HCl PA 37% (m/m) $d = 1,184 \text{ g mL}^{-1}$
Balão volumétrico 50 mL (1)	NaOH PA 95% (m/m) (sólido)
Balão volumétrico 100 mL (1)	NaCl (padrão primário) previamente seco
Balão volumétrico 250 mL (1)	$\text{CaCO}_{3(s)}$
Béquer 50 mL (2)	Álcool etílico (95% v/v)
Béquer 100 mL (2)	Solução indicadora de fenolftaleína
Pipeta volumétrica 1 mL	
Pipeta graduada 5 mL	
Proveta 50 mL (2)	
Proveta 100 mL (1)	
Funil (1)	
Bastão de vidro (1)	
Vidro de relógio (3)	
Pipeta de Pasteur (2)	
Balança analítica (1)	
Frasco para armazenar as soluções de HCl	
0,010 mol L ⁻¹ e NaOH 0,010 mol L ⁻¹ (1)	
Pisete com água destilada (1)	
Termômetro (1)	
Caneta para marcar vidrarias (1)	

2.2 Metodologia

2.2.1 Aferição do balão volumétrico

Nesta aula experimental serão preparadas soluções a partir dos reagentes HCl, NaOH, NaCl, CaCO₃ e álcool etílico. Leia o roteiro experimental e indique quais soluções necessitam ter a aferição das vidrarias para correção dos cálculos. Faça a aferição conforme descrito a seguir:

Para a calibração, o balão volumétrico deve estar seco e sem tampa. Coloque-o sobre o prato de uma balança analítica, sem tocá-lo diretamente com as mãos. Anote a massa no caderno de laboratório. Após isso, encha-o com água destilada até o menisco e leve-o à balança para medir a massa. Com o mesmo balão, repita o procedimento com água destilada por 10 vezes, descartando a água e aferindo o menisco em cada procedimento. Não é necessário repetir a pesagem do balão vazio. Anote a temperatura da água e calcule o volume do balão empregando a densidade da água tabelada correspondente à temperatura de trabalho (quadro 2). O quadro 3 deverá ser preenchido com todas as medidas aferidas e os respectivos volumes calculados no laboratório. Preencha o quadro 4 com o tratamento dos dados do quadro 3.

IMPORTANTE! Antes de iniciar a aferição do volume do balão, analise qual das soluções descritas anteriormente irá demandar um balão volumétrico calibrado.

Quadro 3 – Valores experimentais da aferição de balão volumétrico

Medidas	Massa do balão + massa de água (g)	Massa de água pesada (g)	Volume real do balão (mL)
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			

Quadro 4 – Tratamento dos dados experimentais obtidos a partir da aferição de balão volumétrico

Temperatura da água	
Densidade	
Média do volume real do balão	
Desvio padrão (s) ±	
Coefficiente de variância (CV) (%)	

2.2.2 Preparo da solução de ácido clorídrico 0,010 mol L⁻¹

1. Calcule o volume de HCl concentrado (36,5% em massa e densidade 1,184 g mL⁻¹) necessário para preparar 25 mL de uma solução de HCl 1 mol L⁻¹ (atividade 1).
2. Pipete o volume calculado e transfira gota a gota, deixando escorrer pelas paredes do béquer de 25 mL, o qual já contém aproximadamente 10 mL de água destilada.
3. Após esfriar, transfira para um balão volumétrico.
4. A partir da solução preparada anteriormente, prepare, por diluição, 100 mL de solução 0,010 mol L⁻¹ de ácido clorídrico (atividade 2). Transfira as soluções para frascos apropriados e rotule.

IMPORTANTE! Toda solução ácida ou básica deve ser preparada adicionando-se ácido ou base à água (e nunca o contrário), para evitar explosão devido ao alto calor de dissolução desses reagentes.

2.2.3 Preparo da solução de hidróxido de sódio $0,010 \text{ mol L}^{-1}$

1. Calcule a massa necessária para preparar uma solução de NaOH $0,010 \text{ mol L}^{-1}$ em um balão de 250 mL a partir do reagente sólido PA a 95% de pureza (atividade 3).
2. Pese a massa calculada em um vidro de relógio utilizando uma balança analítica.
3. Transfira a massa pesada para um béquer de 100 mL, o qual já contém aproximadamente 50 mL de água destilada. Dissolva completamente com o auxílio de um bastão de vidro e, após esfriar, transfira para um balão volumétrico de 250 mL.
4. As soluções de HCl a $0,010 \text{ mol L}^{-1}$ e NaOH $0,010 \text{ mol L}^{-1}$ devem ser acondicionadas corretamente e rotuladas individualmente entre os grupos. Estas soluções serão utilizadas nas práticas futuras de volumetria de neutralização.

2.2.4 Preparo das demais soluções

1. Prepare as soluções das atividades **4, 5 e 6** considerando os volumes e concentrações descritos nas atividades 4, 5 e 6, respectivamente.
2. A solução indicadora de fenolftaleína estará disponível para avaliação do caráter ácido ou básico das soluções.

IMPORTANTE! Nunca se deve secar balão volumétrico, pipeta, bureta ou qualquer vidraria volumétrica em estufa.

3. ATIVIDADES

1. Qual o volume de HCl necessário para preparar uma solução 1 mol L^{-1} utilizando um balão de 25 mL?
2. Qual o volume da solução de HCl 1 mol L^{-1} (preparada na atividade 1) necessário para preparar uma solução $0,010 \text{ mol L}^{-1}$ utilizando um balão de 100 mL?
3. Qual a massa de NaOH necessária para preparar uma solução de NaOH $0,010 \text{ mol L}^{-1}$ em um balão volumétrico de 250 mL? Considere a pureza de 95% (m/m).
4. O NaCl é empregado como padrão primário na volumetria de precipitação. Qual a massa necessária para preparar 50 mL de uma solução $0,10 \text{ mol L}^{-1}$?
5. Qual a massa necessária para preparar uma solução saturada de carbonato de cálcio em um volume de 100 mL? Esta solução tem caráter ácido, neutro ou básico? (realizar a confirmação com fenolftaleína). Mostre as reações.
6. Qual o volume de álcool etílico comercial (95% v/v) necessário para preparar 100 mL de uma solução etanólica 70% (v/v)? Para o preparo desta solução, meça o volume de etanol e água em provetas separadas e misture. Qual o efeito observado? Faça o mesmo procedimento substituindo o etanol por água em uma proveta e outra alíquota de água na segunda proveta, misturando o conteúdo das duas provetas. Anote o volume. Explique as diferenças observadas.
7. Qual(is) das soluções preparadas acima demanda(m) que o balão volumétrico seja previamente aferido? Explique.
8. O balão está dentro da tolerância admitida? Por que se deve evitar tocar o balão diretamente com as mãos? Inclua na discussão do relatório.

9. Quais são as possíveis fontes de erros que ocorrem durante o preparo das soluções? Por que saem vapores do frasco de HCl concentrado quando aberto?
10. Por que o teor de HCl concentrado não ultrapassa 37%?
11. Quais os cuidados que devem ser tomados na medição de volume de soluções concentradas de ácidos?
12. Por que não é conveniente medir a massa de HCl concentrado?
13. Qual o destino dado a cada solução preparada na aula prática?

4. REFERÊNCIAS

BACCAN, N. **Química analítica quantitativa elementar**. 3. ed. São Paulo: Edgar Blucher, 2001. 308 p.

HARRIS, D. C. **Análise química quantitativa**. 7. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008. 868 p.

VOGEL, A. I.; MENDHAM, J.; DENNEY, R. C.; BARNES, J. D.; THOMAS, M. J. K. **Análise química quantitativa**. 6. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012. 462 p.

PRÁTICA 2 – AMOSTRAGEM E TRATAMENTO DE DADOS

Preparação para a prática:

- Ler o roteiro experimental e fazer o esquema da prática no caderno de laboratório.

Objetivo:

Aprender os princípios básicos de amostragem e aplicar o tratamento estatístico de dados.

1. INTRODUÇÃO

Amostragem ou, de uma forma menos abreviada, estudo por amostragem, é o estudo de um pequeno grupo de elementos retirado de uma população (estatística) que se pretende conhecer. A amostragem é de domínio da área da Estatística. Entretanto, é frequente no laboratório nos depararmos com situações de delimitação do tamanho da amostragem frente ao universo amostral.

A amostragem constitui a primeira etapa de execução de um processo analítico, seguida da análise dos constituintes, tratamento dos dados, análise e interpretação dos resultados.

Entre os aspectos mais relevantes a se considerar no planejamento de uma amostragem estão os objetivos do trabalho, as concentrações esperadas do analito, a disponibilidade de dados meteorológicos, o transporte e estocagem das amostras e as condições de análise (CRUZ; CAMPOS, 2008).

No tratamento dos dados são usadas as equações 1 a 3:

Estimativa de desvio padrão (s):

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}{N-1}} \quad (1)$$

Desvio padrão relativo (DPR):

$$DPR = \frac{S}{\bar{x}} \times 100 \quad (2)$$

Intervalos de confiança com 95% e 99% de confiança:

$$\bar{x} \pm \frac{(t \times s)}{\sqrt{n}} \quad (3)$$

Esta prática, na qual será estudada uma amostra heterogênea típica do trabalho no laboratório, tem como objetivo avaliar o impacto do tamanho da amostra no resultado final. Na análise quantitativa é frequente o analista trabalhar com analitos a nível traço. Assim, nesta prática será estudado o efeito do tamanho da amostragem na determinação dessas espécies.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

2.1 Metodologia

Nesta prática serão utilizadas bolas coloridas, as quais podem ser visualizadas na figura 1. Use luvas para manusear as bolas coloridas, evitando derrubá-las fora da bancada.

Figura 1 – Bolas coloridas ou miçangas para serem utilizadas na prática de amostragem. Diâmetro aproximado de 0,5 cm



Fonte: AUTORA (2021).

2.1.1 Separação e contagem das bolas coloridas

Os estudantes serão divididos em grupos conforme orientação do professor.

Cada grupo deve contar e separar as bolas coloridas de cada um dos pacotes, nas diferentes cores. Anote o número total de bolas e calcule as porcentagens de cada uma das cores. Preencha a tabela 1. A porcentagem deve ser expressa com uma casa decimal. Neste exercício, considere que cada pacote representa uma amostra obtida a partir da população total, por exemplo, uma amostra para controle de qualidade de um processo.

O erro relativo (ER) será calculado comparando-se o valor obtido com os dados do quadro 5.

Tabela 1 – Dados individuais

Cálculos	Azul	Marrom	Verde	Roxo
Número total				
Total em % ER* %				

*Erro relativo calculado em comparação com os dados fornecidos pelo fabricante (quadro 1).

Quadro 5 – Valores percentuais (%) das diferentes cores contidas no pacote de bolas coloridas, fornecido pelo fabricante

Cores	Valores (%)
Azul	37,5
Marrom	12,5
Verde	19,8
Roxo	30,2

Calcule a média percentual de todos os resultados da turma, preenchendo a tabela 2. Verifique se o valor obtido para cada cor difere significativamente do valor teórico fornecido pelo fabricante. Preencha os dados da tabela 2. Verifique a possível presença de valores suspeitos (anômalos) obtidos na parte 1, empregando o teste Q de Dixon.

Tabela 2 – Dados dos grupos, expressos em valores percentuais (%)

Cores	Grupo					Média	DP	ER* (%)	Tst** 95%	Tst** 99%
	1	2	3	4	5					
Azul (%)										
Marrom (%)										
Verde (%)										
Roxo (%)										

*Erro relativo calculado em comparação com os dados fornecidos pelo fabricante (quadro 5).

**Intervalo de confiança estabelecido pelo teste t student.

Discussão da tabela 2:

Estabeleça o intervalo de confiança obtido pelo teste t student (Tst) utilizando os dados percentuais obtidos pelos grupos. Compare se o intervalo de confiança obtido engloba o resultado fornecido pelo fabricante.

2.1.2 Diferenças na quantidade amostrada

Ao final da contagem das bolas de todos os grupos, junte-as em uma bandeja plástica, a fim de homogeneizá-las, e faça novas coletas de amostra. Utilize um copo de 50 mL e um copo de cerca de 200 mL. Faça três coletas, contando as bolas e separando-as novamente em cores. Preencha a tabela 3.

Tabela 3 – Avaliação da amostragem

Observação	Azul	Marrom	Verde	Roxo
Amostragem copo pequeno				
Número total				
Total em %				
ER*%				
Amostragem copo grande				
Número total				
Total em %				
ER*%				

*Erro relativo calculado em comparação com os dados fornecidos pelo fabricante (quadro 5).

Discussão da tabela 3:

Compare o erro relativo obtido com as duas amostragens. Em qual delas foi obtido o menor erro relativo? Explique.

2.1.3 Análise de constituinte em baixos níveis de concentração

Após o término da parte 2, reúna todas as bolas coloridas novamente na bandeja e adicione as bolas amarelas a todo o conjunto, de maneira a simular a presença de um constituinte em baixos níveis de concentração. Para tanto, deve-se homogeneizar o conjunto e fazer, em seguida, novas amostragens com os copos de 50 mL e 200 mL. Preencha a tabela 4. Faça o procedimento em triplicata.

Nesta situação, verifique se existe diferença significativa (precisão e médias) entre as duas amostras com 95% de confiança. Compare, portanto, as estimativas de desvio padrão, aplicando o teste F, e as duas médias, aplicando o teste t para comparação de duas médias experimentais.

Estabeleça comparações acerca dos métodos de coleta de amostras, buscando identificar situações onde o método de amostragem seja capaz de influenciar os resultados da análise a ser feita. Em seguida, avalie a importância do tamanho da amostra quando se pretende fazer uma análise envolvendo a determinação de um analito presente em baixos níveis de concentração.

Tabela 4 – Constituintes (bolas amarelas) em baixos níveis de concentração

Observação	Amostragem copo pequeno	Amostragem copo grande
Número total		
Total em %		
ER* %		

*Erro relativo calculado em comparação com os dados fornecidos pelo fabricante (quadro 5).

Discussão da tabela 4:

Compare o erro relativo obtido com as duas amostragens. Em qual delas foi obtido o menor erro relativo? Explique.

3. REFERÊNCIAS

BACCAN, N. **Química analítica quantitativa elementar**. 3. ed. São Paulo: Edgar Blucher, 2001. 308 p.

CANAES, L. S.; BRANCALION, M. L.; ROSSI, A. V.; RATH, S. Using candy samples to learn about sampling techniques and statistical data evaluation. **Journal of Chemical Education**, n. 85, p. 1083-1088, 2008.

CRUZ, L. P. S.; CAMPOS, V. P. Métodos de amostragem e análise para compostos reduzidos de enxofre atmosférico. **Química Nova**, v. 31, n. 5, p. 1180-1189, 2008.

HARRIS, D. C. **Análise química quantitativa**. 7. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008. 868 p.

LEITE, F. **Amostragem dentro e fora do laboratório**. Campinas: Átomo, 2005.

PRÁTICA 3 – PADRONIZAÇÃO DE ÁCIDOS E BASES

Preparação para a prática:

- Ler o roteiro experimental.
- Fazer os cálculos solicitados nas atividades 1, 2 e 5 antes da prática, individualmente e no caderno de laboratório (não serão considerados cálculos feitos em grupo ou em rascunhos).
- Pesquisar quais são os padrões primários comumente utilizados na padronização de ácidos e bases. Anotar no caderno de laboratório.
- Pesquisar quais são os requisitos necessários para uma substância ser considerada padrão primário.
- Escrever as reações de neutralização descritas na prática.
- Trazer calculadora e tabela periódica para o laboratório.

Objetivo:

Padronizar as soluções de ácido e base.

1. INTRODUÇÃO

As volumetrias ou titulações envolvem um rol de análises que se baseiam na reação química entre a quantidade de matéria do titulado necessária para reagir com o titulante.

A volumetria de neutralização envolve a reação entre uma substância com característica ácida e uma substância com característica básica, cujo produto da reação é um sal e molécula(s) de água. A volumetria de neutralização pode ser utilizada com a finalidade de padronizar um ácido ou uma base, ou seja, conhecer a concentração exata dessa espécie. Quando uma solução é preparada no laboratório, a partir de um reagente que não apresenta elevado grau de pureza (padrão primário), esta solução apresenta uma concentração aproximada.

Assim, com a finalidade de se estabelecer a concentração exata de um ácido ou uma base, pode-se utilizar a técnica de padronização. Para isto, utiliza-se uma substância padrão ou padrão primário, que pode ser um composto sólido de alta pureza ou uma solução preparada a partir de uma substância padrão.

Um padrão primário é uma substância que atende ao maior número de requisitos descritos abaixo (HARRIS *et al.*, 2008):

- ✓ Apresentar pureza acima de 99,9%;
- ✓ Não deve sofrer decomposição quando estocado em condições normais;
- ✓ Não ser higroscópico;
- ✓ Apresentar elevada massa molecular;
- ✓ Deve ser estável quando aquecido em estufa (para eliminação de água);
- ✓ Deve ser relativamente barato e não apresentar toxicidade.

Para avaliar a presença de contaminantes no preparo das soluções utilizadas na titulação, pode ser feita uma titulação em branco. Nela, utilizam-se todas as soluções empregadas na titulação, com exceção do analito de interesse investigado. O volume consumido na titulação em branco é de poucos mililitros. Desconta-se este valor do volume consumido durante a titulação do analito.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

2.1 Materiais e reagentes

Materiais / Vidrarias (quantidade)	Reagentes / Amostras
Bureta 25 mL (1)	Solução de HCl 0,010 mol L ⁻¹
Béquer 50 mL (2)	Solução de NaOH 0,010 mol L ⁻¹
Béquer 100 mL (2)	Biftalato de potássio (padrão primário)
Pipeta volumétrica 10 mL	previamente seco (C ₈ H ₅ KO ₄)
Proveta 50 mL (2)	Solução indicadora de fenolftaleína
Erlenmeyer 125 mL ou 250 mL (3)	
Balança analítica (1)	
Vidro de relógio ou pesa filtro (1)	
Pissete com água destilada (1)	

2.2 Metodologia

2.2.1 Padronização da solução de hidróxido de sódio 0,010 mol L⁻¹

1. Calcule a massa de biftalato de potássio necessária para titular uma alíquota de 10,0 mL de solução de NaOH a 0,010 mol L⁻¹.
2. Pese a massa calculada em um vidro de relógio ou pesa filtro e transfira quantitativamente para um erlenmeyer de 250 mL.
3. Adicione aproximadamente 25 mL de água destilada e coloque três gotas de fenolftaleína.

4. Lave a bureta com uma pequena alíquota da solução de NaOH (aproximadamente 5 mL). Preencha a bureta com a solução de NaOH, tomando o cuidado de retirar bolhas nas proximidades da torneira da bureta.
5. Faça o procedimento de titulação até a modificação da coloração para rosa/vermelho-claro. Sempre que uma gota da solução proveniente da bureta cair nas paredes do erlenmeyer, interrompa a titulação e arraste a gota com água destilada, utilizando o pissete com água, para que esta reaja com a solução contida no erlenmeyer. Repita a operação 3 vezes, sempre preenchendo a bureta com solução de NaOH antes de uma nova titulação. Preencha o quadro 6.
6. Faça a titulação em branco e desconte este valor do obtido durante a titulação.

2.2.2 Padronização da solução de ácido clorídrico 0,010 mol L⁻¹

1. Calcule o volume de HCl necessário para titular 10,0 mL de uma solução de NaOH 0,010 mol L⁻¹.
2. Coloque, em um erlenmeyer de 250 mL, o volume calculado da solução HCl, 25 mL de água e 3 gotas do indicador fenolftaleína.
3. Com o auxílio de uma bureta, adicione, gota a gota, a solução de NaOH padronizada anteriormente, sempre agitando o erlenmeyer, até o aparecimento de uma coloração rosa permanente que seja fracamente perceptível.

4. Sempre que uma gota da solução proveniente da bureta cair nas paredes do erlenmeyer, interrompa a titulação e arraste a gota com água destilada, utilizando o pisquete com água, para que esta reaja com a solução contida no erlenmeyer. Anote o volume de base gasto (lido na bureta). Repita a operação 3 vezes, sempre preenchendo a bureta com solução de NaOH antes de uma nova titulação.
5. Faça uma titulação em branco com NaOH e 10 mL de água destilada. Desconte o volume gasto de todos os outros volumes encontrados nas outras titulações.

Quadro 6 – Resumo dos resultados da prática de padronização da solução de NaOH

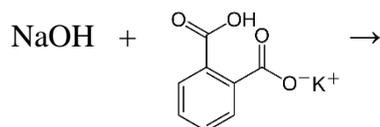
	1	2	3
Massa biftalato de potássio (g)			
Número de mols de biftalato de potássio			
Volume de NaOH (mL)			
[NaOH] (mol L ⁻¹)			
Média [NaOH] (mol L⁻¹)			
Desvio padrão			
Coefficiente de variância (%)			

Quadro 7 – Resumo dos resultados da prática de padronização da solução de HCl

	1	2	3
[NaOH] (mol L ⁻¹)			
Volume de NaOH (mL)			
Número de mols de NaOH			
Número de mols de HCl			
Volume da solução de HCl (mL)			
[HCl] (mol L ⁻¹)			
Média [HCl] (mol L⁻¹)			
Desvio padrão			
Coefficiente de variância (%)			

3. ATIVIDADES

1. Qual a massa de biftalato de potássio a ser pesada na padronização da solução de hidróxido de sódio $0,010 \text{ mol L}^{-1}$?
2. Calcule o volume de HCl necessário para titular $10,0 \text{ mL}$ de uma solução de NaOH $0,010 \text{ mol L}^{-1}$.
3. Preencha os quadros 6 e 7.
4. Apresente o rótulo do frasco a ser fixado no frasco de NaOH e HCl padronizado.
5. Apresente as duas reações de neutralização envolvidas na prática:



6. Qual a função do branco da titulação?
7. Qual a diferença entre ponto de equivalência e ponto final da titulação?

8. Qual o procedimento de tratamento do resíduo gerado nas aulas práticas?
9. Quais os erros envolvidos na titulação?
10. No item 4 da seção 2.2.2 é solicitado que cada vez que uma gota de titulante cair nas paredes do erlenmeyer, esta superfície seja lavada com água destilada. Esta água adicionada tem o efeito de provocar uma diluição, comprometendo os cálculos para determinação da concentração do analito?

4. REFERÊNCIAS

- BACCAN, N. **Química analítica quantitativa elementar**. 3. ed. São Paulo: Edgar Blucher, 2001. 308 p.
- HARRIS, D. C. **Análise química quantitativa**. 7. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008. 868 p.
- VOGEL, A. I.; MENDHAM, J.; DENNEY, R. C.; BARNES, J. D.; THOMAS, M. J. K. **Análise química quantitativa**. 6. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012. 462 p.

PRÁTICA 4 – DETERMINAÇÃO DA ACIDEZ TOTAL EM VINAGRES

Preparação para a prática:

- Ler o roteiro experimental.
- Fazer os cálculos solicitados nas atividades 1, 2 e 4 antes da prática, individualmente e no caderno de laboratório (não serão considerados cálculos feitos em grupo ou em rascunhos).
- Trazer calculadora e tabela periódica para o laboratório.

Objetivo:

Determinar a acidez total em vinagres.

1. INTRODUÇÃO

O vinagre é uma alimento milenar obtido pela fermentação de bactérias. De acordo com a Legislação Brasileira, ele é obtido a partir da acidificação do vinho e produtos alcoólicos derivados da uva (BRASIL, 1999). Quando outras matérias-primas são usadas no processo de fermentação, a denominação é fermentado ácido. Entretanto, observa-se frequentemente que é dado o nome comercial de vinagre. De acordo com a legislação, o ácido acético do vinagre somente poderá provir da fermentação acética de líquidos alcoólicos, não sendo permitida a preparação de vinagre artificial para uso alimentar a partir da diluição de ácido acético (BRASIL, 1999).

O teor de acidez é expresso em ácido acético (CH_3COOH). Ele deve estar presente com um mínimo de 4% (v/v) (BRASIL, 1999). Além do ácido acético, composto majoritário, outros ácidos orgânicos e ésteres estão presentes em menores concentrações, o que garante as propriedades organolépticas diferenciadas dos vinagres.

O ácido acético é um ácido fraco ($K_a = 1,753 \times 10^{-5}$), monoprotico, cuja concentração pode ser determinada facilmente por titulação com uma solução de base forte, com fenolftaleína como indicador.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

2.1 Materiais e reagentes

Materiais / Vidrarias (quantidade)	Reagentes
Bureta 25 mL (1)	Solução de NaOH $0,010 \text{ mol L}^{-1}$
Béquer 50 mL (2)	padronizada
Béquer 100 mL (2)	Amostras de vinagre
Pipetas 5 mL e 10 mL	Pissete com água destilada
Proveta 50 mL (1)	Fenolftaleína
Balão volumétrico 50 mL (1)	
Erlenmeyer 125 mL ou 250 mL (3)	
pHmetro	

2.2 Metodologia

2.2.1 Determinação da acidez de vinagre

1. Transfira a alíquota de vinagre (calculada na atividade 1) para um balão de 50,0 mL com água destilada.
2. Transfira 5,0 mL da solução preparada no item 1 com o auxílio de uma pipeta volumétrica para o Erlenmeyer. Adicione 20 mL de água destilada e 3 gotas de fenolftaleína.
3. Titule a mistura com uma solução padrão de NaOH até o aparecimento de uma leve coloração rósea, que persista por 30 segundos. Anote o volume gasto. Faça a determinação em triplicata.
4. Considere a titulação em branco nos cálculos.
5. Determine o pH da amostra de vinagre empregando o pHmetro.

3. ATIVIDADES

1. Qual o volume de vinagre que deve ser diluído em um balão volumétrico de 50 mL com água destilada para que uma alíquota de 5,0 mL da solução diluída da amostra consuma um volume de 10 mL de uma solução de NaOH 0,010 mol L⁻¹? Considere uma acidez de 4% (v/v) para os cálculos. Considere a densidade do vinagre igual a 1 g mL⁻¹.
2. Escreva as equações químicas envolvidas na titulação.
3. Calcule a acidez total expressa em ácido acético em % (v/v) das amostras de ácido acético tituladas. Calcule o desvio padrão e o coeficiente de variância.
4. Explique como a acidez do vinagre é utilizada como um parâmetro de qualidade deste alimento.
5. Compare os resultados com os dados dos fabricantes e com a literatura.
6. Compare a diferença de acidez entre os diferentes tipos de vinagres obtidos a partir de diferentes fontes de matéria-prima (pesquisar na literatura).
7. Calcule a concentração em mol L⁻¹ do ácido acético. Com o auxílio do valor do pH, determine a constante de dissociação do ácido acético no vinagre (K_a). Compare com o valor teórico (K_a = 1,753 x 10⁻⁵). Calcule o erro relativo (%) e discuta os valores obtidos.

4. REFERÊNCIAS

BACCAN, N. **Química analítica quantitativa elementar**. 3. ed. São Paulo: Edgar Blucher, 2001. 308 p.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa n. 36, de 14 de outubro de 1999. Aprova o regulamento técnico para fixação dos padrões de identidade e qualidade para fermentados acéticos. **Diário Oficial da União**, Poder Executivo, Brasília, DF, 15 de outubro de 1999, Seção 1, p. 76.

HARRIS, D. C. **Análise química quantitativa**. 7. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008. 868 p.

ZENEBON, O.; PASCUET, N. S.; TIGLEA, P. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. 4. ed., 1. ed. digital. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008. Disponível em:

http://www.ial.sp.gov.br/resources/editorinplace/ial/2016_3_19/analisedealimentosial_2008.pdf?attach=true. Acesso em: 10 ago. 2017.

PRÁTICA 5 – DETERMINAÇÃO DE ÍONS CLORETO EMPREGANDO MÉTODO DE MOHR

Preparação para a prática:

- Ler o roteiro experimental.
- Fazer os cálculos solicitados nas atividades 1, 3, 4 e 5 antes da prática, individualmente e no caderno de laboratório (não serão considerados cálculos feitos em grupo ou em rascunhos).
- Pesquisar e apresentar um breve comentário sobre os cuidados e manuseio dos seguintes reagentes: nitrato de prata e cromato de potássio P.A.
- Pesquisar o princípio do Método de Mohr, Método de Volhard e Método de Fajans, descrevendo-os no caderno. Incluir as reações químicas que ocorrem em cada método.
- Trazer calculadora e tabela periódica para o laboratório.

Objetivo:

Empregar a técnica de titulometria de precipitação para determinar a concentração de íons cloreto em soro fisiológico.

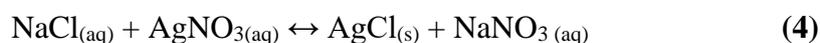
1. INTRODUÇÃO

A volumetria de precipitação envolve a formação de um precipitado pouco solúvel. Ela é aplicada na determinação de haletos e de alguns metais.

A argentimetria envolve a titulação empregando como titulante uma solução de nitrato de prata (AgNO_3). Quando o reagente AgNO_3 empregado no preparo da solução titulante possui elevada pureza, não é necessário fazer a padronização da solução. Entretanto, quando se está em dúvida sobre a composição do AgNO_3 , pode-se fazer a padronização

com o padrão primário cloreto de sódio (NaCl). Antes de ser utilizado, o NaCl deve ser previamente seco a 500-600 °C por 2h-3h.

A reação que ocorre entre o titulante e titulado é descrita na equação 4:



O cloreto de prata (AgCl) é um precipitando branco que apresenta valor de $K_{\text{ps}} = 1,56 \times 10^{-12}$. É utilizada uma solução de cromato de potássio para visualização do ponto final da titulação. Um leve excesso do titulante (Ag^+) em presença da solução indicadora leva à formação do precipitado Ag_2CrO_4 , descrito pela equação 5. Esse precipitado possui coloração vermelha e valor de $K_{\text{ps}} = 1,30 \times 10^{-12}$.



A concentração de íons cromato em solução (CrO_4^{2-}) influencia a ocorrência do precipitado Ag_2CrO_4 . Idealmente, o ponto final da titulação deve ocorrer próximo ao ponto final da titulação. Na prática, a formação do precipitado colorido ocorre um pouco após o ponto de equivalência.

O pH da solução é importante, pois o meio ácido favorece reações de oxirredução dos íons cromato. Assim, o pH da solução deve ser neutro ou levemente básico (6,5 a 10), para evitar a formação de ácido crômico.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

2.1 Materiais e reagentes

Materiais / Vidrarias (quantidade)	Reagentes / Amostras
Bureta 25 mL (1)	Solução de AgNO_3 0,100 mol L ⁻¹
Balão volumétrico 250 mL (1)	Solução indicadora de cromato de potássio
Béquer 50 mL (2)	Soro fisiológico comercial a 0,90% m/v
Béquer 100 mL (2)	Amostras de sal de cozinha (comum, sal rosa, sal medicinal etc).
Pipeta volumétrica 5 mL e 10 mL	Pissete com água destilada
Pipeta graduada 10 mL (1)	
Proveta 50 mL (1)	
Erlenmeyer 125 mL ou 250 mL (3)	
Pipeta de Pasteur (2)	
Balança analítica (1)	

2.2 Metodologia

2.2.1 Preparo de soluções

1. A solução de AgNO_3 0,100 mol L⁻¹ deve ser preparada a partir do sólido previamente seco em estufa a 150 °C por 1h-2h em um balão de 250 mL.
2. A solução de cromato de potássio deve ser preparada em uma concentração de 5% (m/v).

2.2.2 Determinação do teor de cloreto de sódio em soro fisiológico

1. Antes de iniciar a titulação, verifique se o pH da amostra está entre 6,5 a 10. Ajuste se necessário.
2. Lave a bureta com pequenas alíquotas da solução titulante.
3. Preencha a bureta com a solução de nitrato de prata a $0,100 \text{ mol L}^{-1}$.
4. Transfira a alíquota de soro calculada na atividade 1 para um erlenmeyer de 125 mL. Com o auxílio de uma pipeta volumétrica ou proveta, adicione cerca de 50 mL de água destilada.
5. Acrescente cerca de 1 mL da solução indicadora de cromato de potássio.
6. Titule com a solução padrão de nitrato de prata sob agitação constante, até o aparecimento de uma coloração vermelha. Faça o procedimento em triplicata.
7. Faça a titulação do branco e desconte o volume das demais titulações. Preencha o quadro 8.

Quadro 8 – Resumo dos resultados da determinação de íons cloreto em amostra de soro fisiológico

	1	2	3
Volume de amostra de soro fisiológico (mL)			
[AgNO ₃] (mol L ⁻¹)			
Volume de AgNO ₃ (mL)			
Número de mols de AgNO ₃			
Número de mols de NaCl			
Massa de NaCl (g)			
% NaCl (m/v)			
Média % NaCl			
Desvio padrão			
Coefficiente de variância (%)			
Valor rótulo			
Erro (%)			

2.2.3 Determinação do teor de cloreto de sódio em amostras de sal de cozinha

1. Pese uma massa próxima de 0,040 g da amostra de sal de cozinha (anote a massa no caderno) em um vidro de relógio e transfira o conteúdo para um erlenmeyer de 125 mL. Com o auxílio de um pisete de água destilada, assegure que toda a amostra seja transferida para o erlenmeyer. Faça o procedimento em triplicata.
2. Adicione aproximadamente 50 mL de água (medidos com o auxílio de uma proveta).
3. Acrescente cerca de 1 mL da solução indicadora de cromato de potássio.

4. Titule com a solução padrão de nitrato de prata sob agitação constante, até o aparecimento de uma coloração vermelha. Faça o procedimento em triplicata. Preencha os dados no quadro 9.
5. Cada grupo deve fazer a análise de uma amostra de sal de cozinha.
6. Após as análises, compartilhe os resultados entre os grupos. Todos os resultados deverão constar no relatório.

Quadro 9 – Resumo dos resultados da determinação de NaCl em amostras de sal de cozinha

	1	2	3
Massa da amostra (g)			
[AgNO ₃] (mol L ⁻¹)			
Volume de AgNO ₃ (mL)			
Número de mols de AgNO ₃			
Número de mols de Ag ⁺			
Número de mols de Cl ⁻			
Número de mols de Na ⁺			
Massa de Na (g)			
% Na (m/m) na amostra			
Massa de NaCl (g)			
% NaCl (m/m) na amostra			
Média % NaCl			
Desvio padrão			
Coefficiente de variância (%)			

3. ATIVIDADES

1. Na parte 1, calcule qual o volume de soro fisiológico que deverá ser tomado para que, numa titulação individual, consuma-se cerca de 7 mL da solução $0,100 \text{ mol L}^{-1}$ de nitrato de prata.
2. Preencha os quadros 8 e 9 com os resultados obtidos na prática.
3. As reações descritas pelas equações 4 e 5 são reações moleculares. Escreva as reações iônica e iônica líquida.
4. Diferencie os métodos de Mohr, Volhard e Fajans. Faça um breve resumo. Caso seja entregue relatório, inclua na introdução.
5. Explique o mecanismo de ação do indicador do ponto final da titulação.

4. REFERÊNCIAS

BACCAN, N. **Química analítica quantitativa elementar**. 3. ed. São Paulo: Edgar Blucher, 2001. 308 p.

HARRIS, D. C. **Análise química quantitativa**. 7. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008. 868 p.

ZENEBO, O.; PASCUET, N. S.; TIGLEA, P. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. 4. ed. 1. ed. digital. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008. Disponível em: http://www.ial.sp.gov.br/resources/editorinplace/ial/2016_3_19/analisedealimentosial_2008.pdf?attach=true. Acesso em: 10 ago. 2017.

PRÁTICA 6 – SOLUÇÕES TAMPÃO E HIDRÓLISE

Preparação para a prática:

- Ler o roteiro experimental.
- Fazer os cálculos e pesquisas solicitados nas atividades 1 a 11 antes da prática, individualmente e no caderno de laboratório (não serão considerados cálculos feitos em grupo ou em rascunhos).
- Trazer calculadora e tabelas de constante de dissociação ácida para os ácidos descritos na prática.

Objetivos:

Estudar o comportamento de soluções-tampão.

Calcular o pH de soluções-tampão ácidas e básicas.

Reconhecer a eficiência de uma solução-tampão.

1. INTRODUÇÃO

A solução-tampão tem como objetivo atuar na manutenção do pH de uma solução ou sistema, quando a ela são adicionados ácidos ou bases. A faixa de atuação do tampão depende da natureza do par ácido/base conjugado utilizado.

A equação fundamental para o estudo de soluções-tampão é a de Henderson-Hasselbalch (equação 6). Nela, pode-se observar que quando a concentração do ácido ($[HA]$) e da base conjugada ($[A^-]$) são iguais, o pH do solução-tampão irá depender do valor da constante de dissociação ácida (K_a), a qual se relaciona com o pK_a pela equação 7.

$$pH = pKa + \log \frac{[A^-]}{[HA]} \quad (6)$$

$$pKa = - \log Ka \quad (7)$$

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

2.1 Materiais e reagentes

Materiais / Produtos comerciais	Reagentes
pHmetro	Ácido clorídrico 0,10 mol L ⁻¹
Béquer 100 mL (4)	Ácido acético 0,10 mol L ⁻¹
Béquer 50 mL (6)	Acetato de sódio 0,10 mol L ⁻¹
Vinagre branco	Hidróxido de sódio 0,10 mol L ⁻¹
Água sanitária	Ácido fosfórico 0,10 mol L ⁻¹
	Fosfato dibásico de potássio ¹ 0,10 mol L ⁻¹
	Fosfato monobásico de potássio ² 0,10 mol L ⁻¹

¹ Também conhecido como fosfato monoácido de potássio.

² Também conhecido como fosfato diácido de potássio.

2.2 Metodologia

2.2.1 Determinação do pH das soluções

1. Determine o pH isoladamente dos compostos descritos no quadro 10 e das misturas previstas no quadro 11, empregando o pHmetro. Para a medida das soluções descritas no quadro 10, adicione as soluções em um volume suficiente para cobrir o eletrodo.

2.2.2 Avaliação da capacidade tamponante das soluções

1. Após preparar a solução-tampão descrita no quadro 11, meça o pH e divida em dois béqueres.
2. Em um dos béqueres adicione 1 mL de NaOH e, no outro, 1 mL de HCl. Meça o pH.

Quadro 10 – Valores de pH de soluções ácidas e básicas

Solução	Fórmula química	pH estimado	pH medido em pHmetro
Ácido clorídrico 0,10 mol L ⁻¹			
Ácido acético 0,10 mol L ⁻¹			
Acetato de sódio 0,10 mol L ⁻¹			
Hidróxido de sódio 0,10 mol L ⁻¹			
Ácido fosfórico 0,10 mol L ⁻¹			
Fosfato dibásico de potássio 0,10 mol L ⁻¹			
Fosfato monobásico de potássio 0,10 mol L ⁻¹			
Vinagre branco			
Água sanitária			

Quadro 11 – Valores de pH de soluções-tampão

Experimento	Soluções	pH mistura	pH após adição 1,0 mL HCl	pH após adição 1,0 mL NaOH
1	40,0 mL água			
2	30,0 mL ácido acético + 30,0 mL acetato sódio			
3	30,0 mL fosfato monobásico + 30,0 mL fosfato dibásico			
4				
5				
6				

3. ATIVIDADES

1. Pesquise a estrutura química dos compostos do quadro 10 e preencha-o. Estime o pH das soluções (cálculos).
2. Qual o princípio ativo da água sanitária e do vinagre? Pesquise o K_a do ácido correspondente.
3. No experimento 4, deseja-se preparar uma solução-tampão a partir do vinagre e da base disponíveis na tabela de materiais desta prática. Explique como poderia ser feito. Indique os cálculos. Faça o experimento e indique os volumes e resultados no quadro 11.
4. No experimento 5, deseja-se preparar uma solução-tampão a partir da água sanitária e do ácido disponível na tabela de materiais desta prática. Explique como poderia ser feito. Indique os cálculos. Faça o experimento e indique os volumes e resultados no quadro 11.
5. No desenvolvimento da pesquisa de soluções-tampão, observou-se que uma solução de ácido fosfórico parcialmente neutralizada agia como uma “proteção contra mudanças abruptas na acidez e alcalinidade”. Explique como esse experimento poderia ser elaborado no laboratório, prevendo as quantidades de cada reagente. Os reagentes disponíveis estão descritos na tabela de materiais. Faça o experimento e indique os volumes e resultados no quadro 11, experimento 6.
6. Em quais soluções do experimento 1 e 2 (tampões ou água) foi verificada menor variação de pH após a adição de HCl e NaOH? Qual a função de um sistema-tampão?

7. Qual a constituição química dos sistemas-tampão e qual o mecanismo de atuação (experimentos 2 a 6)?
8. Em que valor de pH o sistema-tampão tem melhor atividade? Explicar.
9. O sistema acetato foi corretamente preparado? Como isso pode ser verificado? Caso não tenha sido corretamente preparado, quais as possibilidades de explicação para o erro?
10. O pH inicial verificado para a solução-tampão do experimento 3 é ideal para manutenção do pH fisiológico da saliva e do plasma sanguíneo? Explique.
11. Qual o mecanismo de reação do sistema-tampão fosfato para manutenção do pH fisiológico quando da adição de ácido ou base?

4. REFERÊNCIAS

BACCAN, N. **Química analítica quantitativa elementar**. 3. ed. São Paulo: Edgar Blucher, 2001. 308 p.

FIORUCCI, A. R.; SOARES, M. H. F. B.; CAVALHEIRO, E. T. G. O conceito de solução tampão. **Química Nova na Escola**, n. 13, 2001.

HARRIS, D. C. **Análise química quantitativa**. 7. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008. 868 p.

VOGEL, A. I.; MENDHAM, J.; DENNEY, R. C.; BARNES, J. D.; THOMAS, M. J. K. **Análise química quantitativa**. 6. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012. 462 p.

PRÁTICA 7 – DETERMINAÇÃO DA DUREZA DA ÁGUA

Preparação para a prática:

- Ler o roteiro experimental.
- Fazer o esquema da prática.
- Estudar os fundamentos da titulometria de complexação.
- Copiar a estrutura do EDTA.
- Trazer o diagrama de distribuição das espécies de EDTA nos diferentes pH.
- Fazer os cálculos solicitados nas atividades 1 e 3 antes da prática, individualmente e no caderno de laboratório (não serão considerados cálculos feitos em grupo ou em rascunhos).
- Trazer calculadora e tabela periódica para o laboratório.

Objetivo:

Empregar a técnica de titulometria de complexação para determinar a dureza da água.

1. INTRODUÇÃO

O índice de dureza da água é um parâmetro físico-químico importante para avaliar a qualidade da água. Ela está associada principalmente à presença dos metais alcalinoterrosos cálcio e magnésio em águas naturais. A composição química da água e, portanto, a sua dureza, depende em grande parte do solo da qual procede. Solos calcários, por exemplo, apresentam frequentemente durezas elevadas. A dureza da água pode ser também um indicador de fonte pontual de poluição (HARRIS, 2008).

A Portaria nº 888 de 2021 do Ministério da Saúde dispõe sobre os procedimentos de controle e de vigilância da qualidade da água para consumo humano e seu padrão de potabilidade (BRASIL, 2021). A dureza total é descrita junto a outras propriedades relacionadas ao padrão organoléptico da água, sendo estabelecido o valor máximo permitido de 300 mg L⁻¹ de CaCO₃ para a dureza total.

De acordo com os teores de sais de cálcio e magnésio, expressos em mg L⁻¹ de CaCO₃, a água pode ser classificada de acordo com a tabela 5.

Tabela 5 – Limites para a dureza da água

Característica	Limites (mg L⁻¹) CaCO₃
Água mole	Até 50
Água moderadamente dura	50 a 150
Água dura	150 a 300
Água muito dura	Acima de 300

Fonte: RICHTER; NETTO (1991).

O método de titulação utilizado para determinação da dureza total é a complexometria empregando o sal de EDTA como titulante. A volumetria com formação de complexos, ou complexometria, baseia-se em reações que envolvem um íon metálico e um ligante com formação de um complexo suficientemente estável.

A reação é tamponada a pH alcalino e o indicador utilizado é o Ério T. Além dos íons cálcio e magnésio, o indicador reage com os íons manganês, zinco, cádmio, mercúrio e chumbo (VOGUEL *et al.*, 2012). Os seguintes cuidados devem ser tomados durante a titulação (BACCAN *et al.*, 2001):

- ✓ Evite adicionar excesso de indicador e padronize o volume indicado, visto que volumes diferenciados podem causar mudança gradual no ponto final.
- ✓ Adicione o tampão antes do indicador, para evitar que pequenas quantidades de ferro presentes na amostra precipitem como hidróxido de ferro, impedindo a ação do indicador.
- ✓ Uma variação na coloração do ponto final da titulação (vermelho-violeta) pode indicar excesso de ferro. Pode-se tratar a amostra de água com alguns cristais de cianeto de potássio. Atenção: fazer o experimento na capela devido à formação de HCN altamente tóxico.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

2.1 Materiais e reagentes

Materiais / Vidrarias (quantidade)	Reagentes
Balança analítica	EDTA PA ($MM\ 372,24\ g\ mol^{-1}$)
Bureta 25 mL (1)	previamente seco a 70-80 °C por 24h
Balão volumétrico 250 mL (1)	Solução tampão NH_4OH/NH_4Cl (pH = 10)
Pipeta volumétrica 5 mL	Solução indicadora de negro de eriocromo T
Proveta 50 mL (1)	
Proveta 5 mL (1)	
Erlenmeyer 250 mL (4)	

2.2 Metodologia

2.2.1 Preparo da solução de EDTA

1. Calcule a massa necessária para preparar 250 mL da solução $0,010 \text{ mol L}^{-1}$ do sal dissódico do EDTA. Pese, com exatidão, esta massa em balança analítica.
2. Dissolva o soluto em água deionizada (livre de cátions e ânions).
3. Transfira para um balão volumétrico de 250 mL, complete o volume com água deionizada e homogeneíze a solução.
4. Em função da massa pesada, calcule a concentração da solução em mol L^{-1} da solução de EDTA.

2.2.2 Determinação da dureza da água

1. Pipete, com o auxílio de uma pipeta volumétrica, 50,00 mL de uma amostra de água. Transfira para um erlenmeyer de 250 mL.
2. Adicione 4,0 mL de solução-tampão hidróxido de amônio/cloreto de amônio na capela (tampão pH = 10).
3. Adicione 0,05 g do indicador negro de eriocromo T.
4. Titule com a solução de EDTA até o aparecimento de uma coloração azul no erlenmeyer. Anote o volume gasto de EDTA gasto na titulação. Faça o procedimento em triplicata.
5. Calcule a concentração em mg L^{-1} em CaCO_3 e preencha o quadro 12.
6. Faça a titulação em branco.

Observação! Caso a titulação da amostra consuma um volume superior a 10 mL do titulante, reduza o volume da amostra para 5 mL e adicione 45 mL de água deionizada.

Quadro 12 – Resumo dos resultados da prática de determinação da dureza da água da amostra A

	1	2	3
Amostra A			
Volume da amostra			
[EDTA] (mol L⁻¹)			
Volume de EDTA (mL)			
Número de mols de EDTA			
Número de mols de Ca ²⁺			
Massa de cálcio			
Concentração em CaCO ₃ (mg L ⁻¹)			
Concentração em CaCO ₃ (ppm)			
Média (ppm)			
Desvio padrão			
Coefficiente de variância (%)			

Quadro 13 – Resumo dos resultados da prática de determinação da dureza da água da amostra B

	1	2	3
Amostra B			
Volume da amostra			
[EDTA] (mol L⁻¹)			
Volume de EDTA (mL)			
Número de mols de EDTA			
Número de mols de Ca ²⁺			
Massa de cálcio			
Concentração em CaCO ₃ (mg L ⁻¹)			
Concentração em CaCO ₃ (ppm)			
Média (ppm)			
Desvio padrão			
Coefficiente de variância (%)			

3. ATIVIDADES

1. Preencha os quadros 12 e 13.
2. Calcule que massa de EDTA deve ser utilizada para preparar 250 mL de uma solução $0,010 \text{ mol L}^{-1}$.
3. Quais são os possíveis problemas causados pela presença de sais de cálcio e magnésio na água em concentrações maiores que 100 ppm?
4. Qual a função de se utilizar tampão?
5. No pH da reação, qual a forma predominante do EDTA?
6. Para a titulação utilizada nesta prática, escreva as reações envolvidas, dos íons Ca^{2+} e Mg^{2+} em presença do indicador e o EDTA.
7. Qual o efeito da elevação dos níveis da dureza da água para a indústria? Cite detalhadamente um exemplo.
8. Qual a diferença entre dureza temporária e dureza permanente?
9. Quais são os íons interferentes nesta prática? Explique como ocorre a interferência.

4. REFERÊNCIAS

BACCAN, N. **Química analítica quantitativa elementar**. 3. ed. São Paulo: Edgar Blucher, 2001. 308 p.

BRASIL, 2021. **Portaria GM/MS nº 888**, de 04 de maio de 2021.

HARRIS, D. C. **Análise química quantitativa**. 7. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008. 868 p.

RICHTER, C. A.; AZEVEDO NETTO, J. M. de. **Tratamento de água**. São Paulo: Ed. Edgard Blucher Ltda., 1991. 332 p.

VOGEL, A. I.; MENDHAM, J.; DENNEY, R. C.; BARNES, J. D.; THOMAS, M. J. K. **Análise química quantitativa**. 6. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012. 462 p.

ZENEON, O.; PASCUET, N. S.; TIGLEA, P. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. 4. ed. 1. ed. digital. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008. Disponível em: http://www.ial.sp.gov.br/resources/editorinplace/ial/2016_3_19/analisedealimentosial_2008.pdf?attach=true. Acesso em: 10 ago. 2017.

PRÁTICA 8 – DETERMINAÇÃO DO TEOR DE VITAMINA C EM AMOSTRAS DE SUPLEMENTOS

Preparação para a prática:

- Ler o roteiro experimental e fazer o esquema da prática.
- Pesquisar o fundamento da iodometria e iodimetria, e escrever as reações envolvidas, individualmente e no caderno de laboratório.
- Fazer os cálculos antes da aula, no caderno de laboratório.

Objetivo:

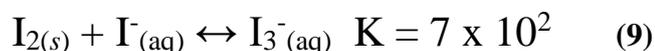
Empregar a técnica de titulometria de oxirredução para determinar o teor de vitamina C (ácido ascórbico) em amostras de suplementos.

1. INTRODUÇÃO

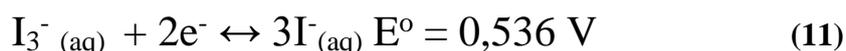
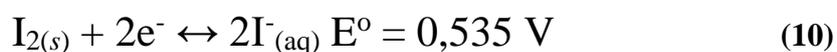
As técnicas de iodometria e iodimetria compreendem um importante grupo de técnicas de oxirredução. Nesse grupo de técnicas, o iodo (I_2) é utilizado e sua semireação é descrita na equação 8. O iodo é reduzido, formando a espécie iodeto (I^-).



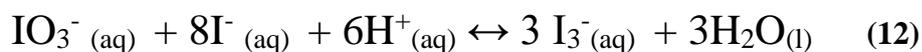
O I_2 apresenta baixa solubilidade em água, a qual pode ser significativamente aumentada pela presença do íons I^- durante o preparo da solução de iodo. Dessa forma, para a preparação da solução de iodo torna-se necessária a adição de um excesso de íons I^- . O aumento da solubilidade ocorre devido à formação do íon triiodeto (I_3^-), de acordo com a equação 9.



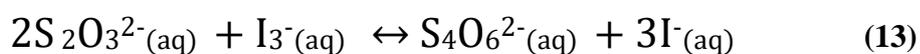
Os métodos empregando o iodo são comumente classificados em iodometria e iodimetria. Na iodimetria, o I_2 é usado diretamente na titulação, com uma substância a ser titulada que apresente caráter redutor. Nesse caso, além da presença de I_2 , tem-se os íons I^- . Assume-se que a espécie que efetivamente está presente na reação é os íons I_3^- (equação 9). O I_2 no estado sólido, utilizado no preparo da solução, não apresenta as características de padrão primário, em especial pela sua volatilidade durante a pesagem. Torna-se necessária a padronização com uma solução de tiosulfato de potássio ($Na_2S_2O_3$). O ponto final na iodimetria é detectado pelo aparecimento da cor azul do complexo com o amido, empregado como indicador. Do ponto de vista dos valores de potencial de redução das espécies I_2 e I_3^- , ambas apresentam valores próximos (equações 10 e 11).



Na iodometria, o I_2 é produzido no meio reacional, a partir de uma reação química, empregando por exemplo o iodato (equação 12).

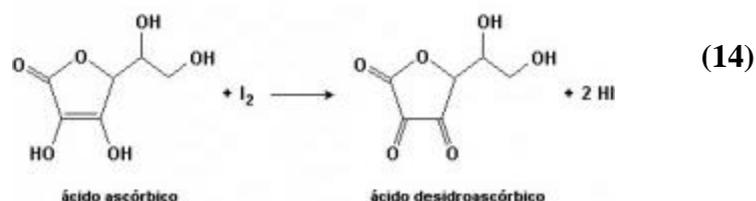


Os íons tiosulfato ($S_2O_3^{2-}$) são padronizados empregando o iodato de potássio, o qual apresenta características de padrão primário. Os três mols de íons I_3^- produzidos na equação 13 são titulados com os íons tiosulfato, de acordo com a equação 12.



Considerando a estequiometria das reações 12 e 13, 1 mol de íons iodato reagem com 6 mols de tiosulfato. Na iodometria, o ponto final da titulação baseia-se no desaparecimento da coloração azul do complexo formado entre o excesso de íons I_3^- e o amido. Isto ocorre devido a adsorção do íon triiodeto pelas macromoléculas coloidais do amido. A coloração azul intensa observada é devido à formação de complexo entre os íons I_3^- e a amilose.

A vitamina C ou ácido ascórbico ($C_6H_8O_6$; $MM=176,13 \text{ g mol}^{-1}$) reage com o iodo ou íon triiodeto de acordo com a equação 14:



2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

2.1 Materiais e reagentes

Materiais	Reagentes
Bureta 25 mL Béquer 100 mL e 250 mL Erlenmeyer 250 mL Proveta 50 mL Pipeta volumétrica 5 mL, 10 mL, 25 mL e 50 mL Vidro de relógio Balão volumétrico 100 mL Balança analítica	Iodato de potássio sólido (KIO_3 $MM=214,00 \text{ g mol}^{-1}$) previamente seco a $120 \text{ }^\circ\text{C}$ por 1 hora HCl 1 mol L^{-1} Solução de tiosulfato de sódio ($Na_2S_2O_3$) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ Suspensão de amido Solução de iodo (I_2) $0,03 \text{ mol L}^{-1}$ Comprimidos de vitamina C efervescente (1g vitamina C)

2.2 Metodologia

2.2.1 Preparo das soluções

- Solução de amido (indicador)

Misture 1 g de amido em 25 mL de água à temperatura ambiente. Adicione água, perfazendo um volume final de 250 mL. Leve ao aquecimento até que a mistura fique translúcida. Deixe esfriar à temperatura ambiente, sem colocar tampa sob a mistura. Prepare o indicador até 2h antes de utilizar.

- Preparo da amostra real – Comprimido de vitamina C

Dissolva um comprimido de vitamina C (ácido ascórbico) de 1 g em água. Afira o volume empregando um balão volumétrico de 250 mL. Para os cálculos, considere que cada comprimido contém 1 g de vitamina C. Antes de preparar a solução, certifique-se que a bureta já está preenchida e pronta para titulação. Atenção: proteja o balão volumétrico e o béquer com papel de alumínio. Prepare a solução no momento da análise.

2.2.1 Padronização das soluções

a) Padronização da solução de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ $0,1 \text{ mol L}^{-1}$

1. Pese $0,050 \text{ g}$ de KIO_3 (anote o valor pesado no quadro 14). Transfira quantitativamente para um erlenmeyer de 250 mL e adicione 25 mL de água destilada.
2. Adicione ao erlenmeyer $0,50 \text{ g}$ de KI e 10 mL de $\text{HCl } 1 \text{ mol L}^{-1}$.
3. Titule com solução de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ até que a coloração da solução se torne amarelo-opaca. Adicione $5,0 \text{ mL}$ de suspensão de amido e prossiga com a titulação até o desaparecimento da coloração azul. Registre o volume consumido na bureta após o desaparecimento da coloração azul.

Quadro 14 – Resumo dos resultados da prática de padronização da solução de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ $0,1 \text{ mol L}^{-1}$

	1	2	3
Massa KIO_3 (g)			
Número de mols KIO_3			
Número de mols $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$			
Volume de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (mL)			
$[\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3]$ (mol L^{-1})			
Média (mol L^{-1})			
Desvio padrão			
Coefficiente de variância (%)			

b) Padronização da solução de I_2 $0,03 \text{ mol L}^{-1}$

1. Pipete 10 mL da solução de iodo e transfira para um erlenmeyer de 250 mL.
2. Titule com solução padrão de $Na_2S_2O_3$ até a coloração da solução se tornar amarelo-opaca.
3. Adicione 5,0 mL de solução de amido e prossiga com a titulação até o desaparecimento da coloração azul. Preencha os dados do quadro 15.

Quadro 15 – Resumo dos resultados da prática de padronização da solução de I_2 $0,03 \text{ mol L}^{-1}$

	1	2	3
Volume de I_2 (mL)			
$[Na_2S_2O_3]$ (mol L^{-1})			
Volume de $Na_2S_2O_3$ (mL)			
Número de mols $Na_2S_2O_3$			
Número de mols I_2			
$[I_2]$ (mol L^{-1})			
Média (mol L^{-1})			
Desvio padrão			
Coefficiente de variância (%)			

2.2.3 Titulação de amostras reais

a) Titulação de amostra real (titulação de retorno)

1. Pipete 5,0 mL da solução da amostra real e transfira para um erlenmeyer de 250 mL.
2. Calcule o volume da solução de I_2 necessária a ser adicionada para reagir completamente com o ácido ascórbico na alíquota e adicione um excesso de 15 mL.
3. Adicione 0,50 g de KI e, após a dissolução, 10 mL de HCl 1 mol L^{-1} .
4. Titule o excesso de iodo com solução padrão de $Na_2S_2O_3$ até a coloração da solução se tornar amarelo-opaca. Adicione 1,0 mL de suspensão de amido e prossiga com a titulação até o desaparecimento da coloração azul.
5. Preencha os dados do quadro 16.

Quadro 16 – Resumo dos resultados da prática de determinação de vitamina C em amostras de comprimido

	1	2	3
[I ₂] (mol L ⁻¹)			
Método direto			
Volume de I ₂ (mL)			
Volume da amostra (mL)			
Número de mols de I ₂			
Número de mols de AA			
Massa de AA			
% Vitamina C (m/m)			
Média (%)			
Desvio padrão			
Coefficiente variância (%)			
Valor fornecido pelo fabricante (%)			
Erro (%)			
Titulação de retorno			
Volume da amostra (mL)			
Volume de Na ₂ S ₂ O ₃ (mL)			
Número de mols Na ₂ S ₂ O ₃			
Volume I ₂ (total) (mL)			
Número de mols de I ₂ (total)			
Número de mols de I ₂ (reagiram com Na ₂ S ₂ O ₃)			
Número de mols de I ₂ (reagiram com vitamina C)			
Número de mols de vitamina C			
Massa de vitamina C			
% vitamina C (m/m)			
Média (%)			
Desvio padrão			
Coefficiente variância (%)			
Valor fornecido pelo fabricante (%)			
Erro (%)			

b) Titulação de amostra real (pelo Método Direto)

1. Pipete uma alíquota de 5,0 mL da solução da amostra, transfira para um erlenmeyer de 250 mL. Adicione 20 mL de água destilada e 5,0 mL de solução de amido.
2. Titule rapidamente com solução padrão de iodo até o aparecimento da cor azul e calcule a concentração aproximada de ácido ascórbico na solução da amostra.
3. Preencha os dados do quadro 16.

3. ATIVIDADES

1. Preencha os quadros 14, 15 e 16.
2. Compare os resultados do método direto e da titulação de retorno.
3. Apresente todas as reações envolvidas nas titulações, explicando-as detalhadamente.

4. REFERÊNCIAS

BACCAN, N. **Química analítica quantitativa elementar**. 3. ed. São Paulo: Edgar Blucher, 2001. 308 p.

CARASEK, E. **Apostila de química analítica experimental**. Florianópolis (SC): UFSC – Depto de Química, 2021. p. 43-47. Disponível em: <https://analiticaqmc.paginas.ufsc.br/files/2013/03/Apostila-exp1.pdf>. Acesso em: 20 out. 2019.

HARRIS, D. C. **Análise química quantitativa**. 7. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008. 868 p.

VOGEL, A. I.; MENDHAM, J.; DENNEY, R. C.; BARNES, J. D.; THOMAS, M. J. K. **Análise química quantitativa**. 6. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012. 462 p.

PRÁTICA 9 – DETERMINAÇÃO DE FERRO EMPREGANDO TIOCIANATO

Preparação para a prática:

- Ler o roteiro experimental e fazer o esquema da prática.
- Pesquisar e escrever no caderno de laboratório a reação entre o íons ferro e o tiocianato.
- Fazer o *download* do aplicativo para *smartphone* PhotoMetrix PRO®.
- Calcular as concentrações finais de íons Fe^{3+} do quadro 17.

Objetivo:

Empregar a técnica de colorimetria para determinação de ferro em medicamentos; aprender noções da construção da curva de analítica.

1. INTRODUÇÃO

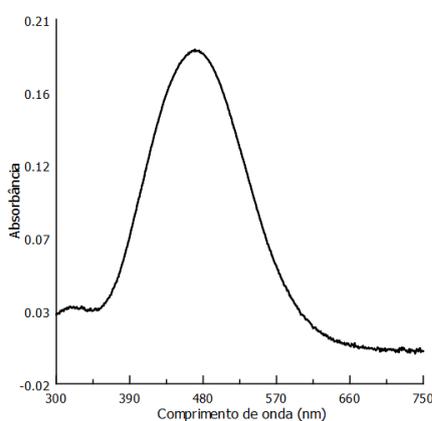
Doenças causadas pela deficiência de ferro no sangue são comumente observadas na população. No ciclo de Krebs, ele é componente das moléculas transportadoras e oxigênio e das proteínas relacionadas à síntese do DNA. Preferencialmente, a ingestão de ferro ocorre através de alimentos como o feijão e couve. Adicionalmente, existem diversos medicamentos contendo sulfato ferroso capazes de suprir a falta deste mineral no organismo e, dessa forma, é de suma importância que haja controle de qualidade desses fármacos disponíveis.

Para esse fim, é comum utilizar a técnica de fotometria, que se baseia na absorptividade molar dos cromóforos presentes na solução. Como os íons ferro não podem ser detectados diretamente pela metodologia, uma reação de derivatização é necessária. Os íons ferro (Fe^{3+}) presentes no meio são complexados com o íons tiocianato (SCN^-), em meio ácido, formando o complexo $[\text{Fe}(\text{NCS})(\text{H}_2\text{O})_5]^{2+}$, responsável pela cor vermelho-sangue observada.

Nesta prática, será determinado o teor de íons ferro em uma amostra sólida. Torna-se necessário o preparo da amostra, caracterizado pela dissolução em meio ácido.

Os métodos volumétricos ou instrumentais podem ser ajustados para o desenvolvimento da metodologia empregando íons tiocianato. Nesta prática, será utilizado o método espectrofotométrico. O gráfico 1 apresenta a absorbância máxima do complexo formado pela reação de íons ferro (III) e tiocianato em meio ácido.

Gráfico 1 – Absorbância em função do comprimento de onda (nm) do complexo de íons Fe^{3+} a 50 mg L^{-1} e tiocianato em meio ácido. Comprimento de onda máximo em 460 nm



Fonte: AUTORA (2021).

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

2.1 Materiais e reagentes

Materiais	Reagentes / Amostras
Pipeta volumétrica 1 mL, 2 mL, 10 mL e 25 mL Micropipeta 100-1000 µL e 500-5000 µL Balão volumétrico 250 mL, 100 mL, 50 mL e 25 mL Espectrofotômetro ou fotômetro a 460 nm Chapa de aquecimento Cubeta de vidro ou quartzo Balança analítica Vidro de relógio Pipeta de Pasteur Pesa filtro Espátula Funil de vidro Béquer	Cloreto de ferro (III) hexaidratado (FeCl ₃ .6H ₂ O) Ácido clorídrico (HCl) 0,1 mol L ⁻¹ Tiocianato de potássio (KSCN) 0,10 mol L ⁻¹ Peróxido de hidrogênio (H ₂ O ₂) 5% volumes Ácido sulfúrico(H ₂ SO ₄) 3 mol L ⁻¹ Ácido nítrico (HNO ₃)6,0 mol L ⁻¹ Lâmina de barbear com 88% (m/m) de Fe

2.2 Metodologia

2.2.1 Preparo das soluções

- Solução padrão estoque de Fe^{3+} 250 mg L⁻¹

Pese 0,121 g de cloreto de ferro (III) hexaidratado ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, massa molecular 270,33 g mol⁻¹). Esta massa deve ser diluída em um béquer com uma solução de HCl 0,10 mol L⁻¹. Transfira o conteúdo para um balão volumétrico de 100 mL e afira até o menisco com uma solução de HCl 0,10 mol L⁻¹.

- Solução padrão estoque de Fe^{3+} 10 mg L⁻¹

Em um balão de 25 mL, adicione 1,0 mL da solução padrão de Fe^{3+} a 250 mg L⁻¹ e afira o volume do menisco com solução de HCl 0,10 mol L⁻¹.

- Preparo de solução de tiocianato de potássio 0,10 mol L⁻¹

Dissolver 4,859 g de tiocianato de potássio em água destilada. Após a dissolução completa, a solução deve ser aferida com água destilada em balão volumétrico de 500 mL.

2.2.2 Construção da curva analítica

1. Com o auxílio de uma pipeta ou micropipeta, adicione os volumes descritos no quadro 17, correspondentes à solução padrão de Fe^{3+} a 10 mg L^{-1} , HCl a $0,10 \text{ mol L}^{-1}$ e solução de tiocianato de potássio a $0,10 \text{ mol L}^{-1}$. Aguarde um intervalo de 5 a 10 minutos para leitura em espectrofotômetro a 460 nm ou pelo aplicativo PhotoMetrix PRO®.
2. Para obtenção da curva analítica dos dados obtidos do espectrofotômetro, plote os dados de absorbância em função da concentração de Fe^{3+} . Após a regressão linear, será obtida uma equação da reta no formato $y = a + bx$, ou Absorbância = coeficiente linear (a) + coeficiente angular Fe^{3+} , mg L^{-1} .

Quadro 17 – Valores de absorbância em função de diferentes concentrações de Fe^{3+}

Pontos da curva analítica	Volume solução padrão Fe^{3+} (10 mg L^{-1}) (mL)	Volume HCl $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ (mL)	Volume KSCN $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ (mL)	Fe^{3+} (mg L^{-1})
Branco	0,0	2,0	1,0	
1	0,05	1,95	1,0	
2	0,1	1,9	1,0	
3	0,3	1,7	1,0	
4	0,6	1,4	1,0	
5	0,8	1,2	1,0	
6	1,0	1,0	1,0	

2.2.3 Preparo da amostra

1. Pese a quarta parte de uma lâmina de barbear seca e limpa em uma balança analítica.
2. Coloque-a em um béquer de 50 mL com aproximadamente 10 mL de ácido sulfúrico 3 mol L⁻¹.
3. Coloque sobre o béquer um vidro de relógio pequeno e aqueça brandamente dentro de uma capela, em chapa de aquecimento, até dissolver completamente a lâmina. Cesse o aquecimento caso a reação torne-se vigorosa.
4. Filtre a solução com papel de filtro após o resfriamento, para retirar o material em suspensão. Colete o filtrado em um balão volumétrico de 50 mL.
5. Lave o béquer, o funil e o papel de filtro com água destilada em pequenas porções. Cuidado para não exceder o volume de 50 mL do balão.
6. Complete o volume do balão com água destilada e homogeneíze.
7. Pipete 5,0 mL da solução em um balão de 50 mL. Adicione 10 mL de solução de HCl 0,10 mol L⁻¹ e 20 mL de solução de tiocianato de ferro 0,10 mol L⁻¹.
8. Aguarde 5 a 10 minutos e faça a leitura em espectrofotômetro ou pelo aplicativo PhotoMetrix PRO®.
9. Interpolando os dados de absorbância na equação da reta, encontre a concentração de íons ferro (III) na amostra.

Quadro 18 – Valores de absorvância em função de diferentes concentrações de Fe (III)

Experimento	Concentração Fe (III) (mg L⁻¹)	Absorvância à 460 nm
Branco		
1		
2		
3		
4		
5		
6		

3. ATIVIDADES

1. Complete o quadro 17.
2. Plote a curva analítica dos valores de absorvância em função de diferentes concentrações de Fe (III).
3. Escreva a equação da reta e o coeficiente de regressão R².
4. O valor encontrado foi próximo ao fornecido pelo fabricante? Indique o erro relativo (%).

4. REFERÊNCIAS

BACCAN, N. **Química analítica quantitativa elementar**. 3. ed. São Paulo: Edgar Blucher, 2001. 308 p.

CURI, D. Determinação de Fe^{3+} em água. **Química Nova na Escola**, n. 24 de 2006.

LEITE, F. **Práticas de química analítica**. 5. ed. Campinas: Átomo, 2012. 168 p.

HARRIS, D. C. **Análise química quantitativa**. 7. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008. 868 p.

LOURENÇO, E. C.; PAULA, S.; SETTI, G. O.; TOCI, A. T.; PADILHA, J. C.; SILVA, E. M.; BOROSKI, M. **Rev. Virtual Quim.**, v. 13, n. 1, p. 192-206, nov. 2020. Disponível em: <http://static.sites.sbq.org.br/rvq.sbq.org.br/pdf/v13n1a13.pdf>. Acesso em: 2 dez. 2021.

VOGEL, A. I.; MENDHAM, J.; DENNEY, R. C.; BARNES, J. D.; THOMAS, M. J. K. **Análise química quantitativa**. 6. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012. 462 p.

PRÁTICA 10 – GRAVIMETRIA

Preparação para a prática:

- Ler o roteiro experimental e fazer o esquema da prática;
- Fazer os cálculos das atividades 1 a 4 antes da aula, no caderno de laboratório.

Objetivo:

Determinar o teor de óxido de cálcio a partir de análise gravimétrica por precipitação.

1. INTRODUÇÃO

A gravimetria ou análise gravimétrica é um método clássico de análise que envolve uma série de etapas, cujo objetivo é a separação do analito da solução, sua conversão a um composto insolúvel e sua posterior pesagem. Durante essa análise, o objetivo é a obtenção de um elemento ou composto na forma pura, livre de interferentes.

A separação do analito do meio pode ser efetuada empregando precipitação química, eletrodeposição, volatilização ou extração. Os métodos de precipitação química e volatilização são os mais utilizados em química analítica. No método de volatilização, o analito ou os produtos de decomposição são volatilizados à temperatura adequada. A análise é feita a partir da coleta das substâncias volatilizadas ou a partir da perda da massa na amostra. Um exemplo típico deste último processo é a determinação da umidade, em que se determina a massa antes e depois do aquecimento a 105 a 130 °C, o qual varia em função da natureza da amostra (LUTZ, 2008).

Nem sempre o constituinte pode ser pesado na mesma forma química de precipitação. Para determinação dos analitos, é usual proceder tanto ao aquecimento a temperaturas moderadas em estufa quanto a temperaturas elevadas em mufla. Isto ocorre em função de certos sais e compostos que possuem a capacidade de retenção de umidade, devido à natureza higroscópica. Exemplo dessa classe de compostos são os precipitados gelatinosos. Assim, estes compostos são submetidos a elevadas temperaturas e convertidos a uma composição química conhecida e de natureza não higroscópica, para posterior pesagem.

Outra característica importante é que o precipitado deve possuir partículas de dimensões que não passem através do meio de filtração e que não sejam diminuídas neste processo. A filtração pode ser efetuada com funil de vidro, sob ação da gravidade ou sistema de filtração sob pressão reduzida (funil de Buchner), com papéis de filtro apropriados e membranas filtrantes.

Os erros envolvidos nas determinações gravimétricas são geralmente oriundos de erros sistemáticos. Durante a transferência de volumes, a influência do pH do meio durante a precipitação, a absorção ou perda da água durante as etapas de secagem e a temperatura de secagem, que pode ocasionar a degradação de constituintes.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

2.1 Materiais e reagentes

Materiais	Reagentes
Proveta 50 mL (2) Béquer 100 mL (2) Papel de filtro Vidro de relógio Sistema de filtração a vácuo Balança analítica Cadinho de porcelana Estufa Mufla	Solução de Na_2CO_3 $0,50 \text{ mol L}^{-1}$ Solução de CaCl_2 $0,50 \text{ mol L}^{-1}$

2.2 Metodologia

2.2.1 Precipitação do CaCO_3

1. Meça em um proveta 20 mL da solução de Na_2CO_3 $0,50 \text{ mol L}^{-1}$. Em outra proveta, meça 20 mL da solução de CaCl_2 $0,50 \text{ mol L}^{-1}$. Em um béquer, misture as soluções. Leve o béquer a uma chapa de aquecimento por 5 minutos a uma temperatura de $70 \text{ }^\circ\text{C}$, desligue e filtre em seguida. Lave o resíduo que ficar no béquer com o filtrado para manter a temperatura.
2. Pese em balança analítica a massa do papel de filtro quantitativo. Anote no caderno.
3. Após montar o sistema de filtração a vácuo, filtre a mistura, transferindo quantitativamente toda a massa para o papel de filtro. Caso o filtrado tenha aspecto turvo, possivelmente ocorreu a perda do precipitado e o experimento deve ser repetido.
4. Cada grupo deverá fazer o experimento uma vez e os dados deverão ser trocados entre os grupos, para o cálculo de média e desvio padrão.
5. Coloque o filtrado em um vidro de relógio devidamente rotulado por cada grupo e leve para secagem em estufa a $130 \text{ }^\circ\text{C}$ por 24h.
6. Retire a amostra e leve ao dessecador até esfriar.
7. Pese até obter a massa constante.
8. Preencha os dados do quadro 19.

2.2.2 Conversão do CaCO_3 a CaO

1. Pese um cadinho em balança analítica. Anote a massa.
2. Após a pesagem do precipitado preparado na parte 1, leve o precipitado e o papel de filtro ao cadinho.
3. Calcine o cadinho a $600\text{ }^\circ\text{C}$ por 2h.
4. Transfira para um dessecador. Aguarde esfriar.
5. Pese e anote a massa no quadro 20.

Quadro 19 – Dados da prática de gravimetria envolvendo a precipitação de CaCO_3

	Amostras		
	1	2	3
Massa filtro (g)			
Massa filtro + precipitado (g)			
Massa precipitado (g)			
Média CaCO_3 (g)			
Desvio padrão			
CV (%)			
Massa precipitado CaCO_3 (g) – teórico ¹			
Erro relativo (%)			

¹Considere a massa de precipitado formado, proveniente da mistura das duas soluções.

Quadro 20 – Dados da prática de gravimetria envolvendo a conversão de CaCO_3 em CaO

	Amostras		
	1	2	3
Massa cadinho (g)			
Massa cadinho + precipitado (g)			
Massa precipitado (g)			
Média CaO (g)			
Desvio padrão			
CV%			
Massa precipitado CaO (g) – teórico			
Erro relativo (%)			

3. ATIVIDADES

1. Equacione a reação entre Na_2CO_3 e CaCl_2 . Escreva as reações molecular, iônica e iônica líquida.
2. Calcule a massa (g) de CaCO_3 obtida da mistura de 20 mL da solução de Na_2CO_3 $0,50 \text{ mol L}^{-1}$ e 20 mL da solução de solução de CaCl_2 $0,50 \text{ mol L}^{-1}$.
3. Calcule a massa (g) de CaO do precipitado obtido após a secagem e aquecimento em mufla do precipitado de CaCO_3 , obtido nas condições descritas na questão 2.
4. Preencha os quadros 19 e 20.
5. Indique as possíveis fontes de erro obtidas experimentalmente.
6. Como é feito o tratamento de resíduos da prática?

4. REFERÊNCIAS

- BACCAN, N. **Química analítica quantitativa elementar**. 3. ed. São Paulo: Edgar Blucher, 2001. 308 p.
- HARRIS, D. C. **Análise química quantitativa**. 7. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008. 868 p.
- VOGEL, A. I.; MENDHAM, J.; DENNEY, R. C.; BARNES, J. D.; THOMAS, M. J. K. **Análise química quantitativa**. 6. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012. 462 p.
- ZENEBON, O.; PASCUET, N. S.; TIGLEA, P. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. 4. ed. 1. ed. digital. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008. Disponível em: http://www.ial.sp.gov.br/resources/editorinplace/ial/2016_3_19/analisedealimentosial_2008.pdf?attach=true. Acesso em: 10 ago. 2017.



Este material didático é destinado às aulas práticas de Química Analítica Experimental para os cursos de licenciatura e Engenharia da UNILA.

As questões prévias e o preparo do caderno de laboratório são ferramentas didáticas para um maior aproveitamento das aulas práticas por parte dos discentes.

O roteiro experimental também propõe questões e atividades para orientar os discentes a aprofundar o conhecimento após a aula prática.