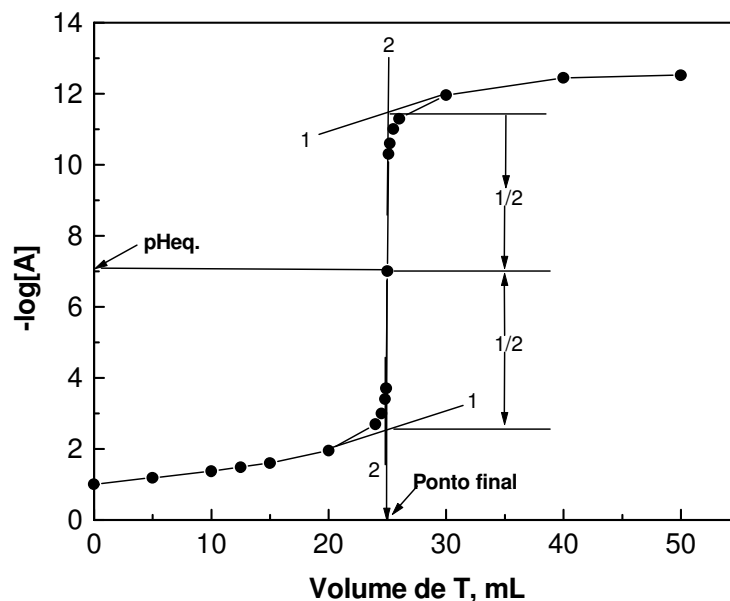




UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CENTRO DE CIÊNCIAS FÍSICAS E MATEMÁTICAS
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA



Experiências de Química Analítica Quantitativa

Disciplina: QMC 5305 – Química Analítica Quantitativa

Professores: Vilma Edite Fonseca Heinzen

Iolanda da Cruz Vieira

Eduardo Carasek da Rocha

Semestre: 2008/01

Í N D I C E

EXPERIÊNCIA N° 01 - Calibração de Aparelhos Volumétricos	5
EXPERIÊNCIA N° 02 - Curvas de Titulação Ácido-Base	11
EXPERIÊNCIA N° 03 - Preparação, Padronização de Soluções e Determinação da Acidez em Produto Comercial	16
EXPERIÊNCIA N° 04 - Preparação, Padronização de Soluções e Determinação da Capacidade Antiácida de Produto Farmacêutico	20
EXPERIÊNCIA N° 05 - Determinação de NaCl em Soro Fisiológico	24
EXPERIÊNCIA N° 06 - Determinação de Iodeto de Potássio em Xarope	27
EXPERIÊNCIA N° 07 - Determinação de Brometo em Sais de Brometo	29
EXPERIÊNCIA N° 08 - Determinação de Cálcio em Leite	31
EXPERIÊNCIA N° 09 - Determinação de Cálcio em Suplemento alimentar	35
EXPERIÊNCIA N° 10 - Determinação de peróxido de hidrogênio em água Oxigenada	38
EXPERIÊNCIA N° 11 - Determinação de cloro ativo em alvejante	41
EXPERIÊNCIA N° 12- Determinação de Ácido Ascórbico	45
EXPERIÊNCIA N° 13 - Determinação Gravimétrica de Cálcio em Suplemento Alimentar	49

MASSAS MOLARES (g/mol)

AgBr	187,77	H ₂ C ₂ O ₄ .2H ₂ O	126,07	NaBr	102,89
AgCl	143,32	HCCOH	46,03	NaCN	49,01
AgI	234,77	CH ₃ COOH	60,05	NaCl	58,44
AgNO ₃	169,87	CHCl ₂ COOH	128,94	NaF	41,99
AgSCN	165,95	(HO ₂ CCH ₂) ₂ C(OH)CO ₂ H	192,13	NaHCO ₃	84,01
Al(C ₉ H ₆ NO) ₃	459,44	C ₂ H ₄ O ₂ (COOH) ₂	150,09	NaH ₂ PO ₄	119,98
AlCl ₃	133,34	H ₂ O	18,02	NaNO ₂	69,00
Al(NO ₃) ₃	213,00	H ₂ O ₂	34,01	NaOCl	74,44
Al(OH) ₃	78,00	H ₂ SO ₄	98,08	NaOH	40,00
Al ₂ O ₃	101,97	H ₃ BO ₃	61,83	NaC ₂ H ₃ O ₂	82,03
As ₂ O ₃	197,84	H ₃ PO ₄	98,00	Na ₂ B ₄ O ₇	201,22
As ₂ O ₅	229,84	HgCl ₂	271,50	Na ₂ B ₄ O ₇ .10H ₂ O	381,37
BaCl ₂	208,24	Hg ₂ Cl ₂	472,09	Na ₂ CO ₃	105,99
BaCl ₂ .2H ₂ O	244,27	KBr	119,00	Na ₂ C ₂ O ₄	134,00
BaCrO ₄	253,32	KCN	65,12	Na ₂ HPO ₄	141,96
BaO	153,34	KCl	74,55	Na ₂ H ₂ Y.2H ₂ O	
BaSO ₄	233,39	KHC ₈ H ₄ O ₄ (KHF)	204,22	Y = EDTA	372,24
Ba ₃ (PO ₄) ₂	601,93	KH(IO ₃) ₂	389,91	Na ₂ SO ₃	126,04
C ₂ H ₅ OH	46,07	KH ₂ PO ₄	136,09	Na ₂ SO ₄	142,04
C ₆ H ₁₂ O ₆ glucose	180,16	KI	166,00	Na ₂ S ₃ O ₃	158,11
CO(NH ₂) ₂ uréia	60,06	KIO ₃	214,00	Na ₂ S ₂ O ₃ .5H ₂ O	248,19
CO ₂	44,01	KmnO ₄	158,03	Na ₃ PO ₄	163,94
CaCO ₃	100,09	KNO ₃	101,10	NiCl ₂	129,62
CaC ₂ O ₄	128,10	KOH	56,11	NiSO ₄ . 7H ₂ O	280,77
CaC ₂ O ₄ .H ₂ O	146,11	KSCN	97,18	Ni(C ₄ H ₇ O ₂ N ₂) ₂	288,94
CaCl ₂	110,98	K ₂ Cr ₂ O ₇	294,18	Pb(NO ₃) ₂	331,21
CaO	56,08	K ₂ HPO ₄	174,18	PbSO ₄	303,26
CaSO ₄	136,14	KH ₂ PO ₄	136,08	P ₂ O ₅	141,95
CuCl ₂	134,45	Li ₂ SO ₄	109,95	SO ₂	64,06
CuO	79,55	MgCO ₃	84,31	SO ₃	80,06
CuSO ₄	159,61	Mg(OH) ₂	58,31	Sb ₂ S ₃	339,70
Fe(NH ₄) ₂ (SO ₄) ₂ .6H ₂ O	392,14	MgCl ₂	95,21	SnCl ₂	189,62
FeO	71,85	MgSO ₄	120,37	SnO ₂	150,71
FeSO ₄	151,91	Mg ₂ P ₂ O ₇	222,55	Th(IO ₃) ₄	931,65
Fe ₂ O ₃	159,69	MnO ₂	86,94	ThO ₂	264,04
Fe ₂ (SO ₄) ₃	399,88	NH ₃	17,03	TiO ₂	79,88
Fe ₃ O ₄	231,54	NH ₄ HF ₂	57,04	Tl ₂ CrO ₄	524,76
HCl	36,46	NH ₄ Cl	53,49	U ₃ O ₈	842,08
HClO ₄	100,46	NH ₄ NO ₃	80,04	V ₂ O ₅	181,88
HNO ₃	63,01	(NH ₄) ₂ C ₂ O ₄ .2H ₂ O	160,13	ZnCO ₃	125,40
(HOCH ₂) ₃ CNH ₂ (Tris)	121,14	(NH ₄) ₂ Ce(NO ₃) ₆	548,23	Zn ₂ P ₂ O ₇	304,72
HONH ₃	69,49	(NH ₄) ₂ SO ₄	132,14	Zr(HPO ₄) ₂	283,18
H ₂ C ₂ O ₄	90,04	N ₂ H ₄	32,05	ZrP ₂ O ₇	265,17

QMC 5305 – Química Analítica Quantitativa

SEGURANÇA NO LABORATÓRIO

Trabalhos em laboratório químico necessariamente envolvem um grau de risco e acidentes podem acontecer. Observar as seguintes regras pode amenizar ou mesmo prevenir acidentes.

- 1) Fora do laboratório verifique a localização mais próxima dos extintores de incêndio, lavadores de olhos e chuveiros. Informe-se sobre o uso adequado e específico de cada um e não hesite em utilizá-los se houver necessidade.
- 2) A probabilidade de ocorrer acidentes exige que óculos de proteção sejam utilizados durante todo o tempo de permanência no laboratório. Óculos prescritos regularmente não são substitutos adequados para os protetores de olhos. Lentes de contato nunca deverão ser utilizadas no laboratório porque os vapores poderão reagir com as mesmas e ter um efeito maléfico sobre seus olhos.
- 3) A maioria dos produtos químicos no laboratório é tóxica, alguns muito tóxicos e outros em concentrações elevadas - como soluções concentradas de ácidos e bases são corrosivas. Evite contato destas soluções com sua pele. Na eventualidade de um contato destas soluções, lave imediatamente a parte afetada com água em abundância. Se uma solução corrosiva respingar sobre sua roupa, retire-a imediatamente. Tempo é essencial!
- 4) Nunca realize uma experiência não autorizada.
- 5) Nunca trabalhe sozinho no laboratório, esteja seguro que alguém esteja por perto.
- 6) Nunca traga comidas ou bebidas para o laboratório. Não beba líquidos com vidrarias de laboratório. Não fume.
- 7) Sempre utilize bulbos "peras" para colocar líquido dentro de uma pipeta. Nunca use a boca para realizar sucção.
- 8) Use guarda-pó como proteção e calçados adequados (nunca sandálias). Caso o cabelo seja comprido prenda-o adequadamente.
- 9) Tenha muito cuidado ao tocar objetos que foram aquecidos; vidro quente ou frio apresenta exatamente o mesmo aspecto.
- 10) Use máscaras para gases quando gases tóxicos podem estar envolvidos na operação. Seja cauteloso quando realizar testes de odor; use suas mãos para levar o vapor próximo ao nariz.
- 11) Notifique seu instrutor na ocorrência de alguma dúvida ou acidente.
- 12) Disponha as soluções e os reagentes conforme instruções. É ilegal jogar soluções que contenham íons de metais pesados ou solventes orgânicos no esgoto da rede, um armazenamento alternativo se faz necessário para este tipo de soluções.

EXPERIÊNCIA Nº 01**CALIBRAÇÃO DE APARELHOS VOLUMÉTRICOS****MATERIAIS**

Termômetro

Erlenmeyer

Pipetas volumétricas de 1, 5, 10, 25 e 50 mL

Bureta de 25 mL

Balão volumétrico de 100 mL

Suporte universal e garra para bureta

Balanças: analítica ($\pm 0,0001\text{g}$) e semi-analítica ($\pm 0,01\text{g}$)**INTRODUÇÃO**

Os frascos volumétricos comumente utilizados em laboratório são classificados em dois grupos: os calibrados para conter um certo volume (TC, *to contain*, gravado no vidro), sendo utilizados para preparar volumes fixos de solução e aqueles utilizados para transferir um determinado volume (TD, *to deliver*). Na calibração, os frascos volumétricos TD têm seus volumes corrigidos com relação ao filme líquido que fica retido na parede interna, escoando apenas o volume aferido.

As pipetas volumétricas são utilizadas para transferir volumes fixos (alíquotas) de solução, enquanto que as graduadas, volumes variáveis. As pipetas volumétricas mais utilizadas possuem capacidades de 0,5 a 100 mL e as pipetas graduadas de 1 a 25 mL.

As buretas são frascos volumétricos TD, empregados para escoar volumes variáveis de líquido e são manuseadas em titulações. As de uso rotineiro possuem capacidades de 5, 10, 25, 50 e 100 mL.

Balões volumétricos são construídos para conter um certo volume de líquido (TC) e são usados na preparação de soluções de concentração conhecida. Os balões volumétricos mais empregados são de 1 mL a 2 L.

Este experimento tem como objetivo a aferição de frascos volumétricos de laboratório, com o intuito de melhorar a exatidão nas suas medições. A técnica se baseia na obtenção do volume corrigido de água para a condição padrão de 20°C, partindo-se da massa de água contida ou transferida pelo frasco, na temperatura da mesma.

Para efeito desta calibração são adotadas algumas definições.

- a) A temperatura de referência de 20°C é a temperatura na qual os frascos volumétricos devem ser aferidos.
- b) O menisco é a interface entre o ar e o líquido que está sendo medido. Deve ser posicionado de maneira que sua parte inferior tangencie horizontalmente a parte superior da linha de referência, mantendo-se a linha de visão no mesmo plano. Quando o líquido for opaco, o menisco deve ser posicionado pela linha superior, no plano horizontal de visão.
- c) O tempo de escoamento é o tempo necessário para a transferência do volume total de um frasco.

Algumas fontes de erros são inerentes ao processo de medição e de uso. A capacidade de um frasco volumétrico varia com a temperatura. O coeficiente de dilatação volumétrica do vidro varia aproximadamente de $(10 \text{ a } 30) \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$. Durante a aferição, a medição da temperatura da água deve ser registrada com a precisão de $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$.

LIMPEZA DOS APARELHOS VOLUMÉTRICOS

Impurezas produzem má configuração do menisco e retenção excessiva de líquido nas paredes dos frascos volumétricos. Portanto, em análise quantitativa os mesmos devem estar perfeitamente limpos antes do uso, pois, a presença de substâncias gordurosa pode induzir a erros no resultado final da análise. A limpeza torna-se necessária, quando gotículas ou película de água não uniforme aparece aderente às paredes internas do equipamento durante o escoamento de líquido. Neste caso, utiliza-se geralmente solução de detergente 1 a 2% (m/v), solução de H₂SO₄ concentrada ou solução de etanolato de sódio ou potássio (NaOH ou KOH) em etanol. Deve-se passar rapidamente e imediatamente lavar com água, preservando o vidro de ataque químico.

TEMPO ESCOAMENTO

Em frasco volumétrico empregado para a transferência de líquido, o volume transferido é sempre menor que o contido por causa do filme de líquido que permanece em sua parede. Quanto menor o tempo de escoamento maior o volume retido e conseqüentemente, menor o volume transferido. Portanto, um determinado frasco volumétrico transfere um certo volume num certo tempo de escoamento. Um tempo de escoamento maior do que um determinado valor produz volume do filme suficientemente pequeno e constante. Nas tabelas 1 e 2 são apresentados alguns tempos de escoamento de água dos respectivos frascos de transferência.

Tabela 1. Especificações do *U.S. National Bureau of Standards* para pipetas.

Capacidade (mL)	Tempo de escoamento mínimo (s)	Limite de erro p/ calibração (mL)
1	10	±0,006 (±0,01)
5	15	±0,01
10	20	±0,02
25	25	±0,03
50	30	±0,05

Tabela 1. Tolerância para balões volumétricos classe A.

Capacidade (mL)	Limite de erro p/ calibração (mL)
1	±0,02
5	±0,02
10	±0,02
100	±0,08

Tabela 2. Especificações do *U.S. National Bureau of Standards* para buretas classe A

Capacidade (mL)	Graduação (mL)	Limite de erro p/ calibração (mL)
5	0,01	±0,01
10	0,05 ou 0,02	±0,02
25	0,1	±0,03
50	0,2	±0,05

Partindo-se da massa de água aparente, calcula-se o volume corrigido para a temperatura de referência de 20 °C:

$$V_{20} = (m_A/\rho_A) [1 - \gamma(t_A - t_{20})] \quad (1)$$

Onde:

V_{20} = volume (mL) corrigido a 20°C,

m_A = massa (g) da água contida ou transferida,

ρ_A = densidade (g/mL) da água a t_A °C, (consultar tabela III).

γ = coeficiente de expansão térmica do material do frasco (pirex = $1,0 \times 10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$).

t_A = temperatura (°C) da água usada no experimento,

t_{20} = temperatura de 20°C.

Obs.: Quando um novo experimento é realizado numa temperatura t diferente de t_{20} , o volume (V_t) poderá ser obtido mediante a utilização do volume aferido (V_{20}), de acordo com a equação 2:

$$V_t = V_{20} [1 - \gamma (t_{20} - t)] \quad (2)$$

Tabela 3. Densidade da água em função da temperatura

T (°C)	ρ_A (g/cm ³)	T (°C)	ρ_A (g/cm ³)
15	0,999099	26	0,996783
16	0,998943	27	0,996512
17	0,998774	28	0,996232
18	0,998595	29	0,995944
19	0,998405	30	0,995645
20	0,998203	31	0,995339
21	0,997992	32	0,995024
22	0,997770	33	0,994701
23	0,997538	34	0,994369
24	0,997296	35	0,994030
25	0,997044		

CALIBRAÇÃO DE BALÃO VOLUMÉTRICO DE 100 mL

- Pesar o balão volumétrico limpo e seco;
- Preencher com água destilada até a marca, observando o menisco, e proceder a nova pesagem;
- Anotar a temperatura da água;
- Calcular a capacidade do balão a partir da equação (1);
- Secar o balão (por fora) e repetir os procedimentos anteriores;
- Determinar o volume médio e desvio padrão para expressar a capacidade do balão e sua incerteza na medida de volume.

Tabela 4. Calibração de balão volumétrico

100 mL	1	2	3	4
M_B				
M_{B+A}				
M_A				
V_A				

T_A = _____ (temperatura nas condições experimentais)

$\bar{V} \pm s$: _____

m_B = massa do balão vazio

m_{B+A} = massa do balão + massa de água

m_A = massa de água

Desvio padrão, para fins analíticos podemos chamar de Estimativa do Desvio Padrão.

$$s = [\sum (X_i - X_{\text{medio}})^2 / n - 1]^{1/2}$$

CALIBRAÇÃO DAS PIPETAS

- Pesar um recipiente coletor (erlenmeyer, bquer) numa balança (precisão de 0,01 g);
- Encher a pipeta de 50 mL com água destilada e ajustar o nível do menisco com a marca do volume do vidro;
- Transferir o volume de água para o frasco, mantendo a pipeta verticalmente com a ponta encostada na parede do recipiente. Após a drenagem mantenha a pipeta nesta posição por pelo menos 10 segundos antes de removê-la. Não sopre a última gota;
- Pesar o recipiente com água e repetir o procedimento por mais três vezes;
- Atenção: a parte externa do erlenmeyer deve estar seca nas pesagens subseqüentes;
- Anotar a temperatura da água;
- Calcular a capacidade da pipeta, a partir da equação (1);
- Determinar o volume médio e desvio padrão para expressar capacidade da pipeta e sua incerteza na medida do volume;
- Repetir o procedimento para pipetas de 25, 10, 5 ... mL. A pipeta de 1mL deverá ser aferida com precisão de $\pm 0,001$ g, mesmo que a balança utilizada seja de $\pm 0,0001$ g.

Tabela 5. Resultados das pesagens referentes às pipetas volumétricas

Pipetas	m_R	$m_{R,1}$	$m_{R,1,2}$	$m_{R,1,2,3}$	$m_{R,1,2,3,4}$	m_1	m_2	m_3	m_4

* T_A = _____ (temperatura nas condições experimentais) m_R = massa do recipiente coletor**Tabela 6.** Resultados da calibração das pipetas

Pipeta	V_1	V_2	V_3	V_4	\bar{V}	s	$\bar{V} \pm s$	Tempo escoamento (segundos)

CALIBRAÇÃO DA BURETA DE 25 mL

- Pesar um erlenmeyer de 125 mL;
- Encher a bureta com água até um pouco acima do zero da escala;
- Deixar a água escoar lentamente, abrindo a torneira até que a parte inferior do menisco coincida com o zero da escala. A ponta da bureta não deve conter bolhas de ar;
- Deixar escorrer gota a gota volumes de 1, 3, 5, 7, ..., 25mL para dentro do erlenmeyer, já pesado previamente, até a marca de 25 mL. A água escoada em cada intervalo é recebida no mesmo frasco. Subtrair a massa do frasco vazio de cada pesagem sucessiva para dar a massa de 1, 3, 5, ..., 25 g;
- Calcular os volumes correspondentes utilizando a massa específica e massa da água;
- Construir o gráfico de calibração: Volumes lido (V_L) x Volumes corrigidos (V_C);
- Determinar a equação da reta e coeficiente de correlação.

Tabela 7. Resultados da calibração da bureta de 25mL

V _L (mL)	m _{R+água} (g)	m _{água} (g)	V _C (mL)
0		-----	-----
1,00			
3,00			
5,00			
7,00			
9,00			
11,00			
13,00			
15,00			
17,00			
19,00			
21,00			
23,00			
25,00			

m_R = massa do recipiente

A regressão linear (método dos mínimos quadrados) é uma forma de estimar qual a melhor reta que passa pelos pontos, obtidos experimentalmente.

A equação da reta é definida por: **$y = mx + b$**

onde:

y = variável dependente, V_L (volume lido)

x = variável independente, V_C (volume corrigido)

m = coeficiente angular – expressa a inclinação da curva aos eixos (inclinação)

b = coeficiente linear – expressa a interseção da curva aos eixos (origem ordenada)

Para se obter a reta de regressão de **y** sobre **x**, determina-se o coeficiente angular **m** e o coeficiente linear **b**, pelas seguintes equações:

$$b = \bar{y} - m\bar{x} \quad \text{ou interseção em } y \text{ (} \mathbf{b} \text{) = ponto de cruzamento no eixo } y$$

$$\mathbf{m} = \frac{\sum x_i y_i - [\sum x_i \sum y_i / n]}{\sum x_i^2 - [(\sum x_i)^2 / n]} \quad \text{ou inclinação } \mathbf{m} = \Delta y / \Delta x = y_2 - y_1 / x_2 - x_1$$

A equação da reta torna-se mais atrativa quando se introduz o coeficiente de correlação (**r**), que expressa a relação de **x** e **y** na curva, onde os valores ideais esperados são 1 e -1, ou seja, quanto mais próximo da unidade maior a relação, maior a probabilidade de existir uma relação linear definida. Caso os valores tendam a zero, indica-se que não há relação linear. A aceitação do coeficiente de correlação deve ser, também, um critério obtido pelo grupo de confiabilidade, assim como o número de decimais a ser utilizado.

Coeficiente de Correlação:

$$\mathbf{r} = \frac{(n\sum x_i y_i - \sum x_i \sum y_i)}{\{ [n\sum x_i^2 - (\sum x_i)^2] [n\sum y_i^2 - (\sum y_i)^2] \}^{1/2}}$$

RELATÓRIO: EXPERIÊNCIA Nº 01

- 1. Objetivo(s)**
- 2. Resultados e discussão**

- 2.1. Calibração do balão volumétrico. Apresentar os resultados experimentais (Tabela IV) e $\bar{V} \pm s$.
- 2.2. Calibração das pipetas volumétricas. Apresentar os resultados experimentais (Tabelas V e VI).
- 2.3. Calibração da bureta de 25 mL.
 - 2.3.1. Apresentar os resultados experimentais (Tabela VI).
 - 2.3.2. Construir o gráfico de V_L versus V_C .
 - 2.3.3. Determinar a equação da reta para a $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$.
 - 2.3.4. Determinar o coeficiente de correlação da calibração (r)

3. Conclusões

4. Bibliografia

EXPERIÊNCIA Nº 02**CURVAS DE TITULAÇÃO ÁCIDO-BASE****METODOLOGIA DE ANÁLISE: VOLUMETRIA DE NEUTRALIZAÇÃO****MATERIAIS**

pHmetro
 Agitador e barra magnética
 Béquer 100 e 250 mL
 Bureta de 25 mL
 Pipeta volumétrica 10 e 15 mL
 Proveta de 50 mL

REAGENTES

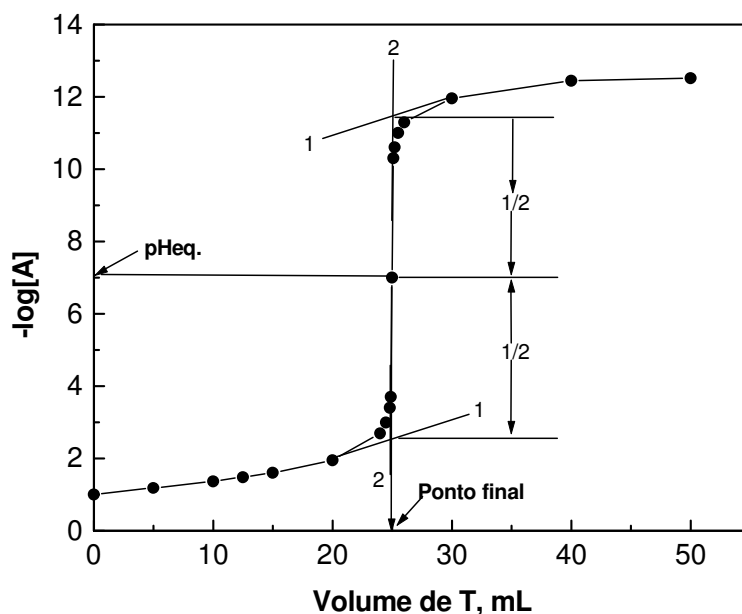
HCl 0,100 mol/L
 NaOH 0,100 mol/L
 CH₃COOH 0,100 mol/L
 Na₂CO₃ sólido
 H₃PO₄ 0,100 mol/L
 NH₃ 0,100 mol/L

INTRODUÇÃO

Uma titulação ácido-base envolve uma reação de neutralização na qual um ácido reage com uma quantidade equivalente de base. Construindo uma curva de titulação podemos facilmente explicar como o ponto final desta titulação pode ser detectado. Esta curva pode ser construída através do gráfico do pH da solução em função do volume de titulante adicionado (vide figura 1). O titulante é sempre um ácido ou uma base forte. O analito pode ser tanto uma base ou ácido forte como uma base ou ácido fraco.

A propriedade da solução medida nesta titulação é o pH. Um pHmetro é usado para medir o pH da solução quando o titulante é adicionado progressivamente.

O ponto final da titulação pode ser determinado graficamente ou pela adição de um indicador apropriado. A escolha de um indicador adequado requer um conhecimento detalhado das características do ácido e da base. Através da análise do gráfico pode-se selecionar um ou mais indicadores adequados para cada titulação.



PROCEDIMENTO

Antes de iniciar o experimento, aguarde as instruções para operar com o pHmetro. O béquer usado para titulação deve ser limpo depois de cada titulação. Quando o aparelho não estiver em uso, deixar o eletrodo imerso com água destilada. O pHmetro deve ser calibrado com uma solução tampão antes de iniciar a titulação. Deve-se tomar cuidado ao manipular o eletrodo de vidro, pois este é extremamente frágil.

1. Titulação de solução de HCl ~ 0,100 mol/L com solução padrão de NaOH 0,100 mol/L. Completar a bureta com NaOH padrão, eliminar possíveis bolhas de ar localizadas abaixo da torneira e ajustar o nível do líquido para o valor zero. Transferir 15 mL de HCl padrão para um béquer de 200 mL e adicionar 50 mL de água destilada com o auxílio de uma proveta. A quantidade de água acrescentada deve cobrir a parte do eletrodo que é sensível à leitura. Ligar o agitador e medir o pH da solução. Adicionar adequadamente quantidades de solução padrão de NaOH e a cada estabilização do pH anotar na Tabela 2 o resultado do volume de NaOH e o respectivo valor de pH da solução. Medir os valores de pH após cada adição de 0,50 mL até 13,00 mL. Em seguida mantenha adições de 0,20 mL até que 17,00 mL tenha sido adicionado. Finalmente, continue adicionando 0,50 mL até o volume total de 25,00 mL de NaOH. Construir gráfico de pH *versus* volume de NaOH adicionado.

2. Titulação de solução CH₃COOH ~ 0,100 mol/L com solução padrão de NaOH 0,100 mol/L. Repetir o procedimento semelhante ao do item 1, usando 15,00 mL da solução de CH₃COOH em lugar de HCl e adicionar 50 mL de água destilada com o auxílio de uma proveta.

3. Titulação de solução de H₃PO₄ ~ 0,100 mol/L com solução padrão de NaOH 0,100 mol/L. Repetir o procedimento semelhante ao do item 1, usando 7,00 mL de H₃PO₄ em lugar de HCl adicionar 50 mL de água destilada com o auxílio de uma proveta. Medir os valores de pH após cada adição de 0,50 mL até 5,00 mL, em seguida manter adições de 0,20 mL até 9,00 mL tenham sido adicionados. Continue adicionando 0,50 mL até um total de 12,00 mL de NaOH e, então, adicione 0,20 mL até 16,00 mL. Finalmente, titule até 20,00 mL com adições de 0,50 mL. Construir gráfico de pH *versus* volume de NaOH adicionado.

4. Titulação de solução de NaOH ~ 0,100 mol/L com solução padrão de HCl 0,100 mol/L. Repetir procedimento semelhante ao do item 1 usando 15,00 mL da solução de NaOH em lugar de HCl.

5. Titulação de solução de NH₃ 0,1 mol/L com solução padrão de HCl 0,1000 mol/L. Repetir procedimento semelhante ao do item 1, utilizando 15,00 mL de NH₃ no lugar de HCl e adicionar 50 mL de água destilada com o auxílio de uma proveta.

6. Análise de uma amostra de carbonato de sódio (Na₂CO₃) empregando a curva de titulação, com solução padrão de HCl 0,100mol/L. Pesar aproximadamente 0,1060 g de amostra e transferir para um béquer de 200 mL. Acrescentar 50 mL de água destilada e dissolver. Titular com solução padrão de HCl. Medir o valor de pH após cada adição de 0,50 mL até 8,00 mL, em seguida, manter adição de 0,20 mL até 12,00 mL. Continue adicionando 0,50 mL até um total de 18,00 mL de HCl e, então, adicione 0,20 mL até 22,00 mL. Finalmente, titule até 30,00 mL com adições de 0,50 mL. Construir gráfico de pH *versus* volume de HCl adicionado.

Indicador	pH transição	Coloração	pK _{In}
Vermelho de cresol	1,2 - 2,8	Vermelho - amarelo	
Azul de bromofenol	3,0 - 4,6	Amarelo - azul	3,8
Alaranjado de metila	3,1 - 4,4	Vermelho - amarelo	3,5
Verde de bromocresol	3,8 - 5,4	Amarelo - azul	4,7
Vermelho de metila	4,4 - 6,2	Vermelho - amarelo	5,0
Azul de bromotimol	6,0 - 7,6	Amarelo - azul	7,1
Vermelho de cresol	7,2 - 8,8	Amarelo - vermelho	
Fenolftaleína	8,0 - 9,6	Incolor - vermelho	9,3
Timolftaleína	9,4 - 10,6	Incolor - azul	9,9
Amarelo de alizarina	10 - 12	Amarelo - vermelho	11,1

[illegible]

1. Objetivo(s)

2. Resultados e discussão

2.1. Curva de titulação e determinação da concentração da solução de HCl com solução padrão de NaOH.

2.1.1. Figura 1: curva de titulação pH *versus* V_{NaOH} (mL).

2.1.2. Análise gráfica: Cálculo do volume de titulante no ponto de equivalência.

2.1.3. Cálculo da concentração da solução de HCl.

2.1.4. Selecionar o indicador mais adequado para a respectiva titulação.

2.2. Curva de titulação e determinação da concentração da solução de CH_3COOH . Idem ao procedimento semelhante ao item 2.1

2.3. Curva de titulação e determinação da concentração da solução de H_3PO_4 , utilizando a 2ª inflexão. Idem ao procedimento semelhante ao item 2.1

2.4. Curva de titulação e determinação da concentração da solução de NaOH. Idem ao procedimento semelhante ao item 2.1

2.5. Curva de titulação e determinação da concentração da solução de NH_3 . Idem ao procedimento semelhante ao item 2.1

2.6. Curva de titulação de carbonato de sódio utilizando a 2ª inflexão. Determinar a porcentagem de carbonato (Na_2CO_3) na amostra sólida.

3. Conclusões

4. Bibliografia

EXPERIÊNCIA Nº 03**PREPARAÇÃO, PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÃO E DETERMINAÇÃO DA ACIDEZ DE PRODUTO COMERCIAL****METODOLOGIA DE ANÁLISE: VOLUMETRIA DE NEUTRALIZAÇÃO****MATERIAIS**

Bureta de 25 mL
Béquer 100 e 250 mL
Erlenmeyer de 250 mL
Proveta de 50 mL
Balão volumétrico 100 mL
Pipetas volumétricas de 1, 20 e 25 mL
Aagitador e barra magnética

REAGENTES

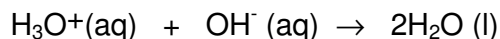
Amostras de Vinagre e vinho
NaOH sólido
Fenolftaleína (0,1% em etanol)
Ftalato ácido de potássio (KHC₈H₄O₄)

INTRODUÇÃO

O preparo de soluções requer cuidados especiais desde a escolha da qualidade do produto químico, elaboração dos cálculos e manipulação adequada, tais como transferência de material, medição (massa, volume), dissolução e aferição do volume desejado. Em todas as etapas devemos sempre considerar a segurança do pessoal e as questões ambientais.

Na dissolução de um reagente em água ou num outro solvente, devemos observar se o processo é exotérmico ou endotérmico. O preparo de soluções a partir de ácido forte é acompanhado de grande desprendimento de calor. Nestas circunstâncias, é importante que a solução seja preparada em frascos que tenham abertura (boca) relativamente grande, tipo béquer, e que o procedimento seja iniciado com água destilada em quantidade próxima a um 1/3 do volume final da solução. O ácido deve ser transferido suavemente junto às paredes internas do frasco, permitindo uma adequada dissipação de calor. Após resfriamento, que pode ser acelerado externamente com um banho de água, as paredes externas deverão ser enxugadas e a solução transferida para o balão volumétrico. Devemos evitar erros por perdas do material medido, lavando-se os materiais utilizados e recolhendo-se a água de lavagem para o balão volumétrico. Aferição do volume final pode ser realizada com auxílio de uma pipeta na qualidade de um conta gotas. Em seguida a solução deverá ser homogeneizada sob agitação e estocada devidamente em frascos de vidro limpos, devidamente rotulados.

Em análise volumétrica, a quantidade de um analito de interesse é determinada através da reação desta espécie química com outra substância em solução, chamada padrão cuja concentração é exatamente conhecida. Conhecendo-se a quantidade de solução padrão que reagiu com a amostra e a reação química que ocorre entre as espécies, tem-se condições para calcular a concentração da substância analisada. Em meio aquoso, as titulações de neutralização são aquelas em que:



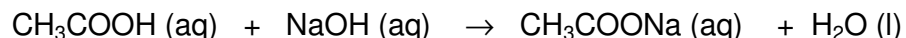
Este procedimento é aplicado para determinação quantitativa de ácidos e bases fortes ou fracos (respeitando-se os limites da força), tendo como titulante um eletrólito forte.

É uma prática comum em laboratórios preparar e padronizar uma solução de um ácido e de uma base que poderão ser empregadas para determinar concentrações de ácidos e bases desconhecidas.

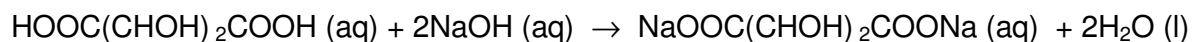
O hidróxido de sódio é a base mais utilizada como padrão nas determinações de analitos com características ácidas. Porém, ele não é um padrão primário, pois sua massa molar é relativamente baixa, é higroscópico e absorve gás carbônico do ar, contém pequenas quantidades de impurezas; sendo o mais importante o carbonato de sódio. A solução de hidróxido de sódio livre de carbonato pode ser preparada através de uma solução concentrada contendo cerca de 50 % ($d = 1,56 \text{ g/mL}$) em massa de NaOH, onde o carbonato é insolúvel e pode ser separado por decantação, centrifugação ou filtração. A partir desta, soluções mais diluídas são preparadas e estocadas em recipientes plásticos. Rotineiramente, as soluções de ácidos ou bases são preparadas na concentração próxima à desejada e padronizadas com um padrão primário. Outra alternativa é a utilização de pesagem direta do sólido e preparo imediato da solução desejada.

O ftalato ácido de potássio ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$), ácido monoprótico fraco, é um padrão primário normalmente empregado na padronização de soluções alcalinas. É encontrado com grau de pureza próximo a 99,95%, estável, não é higroscópico e possui uma massa molar relativamente elevada ($204,22 \text{ g/mol}$). A fenolftaleína é o indicador mais apropriado para estas titulações.

O ácido acético é um ácido fraco tendo um $K_a = 1,75 \times 10^{-5}$. Ele é amplamente usado em química industrial na forma de ácido acético industrial ($d = 1,053 \text{ g/mL}$ e 99,85% m/m). Na indústria alimentícia é usado sob a forma de vinagre. Segundo a Organização Mundial da Saúde, o vinagre deve conter 3,5 - 8,0% em m/v de ácido acético. A acidez total do vinagre é determinada mediante titulação com uma solução padrão alcalina na presença de fenolftaleína como indicador, segundo a reação:



O ácido tartárico, ($\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2(\text{COOH})_2$; $150,09 \text{ g/mol}$) é um ácido fraco diprótico, $K_{a1} = 9,2 \times 10^{-4}$ e $K_{a2} = 4,3 \times 10^{-5}$. O conteúdo de ácido no vinho é expresso como porcentagem de ácido tartárico, mesmo que existam outros ácidos na amostra. Os vinhos comuns contêm normalmente abaixo de 1% (m/v) de ácido. A acidez total é determinada nos vinhos através da titulação segundo a reação:



PROCEDIMENTO

1. Preparação da solução de NaOH $\approx 0,100 \text{ mol/L}$. Calcular a quantidade de hidróxido de sódio necessário para preparar 100 mL de solução.

2. Padronização da Solução de NaOH $\approx 0,100 \text{ mol/L}$ com $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$. Calcular e pesar três amostras de hidrogenoftalato de potássio p.a. previamente seco em erlenmeyers diferentes que consumam um volume aproximado de 15 mL da solução de NaOH. Dissolver cada amostra com cerca de 50 mL de água destilada, adicionar 2 gotas de fenolftaleína e titular até o aparecimento da coloração rósea. Anotar os volumes gastos de titulante e calcular a concentração em mol/L da solução.

3. Análise da Amostra de Vinagre.

3.1. Pré-Titulação da Amostra. Pipetar 1,0 mL da amostra, acrescentar 50 mL de água destilada e 2 gotas de fenolftaleína. Fazer uma titulação prévia para determinar

aproximadamente a concentração do ácido acético no vinagre. Diluição da amostra: Preparar 100 mL de solução da amostra com a concentração aproximada a da solução padrão de NaOH que será utilizada.

3.2. Titulação da amostra. Pipetar uma alíquota de 15 mL da solução da amostra, transferir para um erlenmeyer de 125 mL, adicionar 25 mL água destilada e 2 gotas de fenolftaleína. Titular com solução padrão de NaOH até a coloração rósea permanente.

4. Análise da Amostra de Vinho.

4.1. Pré-Titulação da Amostra. Pipetar 1,0 mL da amostra, acrescentar 50 mL de água destilada e 6 gotas de azul de timol. Titular com solução padrão de NaOH até a coloração azul permanente. Calcular o volume de alíquota de vinho que deve ser pipetada para consumir um volume de aproximadamente 15 mL de solução padrão de NaOH.

4.2. Titulação da amostra. Pipetar o volume da alíquota calculada no item 4.1 e transferir para um erlenmeyer de 125 mL, adicionar 25 mL água destilada e 6 gotas de azul de bromotimol. Titular com solução padrão de NaOH até a coloração azul permanente.

RELATÓRIO: EXPERIÊNCIA Nº 03

1. Objetivo(s)

2. Preparação e Padronização da solução de NaOH

Tabela 1. Resultados da padronização da solução de NaOH.

Equipe	KHC ₈ H ₄ O ₄ (mg)	Volume de NaOH (mL)	NaOH (mol/L)
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
11			
12			

2.1. Aplicar Teste Q_{90%} para as molaridades encontradas (Tabela 1)

2.2. Concentração molar média $\pm s$ da solução de NaOH.

3. Análise de Vinagre:

3.1. Pré-titulação:

3.2. Resultados Experimentais:

- Volume (mL) da amostra analisada
- Volume de solução de amostra preparada
- Volume de alíquota da solução preparada tomada para análise
- Volumes gastos de solução padrão de NaOH (Tabela 2)

- Porcentagem (m/v) de CH_3COOH na amostra (Tabela 2)
- Aplicar o teste $Q_{90\%}$ para as porcentagens
- Porcentagem (m/v) de $\text{CH}_3\text{COOH} \pm s$ na amostra.
- Aplicar o limite de confiança (intervalo de confiança) para um nível de 95% e encontrar o intervalo mais provável do valor verdadeiro de CH_3COOH na amostra.

4. Análise de Vinho:

4.1. Pré-titulação:

4.2. Resultados Experimentais:

- Volume (mL) de amostra analisada
- Volumes gastos de solução padrão de NaOH (Tabela 2)
- Porcentagem (m/v) de $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2 (\text{COOH})_2$ (Tabela 2)
- Aplicar o teste $Q_{90\%}$ para as porcentagens.
- Porcentagem (m/v) de $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2 (\text{COOH})_2 \pm s$ na amostra.
- Aplicar o limite de confiança (intervalo de confiança) para um nível de 95% e encontrar o intervalo mais provável do valor verdadeiro de $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2 (\text{COOH})_2$ na amostra.

Tabela 2. Volumes gastos de NaOH na análise de vinagre e vinho.

Equipe	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
V_{NaOH} (mL) Análise de vinagre												
% CH_3COOH no vinagre												
V_{NaOH} (mL) Análise de vinho												
% $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2 (\text{COOH})_2$ no vinho												

5. Conclusão

6. Bibliografia

PREPARAÇÃO, PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÃO E DETERMINAÇÃO DA CAPACIDADE ANTIÁCIDA DE PRODUTO FARMACÊUTICO

METODOLOGIA DE ANÁLISE: VOLUMETRIA DE NEUTRALIZAÇÃO

MATERIAIS

Bureta de 25 mL
Béquer 100 e 250 mL
Proveta de 50 mL
Erlenmeyer de 125 e 250 mL
Pipetas volumétricas de 1, 20, 25 e 50 mL
Balão volumétrico 100 mL
Agitador e barra magnética

REAGENTES

Amostra de Leite de Magnésia
Amostra de Comprimido antiácido
NaOH solução padrão 0,100 mol/L
HCl concentrado
Fenolftaleína (0,1% em etanol)
Na₂CO₃ sólido
Vermelho de metila (0,02g em 60mL de etanol + 40mL de água)

INTRODUÇÃO

O ácido clorídrico é um dos ácidos mais utilizados como padrão na determinação de analitos com características alcalinas. Embora não seja um padrão primário, o mesmo após a padronização, é utilizado na qualidade de padrão secundário. A solução de HCl desejada é preparada por diluição de sua solução concentrada (cerca de 37,5% em massa e densidade igual a 1,19 g/mL).

O carbonato de sódio (105,99 g/mol) é o padrão primário mais empregado na padronização de soluções ácidas. O carbonato de sódio com alto grau de pureza (99,95%) pode ser usado após a secagem em torno 1 a 2 horas a aproximadamente 270°C. A fenolftaleína, na qualidade de indicador, pode ser empregada para determinar a primeira neutralização ($\text{CO}_3^{2-}/\text{HCO}_3^-$), porém, o primeiro ponto de equivalência não é apropriado porque não apresenta um bom salto potenciométrico próximo ao ponto de equivalência. O vermelho de metila é empregado para a determinação do segundo ponto de equivalência, onde o íon bicarbonato reage com o íon H_3O^+ . Entretanto, esta titulação não é muito exata devido à mudança gradual na cor do vermelho de metila causado devido ao sistema tampão $\text{HCO}_3^-/\text{CO}_2$ que se forma após o primeiro ponto de equivalência. Para minimizar este erro remove-se o dióxido de carbono com aquecimento até próximo a ebulição antes de completar a titulação, a fim de deslocar o equilíbrio.



Uma outra alternativa é utilizar solução padrão secundária de hidróxido de sódio para padronizar a solução de ácido clorídrico obtendo-se desta forma um padrão terciário.

Antiácidas são drogas usadas para reduzir a acidez estomacal e aliviar a dor de vários distúrbios estomacais e duodenais, como: úlcera péptica e gastrite. Podem ser divididos em três classes: sais e bases alcalinos, antiácidos coloidais e outros antiácidos.

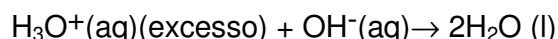
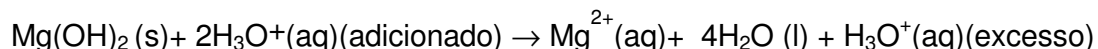
1- Sais de bases alcalinos são bases e sais inorgânicos com propriedades alcalinas. Atuam elevando o pH do conteúdo gástrico a 5. Os mais usados são: bicarbonato de cálcio, bicarbonato de sódio, carbonato de cálcio, citrato de sódio e de potássio, fosfato de alumínio e fosfato dibásico de cálcio e fosfato tribásico de cálcio, hidróxido de alumínio e magnésio.

2- Antiácidos coloidais são sais insolúveis com propriedades tamponantes. Atuam

tamponando a acidez gástrica ao redor de pH 5. São exemplos: alumina e magnésio, citrato de amônio e bismuto, fosfato tribásico de magnésio, trissilicato de magnésio.

3- Outros antiácidos também protetores da mucosa gástrica, por exemplo, subnitrato de bismuto, resina poliaminometilênica, mucina gástrica.

Hidróxido de Magnésio. O hidróxido de magnésio, sob a forma de leite de magnésio reage com quase todos os ácidos tão rapidamente como o NaOH. Sua baixa solubilidade prolonga seu efeito neutralizante e o $\text{Mg}(\text{OH})_2$ que não reage, permanece no estômago, para a reação com o ácido subsequentemente secretado. A especificação média para o leite de magnésia estabelece um mínimo de 8% em massa de $\text{Mg}(\text{OH})_2$. Para uma análise precisa deve-se medir tanto o magnésio em suspensão quanto o magnésio dissolvido. A titulação direta de uma alíquota da amostra é um tanto difícil, pois trata-se de uma suspensão branca opaca em que as partículas de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ em suspensão podem causar erros ao aderirem às paredes do erlenmeyer, ficando fora do contato com o titulante ácido. Outra dificuldade que pode surgir em consequência da amostra ser opaca, é não permitir nítida percepção da mudança de coloração do indicador no ponto final. Um procedimento alternativo é a titulação de retorno. Para sua determinação usa-se o seguinte princípio:



Hidróxido de Alumínio. É o composto de alumínio mais utilizado como antiácido. Sua capacidade neutralizante é baixa, mas prolongada. Em contato prolongado com a água, forma um sistema gelatinoso.

Neste experimento será determinada a capacidade de neutralização de amostras de antiácidos. Estas substâncias são alcalinas, assim a titulação direta requer um titulante ácido. Entretanto, a maioria destas não se dissolve em água e reagem muito lentamente com ácidos. Para resolver esta dificuldade, utiliza-se a titulação de retorno. Um excesso de um ácido forte (HCl) é adicionado a amostra de antiácido e a mistura é aquecida para garantir a completa reação. Uma quantidade de HCl é consumida pela reação com o antiácido. O excesso de ácido (HCl) é então titulado com NaOH para determinar quanto de HCl não reagiu. Subtraindo a quantidade de HCl que não reagiu da quantidade inicial obtém-se a quantidade que reagiu com o antiácido, fornecendo então uma medida exata da capacidade de neutralização do antiácido.

A digestão de proteínas dos alimentos é catalisada por uma enzima chamada pepsina. A atividade proteolítica da pepsina é inibida quando o pH do conteúdo estomacal for elevado ($\text{pH} > 4,0$). Estudos mostram que o HCl produzido pela estimulação gástrica varia de 1 a 22 mmol de HCl por hora, mas a produção média considerada “em excesso” é cerca de 10 mmol de HCl por hora. Portanto, uma dose de um antiácido deveria neutralizar em torno de 10 mmol de HCl por hora.

PROCEDIMENTO:

1. Preparação da solução de HCl $\approx 0,100 \text{ mol/L}$. Calcular a quantidade de ácido clorídrico necessário para preparar 100 mL de solução.

2. Padronização da Solução de HCl $\approx 0,100 \text{ mol/L}$ com Na_2CO_3 . Calcular e pesar em um erlenmeyer uma quantidade de Na_2CO_3 p.a. previamente seco que consuma um volume aproximado de 15 mL de HCl. Dissolver a amostra com cerca de 50 mL de água destilada, adicionar 2 gotas de fenolftaleína e titular até o descoramento da solução. Anotar o volume gasto de titulante para saber aproximadamente o volume a ser gasto para atingir o segundo ponto de equivalência. Adicionar seis gotas de vermelho de metila e

continuar a titulação até a primeira mudança de coloração. Parar a titulação, ferver durante um minuto para remover o gás carbônico e continuar a titulação até a coloração vermelha. Anotar o volume gasto e calcular a concentração em mol/L da solução.

3. Análise do Leite de Magnésia. Pesar uma amostra contendo cerca de 0,5500 g (precisão de 0,1mg) em um erlenmeyer. Calcular o volume aproximado da solução de HCl padrão necessário para neutralizar completamente o $\text{Mg}(\text{OH})_2$ (amostra contém cerca de 8,0% $\text{Mg}(\text{OH})_2$) e adicionar um excesso de 15 mL de HCl. Acrescentar 3 gotas de indicador vermelho de metila ou de fenolftaleína e titular com solução padrão de NaOH. Calcular a porcentagem de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ (m/m).

RELATÓRIO: EXPERIÊNCIA N° 04

1. Objetivo

2. Padronização do HCl

Tabela 1. Resultados da padronização da solução de HCl

Equipes	Na_2CO_3 (mg)	Volume de HCl (mL)	HCl (mol/L)
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
11			
12			

2.1. Aplicar Teste $Q_{90\%}$ para as molaridades encontradas (Tabela1).

2.2. Concentração molar média de HCl $\pm s$.

3. Concentração molar do NaOH $\pm s$ (ver Experiência N° 4)

4. Análise do Leite de Magnésia

- massa (mg) de amostra analisada: (completar Tabela 2)
- Volume (mL) de solução de HCl adicionado:
- milimols de HCl adicionado (n_{HCl}):
- Volumes gastos de solução padrão de NaOH na titulação: (completar Tabela 2)
- milimols de NaOH = milimols de HCl em excesso: (completar Tabela 2)
- Porcentagens de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ na amostra: (completar Tabela 2)
- Aplicar o teste Q 90% para as porcentagens encontradas (Tabela 2)
- Porcentagem média de $\text{Mg}(\text{OH})_2 \pm s$
- Aplicar o limite de confiança (intervalo de confiança) para um nível de 95% e

encontrar o intervalo mais provável do valor verdadeiro de Mg(OH)_2 na amostra.

Tabela 2. Resultados da análise do Leite de Magnésia

Equipes	Amostra (mg)	V_{NaOH} (mL)	$n_{\text{HCl}}^{\text{excesso}}$ $n_{\text{NaOH}} = n_{\text{HCl}}$ (mmol)	$n_{\text{HCl}}^{\text{reagiu}}$ (mmol)	Mg(OH)_2	
					n (mmol)	%
1						
2						
3						
4						
5						
6						
7						
8						
9						
10						
11						
12						

5. Conclusões

6. Bibliografia

EXPERIÊNCIA Nº 05**DETERMINAÇÃO DE CLORETO DE SÓDIO EM SORO FISIOLÓGICO****METODOLOGIA DE ANÁLISE: VOLUMETRIA DE PRECIPITAÇÃO****MATERIAIS**

Bureta de 25 mL
 Béquer 100 e 250 mL
 Proveta de 50 mL
 Erlenmeyer de 125 mL
 Pipetas volumétricas de 1 e 25 mL
 Agitador e barra magnética

REAGENTES

Solução padrão de AgNO_3
 Soro fisiológico
 K_2CrO_4 (5% m/v)
 NaCl sólido

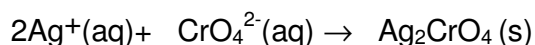
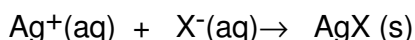
INTRODUÇÃO

Entre os métodos volumétricos de precipitação, os mais importantes são os que empregam solução padrão de nitrato de prata. São chamados de métodos argentimétricos e são amplamente utilizados na determinação de haletos (cloreto, brometo e iodeto), tiocianato (SCN^-) e cianeto (CN^-) com formação de sais de prata pouco solúveis.

Baseado nos diferentes tipos de indicadores disponíveis, existem três métodos distintos para determinação volumétrica com íons prata:

- método de Mohr - formação de um precipitado colorido;
- método de Volhard - formação de um complexo solúvel vermelho;
- método de Fajans - mudança de cor associada a adsorção de um indicador sobre a superfície do precipitado.

Método de Mohr: neste método, o haleto é titulado com uma solução padrão de nitrato de prata usando-se cromato de potássio como indicador. O ponto final da titulação é alcançado com o primeiro excesso de íons prata que reage com o indicador precipitando cromato de prata vermelho, segundo a reação:



Como esta titulação se baseia nas diferenças de solubilidade do AgX e Ag_2CrO_4 é muito importante a concentração adequada do indicador.

Na prática, o ponto final ocorre um pouco além do ponto de equivalência, devido à necessidade de se adicionar excesso de Ag^+ para precipitar Ag_2CrO_4 em quantidade suficiente para ser notado visualmente. Este método requer que uma titulação em branco seja feita, para que o erro cometido na detecção do ponto final possa ser corrigido. O valor gasto na prova do branco obtido deve ser subtraído do valor gasto na titulação.

A solução a ser titulada deve apresentar um pH entre 6 a 8, pois o íon cromato reage com os íons hidrogênio em soluções ácidas, conforme a reação:



Por outro lado, em $\text{pH} > 10,5$ a alta concentração de íons OH^- ocasiona a formação de hidróxido de prata, que se oxida a óxido de prata.



O cloreto de sódio encontrado no soro fisiológico, utilizado em processos de hidratação ou como veículo medicamentoso, na sua forma isotônica (mesma força iônica do soro sanguíneo) encontra-se na concentração de 0,9 % (m/v). Neste experimento, a determinação analítica do cloreto de sódio no soro fisiológico será realizada segundo o método de Mohr.

PROCEDIMENTO:

1. Padronização da Solução de $\text{AgNO}_3 \approx 0,0500 \text{ mol/L}$ com NaCl padrão. Pesar exatamente uma amostra de NaCl p.a. previamente seco que consuma um volume aproximado de 15,00 mL de AgNO_3 . Dissolver a amostra com cerca de 50 mL de água destilada, adicionar 1 mL de solução de K_2CrO_4 5% (m/v) e titular até o aparecimento do precipitado avermelhado. Anotar o volume gasto, efetuar a prova do branco.

2. Prova do Branco. Adicionar em um erlenmeyer 50 mL de água destilada, 1 mL de cromato de potássio e aproximadamente 0,25 g de CaCO_3 e titular até o aparecimento da coloração idêntica a da titulação anterior (comparar as cores). Anotar o volume de titulante e subtrair daquele gasto na titulação do cloreto. Utilizar o volume corrigido para calcular a concentração molar da solução de nitrato de prata.

3. Pré-Titulação da Amostra. Pipetar 1,0 mL da amostra, acrescentar 50 mL de água destilada e 1 mL de K_2CrO_4 . Fazer uma titulação prévia para determinar a concentração aproximada de cloreto no soro fisiológico. Calcular o volume que deve ser pipetado para consumir cerca de 15 mL de solução padrão de AgNO_3 .

4. Análise da Amostra. Pipetar o volume calculado no item 3, transferir para um erlenmeyer de 250 mL, adicionar 25 mL água destilada e 1 mL de K_2CrO_4 . Titular com solução padrão de AgNO_3 até a precipitação do cromato de prata vermelho. Fazer a prova do branco conforme item 2. Calcular o volume corrigido.

1. Objetivo**2. Padronização do AgNO_3** **Tabela 1.** Resultados da padronização da solução de AgNO_3

Equipes	NaCl (mg)	Volume de AgNO_3 (mL)			M_{AgNO_3} (mol/L)
		Titulação	Prova do Branco	Corrigido	
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					
9					
10					
11					
12					

2.1. Aplicar Teste $Q_{90\%}$ para as molaridades encontradas (Tabela 1).2.2. Concentração molar média da solução de $\text{AgNO}_3 \pm s$.**3. Análise da amostra**

3.1 Pré-titulação

3.2. Volume da amostra analisada.

3.3. Volume gasto (corrigido) da solução padrão (Tabela 2).

Tabela 2. Resultados da determinação do teor de NaCl na amostra de soro fisiológico

Equipe	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
V_{AgNO_3} (mL)												
% NaCl												

3.4. Aplicar o Teste $Q_{90\%}$ para as % NaCl encontradas (Tabela 2)3.5. Porcentagem média de NaCl na amostra $\pm s$.

3.6. Aplicar o limite de confiança (intervalo de confiança) para um nível de 95% e encontrar o intervalo mais provável NaCl na amostra de soro.

4. Conclusões**5. Bibliografia**

EXPERIÊNCIA Nº 06**DETERMINAÇÃO DE IODETO DE POTÁSSIO EM XAROPE****METODOLOGIA DE ANÁLISE: VOLUMETRIA DE PRECIPITAÇÃO****MATERIAIS**

Bureta de 25 mL
Béquer 100 e 250 mL
Proveta de 50 mL
Erlenmeyer de 125 mL
Pipetas volumétricas de 1 e 25 mL
Agitador e barra magnética

REAGENTES

Solução padrão de AgNO_3
Amostra de xarope
 HNO_3 0,01 mol/L
Eosina 0,1% em álcool 70% (m/v)

INTRODUÇÃO

Xaropes de iodeto de potássio são classificados como agentes antitussígenos. Estes agentes ajudam a reduzir a frequência da tosse. A tosse é um reflexo fisiológico de proteção, parcialmente sob o controle voluntário, e sua função é expelir substâncias irritantes ou excesso de secreções do trato respiratório.

Os antitussígenos podem agir elevando o limiar do centro da tosse ou por reduzir o número de impulsos transmitidos ao centro da tosse por receptores periféricos.

Método de Fajans: este método baseia-se na mudança de coloração que certos corantes orgânicos de elevada massa molecular (geralmente maior que 150), apresentam ao serem adsorvidos sobre a superfície de determinados precipitados. O indicador existe em solução geralmente na forma aniônica. As partículas do precipitado, antes do ponto de equivalência, atrairão os íons haletos que estão em excesso na solução, formando a primeira camada de adsorção com carga negativa, atraindo como contra-íons os cátions da solução ($\text{AgX} : \text{X}^- :: \text{Na}^+$). Após o ponto de equivalência, o primeiro excesso de íons prata se adsorverá sobre o precipitado, formando a primeira camada de adsorção, carregada positivamente, neste momento o ânion do indicador será atraído como contra-íon ($\text{AgX} : \text{Ag}^+ :: \text{In}^-$). A cor do indicador adsorvido sobre o precipitado é diferente daquela do indicador livre.

PROCEDIMENTO

1. Pré-titulação. Pipetar 1,0 mL da amostra, acrescentar 50 mL de HNO_3 0,01 mol/L e 1 mL de eosina. Fazer a titulação prévia para determinar a concentração aproximada de KI na amostra de xarope. Calcular o volume de amostra que deve ser pipetada para consumir cerca de 15 mL de solução de AgNO_3 .

2. Análise da amostra. Pipetar o volume calculado no item 1, transferir para um erlenmeyer de 125 mL, adicionar 50 mL HNO_3 e 1 mL de eosina. Titular com solução padrão de AgNO_3 0,05 mol/L⁻¹ até a mudança de coloração de rosa para púrpura.

1. Objetivo(s)

2. Análise da amostra

2.1. Pré-titulação

2.2. Volume (mL) de amostra analisada.

2.3. Concentração molar da solução padrão AgNO_3 (Experiência Nº 6)

2.4. Volumes gastos de solução padrão de AgNO_3 (Tabela 1)

Tabela 1 – Resultados da análise do xarope de KI.

Equipes	V_{AgNO_3} (mL)	mg KI / 5mL	% KI
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
11			
12			

2.5. Aplicar teste $Q_{90\%}$ para mg de KI / 5mL encontradas (Tabela 1)

2.6. mg de iodeto de potássio por 5 mL de xarope $\pm s$

2.7. Aplicar teste $Q_{90\%}$ para as % KI encontradas (Tabela 1)

2.8. % de KI no xarope $\pm s$

3. Conclusões

4. Bibliografia

DETERMINAÇÃO DE BROMETO EM SAIS DE BROMETO**METODOLOGIA DE ANÁLISE: VOLUMETRIA DE PRECIPITAÇÃO****MATERIAIS**

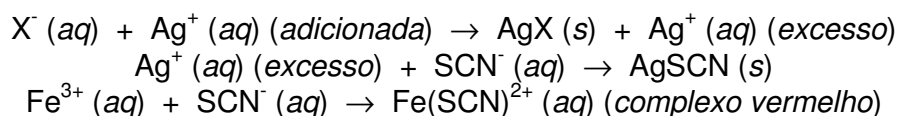
Bureta de 25 mL
Béquer 100 e 250 mL
Proveta de 50 mL
Erlenmeyer de 125 mL
Pipetas volumétricas de 1 e 25 mL
Aagitador e barra magnética

REAGENTES

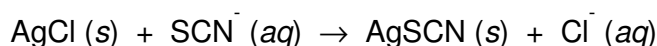
Solução padrão de AgNO_3
Amostra de KBr sólido
 HNO_3 6 mol/L
 $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ 40% em água (m/v)

INTRODUÇÃO

Método de Volhard: É um método indireto para determinação de haletos e tiocianatos que precipitam com os íons prata. Adiciona-se um excesso de solução de nitrato de prata à solução contendo o analito. O excesso da prata é titulado com uma solução padrão de tiocianato, usando-se íons ferro (III) como indicador, segundo as reações:



Para titular brometo e iodeto não é necessário remover o precipitado antes da reação com tiocianato. Por outro lado, na titulação de cloreto, o precipitado de cloreto de prata é mais solúvel que o tiocianato de prata e por isso deve ser removido da solução antes da titulação com tiocianato.



Outra alternativa, é a adição de pequena quantidade de nitrobenzeno à solução, o qual recobrirá as partículas de cloreto de prata, impedindo-as de reagirem com tiocianato. O método de Volhard será empregado para determinar o teor de KBr numa amostra de sal.

PROCEDIMENTO

1. Preparação e padronização da solução de KSCN $\approx 0,05$ mol/L. Calcular e pesar quantidade de KSCN para preparar 1000 mL de solução de aproximadamente 0,05 mol/L. Dissolver em água destilada, transferir e completar para um balão volumétrico de 1000 mL. Pipetar quantidade de solução padrão de AgNO_3 a ser titulada com essa solução de KSCN que consuma aproximadamente 15 mL do titulante e transferir para um erlenmeyer de 250 mL. Adicionar 5 mL de HNO_3 6 mol/L, 1 mL de solução saturada de $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ (indicador) e titular com a solução de KSCN até a primeira mudança perceptível da coloração alaranjado-vermelho. Isto ocorre cerca de 1% antes do ponto de equivalência devido ao fato dos íons prata estarem adsorvidos na superfície do precipitado. Continuar a titulação até o aparecimento de uma coloração avermelhada persistente sob forte agitação. Determinar a concentração de KSCN.

2. Análise da amostra. Pesar aproximadamente 0,065 g ($\pm 0,1$ mg) de amostra em um

erlenmeyer de 125 mL, dissolver em 10 mL de água destilada e acrescentar 5 mL de HNO_3 6 mol/L. Calcular o volume aproximado de AgNO_3 0,05 mol/L que se deve adicionar para precipitar todo brometo e adicione um excesso de mais 15 mL. Acrescentar 1 mL de solução saturada de $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$, (indicador), titular com a solução padrão de KSCN mantendo o sistema sob forte agitação até o aparecimento de uma coloração marrom-avermelhada persistente.

RELATÓRIO: EXPERIÊNCIA Nº 07

1. Introdução

2. Objetivo(s)

3. Preparação da solução de KSCN

a. Massa (g) de KSCN utilizada

4. Padronização da solução de KSCN

4.1. Concentração molar da solução padrão de AgNO_3 (Experiência Nº 6)

4.2. Volume (mL) de solução padrão de AgNO_3 usado na padronização

4.3. Volumes gasto (mL) de solução de KSCN (Tabela 1)

Tabela 1 – Resultados da padronização da solução de KSCN

Equipes	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
$V_{\text{KSCN}}(\text{mL})$												
$M_{\text{KSCN}}(\text{mol/L})$												

4.5. Aplicar teste $Q_{90\%}$ para as molaridades encontradas (Tabela 1)

4.6. Concentração molar média da solução de KSCN $\pm s$.

5. Análise da amostra

5.1. Massa (g) de amostra analisada.

5.2. Volume de solução de AgNO_3 adicionado.

5.3. Volumes gastos de solução de KSCN (Tabela 2).

Tabela 2. Resultados da análise de brometo na amostra

Equipes	amostra (mg)	V_{KSCN} (mL)	mmol AgNO_3 adicionado	mmol KSCN	Br^-		
					n (mmol)	m (g)	%
1							
2							
3							
4							
5							
6							
7							
8							
9							
10							
11							
12							

5.4. Aplicar teste $Q_{90\%}$ para as porcentagens encontradas (Tabela 2)

5.5 Porcentagem (%) média de Br^- na amostra $\pm s$.

6. Conclusões

7. Bibliografia

DETERMINAÇÃO DE CÁLCIO EM LEITE E EM PRODUTOS FARMACÊUTICOS

METODOLOGIA DE ANÁLISE: VOLUMETRIA DE COMPLEXAÇÃO

MATERIAIS

Bureta de 25 mL
Béquer 100 e 250 mL
Proveta de 50 mL
Erlenmeyer de 250 mL
Pipetas volumétricas de 10, 15 e 20 mL
Balão volumétrico 100 mL
Agitador e barra magnética

REAGENTES

EDTA 0,0200 mol/L
Amostra de leite
Tampão de amônio (pH=10)
Indicador ErioT (0,5 g em 100 mL etanol)
CaCO₃ p.a.
NaOH 1mol/L
KCN sólido
HCl 6 mol/L
MgCl₂.6H₂O

INTRODUÇÃO

A complexometria é um método analítico volumétrico que compreende a titulação de íons metálicos com agentes complexantes ou quelantes. O agente complexante mais utilizado é o EDTA.

O ácido etilenodiaminotetracético (EDTA) forma complexos estáveis de estequiometria 1:1 com um grande número de íons metálicos em solução aquosa. O EDTA pode ser obtido com alta pureza, na forma do ácido propriamente dito ou na forma do sal dissódico diidratado. As duas formas possuem alta massa molecular, mas o sal dissódico tem a vantagem de ser mais solúvel em água.

Um composto orgânico que tenha dois ou mais grupos capazes de complexar (formar ligantes) com um íon metálico é chamado de agente quelante e o complexo formado é chamado de quelato. A titulação com um agente quelante é chamada de titulação complexométrica. A estrutura química do EDTA é apresentada na Figura 1.

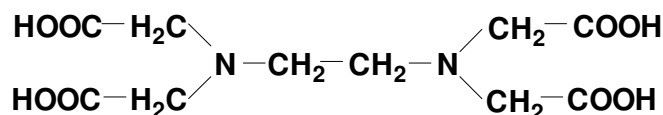


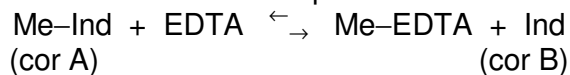
Figura 1. Estrutura química do EDTA.

Um par de elétrons disponível capaz de complexar com o íon metálico, está presente em cada um dos dois nitrogênios e em cada um dos quatro grupos carboxílicos (é um ácido tetraprótico). Assim, existem seis grupos complexantes no EDTA. Este agente complexante pode ser representado pelo símbolo H₄Y. O ligante não protonado Y⁴⁻ é o que forma complexos com os íons metálicos. A Figura 2 ilustra a estrutura do complexo de cálcio-EDTA.

O ponto de viragem das titulações complexométricas é determinado com indicadores metalocrômicos. Os indicadores mais comumente usados são: negro de eriocromo T, alaranjado de xilenol, calcon, calmagita, murexida, violeta de pirocatecol e outros.

Os indicadores metalocrômicos são corantes orgânicos coloridos que formam quelatos com os íons metálicos. O quelato tem uma cor diferente daquela do indicador livre. Para que este processo ocorra na prática, é necessário que a estabilidade do

complexo metal–indicador seja menor que a do complexo–EDTA. Se isto não acontecer, o EDTA não conseguirá deslocar o metal do complexo com o indicador.



O indicador negro de eriocromo T não pode ser empregado na titulação direta do cálcio com EDTA porque a formação do complexo cálcio–indicador provoca uma mudança de cor pouco definida no ponto final da titulação. Para evitar este problema, costuma-se adicionar uma pequena quantidade de Mg^{2+} à solução contendo Ca^{2+} . O complexo Ca-EDTA é mais estável do que o complexo Mg-EDTA e, portanto, é titulado primeiro. Neste caso, deve-se fazer uma correção para compensar a quantidade de EDTA usada para a complexação do Mg^{2+} adicionado.

Uma técnica melhor consiste em adicionar o Mg^{2+} à solução de EDTA e não à solução de cálcio como descrito anteriormente. Estes íons Mg^{2+} reagem rapidamente com o EDTA formando o complexo Mg-EDTA , causando uma redução na concentração molar do EDTA, de tal modo que esta solução deve ser padronizada após a adição do Mg^{2+} . Esta padronização pode ser feita por meio de uma titulação com CaCO_3 dissolvido em ácido clorídrico, ajustando-se o pH, adicionando o indicador a solução e titulando com EDTA. Nesta segunda alternativa não há necessidade de se efetuar nenhuma correção para a quantidade de Mg^{2+} adicionado, pois este já é considerado na padronização do EDTA.

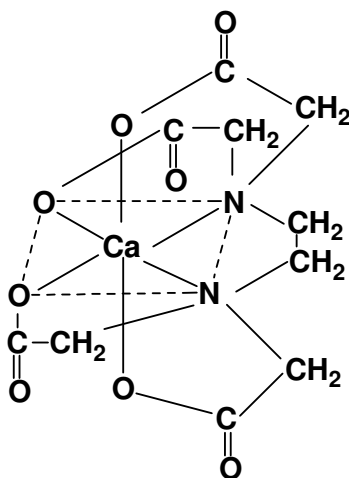


Figura 2. Estrutura do complexo cálcio–EDTA.

PROCEDIMENTO

1. Tampão de amônio pH = 10. Calcular e pesar a massa de NH_4Cl ($\text{MM}=53,49 \text{ g/mol}$) e o volume de NH_3 concentrado necessário para preparar 100 mL de uma solução tampão de amônio $\text{pH}=10$ na concentração $0,1 \text{ mol/L}$. Este tampão é melhor armazenar em frasco de polietileno para evitar a passagem de íons metálicos do vidro para a solução.

2. Solução de Ério T. $0,5\%$ (m /v) de negro de eriocromo T em etanol. A solução de indicador deve ser preparada recentemente, pois é instável.

3. Solução de EDTA $\approx 0,02$ mol/L. Calcular e pesar uma massa do sal $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ($\text{MM}=372,24$ g/mol) necessária para preparar 100 mL de uma solução 0,02 mol/L. Dissolver com água destilada contendo 0,005g de $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, agitar até a dissolução total do sal e completar o volume num balão volumétrico de 100 mL. Esta solução deve ser armazenada em frasco de polietileno.

4. Padronização da solução de EDTA $\approx 0,02$ mol/L. Pesar 180 mg de CaCO_3 p.a. previamente dessecado e dissolver num béquer utilizando a mínima quantidade de solução de HCl 1:1. Evaporar até quase a secura, redissolver em água destilada e transferir para um balão volumétrico de 100 mL. Pipetar uma alíquota de 20 mL desta solução, acrescentar 10 mL de tampão de amônio, 6 a 8 gotas de negro de eriocromo T e titular com a solução de EDTA .

5. Análise de Leite.

5.1. Pré-titulação da amostra. Pipetar 1,0 mL da amostra, acrescentar 25 mL de água destilada, 2 mL de tampão amônio, 3 a 4 gotas de Erio T e titular com a solução de EDTA padrão. Determinar a concentração aproximada de cálcio no leite. Calcular o volume de amostra que deve ser pipetada para consumir cerca de 15 mL de solução de EDTA padrão.

5.2. Análise da amostra. Pipetar o volume da amostra calculado a partir do item 5 e titular conforme o procedimento do item 4.

6. Análise de Leite de magnésia. Pesar uma amostra contendo cerca de 0,2 – 0,3g (precisão de 0,1 mg) em um erlenmeyer. Adicionar 10 mL de HCl 0,1mol/L para dissolver a amostra (suspensão). Acrescentar 10 mL de tampão $\text{NH}_4^+/\text{NH}_4\text{OH}$. Aquecer a solução a cerca de 60°C. Adicionar 3 a 4 gotas de indicador Erio-T e titular ainda quente com solução padrão EDTA até a mudança de coloração da solução. Determinar a concentração de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ na amostra.

1. Objetivo(s)

2. Padronização da solução de EDTA

2.1. Massa (mg) de CaCO_3 utilizada.

2.2. Volume da solução padrão preparada

2.3. Volumes gastos (mL) de solução de EDTA (Tabela 1)

Tabela 1. Resultados da padronização da solução de EDTA

Equipes	EDTA	
	V (mL)	M (mol/L)
1		
2		
3		
4		
5		
6		
7		
8		
9		
10		

2.4. Aplicar teste $Q_{90\%}$ para as molaridades encontradas (Tabela 1)

2.5. Concentração molar média da solução de EDTA $\pm s$

3. Análise da amostra de Leite

3.1. Pré-titulação

3.2. Volume (mL) de amostra analisada.

3.3. Volumes gastos de solução de EDTA (Tabela 2).

Tabela 2. Resultados da determinação do teor de cálcio em amostra de leite

Equipe	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
V_{EDTA} (mL)										
mg cálcio /100mL leite										

3.4. Aplicar o teste $Q_{90\%}$ para as massas encontradas

3.5. Massa média (mg) de cálcio por 100 mL de leite $\pm s$.

4. Análise de Leite de Magnésia

4.1. massa (g) de amostra analisada (completar Tabela 3)

4.2. Volumes gastos de EDTA (completar Tabela 3)

4.3. %s de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ na amostra (completar Tabela 3)

4.4. Aplicar o Teste Q 90%

4.5. Porcentagem média de $\text{Mg}(\text{OH})_2 \pm s$

Tabela 3. Resultados da determinação do teor de hidróxido magnésio em amostra

Equipe	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Massa (g)										
V_{EDTA} (mL)										
%										

5. Conclusões

6. Bibliografia

DETERMINAÇÃO DE CÁLCIO EM SUPLEMENTO ALIMENTAR E DETERMINAÇÃO DA DUREZA DE ÁGUAS

METODOLOGIA DE ANÁLISE: VOLUMETRIA DE COMPLEXAÇÃO

MATERIAIS

Bureta de 25 mL
Béquer 100 e 250 mL
Proveta de 50 mL
Erlenmeyer de 125 mL
Pipetas volumétricas de 10, 15 e 20 mL
Balão volumétrico 100 mL
Aagitador e barra magnética

REAGENTES

EDTA padrão
Amostra de suplemento alimentar
Amostra de água mineral
Tampão de amônio (pH=10)
Indicador ErioT
Calcon
NaOH

INTRODUÇÃO

De todos os minerais presentes no corpo humano o elemento cálcio é o mais abundante: 98% deste elemento está presente nos ossos e 1% nos dentes, o restante em todos os outros tecidos. Trata-se de um elemento essencial para determinadas reações metabólicas tais como a contração muscular. O soro sanguíneo contém de 4,5 a 5,5 mmol/L de cálcio e um aumento ou decréscimo significativo de cálcio produz sintomas patológicos como a hipocalcemia, que ocorre quando a concentração de cálcio cai para 3,5 mmol/L, resultado de uma deficiência no hormônio paratireóide ou de uma deficiência em vitamina D. O tratamento padrão de um paciente hipocalcêmico consiste na injeção intravenosa de gluconato de cálcio, extrato de paratireóide e vitamina D. Em casos menos agudos, 1 a 5 gramas de carbonato ou gluconato de cálcio devem ser administrados oralmente três vezes ao dia. Gluconato de cálcio é encontrado em tabletes ou em solução. O ânion é resultante de um ácido orgânico fraco e não produz acidez como a do íon cloreto no estômago.

A dureza da água é propriedade decorrente da presença de metais alcalinos terrosos e resulta da dissolução de minerais do solo e das rochas ou do aporte de resíduos industriais. É definida como uma característica da água, a qual representa a concentração total de sais de cálcio e de magnésio, expressa como carbonato de cálcio (mg L^{-1}). Quando a concentração desses sais é alta, diz-se que a água é dura e, quando baixa, que é mole. Geralmente se classifica uma água de acordo com a sua concentração total de sais conforme mostra a Tabela 1 (Langelier, 1946).

A dureza total de uma amostra de água é determinada por titulação dos íons cálcio e magnésio, com solução de EDTA em pH 10, usando o negro de eriocromo T como indicador. O resultado é expresso como $\text{CaCO}_3 \text{ mg L}^{-1}$.

Tabela 1. Classificação de águas naturais, de acordo com a concentração total de sais de cálcio e de magnésio, expressa em carbonato de cálcio (mg L^{-1}).

Classificação	Concentração como CaCO_3 (mg L^{-1})
Águas moles	< 50
Águas moderadamente moles	50 a 100
Águas levemente moles	100 a 150
Águas moderadamente duras	150 a 250
Águas duras	250 a 350
Águas muito duras	> 350

PROCEDIMENTO

1. Preparação da solução da amostra de suplemento alimentar. Triturar um tablete de carbonato de cálcio, dissolver em 30 mL de HCl 0,1 mol/L e diluir com água destilada num balão volumétrico de 1000 mL.

1.2. Pré-titulação. Pipetar uma alíquota de 1,0 mL de amostra, 20 mL de água destilada e transferir para um erlenmeyer de 125 mL. Adicionar 2 mL de tampão de amônio (pH=10), 8 gotas de indicador negro de eriocromo T e titular com a solução padrão de EDTA até a mudança de cor vermelho-vinho para azul. Determinar a concentração aproximada de cálcio na amostra. Calcular o volume de amostra que deve ser pipetada para consumir cerca de 15 mL da solução padrão de EDTA.

1.3. Análise da amostra. Pipetar o volume calculado no item 2 e transferir para um erlenmeyer de 250 mL. Adicionar a cada alíquota 20 mL da água destilada, 10 mL de tampão de amônio (pH=10) e 8 a 10 gotas de indicador negro de eriocromo-T. Titular com a solução padrão de EDTA até a mudança da coloração vermelho-vinho para azul.

2. Análise de amostras de água

Determinação da dureza de águas.

Pipetar 50 mL da amostra, adicionar 3 mL de tampão de pH 10 e 6 gotas de indicador negro de eriocromo T. Titular com solução de EDTA os íons cálcio e magnésio até a mudança da coloração da solução de vinho para azul. Repita com mais duas amostras. O resultado é expresso como $\text{CaCO}_3 \text{ mgL}^{-1}$. Classifique a água de acordo com a Tabela 1 (Langelier, 1946).

Determinação de cálcio utilizando Calcon como indicador.

Pipetar 50 mL da amostra, adicionar 30 gotas de NaOH 50% (ou adiciona-se solução de NaOH 1 molL^{-1} para fixar em pH 12), agitar durante 2 minutos para precipitar o Mg(OH)_2 (que pode não estar visível) e 6 gotas de indicador Calcon. Titular com solução de EDTA os íons cálcio até a mudança da coloração da solução de violeta para azul. Repita com mais duas amostras. O resultado é expresso como Cálcio mgL^{-1} .

Logo o número de mols de EDTA gastos na titulação da mistura dos íons Ca e Mg (Erio T em pH 10), menos o número de mols gastos na titulação dos íons Ca (Calcon em pH 12), é igual ao número de mols de íons Mg presentes na amostra.

RELATÓRIO: EXPERIÊNCIA Nº 09

1. Objetivo(s)

2. Análise da amostra de suplemento alimentar

- 2.1. Massas de amostra tomada para análise.
- 2.2. Volume (mL) de solução de amostra preparada.
- 2.3. Pré-titulação ($V=1,0 \text{ mL}$)
- 2.4. Volume de solução de amostra tomada para análise.
- 2.5. Concentração molar da solução padrão de EDTA $\pm s$ (Experiência 9)
- 2.6. Volumes gastos de solução padrão de EDTA (Tabela 2)
- 2.7. mg de cálcio por comprimido (Tabela 2)

Tabela 2. Resultados da determinação do teor de cálcio em suplemento alimentar

Equipe	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
V(mL)EDTA Suplemento alimentar												
mg de cálcio por comprimido												

- 2.8. Aplicar Teste Q para mg de cálcio por comprimido.
 2.9. Porcentagem de Ca^{2+} no comprimido $\pm s$.
 2.10. Comparar o resultado obtido (mg de cálcio por comprimido) na experiência N°2 (Análise Gravimétrica). Aplicar o Teste F para verificar se existe uma diferença significativa entre os dois métodos.

3. Análise da amostras de Água mineral

- 3.1. Volume de amostra tomada para análise.
 3.2. Concentração molar da solução padrão de EDTA $\pm s$ (Experiência 9)
 3.3. Volumes gastos de solução padrão de EDTA (Tabela 3)
 3.4. mg de cálcio + magnésio por litro de amostra (Tabela 3)
 3.5. mg de cálcio por litro de amostra (Tabela 3)
 3.6. mg de carbonato de cálcio por por litro de amostra (dureza da água) (Tabela 3)
 3.7. mg de carbonato de cálcio por por litro de amostra $\pm s$ (dureza da água)

4. Análise da amostra de Água de coco

- 4.1. Volume de amostra tomada para análise.
 4.2. Concentração molar da solução padrão de EDTA $\pm s$ (Experiência 9)
 4.3. Volumes gastos de solução padrão de EDTA (Tabela 3)
 4.4. mg de cálcio + magnésio por litro de amostra (Tabela 3)
 4.5. mg de cálcio por litro de amostra $\pm s$ (Tabela 3)
 4.6. mg de carbonato de cálcio por por litro de amostra (Tabela 3)
 4.7. mg de carbonato de cálcio por por litro de amostra $\pm s$

Tabela 3. Resultados da determinação do teor de cálcio em águas e da dureza de águas. Volumes gastos de EDTA na titulação de cálcio e de cálcio + magnésio.

Equipe	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
V(mL)EDTA Água mineral												
mg Ca+Mg/L												
mg cálcio/L												
mg CaCO_3 /L												
V(mL)EDTA Água de coco												
mg Ca+Mg/L												
mg cálcio/L												
mg CaCO_3 /L												

5. Conclusões

6. Bibliografia

EXPERIÊNCIA Nº 10**DETERMINAÇÃO DE PERÓXIDO DE HIDROGÊNIO EM ÁGUA
OXIGENADA****METODOLOGIA DE ANÁLISE: VOLUMETRIA DE OXIDO-REDUÇÃO****MATERIAIS**

Bureta 25mL
 Béquer 100 e 250mL
 Proveta de 50 mL
 Erlenmeyer 125mL
 Pipeta volumétrica 5 e 20mL
 Vidro relógio
 Balão volumétrico 1000mL

REAGENTES

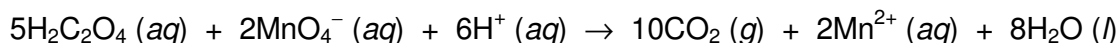
KMnO₄ 0,0200 mol/L
 H₂SO₄ 1 mol/L
 Na₂C₂O₄ 0,0500 mol/L (Sol. Padrão)
 Água oxigenada 10 volumes

INTRODUÇÃO

O permanganato de potássio é um agente titulante largamente empregado em volumetria redox. Ele mesmo atua como indicador para a detecção do ponto final da titulação, sendo um agente oxidante forte ($E^{\circ} = 1,51 \text{ V}$).

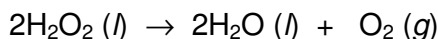


Sua solução é estável se precauções forem tomadas durante a sua preparação. Quando a solução é recém preparadas pequenas quantidades de impurezas redutoras estão presentes reduzindo uma quantidade de MnO₄⁻. A solução pode ser estabilizada quando submetida à fervura para acelerar a oxidação das impurezas redutoras, e após repouso por uma noite o MnO₂ produzido é removido em cadinho filtrante, enquanto a solução de KMnO₄ é recolhida e armazenada em frasco escuro. Em meio ácido, o permanganato pode ser padronizado com uma solução padrão de oxalato de sódio.



No início, a reação é lenta mesmo sob aquecimento solução, mas com o aumento da concentração do catalisador Mn²⁺ a reação é acelerada.

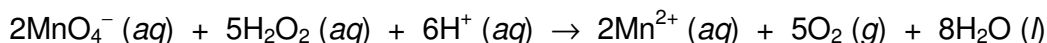
O peróxido de hidrogênio é um agente oxidante que tem efeito bactericida proveniente da liberação de oxigênio nascente. Na concentração de 3% a solução é usada como anti-séptica que se apresenta incolor, podendo apresentar odor que lembra o de ozônio. Decompõe-se rapidamente em contato com substâncias oxidantes ou redutoras e por efeito de luz e calor. As soluções de peróxido de hidrogênio não são estáveis, razão pela qual os produtos comerciais costumam conter certas substâncias orgânicas, por exemplo, acetanilida, uréia e ácido úrico adicionado para torná-las mais estáveis. Das referidas substâncias, somente a uréia não consome permanganato. As concentrações das soluções comerciais de peróxido de hidrogênio são expressas em volumes de oxigênio (10, 20, 30, 40 e 100 volumes) que são capazes de produzir por decomposição.



Assim, uma solução de peróxido de hidrogênio 10 volumes, aproximadamente 3% em H₂O₂, é capaz de fornecer volume 10 vezes maior em gás oxigênio medido a 0°C e

760 torr (mmHg).

Na titulação de peróxido de hidrogênio com permanganato em meio ácido é representada pela reação estequiométrica:



As primeiras gotas da solução descoram lentamente, mas depois de iniciada a titulação a reação é rápida até o ponto final.

PROCEDIMENTO

1. Preparação da solução de $\text{KMnO}_4 \cong 0,02 \text{ mol/L}$. Pesar de 3,2 a 3,3 g de KMnO_4 em vidro relógio, transferir para um béquer de 1500 mL adicionar 1000 mL de água, cobrir com um vidro relógio e aquecer a solução até a ebulição e ferver moderadamente durante 30 a 60 minutos. Deixar em repouso durante uma noite e filtrar através de um cadinho filtrante. Recolher o filtrado num frasco limpo com solução sulfúrico-crômica e água destilada. Transferir a solução de permanganato para um frasco escuro bem vedado.

2. Preparação da solução padrão de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 0,05000 \text{ mol/L}$. Pesar 6,7000 g do padrão primário $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ previamente seco a 110°C por uma hora. Dissolver em água destilada, transferir para um balão volumétrico de 1000 mL e completar o volume.

3. Preparação de solução de $\text{H}_2\text{SO}_4 1 \text{ mol/L}$. Pipetar 55 mL de ácido sulfúrico concentrado, densidade 1,84, e diluir para um litro de solução.

4. Padronização da solução de KMnO_4 . Calcular volume de solução padrão de oxalato de sódio $0,05000 \text{ mol/L}$ que consuma aproximadamente 15 mL de solução de KMnO_4 . Utilizando pipeta volumétrica adequada transferir a solução padrão de oxalato de sódio para um erlenmeyer de 125 mL, adicionar aproximadamente 30 mL de água destilada, 20 mL de ácido sulfúrico 1 mol/L . Aquecer a solução próximo a 80°C , tomando o cuidado de não ultrapassar esta temperatura para evitar a decomposição do oxalato. Titular lentamente a quente com solução de permanganato de potássio. Inicialmente a reação é lenta, aumentando sua velocidade com o acréscimo da quantidade de Mn(II) catalisador em solução. O ponto final da titulação é alcançado com pequeno excesso de solução titulante, visualizado pelo aparecimento de uma coloração violeta clara (rósea) permanente.

5. Pré-titulação. Pipetar 1,0 mL de amostra, transferir para um erlenmeyer de 250 mL, adicionar aproximadamente 30 mL de água destilada e 20 mL de ácido sulfúrico 1 mol/L . Iniciar a titulação com a solução padrão de permanganato, lentamente até o aparecimento de uma coloração violeta clara (a reação é lenta no início da titulação). Calcular o volume de água oxigenada necessário para preparar 100 mL de solução diluída, com concentração aproximada de $0,02 \text{ mol/L}$ (que consuma o mesmo volume de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$).

6. Análise da amostra. Transferir 20 mL de solução de água oxigenada a um erlenmeyer de 250 mL, adicionar aproximadamente 30 mL de água destilada, 20 mL de ácido sulfúrico 1 mol/L e iniciar a titulação com a solução de permanganato padrão, lentamente, até o aparecimento de uma coloração violeta clara.

1. Objetivo(s)

2. Padronização da solução de KMnO_4

- 2.1. Concentração molar da solução de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$.
- 2.2. Volume (mL) de solução de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ titulado.
- 2.3. Volumes gastos de solução de KMnO_4 (Tabela 1).

Tabela 1 – Resultados da padronização da solução de KMnO_4

Equipes	KMnO_4	
	V (mL)	M (mol/L)
1		
2		
3		
4		
5		
6		
7		
8		
9		
10		
11		
12		

- 2.4. Aplicar teste $Q_{90\%}$ para as molaridades encontradas (Tabela 1)
- 2.5. Concentração molar média da solução de $\text{KMnO}_4 \pm s$:

3. Análise da amostra (Resultados experimentais e cálculos)

- 3.1. Pré-titulação
- 3.2. Volume (mL) de amostra analisada.
- 3.2. Volume de solução de amostra preparada.
- 3.3. Alíquota de solução de amostra tomada para análise.
- 3.4. Volumes gastos de solução padrão de KMnO_4 (Tabela 2).

Tabela 2 – Resultados da análise de H_2O_2 na amostra

Equipes	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
V_{KMnO_4} (mL)												
% H_2O_2												

- 3.5. Aplicar teste Q para as % de H_2O_2 na amostra (Tabela 2).
- 3.6. Porcentagem de H_2O_2 na amostra $\pm s$.
- 3.7. Força em volume da água oxigenada.

4. Conclusões

5. Bibliografia

EXPERIÊNCIA Nº 11**DETERMINAÇÃO DE CLORO ATIVO EM ALVEJANTE****METODOLOGIA DE ANÁLISE: VOLUMETRIA REDOX****MATERIAIS**

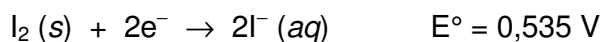
Balão volumétrico de 100 mL
 Erlenmeyer de 125 e 250 mL
 Bureta de 25 mL
 Pipetas volumétricas de 1, 10, 20 e 50 mL
 Proveta de 50 mL
 Termômetro

REAGENTES

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,100 mol/L
 KIO_3 sólido
 KI sólido
 HCl 1 mol/L
 Amido
 CH_3COOH (1:4)

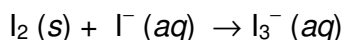
INTRODUÇÃO

Na análise volumétrica, os métodos que envolvem a redução do iodo (método iodimétrico) ou a oxidação do íon iodeto (método iodométrico) são baseados na semi-reação:



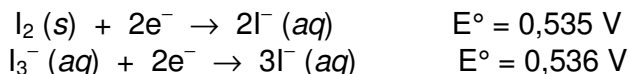
Titulações com iodo (I_2) são chamadas de Métodos Iodimétricos. Na iodimetria o iodo é um agente oxidante moderadamente forte e pode ser usado para titular agente redutor. Estas titulações são geralmente realizadas em meio neutro ou alcalino (pH=8) ou fracamente ácido.

O iodo (I_2) tem uma baixa solubilidade em água, mas o complexo I_3^- é muito solúvel. Assim, soluções de iodo são preparadas dissolvendo I_2 em uma solução concentrada de iodeto de potássio:



I_3^- é a espécie usada na titulação.

A formação de I_3^- não altera nem produz erros no método porque os potenciais padrões de eletrodo das semi-reações são praticamente iguais.

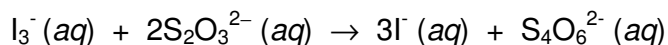
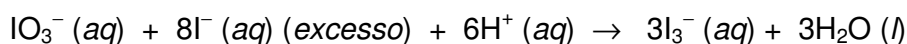


O ponto final na iodimetria, onde o titulante é o I_3^- e o analito é um agente redutor, é detectado pelo aparecimento da cor azul do complexo com o amido, usado como indicador.

Na iodometria o íon iodeto é um agente redutor fraco e reduzirá agentes oxidantes fortes. Ele não é usado, no entanto, como titulante, por não existir um indicador adequado para localizar o ponto final, bem como, outros fatores como a velocidade de reação.

Quando um excesso de iodeto é adicionado a uma solução de um agente oxidante, I_2 é produzido em uma quantidade equivalente ao agente oxidante presente. Este I_2 pode ser titulado com um agente redutor e o resultado será o mesmo como se o agente oxidante fosse titulado diretamente. O titulante usado é o tiossulfato de sódio, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. A análise de um agente oxidante desta forma é chamada de Método Iodométrico.

Considere, por exemplo, a padronização de íon tiossulfato com iodato em meio ácido na presença de iodeto:

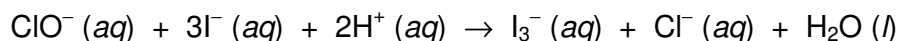


Cada IO_3^- produz 3I_3^- , que reagem com $6\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$. O ponto final da iodometria, em que o analito é um agente oxidante que reage com I^- para formar I_2 e, este é titulado com o tiosulfato, é alcançado com o desaparecimento da cor azul do complexo amido-iodo.

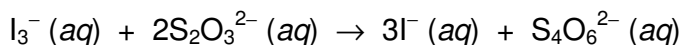
O indicador mais empregado nos métodos iodométricos e iodimétricos é a suspensão de amido. Uma suspensão aquosa de amido quando adicionada a uma solução que contenha traços de íon triiodeto, produz intensa coloração azul devido à adsorção do íon triiodeto pelas macromoléculas coloidais do amido. O amido é formado por dois constituintes: amilose (β -amilose) e a amilopectina (α -amilose). A amilose forma um complexo de adsorção com o I_3^- de cor azul intensa e a amilopectina, de cor violácea, sendo este último mais estável e indesejável por não apresentar um comportamento reversível.

A maioria dos produtos de limpeza comerciais contém um meio abrasivo e um agente de limpeza tais como carbonato de cálcio e de sódio, que compõe mais do que 98% da massa do produto. Além disso, estes produtos geralmente contêm pequenas quantidades de alvejantes (oxidantes), detergentes aniônicos, fragrância e corantes. Para a determinação da capacidade oxidante de um produto de limpeza, uma quantidade suficiente de ácido deve ser adicionada para neutralizar os carbonatos presentes e proporcionar um meio ácido para a oxidação do íon iodeto pelo agente oxidante.

A água sanitária é uma solução alvejante e desinfectante que possui até 5% de hipoclorito de sódio (m/m) como agente oxidante. A determinação do teor de hipoclorito baseia-se na seguinte reação:



O iodo liberado é titulado com a solução de tiosulfato de sódio em presença de amido na qualidade de indicador, segundo a reação:



PROCEDIMENTO:

1. Preparação de solução de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \approx 0,1 \text{ mol/L}$. Ferver cerca de 1200 mL de água destilada por 5 a 10 minutos para assegurar a esterilidade (soluções de tiosulfato de sódio são susceptíveis ao ataque por bactérias, alterando a concentração molar com o tempo) e para expelir o CO_2 . Resfriar à temperatura ambiente. Pesar 25 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, transferir para um balão volumétrico de 1 litro e dissolver na água destilada previamente fervida. Adicionar 0,1 g de Na_2CO_3 e agitar até dissolução total (o carbonato de sódio é adicionado para manter a solução neutra ou ligeiramente alcalina e estabilizar a mesma. Estocar esta solução na geladeira).

2. Solução de amido como indicador. Fazer uma pasta com 2 g de amido e 25 mL de água, acrescentar sob agitação 250 mL de água fervendo e manter o sistema fervendo por mais 2 minutos. Adicionar 1g de ácido bórico. Resfriar e guardar em frasco bem fechado.

3. Padronização da solução de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \approx 0,1 \text{ mol/L}$. Pesar aproximadamente 0,0500 g de KIO_3 previamente dessecado a 150 a 180°C durante cerca de 1 hora. Transferir para

um erlenmeyer de 125 mL e dissolver em 25 mL de água destilada. Adicionar 1 g de KI e, após a dissolução, 10 mL de HCl 1 mol/L. Titular imediatamente com solução de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ até que a coloração da solução se torne amarela muito fraca. Adicionar então, 5 mL de suspensão de amido e prosseguir a titulação até o desaparecimento da coloração azul.

4. Pré-titulação da amostra. Pipetar 1 mL de amostra, adicionar 1 g de KI e 25 mL de água. Acrescentar 20 mL de ácido acético 1:4 e titular com $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ até obter uma coloração amarela fraca. Adicionar 5 mL de amido e continuar a titulação até o desaparecimento da cor azul. Calcular a concentração aproximada da NaClO na amostra observando a estequiometria da reação. Calcular o volume de amostra necessário para preparar 250 mL de solução diluída da amostra com concentração aproximada de 0,05 mol/L (que consuma o mesmo volume de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$).

5. Análise da amostra de hipoclorito (NaClO). Pipetar uma alíquota da solução da amostra (preparada no item 4) que consuma aproximadamente 15 mL da solução de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ para um erlenmeyer. Adicionar 1 g de KI, 25 mL de água, 20 mL de ácido acético 1:4 e, com o auxílio de uma bureta, titular com solução padrão de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ até a cor amarela clara. Adicionar 5 mL de suspensão de amido e titular até desaparecer a coloração azul.

1. Objetivo(s)

2. Padronização da solução de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

2.1. Massa (mg) de KIO_3 utilizada.

2.2. Volumes (mL) gastos de solução de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (Tabela 1)

Tabela 1 - Resultados da padronização da solução de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Equipes	KIO_3 m (mg)	IO_3^- n (mmol)	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	
			V (mL)	M (mol/L)
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
8				
9				
10				
11				
12				

2.3. Aplicar teste $Q_{90\%}$ para as molaridades encontradas (Tabela 1)

2.4. Concentração molar média da solução de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \pm s$.

3. Análise da amostra (Resultados Experimentais e Cálculos)

3.1. Pré-titulação.

3.2. Volume (mL) de amostra tomada para análise.

3.3. Volume de solução de amostra preparada.

3.4. Alíquotas de solução de amostra tomada para análise.

3.5. Volumes gastos de solução de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (Tabela 2).

Tabela 2. Resultados da análise de NaClO na amostra

Equipes	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
$V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}(\text{mL})$												
% NaClO												

3.7. % de NaClO na amostra (Tabela 2).

3.8. Aplicar Teste Q para as % de NaClO na amostra.

3.9. % de NaClO na amostra $\pm s$.

3.10. Aplicar o limite de confiança (intervalo de confiança) para um nível de 95% e encontrar o intervalo mais provável de % de NaClO na amostra.

5. Conclusões

6. Bibliografia

EXPERIÊNCIA Nº 12**DETERMINAÇÃO DE ÁCIDO ASCÓRBICO****METODOLOGIA DE ANÁLISE: VOLUMETRIA REDOX****MATERIAIS**

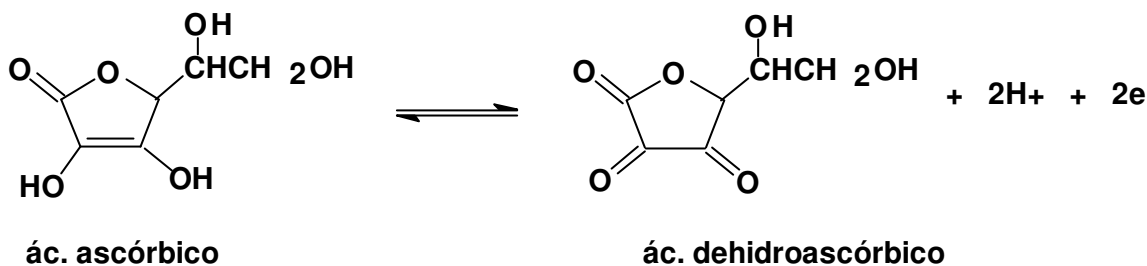
Bureta de 25 mL
 Béquer de 100 e 250 mL
 Erlenmeyer de 125 mL
 Balões volumétricos de 200 e 500 mL
 Pipetas volumétricas de 5, 10, 25 e 50 mL

REAGENTES

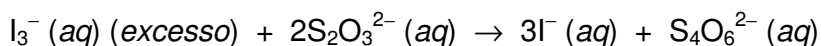
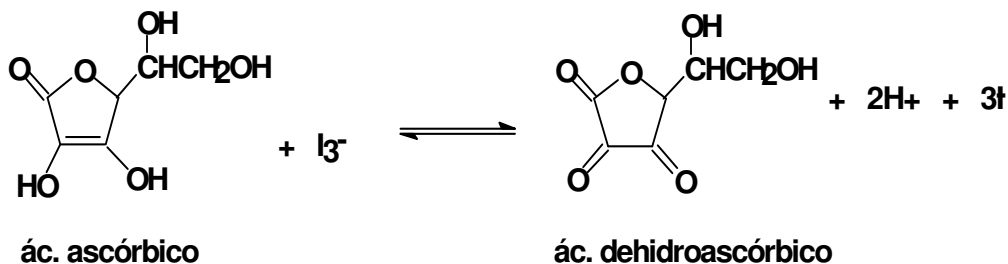
I₂ sólido
 KI sólido
 Amido sólido
 Na₂S₂O₃ 0,100 mol/L
 Comprimidos de vitamina C
 Sucos cítricos

INTRODUÇÃO

A vitamina C ou ácido ascórbico (C₆H₈O₆ 176,13 g/mol) é facilmente oxidada ao ácido deidroascórbico:



O iodo é um oxidante de poder moderado de tal modo que oxida o ácido ascórbico somente até ácido deidroascórbico. A reação básica envolvida na titulação é:



Lembre-se que a vitamina C é rapidamente oxidada pelo próprio oxigênio dissolvido na solução. Assim, as amostras devem ser analisadas o mais rápido possível depois de dissolvidas. O frasco de titulação deve ser fechado com papel alumínio durante a titulação para evitar a absorção de oxigênio adicional do ar. A agitação contínua em um erlenmeyer aberto pode absorver quantidade suficiente de oxigênio e causar erro no método. Uma alternativa é analisar o ácido ascórbico através da titulação de retorno. Adiciona-se um excesso de solução de iodo (I₃⁻) à solução contendo o analito. O I₃⁻ que não reagiu com a vitamina C é titulado com solução padrão de Na₂S₂O₃ empregando o amido como indicador.

PROCEDIMENTO

1. Preparação da solução de $I_2 \cong 0,03 \text{ mol/L}$. Calcular a massa necessária para preparar 100 mL de uma solução de iodo 0,03 mol/L. Pesar o iodo em um vidro relógio, transferir para um béquer de 100 mL contendo 2,0 g de iodeto de potássio dissolvido em 2,5 mL de água e agitar cuidadosamente para dissolver o iodo. Transferir para um balão de 100 mL, completar o volume e estocar em frasco escuro.

2. Padronização da solução de $I_2 \cong 0,03 \text{ mol/L}$. Pipetar 25 mL da solução de iodo e transferir para um erlenmeyer de 125 mL. Titular com solução padrão de $Na_2S_2O_3$ até a coloração da solução se tornar levemente amarelada. Adicionar 1 a 2 mL de solução de amido e prosseguir a titulação até o desaparecimento da coloração azul. Calcular a concentração molar da solução de I_2 .

3. Preparação da solução de vitamina C. Pesar um comprimido efervescente contendo 1,0 g de ácido ascórbico. Adicionar aproximadamente 50 mL de água destilada isenta de O_2 , fechar o frasco e agitar até a dissolução. Completar o volume até 250 mL com água destilada isenta de O_2 . (1 comprimido de 2g / 500 mL)

4. Pré-titulação (pelo Método Direto). Pipetar uma alíquota de 1 mL da solução da amostra, transferir para um erlenmeyer de 125 mL, adicionar 5 mL de solução de amido. Titular rapidamente com solução padrão de I_2 até o aparecimento da cor azul e calcular a concentração aproximada de ácido ascórbico na solução da amostra.

5. Análise da vitamina C pelo método de titulação de retorno. Pipetar uma alíquota de 10 mL da solução da amostra e transferir para um erlenmeyer de 125 mL. Calcular o volume de solução de I_2 necessário para reagir completamente com o ácido ascórbico na alíquota e adicionar um volume em excesso de 15 mL. Titular o excesso de iodo com solução padrão de $Na_2S_2O_3$ até a coloração da solução se tornar levemente amarelada. Adicionar, então, 5 mL de suspensão de amido e prosseguir a titulação até o desaparecimento da coloração azul. Repetir mais duas vezes, porém sem transferir a amostra seguinte para o erlenmeyer até que a anterior tenha sido titulada. Calcular a quantidade de ácido ascórbico em mg/g e mg/comprimido.

6. Experimento opcional: análise de amostras de sucos cítricos. Pipetar uma alíquota de 25 a 50 mL de amostra previamente filtrada. Acrescentar 10 mL de solução padrão de I_2 e titular conforme item 5. Compare o conteúdo de vitamina C de uma amostra de suco recém preparada com uma segunda amostra do suco que tenha sido agitada durante 30 min. Faça o mesmo procedimento com uma amostra de suco comercial.

QMC 5305 – Química Analítica Quantitativa
RELATÓRIO: EXPERIÊNCIA Nº 12

1. Introdução

2. Objetivo(s)

3. Padronização da solução de I_2

- 3.1. Volume (mL) de solução de I_3^- titulado.
3.2. Concentração molar da solução de $Na_2S_2O_3 \pm s$ (Experiência 12).
3.3. Volumes gastos de solução de $Na_2S_2O_3$ (Tabela 1)

Tabela 1 – Resultados da padronização da solução de I_3^- .

Equipes	$V_{Na_2S_2O_3}$ (mL)	$M_{I_3^-}$ (mol/L)
1		
2		
3		
4		
5		
6		
7		
8		
9		
10		
11		
12		

- 3.4. Aplicar teste $Q_{90\%}$ para as molaridades de I_3^- encontradas (Tabela 1).
3.5. Concentração molar média da solução de $I_3^- \pm s$.

4. Análise de amostra de comprimido (Resultados Experimentais e Cálculos)

- 4.1. Pré-titulação
4.2. Massa (g) do comprimido analisado.
4.3. Volume (mL) de solução de amostra preparada.
4.4. Volume de solução de amostra tomada para análise.
4.5. Volume de solução de iodo adicionada.
4.6. Volumes gastos de solução de $Na_2S_2O_3$ (Tabela 2).

Tabela 2. Resultados da análise de ácido ascórbico na amostra

Equipes	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
$V_{Na_2S_2O_3}$ (mL)												
Massa (g) ácido ascórbico/ comp.												

- 4.7. Aplicar teste $Q_{90\%}$ massa (g) de ácido ascórbico por comprimido (Tabela 2).
4.8. Massa (g) de ácido ascórbico por comprimido $\pm s$.
4.9. Aplicar o limite de confiança (intervalo de confiança) para um nível de 95% e encontrar o intervalo mais provável da massa (g) de ácido ascórbico por comprimido.

5. Análise de amostra de suco.

- 5.1. Pré-titulação.
- 5.2. Volume (mL) de amostra analisada.
- 5.3. Volume de solução de iodo adicionada.
- 5.4. Volumes gastos de solução de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (Tabela 3)
- 5.5. Massa (mg) de ácido ascórbico por 200 mL de suco (Tabela 3).
- 5.6. Aplicar teste $Q_{90\%}$ para a massa (g) de ácido ascórbico / 200 mL de suco (Tabela 3).
- 5.7. Massa (mg) de ácido ascórbico por 200 mL de suco $\pm s$.

Tabela 3. Resultados da análise de ácido ascórbico na amostra

Equipes	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
$V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ (mL)												
Massa (mg) ácido ascórbico/ 200mL suco												

6. Conclusões**7. Bibliografia**

EXPERIÊNCIA Nº 13**DETERMINAÇÃO GRAVIMÉTRICA DE CÁLCIO EM SUPLEMENTO ALIMENTAR****METODOLOGIA DE ANÁLISE: GRAVIMETRIA****MATERIAIS**

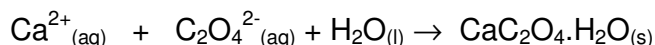
Pesa filtro
Béquer 400, 250 e 100 mL
Proveta 50 mL
Papel filtro quantitativo rápido
Funil analítico
Termômetro
Cadinho filtrante nº 3
Mufla

REAGENTES

NH₄Cl 1 mol/L
NH₃ 6 mol/L
NH₄NO₃ 2% (m/v)
(NH₄)₂C₂O₄ 0,1% (m/v)
Amostra de suplemento alimentar
Vermelho metila (0,02 g +
60 mL etanol + 40 mL água destilada)
HCl concentrado e 6 mol/L
AgNO₃ solução diluída
HNO₃ solução diluída

INTRODUÇÃO

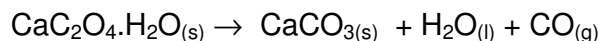
O método consiste em adicionar oxalato de amônio à solução ácida que contém o íon cálcio e, então, elevar gradualmente o pH mediante lenta adição de solução de amônia. O oxalato de cálcio precipita na forma de monohidrato:



O precipitado obtido através da adição de oxalato de amônio à solução fria, neutra ou amoniacal, é constituído de cristais muito finos. A adição do precipitante à solução quente origina cristais maiores, não oferecendo dificuldades à filtração. Entretanto, resultados mais satisfatórios são obtidos por meio da adição de oxalato de amônio à soluções acidificadas e aquecidas, seguidas de gradual neutralização pela adição lenta de amônia.

A precipitação do oxalato de cálcio requer ausência de cátions capazes de formar oxalatos pouco solúveis nestas condições. É admissível apenas a presença de íons alcalinos e magnésio. O oxalato de cálcio e de magnésio é pouco solúvel, mas a separação é possível, porque o oxalato de cálcio precipita rapidamente, enquanto que a velocidade de precipitação do oxalato de magnésio é muito lenta.

Dentre os ânions capazes de contaminar o oxalato de cálcio, encontram-se: sulfato, iodato e cromato. Fosfato e arseniato não são coprecipitados em quantidades significativas. A lavagem do oxalato de cálcio é efetuada com o auxílio de uma solução diluída de oxalato de amônio; o efeito do íon comum reduz as perdas por solubilidade. O precipitado, depois de filtrado e lavado, é convertido mediante aquecimento a temperaturas adequadas em carbonato ou óxido. O oxalato de cálcio monohidratado (CaC₂O₄·H₂O), além de ser higroscópico, conserva água oclusa, mesmo sob prolongado aquecimento a 120°C. Portanto não é considerada uma forma de pesagem apropriada, sendo que a completa conversão do oxalato de cálcio em carbonato requer uma temperatura na ordem de 500 °C.



Outra forma de pesagem também adotada é o óxido de cálcio. A decomposição do

carbonato de cálcio, nas condições normais de aquecimento, pode completar-se de 840-850 °C. A temperatura de 900 °C a decomposição é lenta recomenda-se efetuar a calcinação entre 1100 - 1200 °C. Quando se adota o óxido de cálcio como forma de pesagem, o precipitado de oxalato de cálcio é recolhido por filtração através de papel de filtro e as cinzas são conhecidas. O óxido de cálcio absorve rapidamente umidade e, além disso, reage lentamente com o dióxido de carbono da atmosfera. Desta maneira o cadinho deve ser mantido dentro do dessecador durante o esfriamento. Deve-se utilizar um dessecante eficiente, tal como o ácido sulfúrico concentrado ou óxido de cálcio recentemente calcinado; o cloreto de cálcio não é apropriado.



PROCEDIMENTO

1. Dissolução da Amostra. Pesar aproximadamente 0,5000g (com precisão de 0,1mg) da amostra de comprimido triturado. Transferir para um béquer de 250 mL, dissolver com 20 mL de HCl 6 mol/L, cobrir com um vidro relógio e aquecer num banho de areia até a completa dissolução da amostra. Retirar e lavar o vidro relógio com água destilada, recolher o líquido no béquer e continuar aquecendo até próximo a secura. Adicionar 100 mL de água destilada e aquecer até início da fervura.

2. Eliminação de Ferro, Alumínio e Sílica. Adicionar 10 mL de NH_4Cl 1 mol/L, aquecer, e a quente acrescentar gota a gota aproximadamente 3 mL da solução de NH_3 6 mol/L, mantendo o sistema sob agitação, até a precipitação total de ferro e alumínio. Filtrar em papel analítico rápido e lavar 4 vezes com solução de NH_4NO_3 2% (m/v) recolher o filtrado em um béquer de 400 mL e descartar o papel de filtro com o precipitado.

3. Precipitação. Adicionar ao filtrado 3 gotas de vermelho de metila, acidificar com HCl concentrado até a mudança de coloração do indicador. Aquecer a solução próxima à ebulição. Adicionar aproximadamente 30mL de solução de $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ (1g de sal, 30mL de água e 4 mL de HCl 6mol/L aquecendo até a dissolução). Adicionar sob agitação gota a gota da solução de NH_3 6 mol/L, até que a coloração da solução mude de vermelho para amarelo, a precipitação estará completa em $\text{pH} > 4$. Deixar o precipitado com a solução mãe em repouso durante 1 a 2 horas.

4. Filtração e Lavagem. Filtrar a solução através de um cadinho filtrante nº 3 previamente aferido e lavar o precipitado com oxalato de amônio 0,1% (m/v). Adicionar pequenas porções desta solução até que a água de lavagem coletada por último em um tubo ensaio e acidificada com HNO_3 não dê reação positiva com Ag^+ (precipitado branco).

5. Calcinação e Pesagem

5.1. Pesagem na forma de CaCO_3 . Calcinar a 500 °C numa mufla durante duas horas. Resfriar num dessecador e pesar. Repetir este procedimento até massa constante.

5.2. Pesagem na forma de CaO . Filtrar através de um papel filtro quantitativo médio seguindo procedimento 4. Transferir o papel de filtro com o precipitado para um cadinho de porcelana previamente aferido e calcinar numa mufla até 1200 °C durante 30 minutos.

1. Objetivo

2. Resultados e Discussão

Tabela 1. Resultados da determinação de cálcio em suplemento alimentar.

Equipes	Amostra (mg)	Cadinho (mg)	Cadinho + CaCO ₃ (mg)	CaCO ₃ (mg)	Cálcio (mg)	CaCO ₃ (mg)/comprimido	Cálcio (mg)/comprimido
1							
2							
3							
4							
5							
6							
7							
8							
9							
10							
11							
12							

3. Cálculos

4.1. Aplicar teste $Q_{90\%}$ para mg de cálcio e CaCO₃ por comprimido (Tabela 1).

4.2. Determinar a média de mg de cálcio $\pm s$, de mg de CaCO₃ $\pm s$ por comprimido.

4.3. Aplicar o limite de confiança (intervalo de confiança) para um nível de 95% e encontrar o intervalo mais provável do valor verdadeiro em mg de cálcio e em mg de CaCO₃ por comprimido.

4. Conclusões

5. Bibliografia

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1.BACCAN, N. et al. **Química Analítica Elementar**. 2^a Ed. São Paulo, Edgard Blücher, 1989.
- 2.CHRISTIAN, G.D. **Analytical Chemistry**. 5th Ed. New York, John Wiley & Sons, 1994.
- 3.SKOOG, A. D.; West, D. M.; Holler, F. J. **Analytical Chemistry**. 6th Ed. Philadelphia, Saunders College Publishing, 1994.
- 4.HARRIS, D. C., **Análise Química Quantitativa**, 5th Ed. Rio de Janeiro, LTC, 2001.
- 5.BASSETT, J.;VOGEL A.I. **Análise Inorgânica Quantitativa**, Rio de Janeiro, Guanabara, 1981.
- 6.OHLWEILER, O.A. **Química Analítica Quantitativa**. R. J., Livros Técnicos e Científicos, 1982, Vol.1 e 2.
- 7.DAY, Jr. R.A.; UNDERWOOD, A. L. **Quantitative Analysis**. 6th Ed. Englewood Cliffs, Prentice-Hall, 1991.
- 8.ANDERSON, R., **Sample Pretreatment and Separation**. New York, John Wiley & Sons, 1987.
- 9.HARGIS, L.G. **Analytical Chemistry: Principles and Techniques**. Englewood Cliffs: Prentice Hall, 1988.
- 10.ANDREJUS, K. **Análise Farmacéutica**, Ed. USP, S.P., 1984.
- 11.ALEXEEV, V. N. **Análise Quantitativa**. Porto, Lopes da Silva, 1972.
- 12.RUBINSON, J.F.; RUBINSON, K.A. **Contemporary Chemical Analysis**, Englewood Cliffs, Prentice-Hall, 1998.