

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA “JÚLIO DE MESQUITA FILHO”

INSTITUTO DE BIOCÊNCIAS DE BOTUCATU

DEPARTAMENTO DE QUÍMICA E BIOQUÍMICA

## QUÍMICA ANALÍTICA QUANTITATIVA

PROCEDIMENTOS TÉCNICOS PARA PREPARO DE AULAS PRÁTICAS

### **Autoria:**

Prof. Dr. Celso Augusto Fessel Graner (*in memoriam*)

Prof. Dr. Roque Tamburini Jr.

### **Organização:**

MSc. Danielle Fernandes da Silva – Assistente de Suporte Acadêmico I

BOTUCATU

2023

# Prática 1

## ANÁLISE GRAVIMÉTRICA OU GRAVIMETRIA

### 1. *Material:*

*Amostra:* cerca de 9 g de adubo comercial contendo  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ . Pesar a amostra em béquer de 250 mL. Anotar num caderno as massas e o nº dos cadinhos que serão distribuídos aos alunos, bem como os dessecadores de origem dos mesmos.

### 2. *Reativos:*

1. **Ácido clorídrico (HCl "para análise" – p. a.)**, solução concentrada (~ 12 mol/L): 1 L, na capela.
2. **Solução 0,2 mol/L de cloreto de bário ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , p. a.)**: dissolver 50 g de cloreto de bário di-hidratado, com água destilada na quantidade suficiente para (q. s. p.) 1000 mL de solução. Conservar em frasco de polietileno, e distribuir 500 mL por bancada.
3. **Solução 0,05 mol/L de nitrato de prata ( $\text{AgNO}_3$ , p. a.)**: dissolver 8,5 g de nitrato de prata, com água destilada q. s. p. 1000 mL de solução. Conservar em frasco de vidro âmbar, e distribuir em frascos conta-gotas, 2 por bancada.

### Outros materiais:

- a. de uso geral:
  1. balança analítica com precisão de 1 mg – sala de preparo;
  2. chapa aquecedora ou banho-maria com termostato;
  3. forno mufla\* com termostato;
  4. dessecador grande com os cadinhos;
  5. pinça grande (para cadinho – uso na mufla);
  6. pinça pequena (uso no dessecador/balança);
  7. papel de filtro quantitativo de filtração lenta (11 cm de diâmetro, marca Ederol nº 4, Whatman nº 42, SS 589 faixa azul, Munktell's OOH lento faixa azul);
  8. na capela:
    - a. conjunto de bureta de 25 mL graduada de 0,1 mL, garra, suporte de ferro;
    - b. béquer de 100 mL;
    - c. proveta de 25 mL.
- b. por bancada: balão volumétrico de 500 mL;
- c. para grupos de 2 alunos (ver quantidade de alunos na turma):

1. 1 béquer com 400 mL de capacidade, coberto com vidro de relógio;
  2. 1 funil de haste longa, analítico, com 6,5 cm de diâmetro;
- d. recipiente rotulado como ácidos e bases inorgânicos para resíduos em solução.

Conforme os alunos forem terminando a prática, dobrar o papel de filtro e colocá-lo dentro dos cadinhos, e depois dentro das muflas ainda desligadas. No dia seguinte, ligar os equipamentos a temperatura de 800 °C, e com a porta entreaberta (mais ou menos 5 mm) deixar queimar até parar de sair fumaça. Este procedimento permite a entrada de oxigênio na mufla, facilitando o processo de queima do papel. Desligar o forno e deixar esfriar. Quando terminar de esfriar (ou no dia seguinte), pegar os cadinhos com a pinça e pesar, anotando as massas na planilha das aulas, no computador, com o nome do(a) professor(a), data e turma. Prestar atenção, porque a planilha contém abas cujos nomes estão discriminando cada dessecador e a aula de AAS.

Copiar o quadro com os cadinhos utilizados na aula para um arquivo do Word e enviar a planilha para os professores enviarem aos alunos, com o assunto: "**aula prática – resultado**".

Descartar os resíduos na caixa de resíduos sólidos, lavar os cadinhos e deixá-los secar. Depois de secos, guardar os cadinhos no dessecador correspondente.

\* **Forno mufla:** incinera os precipitados contidos no papel de filtro dentro dos cadinhos.

## Prática 2

### VOLUMETRIA DE NEUTRALIZAÇÃO: PREPARO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES DILUÍDAS DE ÁCIDOS E BASES

#### 1. Preparo da base

a. Solução concentrada de hidróxido de sódio (NaOH, p. a.), ~ 19 mol/L:

1. preparar um recipiente com gelo;
2. pesar 760 g de NaOH (PM = 40 g/mol) na balança semianalítica, em béquer de 4000 mL;
3. dissolver a base NA CAPELA, em água destilada q. s. p. 1000 mL, adicionando a base à água, aos poucos, vagarosamente e com homogeneização constante.
4. armazenar a solução em frasco de polietileno com vedação perfeita e rotulado. Esta solução é única, a partir da qual todas as demais soluções para as aulas práticas da disciplina são preparadas. **As frações a serem tomadas para preparar as demais soluções devem ser medidas usando uma bureta.**

**OBSERVAÇÃO:** Esta solução deve ser preparada com pelo menos sete (7) dias de antecedência, pois o NaOH absorve umidade e CO<sub>2</sub> do ambiente. Por isso, o repouso é necessário para precipitação do carbonato formado durante o procedimento.

#### NÃO AGITAR ESTA SOLUÇÃO

b. Solução padrão de hidrogenoftalato de potássio com concentração 0,1000 mol/L

(C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>COOKCOOH, p. a.):

1. pesar 20,4222 g de (PM = 204,22 g/mol), secar na estufa a 120 °C por 2 h e resfriar em dessecador);
2. dissolver com 100 mL de água destilada, transferir quantitativamente para balão volumétrico de 1000 mL, completar até a marca e homogeneizar. Conservar em frasco de polietileno, e distribuir 2 L por bancada.

**OBSERVAÇÃO:** quantidades diferentes de 1000 mL devem ser proporcionalmente calculadas.

**c. Solução indicadora de fenolftaleína 0,1 %:**

1. dissolver 0,1 g de fenolftaleína p. a. com 100 mL de álcool etílico 90 %.
2. conservar em frasco âmbar de perfeita vedação, e distribuir em frascos conta-gotas, 1 por bancada. Após a aula, guardar em geladeira.

**OBSERVAÇÃO:** Caso apresente turvação ou precipitado, filtrar com papel de filtração rápida (cortar um pedaço da folha grande de papel filtro) ou lã de vidro.

**d. Na bancada lateral:**

1. conjunto de bureta de 25 mL graduada de 0,1 mL, garra, suporte de ferro;
2. béquer de 100 mL;
3. solução de NaOH 19 mol/L.

**OBSERVAÇÃO:** O conjunto é para todos os grupos medirem o volume da solução de hidróxido de sódio a diluir.

- e. balão volumétrico de 1000 mL ou 2000 mL (conforme a aula – perguntar ao professor), um para cada bancada;
- f. recipiente de plástico (frascos de produtos de limpeza – pedir ao pessoal da Limpadora) para todos os resíduos.

## **2. Preparo do ácido**

- a. **Ácido clorídrico (HCl p. a.)**, solução concentrada (~ 12 mol/L): 1 L, na capela.
- b. **Solução de referência (padrão) de TRIS (hidroximetil)aminometano [(CH<sub>2</sub>OH)<sub>3</sub>CNH<sub>2</sub>, p. a.] 0,1000 mol/L:**
  1. pesar 12,1137 g de TRIS (PM = 121,14 g/mol), secar na estufa a 100 °C – 105 °C por 1 h, e resfriar no dessecador;
  2. dissolver com 100 mL de água destilada, transferir quantitativamente para balão volumétrico de 1000 mL, completar até a marca e homogeneizar. Conservar em frasco de polietileno, e distribuir 2 L por bancada.

**OBSERVAÇÃO:** quantidades diferentes de 1000 mL devem ser proporcionalmente calculadas.

**c. Solução indicadora de vermelho de metilo 0,1 %:**

1. pesar 0,1 g de vermelho de metilo p. a.;
2. dissolver em 60 mL de álcool etílico p. a., completar o volume com 40 mL de água destilada. Conservar em frasco de vidro âmbar e distribuir em frascos conta-gotas, 1 por bancada. Após a aula, guardar em geladeira.

**OBSERVAÇÃO:** quantidades diferentes de 100 mL devem ser proporcionalmente calculadas.

**d. Na capela:**

1. conjunto de bureta de 25 mL, garra, suporte de ferro;
  2. béquer de 100 mL;
  3. proveta de 25 mL.
- e. balão volumétrico de 1000 mL ou 2000 mL (conforme a aula – perguntar ao professor), um para cada bancada;
- f. recipiente de plástico rotulado como ácidos e bases inorgânicos para todos os resíduos.

## Prática 3

### VOLUMETRIA DE NEUTRALIZAÇÃO: DETERMINAÇÃO DE NITROGÊNIO AMONÍACAL PELO MÉTODO DE KJELDAHL

#### 1. Materiais

**Amostra:** cerca de 9,5 g de fertilizante para plantas, contendo sulfato de amônio (o mesmo usado na aula de Gravimetria). Pesar a amostra em béquer de 250 ml. Anotar num caderno as massas para cada bancada, devidamente identificadas.

#### Conjuntos de destilação:

- a. colocar o bico de gás próximo à torneira com bico instalado;
- b. colocar um suporte para bureta atrás do bico de gás;
- c. prender o balão de destilação ao suporte com uma garra;
- d. colocar cacos de porcelana dentro do balão;
- e. na saída lateral do balão, instalar o condensador, prendendo-o com uma garra;
- f. conectar a mangueira inferior à torneira, e a superior ao escoamento de água, na bancada.

#### 2. Reativos

##### a. Solução 5 mol/L de hidróxido de sódio (NaOH):

##### 1. Modo 1 de preparo: a partir da solução 19 mol/L:

- a) colocar cerca de 200 mL de água em um balão volumétrico de 1000 mL;
- b) acrescentar 263,2 mL de NaOH 19 mol/L de uma proveta à água do balão, transferindo quantitativamente;
- c) completar com água destilada q. s. p. 1000 mL e homogeneizar. Conservar em frascos de polietileno, e distribuir 500 mL por bancada.

##### 2. Modo 2 de preparo: a partir do reagente sólido:

- a) preparar um recipiente com gelo;
- b) pesar 200 g de NaOH na balança semianalítica;
- c) dissolver a base NA CAPELA, em água destilada q. s. p. 1000 mL, adicionando a base à água, aos poucos, vagarosamente e com homogeneização constante;
- d) armazenar em frasco de polietileno com vedação perfeita. Distribuir 500 mL por bancada.

**b. Solução 0,1000 mol/L de ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, p. a.):**

1. diluir 6 mL de solução concentrada de ácido sulfúrico (PM = 98 g/mol) com água destilada q. s. p. 1000 mL de solução;

**2. Padronização: modo 1 – usando azul de bromotimol e hidróxido de sódio (modo 2 na próxima página)**

- com pelo menos 3 repetições, transferir alíquota de 10 mL da solução 0,1 mol/L de ácido sulfúrico para erlenmeyers de 250 mL;
- diluir com 25 mL de água recém-destilada e acrescentar 5 gotas da solução de azul de bromotimol. Homogeneizar;
- titular com a solução de 0,25 mol/L padronizada de hidróxido de sódio (na bureta), até cor azul;
- acrescentar 4 gotas de solução indicadora de fenolftaleína, e titular com a solução diluída de hidróxido de sódio de uma bureta, até cor levemente rosada permanente;
- calcular a concentração a partir da expressão:

$$C_1V_1 = 2 \times C_2V_2, \text{ em que:}$$

$C_1V_1$  = concentração do ácido (desconhecida) x 10 ml (alíquota do erlenmeyer)

$C_2V_2$  = 0,25 (concentração da base) x volume médio gasto de base

**OBS.: as quantidades são inversamente proporcionais, porque o ácido sulfúrico tem 2 H<sup>+</sup> ionizáveis.**

- anotar os volumes consumidos nas 3 titulações, e com a média desses volumes (que não devem diferir mais de 0,1 mL entre si), calcular o fator de correção, que corrige a concentração aproximada (ou aparente) da solução de ácido sulfúrico, por meio da expressão:

$$FC = \frac{C_{real}}{C_{rótulo}}$$

- anotar o valor obtido em etiquetas, e colar nos frascos.



### 3. Padronização: modo 2 – usando vermelho de metilo e TRIS

- com pelo menos 3 repetições, transferir alíquota de 10 mL da solução 0,1 mol/L de ácido sulfúrico para erlenmeyers de 250 mL;
- diluir com 25 mL de água recém-destilada e acrescentar 2 gotas da solução de vermelho de metilo. Homogeneizar;
- titular com a solução de 0,1 mol/L de TRIS (na bureta), até mudar a cor de vermelho para amarelo;
- calcular a concentração a partir da expressão:

$$C_1V_1 = 2 \times C_2V_2, \text{ em que:}$$

$C_1V_1$  = concentração do ácido (desconhecida) x 10 ml (alíquota do erlenmeyer)

$C_2V_2$  = 0,1 (concentração do TRIS) x volume médio gasto de base

**OBS.: as quantidades são inversamente proporcionais, porque o ácido sulfúrico tem 2 H<sup>+</sup> ionizáveis.**

- anotar os volumes consumidos nas 3 titulações, e com a média desses volumes (que não devem diferir mais de 0,1 mL entre si), calcular o fator de correção, que corrige a concentração aproximada (ou aparente) da solução de ácido sulfúrico, por meio da expressão:

$$FC = \frac{C_{real}}{C_{rótulo}}$$

- anotar o valor obtido em etiquetas, e colar nos frascos.
4. conservar em frasco de vidro âmbar, e distribuir 1 L por bancada.

**OBSERVAÇÃO: quantidades diferentes de 1000 mL devem ser proporcionalmente calculadas.**

#### c. Solução padronizada de NaOH 0,25 mol/L:

- Modo 1 de preparo: a partir da solução 19 mol/L:
  - colocar cerca de 200 mL de água em um balão volumétrico de 1000 mL;
  - acrescentar 15 mL de NaOH 19 mol/L de uma proveta à água do balão, transferindo quantitativamente;
  - completar com água destilada q. s. p. 1000 mL e homogeneizar;
  - padronizar:

- i. individualmente, e com pelo menos 3 repetições, transferir alíquotas de 10 ml da solução padrão de hidrogenoftalato de potássio para erlenmeyers de 250 ml, e diluir com 25 ml de água destilada;
- ii. acrescentar 2 gotas de solução indicadora de fenolftaleína, e titular com a solução diluída de hidróxido de sódio de uma bureta, até cor levemente rosada permanente;
- iii. anotar os volumes obtidos nas 3 titulações, e com a média desses volumes (que não devem diferir mais de 0,1 ml entre si), calcular a concentração pela fórmula:

$$C_1 V_1 = C_2 V_2, \text{ em que:}$$

$C_1 V_1 = 0,1 \text{ mol/L}$  (concentração do hidrogenoftalato) x 10 ml (alíquota do erlenmeyer)

$C_2 V_2 =$  concentração da base (desconhecida) x volume médio gasto de base

- iv. anotar os volumes consumidos nas 3 titulações, e com a média desses volumes (que não devem diferir mais de 0,1 mL entre si), calcular o fator de correção, que corrige a concentração aproximada (ou aparente) da solução de ácido sulfúrico, por meio da expressão:

$$FC = \frac{C_{real}}{C_{rotulo}}$$

- v. anotar o valor obtido em etiquetas, e colar nos frascos.
- e) armazenar em frasco de polietileno com vedação perfeita. Distribuir 500 mL por bancada. Colocar os frascos apenas na hora da titulação.
2. Modo 2 de preparo: a partir do reagente sólido:
- a) preparar um recipiente com gelo;
  - b) pesar 10 g de NaOH na balança semianalítica;
  - c) dissolver a base NA CAPELA, em água destilada q. s. p. 1000 mL, adicionando a base à água, aos poucos, vagarosamente e com homogeneização constante;
  - d) padronizar conforme descrito acima no modo 1 de preparo;
  - e) armazenar em frasco de polietileno com vedação perfeita. Distribuir 500 mL por bancada.

**d. Solução indicadora de vermelho de metila:**

1. pesar 0,1 g de vermelho de metila p. a.;
2. dissolver com 60 mL de álcool etílico p. a., e completar o volume com 40 mL de água destilada. Conservar em frasco de vidro âmbar, e distribuir em frascos conta-gotas, 1 por bancada. Após a aula, guardar em geladeira.

**OBSERVAÇÃO:** quantidades diferentes de 100 mL devem ser proporcionalmente calculadas.

**e. Solução indicadora de azul de bromotimol:**

1. pesar 0,1 g do indicador sólido;
2. transferir o indicador para pequeno gral de porcelana branca, e triturar com o pistilo à medida que adiciona solução 0,01 mol/L de hidróxido de sódio, até a mudança de cor verde para azul ( $\pm 16$  mL);
3. diluir com água destilada q. s. p. 100 mL e homogeneizar. Conservar em frasco de vidro âmbar e distribuir em frascos conta-gotas, 1 por bancada. Após a aula, guardar em geladeira.

*Outros materiais*

- a. balão volumétrico de 500 mL, um para cada bancada;
- b. pipeta volumétrica de 50 mL;
- c. recipiente de plástico rotulado como ácidos e bases inorgânicos para todos os resíduos.

## Prática 4

### Análise volumétrica ou Volumetria

#### *Volumetria de complexação ou complexometria: determinação de cálcio e magnésio em mistura pelo EDTA*

### 1. Materiais

**Amostra:** pesar 2,5 g de carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ , PM = 100,09 g/mol) e 1 g de óxido de magnésio ( $\text{MgO}$ , PM = 40,30 g/mol) (**para 1000 ml de solução**). Pesar a amostra em béquer de 250 mL. Anotar no caderno as massas para cada bancada, devidamente identificadas.

### 2. Reativos

#### 1. Solução concentrada de HCl p. a.: na capela

1. colocar uma proveta de 25 mL, um béquer de 100 mL e pisseta;
2. colocar no béquer um pouco de HCl e encher a proveta.
3. colocar 20 mL no balão (ou béquer, conforme orientação do professor) dos alunos, na solução de amostra e água.

#### 2. Solução de referência (padrão) de EDTA 0,05 mol/L:

1. pesar 18,6226 g de sal dissódico di-hidratado de EDTA, secar na estufa sob temperatura entre 70 °C e 80 °C por 4 dias, resfriar e manter em dessecador;
2. dissolver no agitador com cerca de 100 mL de água destilada, retirando periodicamente o sobrenadante, e repondo a água em pequenas quantidades, até dissolver completamente;
3. transferir quantitativamente para balão volumétrico de 1000 mL, completar até a marca com água destilada e homogeneizar. Conservar em frascos de polietileno de perfeita vedação, e distribuir em 1 L por bancada.

**OBSERVAÇÃO:** quantidades diferentes de 1000 mL devem ser proporcionalmente calculadas.

### 3. Solução tampão amônio-amônia de pH = 10:

1. pesar 70g de cloreto de amônio ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ , p. a.,  $\text{PM} = 35,04 \text{ g/mol}$ );
2. dissolver com 400 mL de água destilada;
3. transferir para balão volumétrico de 1000 mL;
4. **na capela**, acrescentar 570 mL de solução concentrada de hidróxido de amônio ( $\text{NH}_3$  p. a.,  $\text{PM} = 17 \text{ g/mol}$ );
5. completar o volume com água destilada e homogeneizar. Conservar em frasco de polietileno e **manter na capela**.

**OBSERVAÇÃO:** quantidades diferentes de 1000 mL devem ser proporcionalmente calculadas.

### 4. Solução 1 mol/L de hidróxido de sódio:

#### 1. Modo 1 de preparo: a partir da solução 19 mol/L:

- a) colocar cerca de 200 mL de água em um balão volumétrico de 1000 mL;
- b) acrescentar 52,6 mL de NaOH 19 mol/L de uma proveta à água do balão, transferindo quantitativamente;
- c) completar com água destilada q. s. p. 1000 mL e homogeneizar. Armazenar em frasco de polietileno com vedação perfeita. Distribuir 500 mL por bancada.

#### 2. Modo 2 de preparo: a partir do reagente sólido:

- a) preparar um recipiente com gelo;
- b) pesar 40 g de NaOH na balança semianalítica;
- c) dissolver a base **NA CAPELA**, em água destilada q. s. p. 1000 mL, adicionando a base à água, aos poucos, vagorosamente e com homogeneização constante;
- d) armazenar em frasco de polietileno com vedação perfeita. Distribuir 500 mL por bancada.

**OBSERVAÇÃO:** quantidades diferentes de 1000 mL devem ser proporcionalmente calculadas.

### 5. Solução indicadora de erio T:

1. pesar 0,1 g do indicador negro de eriocromo T;
2. dissolver **na capela** com 25 mL de álcool metílico (metanol) p. a.;
3. misturar com 75 mL de trietanolamina p. a. e homogeneizar. Conservar em frasco contagotas de vidro âmbar, e distribuir 1 por bancada. Após a aula, guardar em geladeira.

**OBSERVAÇÃO:** quantidades diferentes de 100 mL devem ser proporcionalmente calculadas.

**6. Solução indicadora de calcon:**

1. pesar 0,1 g do indicador calcon (ou azul negro de eriocromo R) – **ATENÇÃO: ESTE REAGENTE DEVE SER DA MARCA MERCK;**
2. dissolver com 25 mL de álcool metílico p. a.;
3. misturar com 75 mL de trietanolamina p. a. e homogeneizar. Conservar em frasco contágotas de vidro âmbar, e distribuir 1 por bancada. Após a aula, guardar em geladeira.

**OBSERVAÇÃO: quantidades diferentes de 100 mL devem ser proporcionalmente calculadas.**

Outros materiais:

- a. balão volumétrico de 1000 mL ou 2000 mL (consultar o professor), um para cada bancada.
- b. recipiente de plástico rotulado como metais menos tóxicos para todos os resíduos.

## Prática 5

### VOLUMETRIA DE OXIRREDUÇÃO: DETERMINAÇÃO DE PERÓXIDO DE HIDROGÊNIO (ÁGUA OXIGENADA)

#### 1. Materiais

**Amostra:** solução de peróxido de hidrogênio 20 volumes.

- Medir cerca de 150 mL de peróxido de hidrogênio concentrado (densidade = 1,45 g/ mL; PM = 34,01 g/mol;  $\tau = \geq 30\%$ ; ~ 12,8 mol/L em uma proveta;
- transferir quantitativamente para balão de 1000 mL;
- completar o volume com água destilada e homogeneizar. Armazenar em frasco âmbar, e distribuir 250 mL por bancada.

#### 2. Reativos

a. **Solução de referência 0,05 mol/L de oxalato de sódio:**

- pesar 6,7 g de oxalato de sódio ( $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ , p. a., PM = 134 g/mol), secar na estufa sob temperatura entre 100 e 110 °C por 2 h, resfriar e manter em dessecador;
- dissolver com cerca de 100 mL de água destilada;
- transferir quantitativamente para balão volumétrico de 1000 mL;
- completar o volume com água destilada e homogeneizar. Conservar em frasco de vidro âmbar.

b. **Solução 0,02 mol/L de permanganato de potássio:**

- pesar 3,2 g de permanganato de potássio ( $\text{KMnO}_4$ , p. a., PM = 158,03 g/mol);
- transferir quantitativamente para cerca de 500 mL de água destilada, em um béquer de 2000 mL;
- cobrir com um vidro relógio e ferver por 30 min;
- deixar esfriar, filtrar e transferir quantitativamente para balão volumétrico de 1000 mL, completar até a marca com água destilada e homogeneizar;
- Padronizar:
  - com 3 repetições, transferir alíquota de 10 mL da solução padrão de oxalato de sódio 0,05 mol/L para erlenmeyer de 250 mL, e diluir com 25 mL de água destilada.
  - acrescentar 40 mL de solução 2 mol/L de ácido sulfúrico, homogeneizar e aquecer a ~ 60 °C;

- c) usando uma bureta, acrescentar “rapidamente” e sob homogeneização constante, 20 mL da solução 0,02 mol/L de permanganato de potássio sob padronização;
- d) prosseguir a titulação, agora gotejando e agitando constantemente, até obter leve cor rosada persistente;
- e) anotar o volume consumido e, com a média desses volumes, calcular o fator de correção da solução:

$$C_1V_1 = 2,5 \times C_2V_2, \text{ em que:}$$

$C_1V_1 = 0,05 \text{ mol/L}$  (concentração do oxalato) x 10 mL (alíquota do erlenmeyer)

$C_2V_2 =$  concentração do permanganato (desconhecida) x volume médio gasto de permanganato.

- f) calcular o fator de correção por meio da expressão:

$$FC = \frac{C_{real}}{C_{rotulo}}$$

- g) anotar o valor obtido em etiquetas, armazenar em frasco de vidro âmbar, e distribuir 1 L por bancada.

**OBSERVAÇÃO: quantidades diferentes de 1000 mL devem ser proporcionalmente calculadas.**

**c. Solução 2 mol/L de ácido sulfúrico:**

1. colocar cerca de 200 mL de água destilada em balão volumétrico de 1000 mL;
2. medir 110 mL de solução concentrada de ácido sulfúrico em uma proveta;
3. diluir com água destilada q. s. p. 1000 mL e homogeneizar;
4. após esfriar, conservar em frascos de vidro âmbar, e distribuir 1 L por bancada.

**OBSERVAÇÃO: quantidades diferentes de 1000 mL devem ser proporcionalmente calculadas.**

Outros materiais:

- a. balão volumétrico de 500 mL ou 1000 mL (consultar o professor), um para cada bancada.
- b. recipiente de plástico rotulado como metais mais tóxicos para todos os resíduos.



## Prática 6

### DETERMINAÇÃO DE FÓSFORO PELO MÉTODO DO ÁCIDO VANADOMOLIBDICO FOSFÓRICO

#### 1. Materiais

**Amostra:** pesar cerca de 0,1 g de ração para cães ou gatos (ela deve ser moída). Pesar as amostras nos balões de Kjeldahl de 50 mL. Anotar o nº do balão e as respectivas massas no caderno. Distribuir 2 amostras por bancada.

#### Preparo da amostra:

- na capela**, misturar a ração com 5 mL de solução concentrada de ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ , p. a.) e 3 mL de solução concentrada de ácido perclórico ( $\text{HClO}_4$ , p. a.);
- levar os balões ao microdigestor na capela de exaustão de gases, e aquecer até completa digestão e mineralização da amostra. **Ela deverá ficar transparente e clara, com aspecto de água;**
- deixar esfriar, e completar o volume com água destilada, tampar com metade de um quadrado de parafilm e homogeneizar;
- branco da amostra:** em um balão de Kjeldahl de 50 mL, misturar 5 mL de solução concentrada de ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ , p. a.) e 3 mL de solução concentrada de ácido perclórico ( $\text{HClO}_4$ , p. a.) e 10 mL de solução nítrica vanadomolibdica, completando o volume com água destilada.

#### 2. Reativos

- Solução concentrada de ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ , p. a.)**, 1 frasco de 1L, na capela de exaustão de gases.
- Solução concentrada de ácido perclórico ( $\text{HClO}_4$ , p. a.)**, 1 frasco de 1L, na capela de exaustão de gases.
- Solução de referência de fosfato  $1,25 \cdot 10^{-3}$  mol/L:**
  - Pesar 0,1701 g de dihidrogenofosfato de potássio ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , p. a.,  $\text{PM} = 136,1$  g/mol), secar na estufa sob temperatura entre  $100^\circ\text{C}$  e  $110^\circ\text{C}$ , resfriar e manter em dessecador;
  - dissolver com cerca de 50 mL de água destilada;
  - transferir quantitativamente para balão volumétrico de 1000 mL, completar o volume com água destilada e homogeneizar. Conservar em frascos de vidro, e distribuir 1 L por bancada.

**OBSERVAÇÃO:** quantidades diferentes de 1000 mL devem ser proporcionalmente calculadas.

**d. Solução nítrica-vanadomolibdica:**

1. pesar 1,2 g de metavanadato de amônio ( $\text{NH}_4\text{VO}_3$ , p. a.,  $\text{PM} = 116,98 \text{ g/mol}$ );
2. pesar 8,8 g de molibdato de amônio tetrahidratado  $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ , p. a.,  $\text{PM} = 1235,99 \text{ g/mol}$  **OU** 12,1 g de molibdato de sódio dihidratado ( $\text{Na}_2\text{MoO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , p. a.,  $\text{PM} = 241,97 \text{ g/mol}$ );
3. dissolver vagarosamente e sob homogeneização constante com cerca de 500 mL de água destilada **quente**;
4. após esfriar, misturar com 170 mL de solução concentrada de ácido nítrico p. a., balão volumétrico de 1000 mL, completar o volume com água destilada e homogeneizar. Conservar em frasco de vidro âmbar de perfeita vedação. Manter na bancada lateral.

**OBSERVAÇÃO: quantidades diferentes de 1000 mL devem ser proporcionalmente calculadas.**

**Outros materiais**

- a. Colorímetro ou espectrofotômetro com jogo de 8 cubetas, um conjunto para cada bancada (7 para as soluções que os alunos vão preparar, e 1 para o branco da amostra);
- b. microdigestor do tipo Kjeldahl – na capela de exaustão de gases;
- c. balões volumétricos de 50 mL: 7 por bancada – numerar de 1 a 6 e no 7º balão escrever “amostra”;
- d. balança analítica, espátula, parafilm;
- e. recipiente de plástico rotulado como ácidos e bases inorgânicos para os resíduos químicos.

## Prática 7

### DETERMINAÇÃO DO TEOR DE ÁCIDO FOSFÓRICO EM BEBIDAS DO TIPO 'COLA'

#### 1. *Materiais*

##### Amostra:

- a. medir com uma proveta 250 mL de refrigerante do tipo “cola” em béquer de 500 mL com forma alta;
- b. levar as amostras à fervura por 15 min.;
- c. Após esfriarem, cobrir as amostras com plástico filme ou vidro de relógio. Distribuir 2 amostras por bancada.

##### Na bancada lateral e frontal do laboratório:

- a. montar pelo menos um conjunto de bureta de 25 mL no suporte universal, pHmetro e agitador magnético por bancada;
- b. calibrar os pHmetros;
- c. a bureta e o pHmetro deverão estar emparelhados, de modo que o eletrodo do pHmetro fique posicionado de um lado e a ponta da bureta do lado oposto, com a torneira livre;
- d. o béquer com amostra deverá ficar sobre o agitador magnético;
- e. dentro do béquer com a amostra, colocar uma barra magnética de 1 cm de comprimento;
- f. deixar o frasco com NaOH 0,1 mol/L ao lado do conjunto;
- g. após a titulação, o (a) técnico(a) deve levantar a bureta e retirar o béquer com o eletrodo, girando o conjunto no eixo do suporte do eletrodo. Em seguida, deve descartar o material anterior na pia, recolhendo a barra magnética e reposicionar o béquer do próximo grupo no agitador. Isso deve ser feito para que o eletrodo do pHmetro não se quebre ou saia da posição.

#### 2. *Reativos*

##### a. Solução 0,1 mol/L, padronizada, de hidróxido de sódio:

###### 1. Modo 1 de preparo: a partir da solução 19 mol/L:

- a. colocar cerca de 200 mL de água em um balão volumétrico de 1000 mL;
- b. acrescentar 5,3 mL de NaOH 19 mol/L de uma proveta à água do balão, transferindo quantitativamente;
- c. completar com água destilada q. s. p. 1000 mL e homogeneizar.
- d. padronizar conforme procedimento descrito anteriormente;

e. armazenar em frasco de polietileno com vedação perfeita. Colocar 500 mL ao lado do conjunto de titulação.

2. **Modo 2 de preparo: a partir do reagente sólido:**

- a. preparar um recipiente com gelo;
- b. pesar 4 g de NaOH na balança semianalítica;
- c. dissolver a base **NA CAPELA**, em cerca de 100 mL de água destilada, vagarosamente e com homogeneização constante;
- d. transferir quantitativamente para balão volumétrico de 1000 mL;
- e. padronizar conforme procedimento descrito anteriormente;
- f. armazenar em frasco de polietileno com vedação perfeita. Colocar 500 mL ao lado do conjunto de titulação.

**OBSERVAÇÃO: quantidades diferentes de 1000 mL devem ser proporcionalmente calculadas.**

Outros materiais

- a. pHmetro com eletrodo de vidro e soluções de referência com pH conhecido (para calibração do equipamento);
- b. 8 béqueres de forma alta (Berzelius) de 500 ml, com vidro de relógio para cobrir;
- c. agitador magnético com bastão, 1 por amostra;
- d. proveta de 250 mL;
- e. bureta de 25 mL.

SOLUÇÕES TAMPÕES DE REFERÊNCIA PARA AJUSTE DE pHMETROS, de 15°C A 35°C

Temperatura (°C)	Tampões/pH					
	A	B	C	D	E	F
15	1,67	–	4,00	6,90	9,27	12,81
20	1,68	–	4,00	6,88	9,22	12,63
25	1,68	3,56	4,01	6,86	9,18	12,45
30	1,69	3,55	4,01	6,85	9,14	12,30
35	1,69	3,55	4,02	6,84	9,10	12,14

1. **A:** solução 0,05 mol/L de tetraoxalato de potássio: dissolver 12,7094 g de tetraoxalato de potássio di-hidratado [KOOCCOOH.(COOH)<sub>2</sub>. 2 H<sub>2</sub>O p. a., seco a 40 °C – 50 °C] em água destilada q. s. p. 1 L de solução.
2. **B:** solução saturada de hidrogenotartarato de potássio: saturar 1 L de água destilada com 65 g de hidrogenotartarato de potássio [KOOCC(OH)<sub>2</sub>COOH]; separar a solução saturada dos cristais e conservar (até 7 dias) com alguns cristais de timol.
3. **C:** solução 0,05 mol/L de hidrogenoftalato de potássio: dissolver 10,2111 g de hidrogenoftalato de potássio (C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>COOKCOOH, p. a., seco a 100 °C – 110 °C por 2 h e resfriado e mantido em dessecador) em água destilada q. s. p. 1 L de solução. Adicionar 5 gotas de clorofórmio para conservar a solução.
4. **D:** Solução 0,025 mol/L de di-hidrogenofosfato de potássio e de mono-hidrogenofosfato de sódio: dissolver 3,4021 g de di-hidrogenofosfato de potássio (KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>, p. a., seco a 100 °C – 110 °C e resfriado e mantido em dessecador) e 3,5490 g de monohidrogenofosfato de sódio (Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> p. a., seco a 100 °C – 110 °C e resfriado e mantido em dessecador) em água destilada q. s. p. 1 L de solução. Adicionar 5 gotas de clorofórmio para conservar a solução.
5. **E:** solução 0,01 mol/L de borax: dissolver 3,8136 g de tetraborato de sódio deca-hidratado (Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>.10H<sub>2</sub>O) em água destilada q. s. p. 1 L de solução. Conservar a solução em frasco de polietileno.

6. **F**: solução saturada de hidróxido de cálcio: saturar 1 L de água destilada com 1,6 g de hidróxido de cálcio  $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$  p. a.]. Separar o sobrenadante por filtração com sucção, usando cadinho de filtro sinterizado de média porosidade. Conservar em frasco de polietileno.

**Caso seja necessário preparar soluções tampão para calibrar os pHmetros:**

- a. Solução tampão de referência pH = 6,9: pesar 3,4021 g de di-hidrogenofosfato de potássio ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , p. a., seco a  $100\text{ }^\circ\text{C} - 110\text{ }^\circ\text{C}$  e resfriado e mantido em dessecador) e 3,5490 g de mono-hidrogenofosfato de sódio ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  p. a., seco a  $100\text{ }^\circ\text{C} - 110\text{ }^\circ\text{C}$  e resfriado e mantido em dessecador), dissolver com água destilada e transferir quantitativamente para balão volumétrico de 1 L. Acrescentar 5 gotas de clorofórmio (preservativo), completar o volume e homogeneizar. Conservar em frascos de vidro, e distribuir 100 mL por pHmetro. Quando não estiver em uso, conservar em refrigerador.
- b. Solução tampão de referência pH = 4,0: pesar 10,2111 g de hidrogenoftalato (ou ftalato ácido) de potássio ( $\text{C}_6\text{H}_4\text{COOKCOOH}$ , p. a., seco a  $100\text{ }^\circ\text{C} - 110\text{ }^\circ\text{C}$  por 2 h e resfriado e mantido em dessecador), dissolver com água destilada e transferir quantitativamente para balão volumétrico de 1 L. Acrescentar 5 gotas de clorofórmio (preservativo), completar o volume e homogeneizar. Conservar em frascos de vidro, e distribuir 100 mL por pHmetro. Quando não estiver em uso, conservar em refrigerador.