



# Química Analítica **EXPERIMENTAL** 1

Josimar Ribeiro  
Rafael de Queiroz Ferreira

**ne@ad**

Universidade Aberta do Brasil  
Universidade Federal do Espírito Santo

**Química**  
Licenciatura

O livro Química Analítica Experimental 1 apresenta de forma sistêmica e ilustrada os principais experimentos envolvidos na separação e identificação de cátions e ânions. Além disso, ele apresenta outros experimentos que tiveram seus tópicos abordados no livro teórico de Química Analítica 1. Seu corpo está dividido em seis módulos que foram cuidadosamente elaborados para englobar tanto as macro-análises, como as semi-microanálises envolvidas na Química Analítica Qualitativa. Destaque especial é dado aos procedimentos necessários para uma boa prática laboratorial, assim como, aos fenômenos físicos e químicos envolvidos nas reações experimentais.



UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO

Núcleo de Educação Aberta e a Distância

# Química Analítica **EXPERIMENTAL** 1

Prof. Dr. Josimar Ribeiro  
Prof. Dr. Rafael de Queiroz Ferreira

Vitória  
2011

## UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO

### Presidente da República

Dilma Rousseff

### Ministro da Educação

Fernando Haddad

### Secretário de Educação a Distância

Carlos Eduardo Bielschowsky

### DED - Diretoria de Educação a Distância Sistema Universidade Aberta do Brasil

Celso José da Costa

### Reitor

Prof. Rubens Sergio Rasseli

### Vice-Reitor

Prof. Reinaldo Centoducatte

### Pró-Reitor de Ensino de Graduação

Profª Izabel Cristina Novaes

### Diretor-Presidente do Núcleo de Educação Aberta e a Distância - ne@ad

Prof. Reinaldo Centoducatte

### Direção Administrativa do Núcleo de Educação Aberta e a Distância - ne@ad

Maria José Campos Rodrigues

### Diretor Pedagógico do ne@ad

Julio Francelino Ferreira Filho

### Coordenadora do Sistema Universidade Aberta do Brasil na Ufes

Maria José Campos Rodrigues

### Chefe do Departamento de Química

Prof. Valdemar Lacerda Júnior

### Coordenação do Curso de Licenciatura em Química na Modalidade à Distância

Prof. Elias Meira da Silva

### Design Gráfico

LDI- Laboratório de Design Instrucional

### ne@ad

Av. Fernando Ferrari, n.514 -

CEP 29075-910, Goiabeiras - Vitória - ES

(27)4009-2208

### Laboratório de Design Instrucional

#### LDI coordenação

Heliana Pacheco

Hugo Cristo

José Otavio Lobo Name

Ricardo Esteves

#### Gerência

Isabela Avancini

#### Editoração

Juliana Colli Tonini

#### Fotografia

Diego Crispim

Arthur Motta

#### Capa

Juliana Colli Tonini

#### Impressão

Gráfica e Editora GM

Dados Internacionais de Catalogação-na-publicação (CIP)  
(Biblioteca Central da Universidade Federal do Espírito Santo, ES, Brasil)

R484q Ribeiro, Josimar.  
Química analítica experimental 1 / Josimar Ribeiro, Rafael de Queiroz Ferreira. - Vitória, ES : UFES, Núcleo de Educação Aberta e a Distância, 2011.  
92 p. : il.

Inclui bibliografia.

ISBN: 978-85-8087-007-7

1. Química analítica. I. Ferreira, Rafael de Queiroz. II. Título.

CDU: 543



Esta licença permite que outros remixem, adaptem e criem a partir deste trabalho para fins não comerciais, desde que atribuam ao autor o devido crédito e que licenciem as novas criações sob termos idênticos.

A reprodução de imagens nesta obra tem caráter pedagógico e científico, amparada pelos limites do direito de autor, de acordo com a lei nº 9.610/1998, art. 46, III (citação em livros, jornais, revistas ou qualquer outro meio de comunicação, de passagens de qualquer obra, para fins de estudo, crítica ou polêmica, na medida justificada para o fim a atingir, indicando-se o nome do autor e a origem da obra). Toda reprodução foi realizada com amparo legal do regime geral de direito de autor no Brasil.

# SUMÁRIO

---

INTRODUÇÃO		pág. 05
<hr/>		
MÓDULO I	EXPERIMENTO 1. Identificação de íons do grupo I: $\text{Na}^+$ , $\text{K}^+$ e $\text{NH}_4^+$	pág. 09
	EXPERIMENTO 2. Identificação de íons do grupo II: $\text{Mg}^{2+}$ , $\text{Ca}^{2+}$ , $\text{Sr}^{2+}$ e $\text{Ba}^{2+}$	pág. 14
<hr/>		
MÓDULO II	EXPERIMENTO 3. Identificação de íons pertencentes ao grupo III: $\text{Cr}^{3+}$ , $\text{Al}^{3+}$ , $\text{Fe}^{3+}$ , $\text{Zn}^{2+}$ , $\text{Mn}^{2+}$ , $\text{Fe}^{2+}$ , $\text{Co}^{2+}$ e $\text{Ni}^{2+}$	pág. 21
<hr/>		
MÓDULO III	EXPERIMENTO 4. Identificação de íons do grupo IV: $\text{Hg}^{2+}$ , $\text{Pb}^{2+}$ , $\text{Bi}^{3+}$ , $\text{Cu}^{2+}$ , $\text{Cd}^{2+}$ , $\text{As}^{3+}$ , $\text{As}^{5+}$ , $\text{Sb}^{3+}$ , $\text{Sb}^{5+}$ , $\text{Sn}^{2+}$ e $\text{Sn}^{4+}$	pág. 29
	EXPERIMENTO 5. Identificação de íons do grupo V: $\text{Ag}^+$ , $\text{Pb}^{2+}$ e $\text{Hg}_2^{2+}$	pág. 42
<hr/>		
MÓDULO IV	EXPERIMENTO 6. Identificação de ânions: $\text{Cl}^-$ , $\text{Br}^-$ , $\text{I}^-$ , $\text{F}^-$ , $\text{SO}_4^{2-}$ , $\text{CO}_3^{2-}$ , $\text{MnO}_4^-$ e $\text{CrO}_4^{2-}$	pág. 53
<hr/>		
MÓDULO V	EXPERIMENTO 7. Análise de mistura de sólidos	pág. 65
<hr/>		
MÓDULO VI	EXPERIMENTO 8. Ácidos, bases e sais: introduzindo a medida de pH	pág. 73
	EXPERIMENTO 9. Produto de solubilidade, $K_{ps}$ , de um sal	pág. 77
	EXPERIMENTO 10. Solução tampão	pág. 81
<hr/>		
APÊNDICE		pág. 85



# INTRODUÇÃO

A química analítica experimental esta preocupada com a identificação dos constituintes presentes em uma determinada amostra. Desta forma, o químico analítico tem que se preocupar em montar um experimento capaz de separar o analito e depois identificá-lo. Outro problema comum a química qualitativa esta relacionada com a identificação de impurezas ou a confirmação de sua ausência em um determinado produto durante a fabricação.

Inicialmente, é importante descrever alguns procedimentos necessários para uma boa prática laboratorial. Dentre elas, discutiremos brevemente os seguintes tópicos: cuidados com vidrarias; aquecimento de tubo de ensaio; chama do bico de Bunsen; macro-análise e semi-microanálise.

Para evitar risco com vidrarias trincadas (por exemplo, béqueres, tubos de ensaio, etc) é preciso examinar toda a vidraria procurando por trincas e lascas, pois o vidro com trincas pode quebrar e causar ferimentos ao ser aquecido. O procedimento mais usado para eliminar lascas em vidro de borossilicato é o polimento a fogo, porém, se isto não for possível, a vidraria deverá ser descartada em recipiente apropriado.

Como respeito à limpeza da vidraria, o procedimento mais recomendado é lavar os objetos cuidadosamente com uma escova (figura 1) em água quente e detergente e, em seguida enxaguar exaustivamente com bastante água e, finalmente com água destilada ou deionizada. Em alguns casos, é preciso usar soluções de limpeza que apresentam um grau maior de agente oxidativos e/ou corrosivos, para poder retirar os materiais aderidos ao vidro de forma satisfatória.

A figura 2 ilustra um bico de Bunsen comumente usado em laboratórios como aquecedores, fornecendo calor para diversas finalidades, tais como: preparo de peças de vidro; aquecimento de soluções, etc. Em geral, a chama formada pelo bico de Bunsen é cônica. A chama pode ser dividida em 4 partes: zona oxidante; zona quente; zona reduto-

**Importante para a leitura:** Todas as fotografias nomeadas como figura (ex.: figura1, figura2, etc) se encontram no apêndice ao final deste fascículo.



Imagem 1 - sistema de aquecimento

• *Água deionizada é aquela que passou por um processo de retirada de praticamente todos os íons presentes na água destilada.*



Imagem 2 - Procedimentos incorretos



Imagem 3 - Procedimento correto

ra e zona fria. A zona quente é a que apresenta temperatura mais alta da chama e a porção interna próxima a superfície da saída do bico de Bunsen apresenta a temperatura mais baixa. O combustível usado é o GLP (Gás Liquefeito de Petróleo - butano e propano) e o comburente o oxigênio do ar atmosférico, que pode ser controlado pela entrada na base do aparelho.

Tubos de ensaios, béqueres, cadinhos (figura 3) podem ser aquecidos diretamente na chama do bico de Bunsen sobre a parte mais quente da chama, permitindo que a maior parte do calor se espalhe sobre eles. (imagem 1).

Aprenda a ser eficiente no laboratório, durante o manuseio das soluções, por exemplo, quando estiver misturando soluções dentro de um tubo de ensaio, use um bastão de vidro e evite cutucar o fundo do tubo, pois o mesmo pode se quebrar, o que pode levar a perder a amostra ou, na pior das hipóteses, causar ferimento ao operador, ou seja, você. Lembre-se também que o seu polegar NÃO É TAMPA, e não pode ser usado como tal, para inverter o tubo de ensaio (imagem 2 e 3).

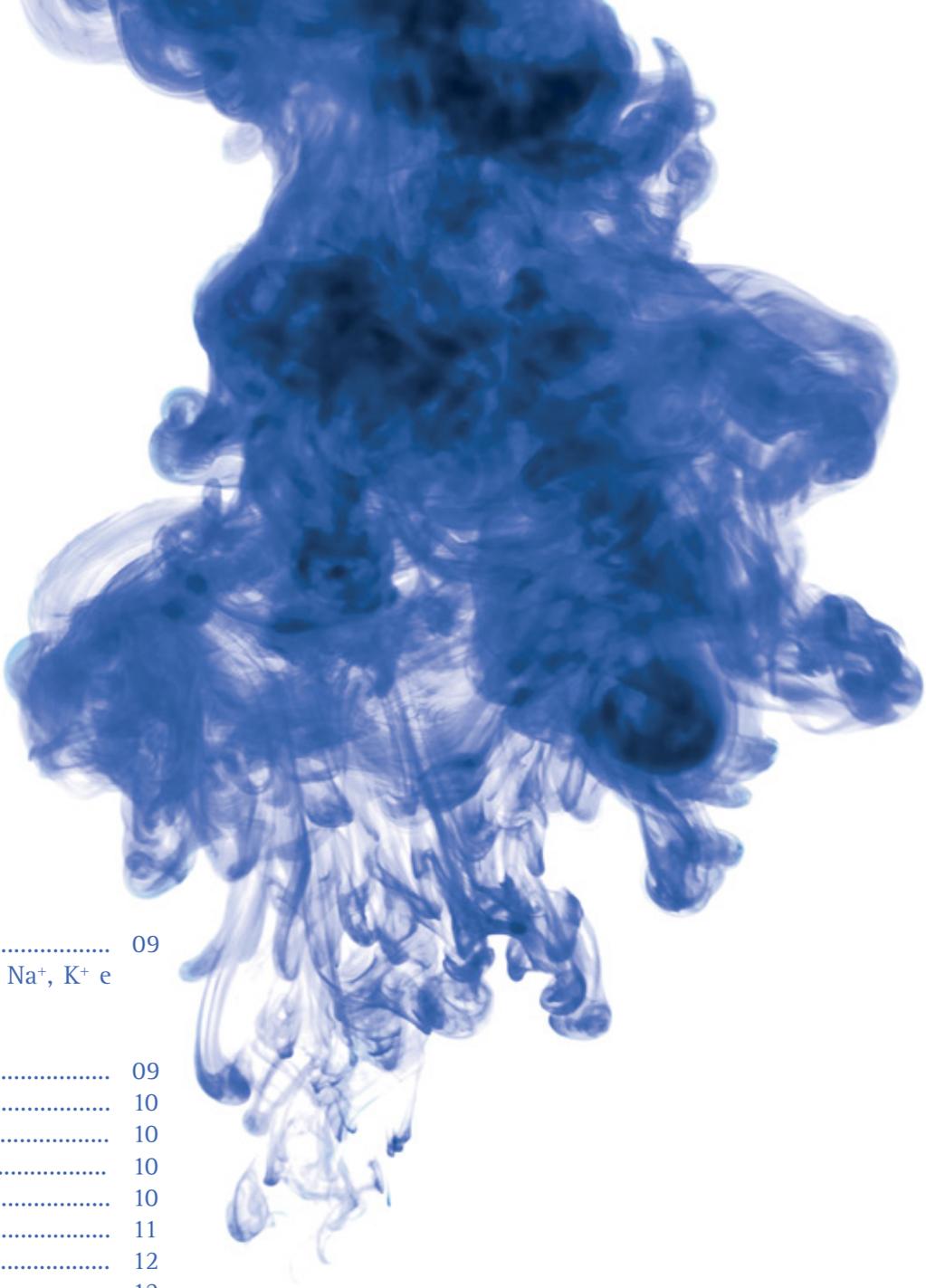
Outro problema é o aquecimento de soluções em tubos de ensaios, para evitar a perda do líquido por borbulhamento repentino, não se deve aquecer mais do que 2 ml de solução em tudo de ensaio de 10 cm, e aqueça a parte superior do líquido agitando lateralmente o tubo, este procedimento evita o borbulhamento violento do líquido.

Nós podemos classificar os métodos analíticos comparando a quantidade de substância presente na amostra a ser analisada da seguinte maneira:

- Macro-análise: utiliza-se béquer de 250 mL ou tubo de ensaio grande, e a presença de precipitado se for grande deve ser separado por filtração usando um funil e papel de filtro adequado;
- Semi-microanálise: a quantidade de substância usada na análise é cerca de 10 a 20 vezes menor que na macro-análise. Trabalha-se com tubos de ensaio com capacidade de 5 a 10 mL. Nas reações envolvendo, precipitados, o sólido é separado mediante centrifugação ou por microfiltração com pequenos funis.

# Módulo I

---



EXPERIMENTO 1: .....	09
Identificação de íons do grupo I: Na <sup>+</sup> , K <sup>+</sup> e NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	
Introdução .....	09
Objetivos do experimento .....	10
Material .....	10
Reagentes .....	10
Procedimento experimental 1 .....	10
Procedimento experimental 2 .....	11
Destino dos resíduos .....	12
Bibliografia .....	12
EXPERIMENTO 2: .....	14
Identificação de íons do grupo II: Mg <sup>2+</sup> , Ca <sup>2+</sup> , Sr <sup>2+</sup> e Ba <sup>2+</sup>	
Introdução .....	14
Objetivos do experimento .....	15
Material .....	15
Reagente .....	15
Procedimento experimental 1 .....	16
Procedimento experimental 2 .....	17
Destino dos resíduos .....	17
Bibliografia .....	18

# Identificação de íons do grupo I: $\text{Na}^+$ , $\text{K}^+$ e $\text{NH}_4^+$

## INTRODUÇÃO

Alguns metais alcalinos podem ser facilmente identificados mediante teste simples. Esses metais são, por exemplo, os íons dos elementos Na e K, os quais são metais pertencentes ao grupo 1 da tabela periódica. Os íons destes metais raramente apresentam formação de complexos e os seus compostos são solúveis em água na sua grande maioria. Essa característica pode ser explicada devido a perda de um elétron da última camada da eletrosfera destes elementos, o que os leva a ter uma estrutura de um gás nobre, além disso, eles ficam com tamanho iônico relativamente grande e uma carga pequena, isto favorece a fraca atração por ânions e/ou moléculas presentes em solução. Esta característica dificulta a separação destes elementos pela precipitação ou complexação usando um reagente específico, conseqüentemente a identificação destes elementos deve ser feita numa solução que os contenha. Outro íon que apresentam o mesmo comportamento e propriedades semelhantes é o íon amônio,  $\text{NH}_4^+$ , desta forma, este íon também é incluído dentro deste grupo.

**Neste caso, como é possível identificar cada íon presente em uma solução contendo os três elementos?**

Para responder esta questão é preciso entender o fenômeno de emissão de luz que ocorre quando um íon de um determinado metal é aquecido numa chama. Este fenômeno você já estudou em Química Geral. Quando um elemento químico é aquecido, por exemplo, usando uma chama de um bico de Bunsen, a energia fornecida pela chama é suficiente para excitar uma quantidade grande de elétrons do elemento em questão. O elétron ao retornar para o estado inicial (fundamental

do átomo ou íons) emite energia na forma de luz visível que pode ser usada para identificar o elemento químico presente, pois a energia liberada é característica do elemento que a emitiu.

## OBJETIVOS DO EXPERIMENTO

- Detectar os elementos formadores de um determinado composto, por meio do ensaio por via seca (ensaio de coloração de chama);
- Identificar os íons  $K^+$  e  $NH_4^+$  presentes em solução via reação com cobaltonitrito de sódio (via úmida).

## REAGENTES

HCl 6,0 mol·L <sup>-1</sup>	NH <sub>4</sub> Cl 0,2 mol·L <sup>-1</sup>	CH <sub>3</sub> COOH 3 mol·L <sup>-1</sup>
NaOH 4 mol·L <sup>-1</sup>	KCl 0,2 mol·L <sup>-1</sup>	CH <sub>3</sub> COONa 3 mol·L <sup>-1</sup>
NaCl	Na <sub>3</sub> [Co(NO <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> ] 0,2 mol·L <sup>-1</sup>	

## MATERIAL

Vidro de relógio  
Cabo de Kolle  
Fio de Monel (Liga de Ni-Cr) ou fio de platina de 5 cm de comprimento e 0,03-0,05 mm de diâmetro (o fio pode estar preso a um bastão de vidro)  
Bico de Bunsen  
Vidro de cobalto  
Suporte para tubo de ensaio  
Centrifuga, ou filtro  
Papel de filtro  
Tubo de ensaio  
Papel de pH universal  
Papel de tornassol azul e vermelho  
Suporte universal  
Bastão de vidro  
Sistema para banho-maria

## PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL 1

1. Fixar o fio de Monel (figura 4) na extremidade do cabo de Kole;
2. Limpeza do fio de Monel: Colocar o fio em uma solução de ácido clorídrico 6 mol·L<sup>-1</sup> contida em um vidro de relógio, em seguida, levá-lo à região de fusão da chama do bico de Bunsen. Repetir o procedimento até que o fio esteja completamente limpo. O fio estará limpo quando não mais transmitir coloração à chama;
3. Mergulhar o fio na solução de ácido clorídrico contida em um vidro de relógio e, então numa porção da substância em análise, de modo que esta fique aderida ao fio. Levar o fio contendo a amostra à zona oxidante inferior da chama e, então, observar a cor transmitida à chama. Repetir o procedimento de limpeza do fio e testar outro sal;

4. A chama de sódio mascara a de outros cátions caso o sal testado esteja contaminado com sódio. Para contornarmos este problema, repetiremos o mesmo procedimento do item 3 e, observaremos a cor da chama através de uma placa de vidro de cobalto (figura 5) que absorve a cor amarela, neste caso devido ao sódio, e as outras cores não serão modificadas.

Quadro para anotação dos resultados do teste de chama:

	Observação (Sem vidro de cobalto)	Observação (Com vidro de cobalto)
Na <sup>+</sup>		
K <sup>+</sup>		
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>		

*CUIDADO: Tenha cuidado ao manusear algumas substâncias, pois algumas apresentam certo grau de risco.*

*Atividade 1.* Verifique se suas observações podem ser sustentadas pelo que foi descrito na literatura.

*Atividade 2.* Explique o que é espectro contínuo e descontínuo.

*Atividade 3.* Descreva o perfil da chama do bico de Bunsen (regiões e suas utilidades).



## PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL 2

O procedimento a seguir ilustra a identificação do íon potássio pela precipitação com cobaltonitrito de sódio, Na<sub>3</sub>[Co(NO<sub>2</sub>)<sub>6</sub>] (via úmida).

1. Primeiramente, é necessário eliminar fontes de interferência que vem dos íons amônio. Para isso, adicione em um tubo de ensaio

4 gotas do analito contendo os íons  $K^+$  e  $NH_4^+$  e em seguida adicione 6 gotas de solução de  $NaOH$   $4\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  (para preparar o analito utilize 2 gotas de solução de  $KCl$   $0,2\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  + 2 gotas de solução de  $NH_4Cl$   $0,2\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ );

2. Em seguida aqueça cuidadosamente o tubo de ensaio em uma chama de bico de Bunsen, e verifique o desprendimento de  $NH_3$  usando um papel de vermelho de tornassol (figura 6) umedecido com água destilada;

3. Após a retirada total do  $NH_3$ , neutralizar a solução com ácido acético diluído até pH próximo a 5 (papel pH universal, figura 7);

4. Num tubo de ensaio com a solução neutralizada adicione 2 gotas de ácido acético e 2 gotas de acetato de sódio ambos  $3\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ;

5. Em seguida adicione 6 gotas de solução de cobaltonitrito de sódio  $0,2\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ; (observação: prefira solução recente de cobaltonitrito de sódio e se o precipitado não se formar rapidamente, deixe a solução em repouso por alguns minutos);



**Atividade 4.** Sugira outro procedimento experimental para identificar a presença de  $NH_4^+$  no analito.

**Atividade 5.** Escreva todas as reações envolvidas no procedimento experimental.

## DESTINO DOS RESÍDUOS

Após o experimento, descartar as soluções nos recipientes apropriados para descarte.

## BIBLIOGRAFIA

RIBEIRO, J. *Química Analítica I*, 1a Edição, Vitória, ES: Núcleo de Educação Aberta e a Distância, 2010.

BRADY, J. HUMISTON, G. E. *Química Geral vol. I*, Rio de Janeiro, Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., 1986.

BACCAN, N., GODINHO, O. E. S., ALEIXO, L. M., STEIN, E. *Introdução à semimicroanálise qualitativa*, 7ª Edição, Campinas, SP: Editora da UNICAMP, 1997.

JEFFERY, G.H, BASSET, J, MENDHAM, J., DENNEY, R. C., VOGEL: *Química Analítica Quantitativa*, 5ª edição, Ed. Livros Técnicos e Científicos Ltda., Rio de Janeiro, RJ, 1992.

HARRIS, D. C., *Análise Química Quantitativa*, 6ª edição, Ed. Livros Técnicos e Científicos Ltda., Rio de Janeiro, RJ, 2005.

# Identificação de íons do grupo II: Mg<sup>2+</sup>, Ca<sup>2+</sup>, Sr<sup>2+</sup> e Ba<sup>2+</sup>

## INTRODUÇÃO

Conforme destacamos na introdução do experimento 1 as propriedades dos elementos pertencentes ao grupo I são semelhantes em si. O mesmo acontece para os elementos que constituem o grupo II que são Magnésio, Cálcio, Estrôncio e Bário. Novamente, estes elementos estão próximos a um gás nobre na tabela periódica e, conseqüentemente, a perda de 2 elétrons faz surgir um íon que têm o mesmo número de elétrons que o átomo de um gás nobre. Esta característica fornece a estes elementos propriedades químicas e físicas tais como baixa solubilidade da maioria dos compostos que eles formam, formação de complexos, etc.

A solubilidade e o produto de solubilidade em água de alguns sais destes elementos são apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Produto de solubilidade e solubilidades de alguns compostos formados com os elementos do grupo II.

Ânion	Cátion							
	Mg <sup>2+</sup>		Ca <sup>2+</sup>		Sr <sup>2+</sup>		Ba <sup>2+</sup>	
	Solubili- dade g/100g H <sub>2</sub> O	K <sub>ps</sub>	Solubilidade g/100g H <sub>2</sub> O	K <sub>ps</sub>	Solubili- dade g/100g H <sub>2</sub> O	K <sub>ps</sub>	Solubili- dade g/100g H <sub>2</sub> O	K <sub>ps</sub>
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	3,5 × 10 <sup>1</sup>	-	2,0 × 10 <sup>-1</sup>	2,5 × 10 <sup>-5</sup>	1,0 × 10 <sup>-2</sup>	3,2 × 10 <sup>-7</sup>	2,4 × 10 <sup>-4</sup>	1,1 × 10 <sup>-10</sup>
OH <sup>-</sup>	1,0 × 10 <sup>-3</sup>	7,1 × 10 <sup>-12</sup>	1,6 × 10 <sup>-1</sup>	6,5 × 10 <sup>-6</sup>	1,7 × 10 <sup>0</sup>	3,1 × 10 <sup>-4</sup>	3,9 × 10 <sup>0</sup>	3,0 × 10 <sup>-4</sup>
CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	9,0 × 10 <sup>-2</sup>	3,5 × 10 <sup>-8</sup>	1,5 × 10 <sup>-3</sup>	4,5 × 10 <sup>-9</sup>	1,0 × 10 <sup>-3</sup>	9,3 × 10 <sup>-10</sup>	2,0 × 10 <sup>-3</sup>	5,0 × 10 <sup>-9</sup>
CrO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	1,4 × 10 <sup>2</sup>	-	1,9 × 10 <sup>1</sup>	7,1 × 10 <sup>-4</sup>	1,2 × 10 <sup>-1</sup>	3,6 × 10 <sup>-6</sup>	4,0 × 10 <sup>-4</sup>	2,1 × 10 <sup>-10</sup>
C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	1,5 × 10 <sup>-2</sup>	8,6 × 10 <sup>-5</sup>	7,0 × 10 <sup>-4</sup>	1,7 × 10 <sup>-9</sup>	5,0 × 10 <sup>-3</sup>	5,0 × 10 <sup>-8</sup>	1,0 × 10 <sup>-2</sup>	1,0 × 10 <sup>-6</sup>

A separação dos elementos pertencentes ao grupo II depende quase inteiramente das diferenças nas solubilidades de seus sais, as quais mostram uma variação regular pela tabela periódica dos elementos. Os conceitos abordados na disciplina Química Analítica I (teoria) tais como: solubilidade, produto de solubilidade, equilíbrio químico, formação de precipitado, etc. serão intensamente úteis na interpretação dos fenômenos durante a realização dos experimentos.

O procedimento analítico usual para esse grupo é separar inicialmente os íons de Mg dos íons dos elementos Cálcio, Estrôncio e Bário por meio da precipitação destes elementos usando o carbonato de amônio como reagente de precipitação em uma solução tamponada a pH próximo a 9 ( $\text{NH}_3/\text{NH}_4^+$ ). Assim, os íons amônio são usados para controlar a concentração dos íons carbonatos em solução e evitando a precipitação de magnésio. Posteriormente, os íons  $\text{Mg}^{2+}$  podem ser precipitados na forma de  $\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ . Os íons de  $\text{Ba}^{2+}$  e  $\text{Ca}^{2+}$  podem ser separados precipitando os íons bário na forma de cromato de bário e finalmente os íons  $\text{Ca}^{2+}$  podem ser precipitados usando o reagente de precipitação oxalato de amônio, que dá um precipitado branco.

## OBJETIVOS DO EXPERIMENTO

- Estudar o procedimento de separação de metais do grupo II;
- Investigar a solubilidade de alguns compostos formados pelos metais Mg, Ca, Sr e Ba.

## REAGENTE

$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ 0,2 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{NH}_4\text{OH}$ 6 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{CH}_3\text{COOH}$ 6 mol·L <sup>-1</sup>
$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ 0,2 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{HCl}$ 6 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{CH}_3\text{COONH}_4$ 3 mol·L <sup>-1</sup>
$\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 0,2 mol·L <sup>-1</sup>	$(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ 2,0 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{K}_2\text{CrO}_4$ 1 mol·L <sup>-1</sup>
$\text{Na}_2\text{SO}_4$ 0,1 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{Na}_2\text{HPO}_4$	$(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$

## MATERIAL

Suporte para tubo de ensaio  
Centrifuga ou filtro  
Papel de filtro  
Bico de Bunsen  
Tubo de ensaio  
Papel de pH universal  
Papel de tornassol azul e vermelho  
Suporte universal  
Bastão de vidro  
Sistema para banho-maria  
Cápsula de porcelana

## PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL 1

1. Misture em um tubo de ensaio 4 gotas de uma solução de concentração  $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  dos seguintes metais na forma de nitrato:  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ ;  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$  e  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ ;

2. Em seguida adicione, com agitação, 12 gotas de ácido clorídrico ( $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ) e 16 gotas de hidróxido de amônio ( $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ) até o sistema ficar com o pH próximo a 9, use um papel indicador de pH universal (figura 7);

*LEMBRETE: a finalidade deste procedimento é criar um meio tamponado usando o ácido fraco  $\text{NH}_4^+$  ( $K^a = 5,5 \times 10^{-10}$ ).*

3. Sob agitação aqueça a solução do item 2 em banho-maria e junte 25 gotas de  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$   $2,0 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ . Lembre-se que o aquecimento não pode ser sob fervura e deve durar por aproximadamente 5 minutos;

4. Filtre ou centrifugue (figura 8) o precipitado. Escreva no seu caderno de laboratório as reações de precipitação que ocorreram;

5. Para uma precipitação quantitativa, é necessário adicionar na solução resultante do passo 4 algumas gotas de carbonato de amônio. Verifique se o pH continua alcalino em torno de 9, caso contrário acrescente 3 gotas de hidróxido de amônio  $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ , repita o procedimento até não haver mais formação de precipitado;

**Uma solução turva é sinal de precipitado.**

6. Junte os precipitados obtidos nos itens 4 e 5 e guarde para fazer a separação e identificação dos íons bário e cálcio no próximo procedimento experimental;

7. Em seguida, ao sobrenadante do item 5 deve ser adicionado algumas gotas de hidrogenofosfato de sódio para confirmar a presença de íons  $\text{Mg}^{2+}$ , pela formação de um precipitado branco cristalino hidratado de  $\text{MgNH}_4\text{PO}_4$ ;

## PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL 2

1. Lave e centrifugue o precipitado obtido no item 6 do procedimento experimental 1 descartando a água de lavagem;
2. Adicione 5 gotas de  $(\text{CH}_3\text{COOH})$   $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ , aqueça o suficiente para dissolver o precipitado. Em seguida tampona a solução usando 1 mL de água destilada + 5 gotas de acetato de amônio  $3 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ;
3. Adicione 3 gotas de cromato de potássio  $1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e agite o tubo de ensaio e posteriormente centrifugue (ou filtre);

*Se a solução não ficar amarela, acrescente mais  $\text{K}_2\text{CrO}_4$ , gota a gota, para não colocar muito excesso deste reagente.*

4. Guarde a solução do sobrenadante para a identificação dos íons  $\text{Ca}^{2+}$ ;
5. Um precipitado amarelo indica a presença de bário na forma de cromato de bário, contudo, isto pode ser confirmado adicionando 3 gotas de ácido clorídrico  $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  para dissolver o precipitado amarelo e em seguida adicione 1 mL de sulfato de sódio,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$   $0,1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ , agite e centrifugue. A presença de um precipitado branco confirma a formação de sulfato de bário,  $\text{BaSO}_4$ ;
6. A solução resultante, no item 3 e 4 contendo  $\text{Ca}^{2+}$ , adicione 3 gotas de oxalato de amônio  $0,25 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ , agite e deixe em repouso cerca de 3 minutos. A formação de um precipitado branco confirma a presença de cálcio.

**Atividade 1.** Faça o fluxograma da separação do grupo II.

**Atividade 2.** Escreva todas as reações envolvidas no procedimento experimental.



## DESTINO DOS RESÍDUOS

Após o experimento, descartar as soluções nos recipientes apropriados para descarte.

## BIBLIOGRAFIA

RIBEIRO, J. *Química Analítica I*, 1ª Edição, Vitória, ES: Núcleo de Educação Aberta e a Distância, 2010.

BRADY, J. HUMISTON, G. E. *Química Geral vol. I*, Rio de Janeiro, Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., 1986.

BACCAN, N., GODINHO, O. E .S., ALEIXO, L. M., STEIN, E. *Introdução à semimicroanálise qualitativa*, 7ª Edição, Campinas, SP: Editora da UNICAMP, 1997.

JEFFERY, G.H, BASSET, J, MENDHAM, J., DENNEY, R. C., VOGEL: *Química Analítica Quantitativa*, 5ª edição, Ed. Livros Técnicos e Científicos Ltda., Rio de Janeiro, RJ, 1992.

HARRIS, D. C., *Análise Química Quantitativa*, 6ª edição, Ed. Livros Técnicos e Científicos Ltda., Rio de Janeiro, RJ, 2005.

# Módulo II

---



EXPERIMENTO 3: .....	21
Identificação de íons pertencentes ao grupo III: $\text{Cr}^{3+}$ , $\text{Al}^{3+}$ , $\text{Fe}^{3+}$ , $\text{Zn}^{2+}$ , $\text{Mn}^{2+}$ , $\text{Fe}^{2+}$ , $\text{Co}^{2+}$ e $\text{Ni}^{2+}$	
Introdução .....	21
Objetivos do experimento .....	22
Material .....	22
Reagente .....	23
Procedimento experimental 1 .....	23
Procedimento experimental 2 .....	24
Destino dos resíduos .....	26
Bibliografia .....	26

# Identificação de íons pertencentes ao grupo III: $\text{Cr}^{3+}$ , $\text{Al}^{3+}$ , $\text{Fe}^{3+}$ , $\text{Zn}^{2+}$ , $\text{Mn}^{2+}$ , $\text{Fe}^{2+}$ , $\text{Co}^{2+}$ e $\text{Ni}^{2+}$

## INTRODUÇÃO

Alguns dos elementos deste grupo tais como: cromo; manganês; ferro; cobalto; níquel e zinco são elementos classificados como metais de transição. Os elementos de transição ou metais de transição são definidos pela IUPAC (*International Union Pure Applied Chemistry*) como “Um elemento cujo átomo possui um subnível d incompleto ou que possa vir a formar cátions com um subnível d incompleto” e são representados na tabela pelo bloco d (grupo 3 ao 12). Por essa definição, o elemento zinco não poderia ser considerado um metal de transição pois este elemento não usa os elétrons d para formar compostos, assim, alguns autores preferem deixar o zinco junto com o alumínio que também não é um metal de transição. O Alumínio tem muitas propriedades similares as dos íons cromo III e ferro III, devido ao fato deles possuírem raio iônico próximos ( $\text{Al}^{3+} = 50 \text{ pm}$  e  $\text{Fe}^{3+} = 64 \text{ pm}$ ) e a mesma carga.

Algumas propriedades destes elementos vem da capacidade de poder existir em diferentes estados de oxidação. Por exemplo, a deficiência de elétrons nos orbitais d, ou seja, o seu preenchimento incompleto é responsável pela coloração dos compostos formados por estes elementos. Por outro lado, o zinco tem baixa reatividade devido ao preenchimento completo dos orbitais d, o que leva a um pequeno ou parcial poder de blindagem dos elétrons d e porconsequente, à grande atração que o núcleo exerce sobre os elétrons mais externos.

O zinco é encontrado como sulfeto,  $\text{ZnS}$ , na esfalerita, sempre em associação com minérios de chumbo. O zinco e o alumínio são anfotéricos,

reagindo tanto com ácido quanto com base para formar íons  $\text{Zn}(\text{H}_2\text{O})_6^{2+}$  e  $\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_6^{3+}$  e íons  $\text{Zn}(\text{OH})_4^{2-}$  e íon  $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ , respectivamente.

O metal cromo, Cr, é utilizado na metalurgia para fabricação de aço inoxidável e para a cromação. Os metais cromo, manganês, ferro, cobalto e níquel tem extrema importância em diversos setores da indústria química, desde produção de pigmentos, ligas metálicas, catalisadores para reações orgânicas, para fabricação de aço, aço carbono, aço alnico (para construir magnetos permanentes), aços de cobalto que são usados para fabricar instrumentos cirúrgicos.

A separação e identificação dos íons metálico destes elementos em solução, dependem do seu comportamento específico com a amônia e com o hidróxido de sódio. Os íons zinco e níquel são convenientemente separados e identificados sob a forma de seus sulfetos. Primeiramente, a solução deve ser tamponada a pH básico próximo a 9, o que favorece a precipitação de hidróxido de alumínio e hidróxido de ferro III. A solução resultante contém os complexos de zinco e níquel que por sua vez podem ser precipitados na forma de sulfeto. O sulfeto de zinco e o sulfeto de níquel são precipitados usando a tioacetamida, que a fonte de sulfeto, sob uma solução básica ou ligeiramente ácida. O níquel é identificado usando um reagente específico chamado DMG, dimetilglioxima.

No outro extremo, temos os íons de alumínio e ferro que podem ser separados tornando o meio mais básico, o que favorece a precipitação do hidróxido de ferro e a solubilização do hidróxido de alumínio na forma de  $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ . Finalmente, a identificação do alumínio pode ser feita pela reprecipitação do hidróxido de alumínio,  $\text{Al}(\text{OH})_3$  e no outro tubo de ensaio a reação dos íons ferro com tiocianeto de amônio para formar o complexo  $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3+}$ , o que é indicado pelo aparecimento de uma coloração vermelha característica deste complexo.

## OBJETIVOS DO EXPERIMENTO

- Estudar o procedimento de separação e identificação de metais do grupo III;

- Observar o comportamento dos diferentes íons em solução com excesso de reagente de precipitação;
- Investigar o papel do tampão no controle das concentrações dos íons hidrônios e hidróxidos.

## REAGENTE

$\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 0,2 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{HNO}_3$ 6 mol·L <sup>-1</sup>	Tioacetamida 1,0 mol·L <sup>-1</sup>
$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ 0,2 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{NH}_4\text{OH}$ 6 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{NH}_4\text{SCN}$ 1,0 mol·L <sup>-1</sup>
$\text{Fe}(\text{NO}_3)_2$ 0,2 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{HCl}$ 6 mol·L <sup>-1</sup>	Dimetilglioxima 10%/etanol
$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ 0,2 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{NH}_4\text{Cl}$ 0,2 mol·L <sup>-1</sup>	

## PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL 1

1. Em um tubo de ensaio coloque 4 gotas de cada uma das soluções 0,2 mol·L<sup>-1</sup> de nitratos dos seguintes elementos: Ferro III, Níquel II, Zinco II e Alumínio III, posteriormente adicione 8 gotas de HCl 6 mol·L<sup>-1</sup> e algumas gotas de amônia 6 mol·L<sup>-1</sup> lentamente até o meio ficar básico, verifique o pH usando um papel de tornassol, certifique que o meio ficará básico adicionando um excesso de 8 gotas de amônia 6 mol·L<sup>-1</sup>;
2. Em seguida aqueça o tubo de ensaio durante um minuto em banho-maria, centrifugue ou filtre o precipitado.

*CUIDADO: não jogue fora o sobrenadante, pois o mesmo contém os íons complexos de níquel ( $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ ) e zinco ( $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ ), guarde em outro tubo de ensaio para análise posterior (procedimento experimental 2);*

3. O precipitado contendo hidróxido de alumínio e hidróxido de ferro deve ser lavado três vezes com solução 0,2 mol·L<sup>-1</sup> de cloreto de amônio;
4. Para separar os hidróxidos é preciso adicionar 1 mL de NaOH 6 mol·L<sup>-1</sup> sob agitação, este processo desloca o equilíbrio dos íons alumínio formando o complexo  $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$  que permanece em solução, porém o hidróxido continua na forma de  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  precipitado;

## MATERIAL

Suporte para tubo de ensaio  
 Centrifuga ou filtro  
 Papel de filtro  
 Tubo de ensaio  
 Bico de Bunsen  
 Papel de pH universal  
 Papel de tornassol azul e vermelho  
 Suporte universal  
 Bastão de vidro  
 Sistema para banho-maria  
 Cápsula de porcelana

5. Separe o sobrenadante do precipitado por centrifugação ou filtração, coloque o sobrenadante em outro tubo;

*Não jogue fora o precipitado obtido.*

6. A identificação dos íons  $\text{Al}^{3+}$  pode ser feita adicionando ao sobrenadante obtido no item anterior algumas gotas de ácido clorídrico  $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ , o que desloca o pH do meio favorecendo a reprecipitação do hidróxido de alumínio de aspecto gelatinoso e cor branca;

7. Para confirmar a presença de  $\text{Al}(\text{OH})_3$  prossiga a adição de HCl até o meio ficar ácido, o que provoca a dissolução de  $\text{Al}(\text{OH})_3$ , em seguida adicione algumas gotas de amônia  $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  até o meio ficar alcalino (verifique com um papel de tornassol). Agitar e aquecer com cuidado em banho-maria. A reformação do precipitado gelatinoso confirma a presença de alumínio.

*OBSERVAÇÃO: algumas vezes é adicionado à solução um corante chamado aluminon (aurintricarboxilato de amônio) que é absorvido pelo precipitado para formar um pigmento vermelho que favorece a identificação do hidróxido de alumínio;*

8. Usando o precipitado obtido no item 5, lave o precipitado com água destilada quente por três vezes e despreze o sobrenadante;

9. Em seguida coloque 3-4 gotas de HCl  $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e junte 2 gotas de solução  $1,0 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  de  $\text{NH}_4\text{SCN}$ , observe a solução.



**Atividade 1.** Escreva todas as reações envolvidas no procedimento experimental 1.

## PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL 2

1. Aqueça o sobrenadante obtido no item 2 do procedimento experimental 1 contendo os íons complexos de níquel e zinco;

2. Em seguida adicione ~30 gotas de uma solução de tioacetamida  $1,0 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  sob agitação, depois de adicionar aqueça a solução novamente em banho-maria durante um período de 20 minutos;

3. Separe o precipitado formado usando uma centrífuga ou um filtro, o precipitado deve conter ZnS e NiS;

4. Verifique se a precipitação foi quantitativa, adicionando sob a solução resultante mais algumas gotas de tioacetamida, se houver turvação juntar a solução com o precipitado e adicionar mais 20 gotas do reagente de precipitação (tioacetamida) e repita os itens 2 e 3;

5. Após precipitação quantitativa separar o precipitado por centrifugação ou filtração e adicionar ao precipitado 1 mL de ácido clorídrico  $1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ , agite e deixe em repouso por alguns minutos (4 minutos), esse procedimento é necessário para separar o ZnS do NiS, pois o sulfeto de zinco é solúvel em ácido clorídrico mas o NiS não;

*Não jogue fora o sobrenadante, pois contem os íons  $\text{Zn}^{2+}$ .*

6. Para confirmar a presença de NiS, coloque o precipitado obtido no item anterior numa cápsula de porcelana e adicione 5 gotas de  $\text{HNO}_3$  concentrado;

7. Levar a capsula para uma capela e aqueça em chama direta para a completa dissolução do precipitado;

*CUIDADO: Tenha cuidado ao aquecer ácido forte.*

8. Para a identificação dos íons níquel II é preciso adicionar à solução resultante amônia  $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  até o meio ficar básico e finalmente adicionar algumas gotas do agente de precipitação específico para o Ni que é a dimetilglioxima. Se ocorrer a formação de um precipitado vermelho o teste é positivo;

9. Coloque o sobrenadante obtido no item 5 em uma cápsula de porcela-

na e aqueça em capela para eliminar o ácido sulfídrico que possivelmente tenha se formado durante a reação de dissolução do sulfeto de zinco;

10. Em seguida adicione algumas gotas do reagente de precipitação (tioacetamida) e aqueça novamente em banho-maria até formação do precipitado branco característico do ZnS, que confirma o teste para identificar  $Zn^{2+}$ .



**Atividade 2.** Faça o fluxograma da separação e identificação do grupo III.

**Atividade 3.** Escreva todas as reações envolvidas no procedimento experimental 2.

## DESTINO DOS RESÍDUOS

Após o experimento, descartar as soluções nos recipientes apropriados para descarte.

## BIBLIOGRAFIA

RIBEIRO, J. *Química Analítica I*, 1a Edição, Vitória, ES: Núcleo de Educação Aberta e a Distância, 2010.

BRADY, J. HUMISTON, G. E. *Química Geral vol. I*, Rio de Janeiro, Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., 1986.

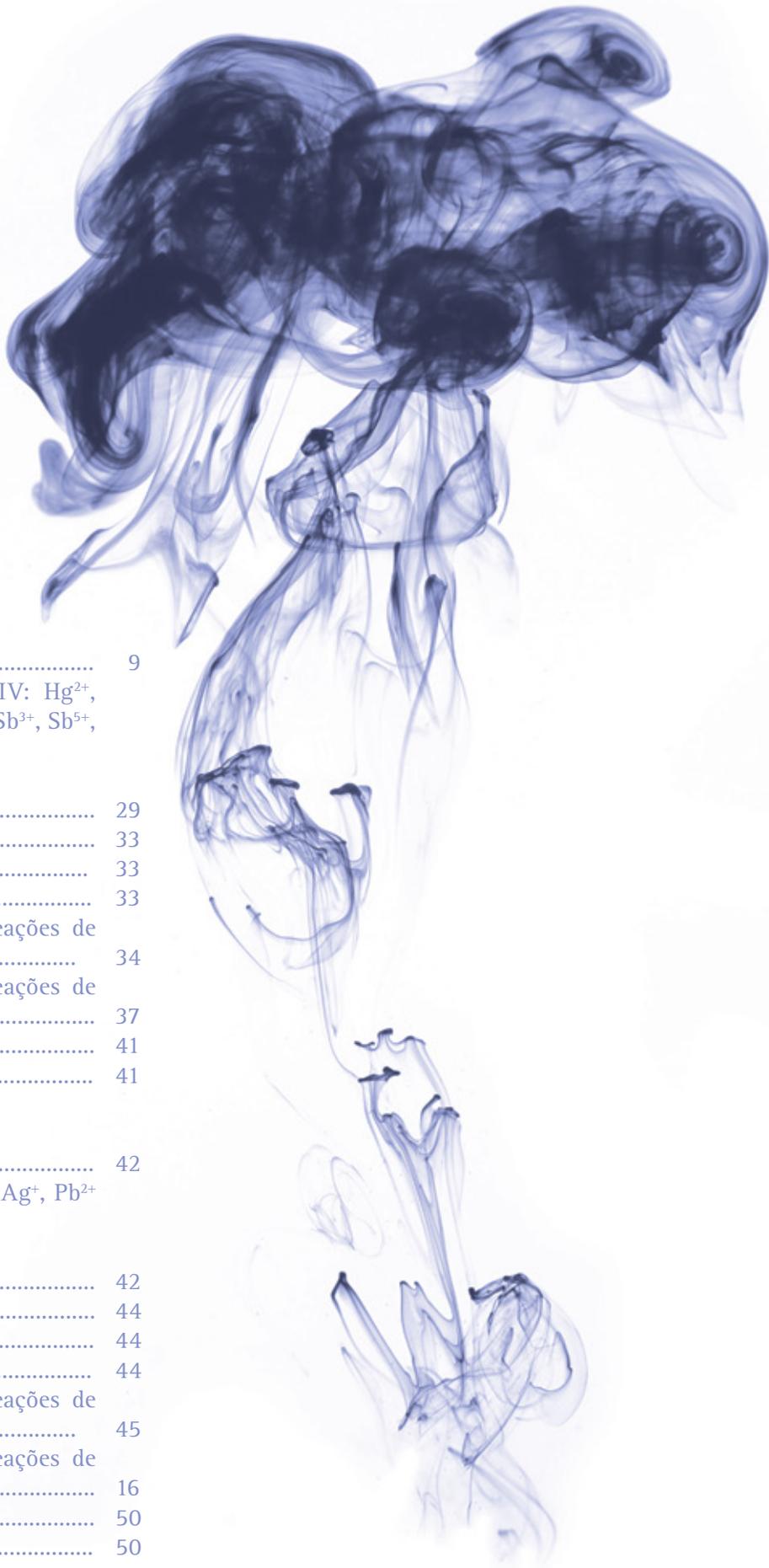
BACCAN, N., GODINHO, O. E. S., ALEIXO, L. M., STEIN, E. *Introdução à semimicroanálise qualitativa*, 7a Edição, Campinas, SP: Editora da UNICAMP, 1997.

JEFFERY, G.H, BASSET, J, MENDHAM, J., DENNEY, R. C., VOGEL: *Química Analítica Quantitativa*, 5ª edição, Ed. Livros Técnicos e Científicos Ltda., Rio de Janeiro, RJ, 1992.

HARRIS, D. C., *Análise Química Quantitativa*, 6º edição, Ed. Livros Técnicos e Científicos Ltda., Rio de Janeiro, RJ, 2005.

# Módulo III

---



EXPERIMENTO 4 .....	9
Identificação de íons do grupo IV: $\text{Hg}^{2+}$ , $\text{Pb}^{2+}$ , $\text{Bi}^{3+}$ , $\text{Cu}^{2+}$ , $\text{Cd}^{2+}$ , $\text{As}^{3+}$ , $\text{As}^{5+}$ , $\text{Sb}^{3+}$ , $\text{Sb}^{5+}$ , $\text{Sn}^{2+}$ e $\text{Sn}^{4+}$	
Introdução .....	29
Objetivos do experimento .....	33
Material .....	33
Reagentes .....	33
Procedimento experimental 1: Reações de Separação .....	34
Procedimento experimental 2: Reações de Identificação .....	37
Destino dos resíduos .....	41
Bibliografia .....	41
EXPERIMENTO 5 .....	42
Identificação de íons do grupo V: $\text{Ag}^+$ , $\text{Pb}^{2+}$ e $\text{Hg}_2^{2+}$	
Introdução .....	42
Objetivos do experimento .....	44
Material .....	44
Reagentes .....	44
Procedimento experimental 1: Reações de Separação .....	45
Procedimento experimental 1: Reações de Identificação .....	16
Destino dos resíduos .....	50
Bibliografia .....	50

## Identificação de íons do grupo IV: $\text{Hg}^{2+}$ , $\text{Pb}^{2+}$ , $\text{Bi}^{3+}$ , $\text{Cu}^{2+}$ , $\text{Cd}^{2+}$ , $\text{As}^{3+}$ , $\text{As}^{5+}$ , $\text{Sb}^{3+}$ , $\text{Sb}^{5+}$ , $\text{Sn}^{2+}$ e $\text{Sn}^{4+}$

### INTRODUÇÃO

Diferentemente dos sulfetos formados pelos cátions do grupo III, que são solúveis em ácidos minerais diluídos, os cátions metálicos do grupo IV apresentam como principal característica a insolubilidade em tais meios. Como consequência, esta propriedade é usada para separar os íons deste grupo dos demais grupos já apresentados.

Ademais, os cátions que compõem o grupo IV são divididos em dois subgrupos:

**Grupo IVA ou subgrupo do cobre** – Apresenta-se na forma de sulfetos insolúveis em uma solução de hidróxido de sódio ou de sulfeto de amônio, sendo composto pelos cátions:  $\text{Hg}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Bi}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$  e  $\text{Cd}^{2+}$ ;

**Grupo IVB ou subgrupo do arsênio** – Ao contrário do subgrupo anterior (subgrupo do cobre), é formado por sulfetos solúveis, em uma solução de hidróxido de sódio ou de sulfeto de amônio, dos seguintes cátions:  $\text{As}^{3+}$ ,  $\text{As}^{5+}$ ,  $\text{Sb}^{3+}$ ,  $\text{Sb}^{5+}$ ,  $\text{Sn}^{2+}$  e  $\text{Sn}^{4+}$ .

#### i. Grupo IVA ou subgrupo do cobre

Os cátions metálicos que compõem o subgrupo do cobre apresentam características peculiares e estados de oxidação variados. O **mercúrio (Hg)**, por exemplo, aparece em dois estados de oxidação, +1 e +2, nos

seus compostos. O estado de oxidação +1 se refere ao íon  $\text{Hg}_2^{2+}$  que, como veremos adiante, é precipitado no grupo V devido a insolubilidade do cloreto mercurioso,  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ . Já o íon  $\text{Hg}^{2+}$  se refere ao estado de oxidação +2 e pertence ao grupo IV. Íons mercúrio (II) ( $\text{Hg}^{2+}$ ) são facilmente reduzidos a íon mercurioso ( $\text{Hg}_2^{2+}$ ) que, por sua vez, são facilmente reduzidos a mercúrio metálico ( $\text{Hg}^0$ ).

Já o **chumbo (Pb)**, forma compostos nos estados de oxidação +2 e +4. No entanto, o chumbo normalmente aparece nos compostos inorgânicos no estado de oxidação +2. Como veremos a seguir, o íon  $\text{Pb}^{2+}$  é precipitado no grupo V devido a insolubilidade do cloreto de chumbo. Porém, devido ao caráter pouco insolúvel do cloreto de chumbo, parte deste íon metálico aparece no grupo IV.

*Nota: O chumbo aparece com estado de oxidação +4 no dióxido de chumbo,  $\text{PbO}_2$ .*

O **bismuto (Bi)**, por sua vez, aparece em três estados de oxidação, +3, +5 e -3. Sendo o estado de oxidação +3 o mais estável e facilmente hidrolisado em água.

*Nota: Tricloreto de bismuto tratado com água, dá origem a um precipitado branco de cloreto de bismutila,  $\text{BiOCl}$ .*

Assim como o mercúrio, o **cobre (Cu)** que dá nome a esse subgrupo, forma íons nos estados de oxidação +1 e +2, sendo o estado de oxidação +2 o mais comum. Os íons de  $\text{Cu}^{2+}$  formam íons hidratados  $\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_4^{2+}$  com coloração azul claro e formam complexos com  $\text{NH}_3$ ,  $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$  com coloração azul profunda.

Por fim, o **cádmio (Cd)** forma compostos somente no estado de oxidação +2. E assim como o  $\text{Zn}^{2+}$  e o  $\text{Cu}^{2+}$ , o  $\text{Cd}^{2+}$  forma muitos íons complexos. Porém, ao contrário do  $\text{Cu}^{2+}$  os íons  $\text{Cd}^{2+}$  formam complexos incolores, assim como os íons  $\text{Zn}^{2+}$ .

Como já mencionado anteriormente, os sulfetos metálicos do grupo IV, são insolúveis em ácidos minerais diluídos. Deste modo, é possível

precipitar os sulfetos dos cátions deste grupo na presença de cátions do grupo III, presentes em solução. Para isso, basta empregar o ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) diluído como agente de separação. Tal ácido pode ser adicionado ou gerado na reação.

Apesar de formarem sulfetos insolúveis, os cátions metálicos do grupo III, têm produtos de solubilidade ( $K_{ps}$ ) maiores que os cátions metálicos do grupo IV. Por essa razão eles são solúveis em ácidos minerais diluídos. A Tabela 2 apresenta os valores dos  $K_{ps}$  dos sulfetos metálicos do grupo III e IV. Nela podemos observar que para se ter um boa separação entre cátions do grupo III e IV é necessário controlar adequadamente a concentração de  $S^{2-}$ . Tal parâmetro reacional é controlado indiretamente pelo controle da concentração hidrogeniônica (pH) da solução.

Tabela 2. Produto de solubilidade ( $K_{ps}$ ) dos sulfetos metálicos do grupo III e IVA.

	Sulfetos metálicos	$K_{ps}$
Grupo III	NiS	$3,0 \times 10^{-21}$
	CoS	$5,0 \times 10^{-22}$
	MnS	$1,4 \times 10^{-15}$
	ZnS	$4,5 \times 10^{-24}$
Grupo IVA	HgS	$9,0 \times 10^{-52}$
	PbS	$7,0 \times 10^{-28}$
	$Bi_2S_3$	$1,6 \times 10^{-72}$
	CdS	$1,0 \times 10^{-28}$
	CuS	$8,5 \times 10^{-45}$

Após sua precipitação, os sulfetos metálicos podem ser dissolvidos em diferentes reagentes, tais como:

- Reagentes com alta concentração de íons  $H^+$ , a partir de ácidos minerais. Diminui a concentração de íons  $S^{2-}$ , o que favorece a dissolução de certos sulfetos, como por exemplo, CdS e PbS;

- Reagentes com íons  $\text{NO}_3^-$  a quente em solução ácida. Oxidam o  $\text{S}^{2-}$  a  $\text{S}^0$ , diminuindo a concentração de  $\text{S}^{2-}$  e, por conseguinte, resultando na dissolução de certos sulfetos.

*Nota: Na separação dos cátions metálicos do grupo IVA, usa-se uma solução de ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ )  $4 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  para dissolver  $\text{CdS}$ ,  $\text{PbS}$ ,  $\text{Bi}_2\text{S}_3$  e  $\text{CuS}$ . Assim, esses metais são separados do  $\text{HgS}$  que não se dissolve nesse meio.*

- Alta concentração de agente complexante. Diminui a concentração de íon metálico a tal ponto que o sulfeto metálico dissolve-se.

*Nota: Dissolução do  $\text{CdS}$  em soluções contendo altas concentrações de  $\text{Cl}^-$ , com formação do complexo  $\text{CdCl}_4^{2-}$ .*

### i. Grupo IVB ou subgrupo do arsênio

O grupo IVB ou subgrupo do arsênio é formado por três cátions em diferentes estados de oxidação.

O arsênio (As), elemento que dá nome ao subgrupo, é um não-metal que se apresenta em três estados de oxidação (+3, +5 e -3). No entanto, apenas os estados de oxidação +3 e +5 são estáveis em condições naturais.

Já o antimônio (Sb) apresenta características intermediárias entre os metais e não-metais, sendo por isso classificado como um semi-metal. Ele apresenta os mesmos estados de oxidação do arsênio (+3, +5 e -3). Porém, apenas o estado de oxidação +3 é comum, sendo que o antimônio se apresenta nesta forma na maioria dos seus compostos.

*Nota: O hidróxido de antimônio na forma de oxidação +3 apresenta caráter anfótero.*

Assim como os sais de bismuto (III) (subgrupo do cobre), os sais de antimônio (III) hidrolisam-se com facilidade:



O estanho (Sn), por sua vez, apresenta apenas dois estados de oxidação (+2 e +4) em seus compostos. Por essa razão, ele se assemelha ao chumbo (subgrupo do cobre), que possui os mesmos estados de oxidação.

*Nota: O  $\text{Sn(OH)}_2$  é anfótero, assim como o  $\text{Pb(OH)}_2$ . Já o  $\text{SnO}_2$  e o ácido estânico hidratado apresentam caráter ácido.*

Como vimos anteriormente, os sulfetos do subgrupo do arsênio, assim como do subgrupo do cobre, são insolúveis em ácidos diluídos. No entanto, são solúveis em hidróxido de sódio.

A insolubilidade em ácidos diluídos permite precipitar os sulfetos deste grupo juntamente com os cátions do subgrupo do cobre, na presença do grupo III, que são solúveis em meio ácido.

Por outro lado, a solubilidade do subgrupo do arsênio em polissulfetos de amônio ou NaOH permite separá-los dos sulfetos do subgrupo do cobre, visto que estes últimos são insolúveis neste meio.

## OBJETIVOS DO EXPERIMENTO

- Separar e identificar os cátions metálicos do grupo IVA ou subgrupo do cobre ( $\text{Hg}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Bi}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$  e  $\text{Cd}^{2+}$ ) presentes em solução por meio de ensaios por via seca e por via úmida;

## REAGENTES

$\text{Hg(NO}_3)_2$ 0,2 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{HNO}_3$ (concentrado)	NaOH 4 mol·L <sup>-1</sup>
$\text{Pb(NO}_3)_2$ 0,2 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{C}_2\text{H}_5\text{NS}$ 1 mol·L <sup>-1</sup>	NaOH 6 mol·L <sup>-1</sup>
$\text{Bi(NO}_3)_3$ 0,2 mol·L <sup>-1</sup>	HCl (concentrado)	$\text{Hg(NO}_3)_2$ 0,2 mol·L <sup>-1</sup>
$\text{Cu(NO}_3)_2$ 0,2 mol·L <sup>-1</sup>	$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 0,25 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,2 mol·L <sup>-1</sup>
$\text{CdSO}_4$ 0,2 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{CH}_3\text{COONH}_4$ 1 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{CH}_3\text{COOH}$ 6 mol·L <sup>-1</sup>
$\text{HNO}_3$ 6 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{NH}_4\text{OH}$ 6 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{K}_4[\text{Fe(CN)}_6]$ 0,2 mol·L <sup>-1</sup>
$\text{HNO}_3$ 4 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{SnCl}_2$ 0,1 mol·L <sup>-1</sup> ou 15%	Glicerina 1:1 (v/v)

## MATERIAL

Pisseta  
Tubos de ensaio  
Espátulas  
Placa aquecedora  
Bico de Bunsen  
Centrífuga  
Conta gotas  
Lamina de cobre  
Vidro de relógio  
Bastão de Vidro  
Algodão

## PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL 1: Reações de Separação



Imagem 4 - estojo com 5 tubos de ensaio

### i. Reação com gás sulfídrico

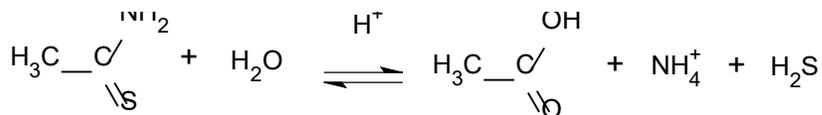
1. Colocar em 5 tubos de ensaio (imagem 4) separados 2 gotas de soluções  $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  de nitratos de  $\text{Hg}^{2+}$ ,  $\text{Bi}^{3+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$  e  $\text{Cd}^{2+}$  e diluir cada solução com água até obter um volume final de 2 mL;
2. Adicionar a cada tubo 2 gotas de ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ )  $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e 0,5 mL de solução de tioacetamida ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{NS}$ )  $1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ . Aquecer em banho-maria por 5 minutos;

*Esse procedimento deve ser realizado na capela (imagem 5).*

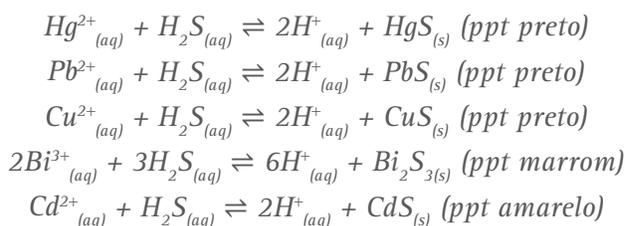


Imagem 5 - capela

*Nota: Ocorrerá a seguinte reação de formação de gás sulfídrico ( $\text{H}_2\text{S}$ ):*



O  $\text{H}_2\text{S}$  formado reagirá com os nitratos dos metais do grupo IVA para formar precipitados na forma de sulfetos, segundo as reações:



3. Em seguida, centrifugar os precipitados obtidos e lavá-los com água quente, desprezando o sobrenadante (figura 8);

4. Testar a solubilidade dos precipitados formados com 10 gotas de ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ )  $4 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e aquecer em banho-maria (imagem 6) por 1 minuto agitando constantemente;

5. Tendo em vista que o  $\text{HgS}$  não sofre dissolução em meio ácido, ele deverá ser tratado com 8 gotas de água régia (2 gotas de  $\text{HNO}_3$  concentrado + 6 gotas de  $\text{HCl}$  concentrado). Em seguida aquecer em banho-maria.



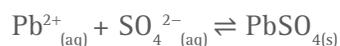
Imagem 6 - banho-maria

## ii. Reação com sulfato de amônio

1. Colocar em 5 tubos de ensaio separados 2 gotas de solução  $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  de nitrato de  $\text{Hg}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Bi}^{3+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$  e  $\text{Cu}^{2+}$ , 5 gotas de água e 5 gotas de sulfato de amônio ( $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ )  $0,25 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ;

2. Deixar em repouso por 2 minutos e centrifugar;

*Nota: Somente o  $\text{Pb}^{2+}$  deverá precipitar neste meio segundo a reação:*



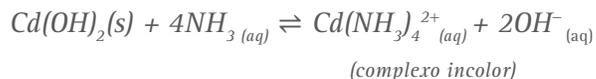
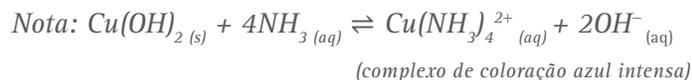
3. Tratar o precipitado com 5 gotas de acetato de amônio ( $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ )  $1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e aquecer em banho-maria.

### iii. Reação com hidróxido de amônio

1. Colocar em 5 tubos de ensaio distintos 2 gotas de solução  $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  de nitratos de  $\text{Hg}^{2+}$ ,  $\text{Bi}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$  e  $\text{Pb}^{2+}$ , 5 gotas de água e algumas gotas de hidróxido de amônio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ )  $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  (até observar a formação de precipitado);

*Nota: Para os íons  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Bi}^{3+}$  e  $\text{Cd}^{2+}$  ocorrerá a precipitação de hidróxidos. Com exceção do  $\text{Cu}(\text{OH})_2$  que é azul, os demais precipitados são brancos.*

2. Continuar adicionando gotas de  $\text{NH}_4\text{OH}$   $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  até observar a dissolução dos hidróxidos de  $\text{Cu}^{2+}$  e  $\text{Cd}^{2+}$ . Os hidróxidos de  $\text{Bi}^{3+}$  e  $\text{Pb}^{2+}$  não se dissolvem na presença de um excesso de  $\text{NH}_4\text{OH}$ .



**Atividade 1.** Determine em que reações se baseia a separação dos cátions do Grupo IVA dos cátions de Grupo IVB.

**Atividade 2.** Baseado no conteúdo apresentado, explique por que os sulfetos dos cátions dos Grupos IVA e IVB precipitam em  $\text{HNO}_3$   $0,3 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e os sulfetos dos cátions do Grupo III não fazem o mesmo. Determine também o que aconteceria se a concentração de  $\text{HNO}_3$  fosse maior e menor que  $0,3 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ .

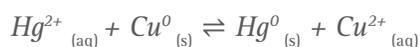
## PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL 2: Reações de Identificação

### i. Mercúrio(II) ( $\text{Hg}^{2+}$ )

#### ia. Reação com cobre

1. Mergulhar uma lâmina de cobre (figura 9) em uma solução de  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$   $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ , aguardando alguns minutos antes de retirá-la;
2. Esfregar a lâmina com um pano até observar que a mesma adquiere um aspecto prateado;

*Nota: Tal aspecto se deve a seguinte reação:*



No procedimento de análise, o íon  $\text{Hg}^{2+}$  terá que ser identificado na solução de água régia utilizada na dissolução do  $\text{HgS}$ . Portanto, a solução deve ser neutralizada antes de ser mergulhar a lâmina de cobre, evitando a dissolução da mesma.

#### ib. Reação com cloreto estanoso

1. Colocar em um tubo de ensaio 3 gotas de solução de  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$   $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e adicionar gradativamente gotas de cloreto estanoso ( $\text{SnCl}_2$ )  $0,1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  ou 15%;
2. Continuar acrescentando gotas de cloreto estanoso até que o precipitado, inicialmente branco, se torne preto.

*Nota: A presença de uma cor cinza intermediária se deve a uma mistura do precipitado branco ( $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ ) e do precipitado preto ( $\text{Hg}^0$ ).*

## ii. Chumbo(II) ( $\text{Pb}^{2+}$ )

1. Colocar em um tubo de ensaio 3 gotas de solução de  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e 3 gotas de  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$   $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ .

*Nota: Observasse a formação de um precipitado amarelo de  $\text{PbCrO}_4$ .*

Obs: No procedimento de análise o chumbo é separado na forma de  $\text{PbSO}_4$ . Portanto, ele deve ser dissolvido em  $\text{CH}_3\text{COONH}_4$   $1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e a seguir tratado com  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$   $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ;

2. Centrifugar a solução, separando o precipitado do sobrenadante e testar sua solubilidade usando algumas gotas (até solubilizar) de  $\text{NaOH}$   $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ .

*Nota:  $\text{PbCrO}_4$  é solúvel em  $\text{NaOH}$ , ao contrário do  $(\text{BiO})_2\text{CrO}_4$ .*



Imagem 7 - estojo com 1 tubo de ensaio

## iii. Bismuto(III) ( $\text{Bi}^{3+}$ )

1. Colocar em um tubo (imagem 7) de ensaio 2 gotas de  $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$   $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e 3 gotas de  $\text{NH}_4\text{OH}$   $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ;
2. Centrifugar a solução e desprezar o sobrenadante;
3. Tratar o precipitado com uma solução de estanita de sódio recém preparada (1 gota de solução de  $\text{SnCl}_2$  e algumas gotas de  $\text{NaOH}$   $4 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ).

*Nota: À medida que as primeiras gotas de  $\text{NaOH}$   $4 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  forem adicionadas observa-se a formação de um precipitado branco de  $\text{Sn}(\text{OH})_2$ . Prosseguindo-se a adição da base até ocorrer a dissolução do precipitado com formação subsequente de estanita,  $\text{Sn}(\text{OH})_4^-$ .*

### iii. Cobre(II) ( $\text{Cu}^{2+}$ )

#### iiia. Teste de Chama

1. Colocar uma pequena porção de sal de cobre ( $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ )  $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  em um vidro de relógio (figura 10);
2. Fazer um cotonete usando algodão e um bastão de vidro com a ponta em rosca; ou usar um fio de Monel.
3. Molhar o fio em HCl (concentrado) e em seguida no sal de cobre;
4. Levar à chama do bico de Bunsen (figura 2) e observar a coloração.

*Nota: Os compostos de cobre dão uma coloração verde esmeralda à chama do bico de Bunsen.*

#### iiib. Reação com Amônia

1. Colocar em um tubo de ensaio 2 gotas de  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$   $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e algumas gotas de  $\text{NH}_4\text{OH}$   $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  (até obter uma coloração azul intensa devido a formação do complexo  $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$ ).

#### iiic. Reação com Ferrocianeto de Potássio

1. Colocar em um tubo de ensaio 2 gotas de  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$   $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e algumas gotas de ácido acético ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ )  $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  até o meio se tornar ácido;
2. Em seguida, adicionar 2 gotas de ferrocianeto de potássio ( $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ )  $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ .

*Nota: O cobre formará um precipitado castanho avermelhado de ferrocianeto de cobre ( $\text{Cu}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ).*

#### iv. Cádmio(II) ( $\text{Cd}^{2+}$ )

Identificação de  $\text{Cd}^{2+}$  na presença de  $\text{Cu}^{2+}$

1. Colocar em 1 tubo de ensaio 2 gotas de  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$   $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e 2 gotas de  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$   $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ;

2. Adicionar 10 gotas de glicerina ( $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$ ) 1:1 (v/v) e algumas gotas de solução de  $\text{NaOH}$   $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  até a solução final tomar uma coloração azul;

3. A seguir, adicionar mais 15 gotas (excesso) de solução de  $\text{NaOH}$   $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ;

*Nota: O cobre fica na solução na forma do complexo  $\text{Cu}(\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3)_2$  e o  $\text{Cd}^{2+}$  é precipitado na forma de  $\text{Cd}(\text{OH})_2$ .*

4. Centrifugar e separar o líquido sobrenadante do precipitado;

5. Lavar o precipitado umas 3 vezes com 1 mL de água contendo 5 gotas de glicerina 1:1;

6. Dissolver o precipitado em uma solução de ácido acético  $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e 0,5 mL de tioacetamida ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{NS}$ )  $1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e aquecer;

*Esse procedimento deve ser realizado na capela.*

*Nota: A presença de  $\text{Cd}^{2+}$  será evidenciada pela formação de um precipitado amarelo de sulfeto de cádmio. Os íons  $\text{Bi}^{3+}$  e  $\text{Pb}^{2+}$  formam complexos solúveis com glicerina.*



**Atividade 3.** Descreva um teste simples para distinguir os componentes dos seguintes pares de substâncias contidas em recipientes separados:

(a)  $\text{CuS}$  e  $\text{Bi}_2\text{S}_3$

(b)  $\text{Cd}(\text{OH})_2$  e  $\text{CdS}$

(c)  $\text{HgI}_2$  e  $\text{NaI}$

Atividade 4. Descreva um teste simples para distinguir os componentes das seguintes misturas contidas no mesmo recipiente:

(a) CuS e HgS    (b) Cu(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> e Cd(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>    (c) PbSO<sub>4</sub> e BaSO<sub>4</sub>



## DESTINO DOS RESÍDUOS

Após o experimento, descartar as soluções nos recipientes apropriados para descarte.

## BIBLIOGRAFIA

RIBEIRO, J. *Química Analítica I*, 1a Edição, Vitória, ES: Núcleo de Educação Aberta e a Distância, 2010.

BACCAN, N.; GODINHO, O. E. S.; ALEIXO, L. M.; STEIN, E. *Introdução à semimicroanálise qualitativa*, 7a Edição, Campinas, SP: Editora da UNICAMP, 1997.

POSTMA, J. M.; ROBERTS Jr., J. L.; HOLLENBERG, J. L. *Química no Laboratório*, 5a Edição, Barueri, SP: Editora Manole, 2009.

VOGEL, A. I. *Química Analítica Qualitativa*, 5a Edição, São Paulo, SP: Editora Mestre Jou, 1981.

SKOOG, D. A.; HOLLER, F. J.; WEST, D. M. *Fundamentos de Química Analítica*, 8a Edição, São Paulo, SP: Editora Pioneira Thomson Learning, 2006.

# Identificação de íons do grupo V: $\text{Ag}^+$ , $\text{Pb}^{2+}$ e $\text{Hg}_2^{2+}$

## INTRODUÇÃO

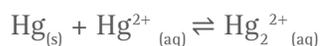
O grupo V é formado por três cátions metálicos, os íons prata, chumbo e mercúrio. O primeiro deles advém da **prata (Ag)**, um metal branco, maleável e ductil que forma compostos em três estados de oxidação (+1, +2 e +3), sendo o estado +1 o mais comum. Por ser um elemento de transição da tabela periódica, a prata forma muitos íons complexos, tais como:  $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+$ ,  $\text{AgCl}_2^-$ ,  $\text{Ag}(\text{S}_2\text{O}_3)_2^{3-}$  e  $\text{Ag}(\text{CN})_2^-$ . Além disso, a prata forma compostos que tem baixa solubilidade em água. É também insolúvel em ácido clorídrico, sulfúrico diluído ( $1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ) e nítrico diluído ( $2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ), porém, dissolve-se em ácidos mais concentrados, tais como: ácido nítrico ( $8 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ) ou ácido sulfúrico concentrado a quente.

*Nota: A prata em solução forma íons monovalentes incolores.*

Já o **chumbo (Pb)** é um metal cinza azulado que forma compostos em dois estados de oxidação (+2 e +4). No entanto, apenas o dióxido de chumbo ( $\text{PbO}_2$ ) apresenta-se como um composto estável de chumbo no estado tetravalente (+4), todos os demais compostos inorgânicos estáveis de chumbo apresentam estado de oxidação +2. Tais compostos dissolvem-se facilmente em solução concentrada de ácido nítrico ( $8 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ), produzindo os íons chumbo(II) ou  $\text{Pb}^{2+}$ .

Por fim, o **mercúrio (Hg)**, um metal branco prateado e líquido na temperatura ambiente (peso específico =  $13,5 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$ ), se apresenta em

dois estados de oxidação (+1 e +2) relativamente estáveis. Os íons de mercúrio nestes dois estados de oxidação ( $\text{Hg}^{2+}$  e  $\text{Hg}_2^{2+}$ ) ficam em um equilíbrio mútuo juntamente com o mercúrio metálico ( $\text{Hg}^0$ ).



*Nota: No estado de oxidação +1, o íon existe na forma de um dímero  $^+\text{Hg}-\text{Hg}^+$ , ou  $\text{Hg}_2^{2+}$ .*

Os íons mercúrio não são atacados pelo ácido clorídrico ou pelo ácido sulfúrico  $2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ , mas reage prontamente com o ácido nítrico. A frio e em concentração elevada de ácido nítrico ( $8 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ), com excesso de mercúrio produz íons  $\text{Hg}_2^{2+}$ . Já com excesso de ácido nítrico concentrado a quente, forma-se íons  $\text{Hg}^{2+}$ .

*Nota: O ácido sulfúrico concentrado a quente também dissolve o mercúrio. Se o mercúrio estiver em excesso, serão obtidos íons  $\text{Hg}_2^{2+}$  e se o ácido estiver em excesso, serão obtidos íons  $\text{Hg}^{2+}$ .*

Como característica ordinária, os cátions metálicos do grupo V são precipitados na forma de cloretos insolúveis pela adição de um leve excesso de ácido clorídrico. Como podemos observar na Tabela 3, o cloreto mercurioso ( $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ ) é o menos solúvel dos três sais. Já o cloreto de chumbo ( $\text{PbCl}_2$ ) tem um solubilidade moderada em água, portanto, dificilmente é removido integralmente por precipitação.

Tabela 3. Solubilidade em água dos cloretos de  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Ag}^+$  e  $\text{Hg}_2^{2+}$ .

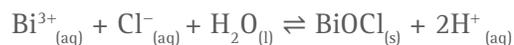
Sal	Solubilidade à 25 °C	
	$\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$	$\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$
$\text{Hg}_2\text{Cl}_2$	$3,8 \times 10^{-4}$	$8,1 \times 10^{-7}$
$\text{AgCl}$	$17,9 \times 10^{-4}$	$12,5 \times 10^{-6}$
$\text{PbCl}_2$	11,0	$39,5 \times 10^{-3}$

O  $\text{PbCl}_2$  é pouco solúvel em soluções com temperaturas inferiores a temperatura ambiente (25 °C), porém, sua solubilidade aumenta com o

aumento da temperatura. Desde modo, a quantidade de íons  $\text{Pb}^{2+}$  que passa para o grupo IV, pode ser reduzida à uma quantidade mínima mediante resfriamento da solução e usando-se excesso de HCl.

Consequentemente, é comum usar o ácido clorídrico e não cloreto de amônio ou outro cloreto solúvel na precipitação de cátions metálicos do grupo V. O ácido clorídrico fornece os íons  $\text{H}^+$  e  $\text{Cl}^-$  necessários para impedir a precipitação eventual de oxi-cloretos de bismuto(III) e antimônio(III).

*Nota: Devido ao caráter ácido da solução a reação e deslocada para a esquerda:*



Um ligeiro excesso de HCl é empregado para garantir que a concentração dos três cátions em solução é a mais baixa possível. Porém, um excesso muito grande de ácido deve ser evitado, pois, pode levar a formação de cloro-complexos solúveis.

## MATERIAL OBJETIVOS DO EXPERIMENTO

Pisseta  
Tubos de ensaio  
Espátulas  
Conta gotas  
Centrífuga  
Lâmina de cobre

- Separar e identificar os cátions metálicos do grupo V ( $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Pb}^{2+}$  e  $\text{Hg}_2^{2+}$ ) presentes em solução por meio de ensaios por via úmida;

## REAGENTES

$\text{AgNO}_3$ 0,2 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{HNO}_3$ 6 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{NH}_3$ 6 mol·L <sup>-1</sup>
$\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ 0,2 mol·L <sup>-1</sup>	HCl (concentrado)	$\text{C}_2\text{H}_5\text{NS}$ 1 mol·L <sup>-1</sup>
$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 0,2 mol·L <sup>-1</sup>	HCl 6 mol·L <sup>-1</sup>	KI 0,2 mol·L <sup>-1</sup>
$\text{K}_2\text{CrO}_4$ 1 mol·L <sup>-1</sup>	NaOH 4 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{NH}_4\text{OH}$ 6 mol·L <sup>-1</sup>
$\text{H}_2\text{SO}_4$ 2 mol·L <sup>-1</sup>	NaOH 6 mol·L <sup>-1</sup>	
$\text{HNO}_3$ (concentrado)	$\text{CH}_3\text{COOH}$ 6 mol·L <sup>-1</sup>	

## PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL 1: Reações de Separação

### i. Reação com HCl diluído

1. Colocar em 3 tubos de ensaio (imagem 8) separados 5 gotas de soluções  $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  de nitratos de  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Pb}^{2+}$  e  $\text{Hg}_2^{2+}$  e adicionar algumas gotas de  $\text{HCl } 6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  com agitação até observar a formação completa de precipitado;

2. Centrifugar os precipitados obtidos e descartar o sobrenadante;

*Este procedimento deve ser realizado 4 vezes (em 4 tubos de ensaios diferentes) para cada cátion.*

3. Pegue 4 tubos de ensaio para os precipitados formados a partir de cada cátion e trate da seguinte forma:

3.1. Tubo 01: Adicionar 2 mL de água destilada, aquecer até entrar em ebulição e observar os casos em que há dissolução dos precipitados;

3.2. Tubo 02: Adicionar algumas gotas de  $\text{NH}_4\text{OH } 6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  até observar se há dissolução ou mudança de cor dos precipitados;

3.3. Tubo 03: Adicionar algumas gotas de  $\text{HCl}$  (concentrado), agitar bem e aquecer até observar se há dissolução ou mudança de cor dos precipitados;

3.4. Tubo 04: Adicionar 10 gotas de  $\text{HNO}_3$  (concentrado), agitar bem e aquecer até observar se há dissolução ou mudança de cor dos precipitados;

**Atividade 1.** faça uma tabela com os resultados obtidos nos testes acima.



Imagem 8 - estojo com 3 tubos de ensaio



## ii. Reação com gás sulfídrico

1. Colocar em 3 tubos de ensaios distintos 3 gotas de soluções  $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  de nitratos de  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Pb}^{2+}$  e  $\text{Hg}_2^{2+}$ ;
2. Adicionar a cada tubo de ensaio 1 gota de  $\text{HNO}_3$   $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e  $0,5 \text{ mL}$  de solução de tioacetamida ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{NS}$ )  $1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ;
3. Aquecer em banho-maria por 5 minutos e observar a coloração dos precipitados formados.

*Esse procedimento deve ser realizado na capela.*

*Nota: Os sulfetos de  $\text{PbS}$  e  $\text{Ag}_2\text{S}$  são de cor negra. Já o mercúrio deveria apresentar uma coloração cinza que se deve a uma mistura dos precipitados branco ( $\text{Hg}(\text{NH}_2)\text{Cl}$ ) e preto ( $\text{Hg}^0$ ). No entanto, como o mercúrio formado é finalmente dividido, ele apresenta uma cor negra e mascara o  $\text{Hg}(\text{NH}_2)\text{Cl}$  formado.*



**Atividade 2.** Descreva quais as implicações que os seguintes “erros” no procedimento experimental terão sobre o resultado da análise dos cátions do grupo V:

- (a) Após a adição do  $\text{HCl}$  diluído e aquecimento, a solução é deixada resfriar à temperatura ambiente antes de ser centrifugada;
- (b) Após a remoção do  $\text{PbCl}_2$  precipitado na etapa anterior, o sólido remanescente ( $\text{AgCl}$  e/ou  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ ) não é lavado exaustivamente com água quente antes da adição do  $\text{NH}_4\text{OH}$   $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ .

## PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL 2: Reações de Identificação

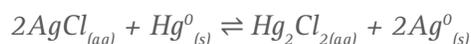
### i. Prata(I) ( $\text{Ag}^+$ )

#### ia. Reação de $\text{AgCl}$ com $\text{NH}_3$

1. Colocar em 1 tubos de ensaios 5 gotas de solução  $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  de nitrato de Prata ( $\text{AgNO}_3$ );

2. Em seguida, adicionar algumas gotas de HCl 6 mol·L<sup>-1</sup> com agitação até observar a formação completa de precipitado;
3. Tratar o precipitado obtido com algumas gotas de NH<sub>3</sub> 6 mol·L<sup>-1</sup> até observar a sua completa solubilização;
4. Acrescentar algumas gotas de HNO<sub>3</sub> 6 mol·L<sup>-1</sup> até ocorrer a reprecipitação.

*Nota: Se existir uma quantidade muito grande de mercúrio na amostra sob teste, ocorrerá uma perda de pequena quantidade de íons Ag<sup>+</sup>, devido a redução de Ag<sup>+</sup> à Ag<sup>0</sup>:*



#### ib. Reação de Ag<sup>+</sup> com NaOH

1. Colocar em 1 tubos de ensaios 5 gotas de solução 0,2 mol·L<sup>-1</sup> de nitratos de Prata (AgNO<sub>3</sub>);
2. Em seguida, adicionar 5 gotas de água destilada com agitação;
3. Posteriormente, adicionar algumas gotas de NaOH 4 mol·L<sup>-1</sup> com agitação até observar a completa formação do precipitado de óxido de prata (Ag<sub>2</sub>O), de cor marrom escuro.

*Nota: Da mesma forma que o AgCl, o Ag<sub>2</sub>O dissolve-se com facilidade em NH<sub>4</sub>OH.*

#### ii. Chumbo(II) (Pb<sup>2+</sup>)

##### iii. Reação com CrO<sub>4</sub><sup>2-</sup>

1. Colocar em 1 tubos de ensaios 5 gotas de solução 0,2 mol·L<sup>-1</sup> de nitratos de Chumbo (Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>) e 5 gotas de água destilada;
2. Agitar a solução e adicionar 1 gota de CH<sub>3</sub>COOH 6 mol·L<sup>-1</sup> e 1 gota de K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> 1 mol·L<sup>-1</sup>;

*Nota: A formação de um precipitado amarelo ( $PbCrO_4$ ) indica a presença de  $Pb^{2+}$ .*

3. Em seguida, centrifugue a mistura separando o sobrenadante do precipitado;
4. Realize um teste no sobrenadante adicionando novamente 1 gota de  $K_2CrO_4$   $1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ . Caso não ocorra mais precipitação, desprezar o sobrenadante;
5. Para confirmar se o precipitado formado é de chumbo, adicione de 8 a 10 gotas de  $NaOH$   $6\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e agite até dissolvê-lo;
6. Adicionar algumas gotas de  $CH_3COOH$   $6\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  até o meio se tornar ligeiramente ácido.

*Nota: O meio estará levemente ácido quando o precipitado amarelo ( $PbCrO_4$ ) se formar novamente. Este é o teste característico do chumbo.*

#### **iib. Reação com $I^-$**

1. Colocar em 1 tubos de ensaios 5 gotas de solução  $0,2\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  de nitratos de Chumbo ( $Pb(NO_3)_2$ ) e 3 gotas de  $KI$   $0,2\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ;

*Nota: A formação de um precipitado amarelo ( $PbI_2$ ) indica a presença de  $Pb^{2+}$ . Tal precipitado é solúvel em água quente.*

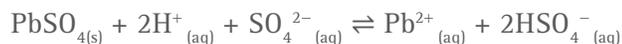
2. Centrifugue a solução, desprezando o sobrenadante;
3. Em seguida, lave o precipitado com água destilada (temperatura ambiente) e teste sua solubilidade com água quente.

#### **iic. Reação com $SO_4^{2-}$**

1. Colocar em 1 tubos de ensaios 3 gotas de solução  $0,2\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  de

nitratos de  $\text{Pb}^{2+}$  e, lentamente, algumas gotas de  $\text{H}_2\text{SO}_4$   $2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  até observar a formação de um precipitado branco solúvel ( $\text{PbSO}_4$ );

*Deve-se tomar cuidado com a concentração do  $\text{H}_2\text{SO}_4$  na solução teste, pois o  $\text{PbSO}_4$  dissolve-se em  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado, devido a formação de  $\text{HSO}_4^-$ :*



2. Testa a solubilidade do precipitado formado adicionando algumas gotas de  $\text{NaOH}$   $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ;

### iii. Mercúrio(I) ( $\text{Hg}_2^{2+}$ )

#### iiia. Reação de cloreto mercurioso com amônia aquosa

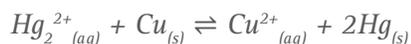
1. Colocar em 1 tubo de ensaio 5 gotas de soluções  $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  de nitrato de Mercúrio (I) e adicionar algumas gotas de  $\text{HCl}$   $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  com agitação até observar a formação completa de precipitado;

2. Em seguida, adicionar algumas gotas de  $\text{NH}_4\text{OH}$   $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  até observar a formação de um precipitado cinza ( $\text{Hg}^0 + \text{HgNH}_2\text{Cl}$ ).

#### iiib. Redução de $\text{Hg}_2^{2+}$ com cobre

1. Colocar uma lâmina de cobre em uma solução neutra ou levemente acida de  $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  de nitrato de Mercúrio (I).

*Nota: O mercúrio metálico ( $\text{Hg}^0$ ) se depositará sobre a lâmina, adquirindo um aspecto prateado:*



**Atividade 3.** Descreva um esquema simplificado de análise, com um número mínimo de etapas, para a identificação dos cátions presentes em cada uma das seguintes misturas:

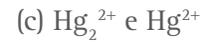
(a)  $\text{Hg}_2^{2+}$  e  $\text{Pb}^{2+}$

(b)  $\text{AgNO}_3$  e  $\text{Pb}^{2+}$





**Atividade 4.** Descreva um teste simples, que use apenas um reagente e permita distinguir os cátions presentes nas misturas binárias:



## DESTINO DOS RESÍDUOS

Após o experimento, descartar as soluções nos recipientes apropriados para descarte.

## BIBLIOGRAFIA

RIBEIRO, J. Química Analítica I, 1a Edição, Vitória, ES: *Núcleo de Educação Aberta e a Distância*, 2010.

BACCAN, N.; GODINHO, O. E .S.; ALEIXO, L. M.; STEIN, E. *Introdução à semimicroanálise qualitativa*, 7a Edição, Campinas, SP: Editora da UNICAMP, 1997.

POSTMA, J. M.; ROBERTS Jr., J. L.; HOLLENBERG, J. L. *Química no Laboratório*, 5a Edição, Barueri, SP: Editora Manole, 2009.

VOGEL, A. I. *Química Analítica Qualitativa*, 5a Edição, São Paulo, SP: Editora Mestre Jou, 1981.

SKOOG, D. A.; HOLLER, F. J.; WEST, D. M. *Fundamentos de Química Analítica*, 8a Edição, São Paulo, SP: Editora Pioneira Thomson Learning, 2006.

# Módulo IV

---



EXPERIMENTO 6 .....	53
Identificação de ânions: $\text{Cl}^-$ , $\text{Br}^-$ , $\text{I}^-$ , $\text{F}^-$ , $\text{SO}_4^{2-}$ , $\text{CO}_3^{2-}$ , $\text{MnO}_4^-$ e $\text{CrO}_4^{2-}$	
Introdução .....	53
Objetivo do experimento .....	55
Material .....	55
Reagentes .....	55
Procedimento experimental 1: Identificação dos ânions $\text{Cl}^-$ , $\text{Br}^-$ , $\text{I}^-$ e $\text{F}^-$ .....	55
Procedimento experimental 2: Identificação dos ânions $\text{SO}_4^{2-}$ , $\text{CO}_3^{2-}$ , $\text{MnO}_4^-$ e $\text{CrO}_4^{2-}$ ....	60
Destino dos resíduos .....	61
Bibliografia .....	61

# Identificação de ânions: $\text{Cl}^-$ , $\text{Br}^-$ , $\text{I}^-$ , $\text{F}^-$ , $\text{SO}_4^{2-}$ , $\text{CO}_3^{2-}$ , $\text{MnO}_4^{2-}$ e $\text{CrO}_4^{2-}$

## INTRODUÇÃO

Ao contrário dos cátions, na análise de ânions os íons não são subdivididos em grupos ou subgrupos. Como consequência, os ensaios utilizados na separação e identificação de ânions não são tão sistemáticos, ou seja, não existe um esquema satisfatório que permita a separação dos ânions comuns em grupos principais, e a subsequente separação inequívoca, em cada grupo, de seus componentes independentes.

Na prática a amostra que vai ser analisada é submetida a uma série de testes prévios com o objetivo de eliminar alguns ânions com base na cor da amostra, solubilidade em água, pH da solução, reações com alguns compostos específicos (Ex:  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{AgNO}_3$  e  $\text{BaCl}_2$ ) e ainda nos resultados da própria análise de cátions.

*Nota:  $\text{pH} < 2$  indica a presença de  $\text{HSO}_4^-$  ou ácidos livres.  
 $\text{pH} > 10$  indica a presença de íons  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{S}^{2-}$  ou  $\text{PO}_4^{3-}$ .*

*Nota: Um teste positivo para o cátion  $\text{Pb}^{2+}$  somado a solubilidade da amostra em água pressupõe que o ânion  $\text{SO}_4^{2-}$  não estará presente na amostra.*

Algumas vezes os testes prévios são suficientes para confirmar ou eliminar a presença de vários ânions. Para os demais casos, ou seja, onde os ânions não são definitivamente eliminados, são realizados testes específicos.

Os testes específicos são usados para a identificação direta de ânions na amostra original, sendo empregados como provas diretas na identificação dos ânions: carbonato ( $\text{CO}_3^{2-}$ ), fluoreto ( $\text{F}^-$ ), borato ( $\text{BO}_3^-$ ), sulfeto ( $\text{S}^{2-}$ ) e acetato ( $\text{CH}_3\text{COO}^-$ ). Os demais ânions requerem a eliminação de íons interferentes para depois serem identificados em amostras contendo uma mistura de ânions.

*Nota: Íons brometo ( $\text{Br}^-$ ) e iodeto ( $\text{I}^-$ ) interferem na identificação dos íons cloreto ( $\text{Cl}^-$ ). Os íons iodeto ( $\text{I}^-$ ) interferem na identificação dos íons brometo ( $\text{Br}^-$ ), nitrito ( $\text{NO}_2^-$ ) e nitrato ( $\text{NO}_3^-$ ).*

A Tabela 4 apresenta uma lista dos principais ânions e em negrito os ânions que serão identificados experimentalmente por testes específicos.

Tabela 4. Principais ânions e íons que serão identificados por testes específicos.

hidreto, $\text{H}^-$	cianato, $\text{OCN}^-$	iodeto, $\text{I}^-$
hidróxido, $\text{OH}^-$	tiocianato, $\text{SCN}^-$	iodato, $\text{IO}_3^-$
óxido, $\text{O}^{2-}$	ferrocianeto, $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$	fluoreto, $\text{F}^-$
peróxido, $\text{O}_2^{2-}$	ferricianeto, $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$	hexafluorsilicato, $[\text{SiF}_6]^{2-}$
<b>carbonato, <math>\text{CO}_3^{2-}</math></b>	arsenito, $\text{AsO}_3^{3-}$	ortofosfato, $\text{PO}_4^{3-}$
hidrogeno carbonato ou bicarbonato, $\text{HCO}_3^-$	arsenato, $\text{AsO}_4^{3-}$	pirofosfato, $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$
sulfeto, $\text{S}^{2-}$	<b>cromato, <math>\text{CrO}_4^{2-}</math></b>	metafosfato, $\text{PO}_3^-$
<b>sulfato, <math>\text{SO}_4^{2-}</math></b>	dicromato, $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$	fosfito, $\text{HPO}_3^{2-}$
sulfito, $\text{SO}_3^{2-}$	<b>permanganato, <math>\text{MnO}_4^-</math></b>	hidrogeno fosfato, $\text{HPO}_4^{2-}$
hidrogeno sulfito ou bissulfito, $\text{HSO}_3^-$	acetato, $\text{CH}_3\text{COO}^-$	hipofosfito, $\text{H}_2\text{PO}^-$
tiosulfato, $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	cloreto, $\text{Cl}^-$	dihidrogeno fosfato, $\text{H}_2\text{PO}_4^-$
persulfato, $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$	hipoclorito, $\text{OCl}^-$	formiato, $\text{HCOO}^-$
ditionito, $\text{S}_2\text{O}_4^{2-}$	clorato, $\text{ClO}_3^-$	oxalato, $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$
silicato, $\text{SiO}_3^{2-}$	perclorato, $\text{ClO}_4^-$	tartarato, $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6^{2-}$
nitrato, $\text{NO}_3^-$	<b>brometo, <math>\text{Br}^-</math></b>	citrato, $\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7^{3-}$
nitrito, $\text{NO}_2^-$	bromato, $\text{BrO}_3^-$	salicicato, $\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})\text{COO}^-$
cianeto, $\text{CN}^-$	boratos, $\text{BO}_3^{3-}$ , $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$ , $\text{BO}_2^-$	

## OBJETIVO DO EXPERIMENTO

- Identificar os ânions  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{F}^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{MnO}_4^-$  e  $\text{CrO}_4^{2-}$  presentes em solução por meio de testes específicos por via úmida.

## REAGENTES

$\text{NaCl}$ 0,2 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{NaBr}$ (sólido)	$\text{HCl}$ 6 mol·L <sup>-1</sup>
$\text{HNO}_3$ 6 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{H}_2\text{SO}_4$ (concentrado)	$\text{BaCl}_2$ 0,2 mol·L <sup>-1</sup>
$\text{AgNO}_3$ 0,2 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{KI}$ 0,2 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{Na}_2\text{CO}_3$ 0,2 mol·L <sup>-1</sup>
$\text{NH}_4\text{OH}$ 0,5 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{H}_2\text{SO}_4$ 2 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{H}_2\text{SO}_4$ 6 mol·L <sup>-1</sup>
$\text{NaBr}$ 0,2 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{NaNO}_2$ 0,2 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{Ba(OH)}_2$ (saturado)
$\text{HNO}_3$ 4 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{KI}$ (sólido)	$\text{H}_2\text{SO}_4$ 2 mol·L <sup>-1</sup>
$\text{CCl}_4$	$\text{NaF}$ (sólido)	$\text{H}_2\text{O}_2$ 3%
$\text{KMnO}_4$ 0,02 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{Na}_2\text{SO}_4$ 0,2 mol·L <sup>-1</sup>	$\text{K}_2\text{CrO}_4$ 1 mol·L <sup>-1</sup>

## MATERIAIS

Pisseta  
Tubos de ensaio  
Espátulas  
Cadinho de chumbo  
Tela de amianto  
Centrífuga  
Conta-gotas  
Papel indicador universal  
Lâmina de vidro  
Bico de Bunsen  
Bastão de vidro  
Pinça de madeira

## PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL 1:

### Identificação dos ânions $\text{Cl}^-$ , $\text{Br}^-$ , $\text{I}^-$ e $\text{F}^-$

#### i. Íons Cloreto ( $\text{Cl}^-$ )

Reação com íons prata,  $\text{Ag}^+$

1. Colocar em 1 tubo de ensaio 5 gotas de solução de  $\text{NaCl}$  0,2 mol·L<sup>-1</sup> e adicionar 2 gotas de solução de  $\text{HNO}_3$  6 mol·L<sup>-1</sup>;
2. Testar se o meio está ácido usando uma tira de papel indicador universal (figura 7);
3. Em seguida, adicionar 5 gotas de solução de  $\text{AgNO}_3$  0,2 mol·L<sup>-1</sup> e observar a formação de um precipitado branco de  $\text{AgCl}$ ;
4. Centrifugue a solução, desprezando o sobrenadante;

5. Tratar o precipitado com algumas gotas de solução de  $\text{NH}_4\text{OH}$   $0,5 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  até a sua completa solubilização;
6. Adicionar, novamente a solução, algumas gotas de solução de  $\text{HNO}_3$   $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e observar se o precipitado branco volta a se formar.

*Nota: A nova formação do precipitado branco confirma a presença do íon cloreto.*

## ii. Íons Brometo ( $\text{Br}^-$ )

### iia. Reação com íons prata, $\text{Ag}^+$

1. Colocar em 1 tubo de ensaio 5 gotas de solução de  $\text{NaBr}$   $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e adicionar 2 gotas de solução de  $\text{HNO}_3$   $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ;
2. Testar se o meio está ácido usando uma tira de papel indicador universal;
3. Em seguida, adicionar 5 gotas de solução de  $\text{AgNO}_3$   $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e observar a formação de um precipitado amarelo claro de  $\text{AgBr}$ ;
4. Centrifugue a solução, desprezando o sobrenadante;
5. Tratar o precipitado com algumas gotas de solução de  $\text{NH}_4\text{OH}$   $0,5 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  até a sua completa solubilização;
6. Adicionar, novamente a solução, algumas gotas de solução de  $\text{HNO}_3$   $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e observar se o precipitado amarelo claro volta a se formar.

*Nota: A nova formação do precipitado amarelo claro confirma a presença do íon brometo.*

### iib. Oxidação com $\text{KMnO}_4$

1. Colocar em 1 tubo de ensaio 5 gotas de solução de  $\text{NaBr}$   $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$

e adicionar, lentamente, algumas gotas de solução de  $\text{HNO}_3$   $4 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  até acidificar a solução;

*Nota: Testar a acidez do meio usando uma tira de papel indicador universal.*

2. Em seguida, adicional 5 gotas de solução de tetracloreto de carbono ( $\text{CCl}_4$ ) e 2 gotas de solução de  $\text{KMnO}_4$   $0,02 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ;

*Nota: Se o bromo, liberado na reação em meio ácido com  $\text{KMnO}_4$ , for extraído com  $\text{CCl}_4$ , produzirá uma coloração que vai do alaranjado até o marrom dependendo da quantidade de  $\text{Br}_2$  presente.*

3. Agitar vigorosamente até observar a mudança de coloração da fase orgânica para alaranjada. A cor alaranjada indica a presença de íons  $\text{Br}^-$ .

*Nota: A cor da solução de  $\text{KMnO}_4$  deve desaparecer, devido a formação dos íons  $\text{Mn}^{2+}$ . Se isto não acontecer é sinal de que o brometo não está presente na amostra ou então que os íons brometo presentes foram totalmente oxidados e o  $\text{MnO}_4^-$  está em excesso.*

*Nota: Se a amostra a ser analisada contém além dos íons brometo, íons iodeto, estes últimos interferirão no teste.*

#### iic. Reação com $\text{H}_2\text{SO}_4$ (concentrado)

1. Colocar em 1 tubo de ensaio uma ponta de espátula (imagem 9) de  $\text{NaBr}$  (sólido) e adicionar 6 gotas de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (concentrado);

2. Aquecer em banho-maria por alguns minutos até observar o desprendimento de um gás marrom.

*Esse procedimento deve ser realizado com uma pinça de madeira (figura 11).*

Imagem 9 - Ponta de espátula



*Nota: Quando se trata uma amostra sólida de brometo com  $H_2SO_4$  (concentrado) ocorre o desprendimento de  $HBr$  que é parcialmente oxidado a  $Br_2$  (gás marrom) pelo ácido sulfúrico.*

### iii. Íons Iodeto ( $I^-$ )

#### iiia. Reação com íons prata, $Ag^+$

1. Colocar em 1 tubo de ensaio 5 gotas de solução de  $KI$   $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e adicionar 2 gotas de solução de  $HNO_3$   $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ;
2. Testar se o meio está ácido usando uma tira de papel indicador universal;
3. Em seguida, adicionar 5 gotas de solução de  $AgNO_3$   $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e observar a formação de um precipitado amarelo de  $AgI$ ;
4. Centrifugue a solução, desprezando o sobrenadante;
5. Testa a solubilidade do precipitado com algumas gotas de solução de  $NH_4OH$   $0,5 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ;

*Nota: íons iodeto formam com o íon  $Ag^+$  um precipitado amarelo de  $AgI$ , insolúvel em solução de  $HNO_3$   $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e em solução de  $NH_4OH$   $0,5 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ .*

#### iiib. Reação com íons nitrito, $NO_2^-$

1. Colocar em 1 tubo de ensaio 6 gotas de solução de  $KI$   $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e adicionar, lentamente, algumas gotas de solução de  $H_2SO_4$   $2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  até acidificar a solução;

*Nota: Testar a acidez do meio usando uma tira de papel indicador universal.*

2. Em seguida, adicionar 3 gotas de solução de  $NaNO_2$   $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e 5 gotas de solução de tetracloreto de carbono ( $CCl_4$ );

*Nota: Íons iodeto são facilmente oxidados a iodo por íons nitrito na presença de ácido sulfúrico, clorídrico ou acético.*

3. Agitar vigorosamente até observar a mudança de coloração da fase orgânica para violeta. A cor violeta indica a presença de íons  $I^-$ .

*Nota: Íons  $Br^-$  não interferem neste teste, já que, não são oxidados pelos íons  $NO_2^-$  como podemos observar a partir de seus potenciais padrões de redução:  $E^\circ Br_2/Br = +1,06V$  e  $E^\circ NO_2^-/NO = +1,00 V$ .*

#### iiic. Reação com $H_2SO_4$ (concentrado)

1. Colocar em 1 tubo de ensaio uma ponta de espátula de KI (sólido) e adicionar 5 gotas de  $H_2SO_4$  (concentrado);
2. Observar o desprendimento de vapores violeta de  $I_2$ .

*Haverá também o desprendimento de  $H_2S$  e formação de enxofre, portanto, use a capela.*

#### iv. Íons Fluoreto ( $F^-$ )

Reação com lâmina de vidro

1. Colocar em 1 cadinho de chumbo (figura 3) uma ponta de espátula de NaF (sólido) e adicionar 10 gotas de  $H_2SO_4$  (concentrado);
2. Tampar o cadinho com uma lâmina de vidro (figura 12);
3. Colocar o cadinho com a lâmina de vidro sobre uma tela de amianto (imagem 10) e aquece-lo até observar a corrosão do vidro.

*Esse procedimento deve ser realizado na capela.*

*Nota: O ácido fluorídrico formado pela reação do NaF com*



Imagem 10 - Tela de Amianto

$H_2SO_4$  ataca o vidro, ou mais precisamente reage com o  $SiO_2$  e silicatos em geral.

*Nota: O íon borato pode mascarar este teste devido a formação de  $BF_3$ .*

## PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL 2:

### Identificação dos ânions $SO_4^{2-}$ , $CO_3^{2-}$ , $MnO_4^-$ e $CrO_4^{2-}$

#### i. Íons Sulfato ( $SO_4^{2-}$ )

Reação com íons bário,  $Ba^{2+}$

1. Colocar em 1 tubo de ensaio 5 gotas de solução de  $Na_2SO_4$   $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e adicionar, lentamente, algumas gotas de solução de  $HCl$   $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  até acidificar a solução;

*Nota: Testar a acidez do meio usando uma tira de papel indicador universal.*

2. Em seguida, adicionar 5 gotas de solução de  $BaCl_2$   $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e observar a formação de um precipitado branco de  $BaSO_4$ .

*Nota: A formação do precipitado branco indica a presença do íon sulfato.*

#### ii. Íons Carbonato ( $CO_3^{2-}$ )

1. Colocar em 1 tubo de ensaio 5 gotas de solução de  $Na_2CO_3$   $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e adicionar 3 gotas de solução de  $H_2SO_4$   $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  para acidificar a solução;

*Nota: Quando sais contendo íons carbonato são tratados com ácidos observa-se o desprendimento de gás carbônico ( $CO_2$ ) da mesma. Devido a decomposição do ácido carbônico ( $H_2CO_3$ ) formado.*

2. Encher um conta-gotas (figura 13) com solução de  $\text{Ba(OH)}_2$  (saturado) e sem comprimir o bulbo do conta-gota, introduzir a ponta no tubo de ensaio na solução amostra.

*Nota: Este teste se baseia na reação do  $\text{CO}_2$  formado com a solução de  $\text{Ba(OH)}_2$ . A formação de um precipitado branco de carbonato de bário ( $\text{BaCO}_3$ ), indica a presença de sulfato.*

### iii. Íons Permanganato ( $\text{MnO}_4^-$ )

1. Colocar em 1 tubo de ensaio 5 gotas de solução de  $\text{KMnO}_4$   $0,02 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e adicionar, lentamente, algumas gotas de solução de  $\text{H}_2\text{SO}_4$   $2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  até acidificar a solução;

*Nota: Testar a acidez do meio usando uma tira de papel indicador universal.*

2. Em seguida, adicionar 1 mL de solução de peróxido de hidrogênio ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) 3%;

3. Observar a descoloração da solução (rosa para incolor) juntamente com a liberação de gás ( $\text{O}_2$ ).

*Nota: Ambos os indícios indicam a presença do íon permanganato.*

### iv. Íons Cromato ( $\text{CrO}_4^{2-}$ )

1. Colocar em 1 tubo de ensaio 5 gotas de solução de  $\text{K}_2\text{CrO}_4$   $1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e adicionar 1 mL de solução de  $\text{AgNO}_3$   $0,2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ;

2. Observar a formação de um precipitado marrom avermelhado de  $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$ ;

*Nota: A formação do precipitado marrom avermelhado indica a presença do íon cromato.*

3. Testar a solubilidade do precipitado com  $\text{HNO}_3$  6 mol·L<sup>-1</sup>.



**Atividade 1.** Descreva um procedimento para identificação dos ânions  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$  e  $\text{CO}_3^{2-}$  presentes em uma amostra em solução.

**Atividade 2.** Explicar, por meio de reações, como é possível distinguir os seguintes pares de ânions em solução aquosa, contidos em recipientes distintos:

(a)  $\text{CO}_3^{2-}$  e  $\text{HCO}_3^-$       (b)  $\text{I}^-$  e  $\text{Cl}^-$       (c)  $\text{Cl}^-$  e  $\text{SO}_4^{2-}$

## DESTINO DOS RESÍDUOS

Após o experimento, descartar as soluções nos recipientes apropriados para descarte.

## BIBLIOGRAFIA

RIBEIRO, J. *Química Analítica I*, 1a Edição, Vitória, ES: Núcleo de Educação Aberta e a Distância, 2010.

BACCAN, N.; GODINHO, O. E .S.; ALEIXO, L. M.; STEIN, E. *Introdução à semimicroanálise qualitativa*, 7a Edição, Campinas, SP: Editora da UNICAMP, 1997.

POSTMA, J. M.; ROBERTS Jr., J. L.; HOLLENBERG, J. L. *Química no Laboratório*, 5a Edição, Barueri, SP: Editora Manole, 2009.

VOGEL, A. I. *Química Analítica Qualitativa*, 5a Edição, São Paulo, SP: Editora Mestre Jou, 1981.

SKOOG, D. A.; HOLLER, F. J.; WEST, D. M. *Fundamentos de Química Analítica*, 8a Edição, São Paulo, SP: Editora Pioneira Thomson Learning, 2006.

# Módulo V

---



EXPERIMENTO 7 .....	65
Análise de mistura de sólidos	
Destino dos resíduos .....	69
Bibliografia .....	70

# Análise de Mistura de Sólidos

Quando um químico recebe uma amostra desconhecida de um sal ou mistura de sais, ele deve ser capaz de realizar algumas observações e teste preliminares que corroborem para a identificação de todos os cátions e ânions presentes na amostra.

Esses passos, assim como as reações que devem ser realizadas para analisar uma mistura de sais, são descritos resumidamente a seguir:

## i. Observação física

1. Observar cuidadosamente algumas características físicas do sólido, tais como: a cor da amostra (branca, colorida ou escura); se é higroscópica; se exala odor; se desprende gases; etc.

*Nota: Se a amostra for branca, podemos excluir cátions do grupo III, além de outros constituintes. Se a amostra for escura podemos suspeitar da presença de sulfetos metálicos pouco solúveis. Porém, se amostra for colorida, muito pouco poderá ser deduzido.*

## ii. Provas diretas ou testes preliminares

Como foi visto em seções anteriores, pode-se realizar provas diretas na amostra sólida original para os íons  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$  e  $\text{F}^-$ , além dos ânions  $\text{BO}_3^{3-}$ ,  $\text{CH}_3\text{COO}^-$  e  $\text{S}^{2-}$  que não foram mencionados anteriormente.

### iii. Teste de chama

Os testes de chama são ensaios por via seca muito úteis e bastante explorados neste livro. No entanto, tais testes não são necessariamente conclusivos, por si só, para a identificação de um íon. Isso se deve ao fato de que outros elementos podem produzir chamas coloridas que interferem no ensaio.

### iv. Solubilidade

1. Tomar aproximadamente 0,1 g da amostra e testar a solubilidade:

1a. Em 2 mL de água destilada à frio;

1b. Em 2 mL de água destilada à quente;

*Nota: Se a amostra não se dissolver, o sólido pode ser constituído dos seguintes precipitados:  $BaSO_4$ ,  $Fe(OH)_3$ ,  $Al(OH)_3$ ,  $CaCO_3$ ,  $NiS$ , etc.*

2. Em ambos os casos, centrifugar a solução e separar o sobrenadante;

3. Verificar o pH do sobrenadante usando um papel indicador universal.

*Nota: Em uma mistura de sais não se pode ser conclusivo sobre a composição do mesmo empregando apenas uma medida de pH. No entanto, o pH poderá dar informações vitais quando se tratar de um sal puro.*

### v. Tratamento de resíduos insolúveis

Em casos especiais, tais como para os sais  $PbSO_4$ ,  $BaSO_4$ ,  $AgCl$ ,  $AgBr$  e  $AgI$ , em que persistir um resíduo insolúvel mesmo após um ataque com  $HCl$   $6\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  ou com  $HNO_3$   $6\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  é necessário um tratamento especial deste resíduo.

1. Colocar 100 mg da amostra sólida original em um tubo de ensaio, seguido pelo tratamento com água destilada,  $\text{HCl } 6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  ou  $\text{HNO}_3$   $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ;

*Nota: Se a amostra for insolúvel em água destilada e em  $\text{HCl } 6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ , mas solubilizar-se em  $\text{HNO}_3$   $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ , isso significa que ela não contém sulfatos insolúveis mas pode conter sulfetos,  $\text{CuS}$ ,  $\text{PbS}$ ,  $\text{Bi}_2\text{S}_3$ , ou sais de prata de ácidos fracos, como  $\text{Ag}_3\text{PO}_4$ .*

2. Caso o resíduo insolúvel persista mesmo após o tratamento com ácidos, centrifugar o mesmo e transferir o líquido sobrenadante para outro tubo;

3. Em seguida, lavar o resíduo com duas alíquotas de 0,5 mL de água (separando-o por centrifugação) e tratar o resíduo inicialmente com uma solução de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  para transpor todo sulfato (*método 1*), e depois com zinco e  $\text{H}_2\text{SO}_4$  para reduzir os haletos de prata (*método 2*).

## MÉTODO 1

1. Colocar 1 mL de água em um tubo de ensaio contendo o resíduo e adicionar  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  sólido em uma quantidade equivalente a 2 ou 3 vezes ao sólido residual;

2. Aquecer em banho-maria por 10 a 15 minutos agitando vigorosamente;

3. Centrifugar e decantar a solução que será usada no teste de sulfato;

4. Lavar o resíduo da centrifugação 3 vezes com cerca de 1 mL de água quente para remover todo o sulfato;

5. Em seguida, dissolver o resíduo oriundo da etapa 4 com cerca de 2 a 3 gotas de  $\text{HNO}_3$   $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ;

6. Realizar na solução formada testes para identificação dos íons  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$  e  $\text{Pb}^{2+}$ .

## MÉTODO 2

1. Caso permaneça algum resíduo (constituído de sais de prata) após a transposição dos sulfatos, adicionar 1 mL de água, uma gota de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado, e uma pequena quantidade (8 a 10 grânulos) de zinco metálico para reduzir os haletos de prata à prata metálica;
2. Aquecer em banho-maria por cerca de 10 a 15 minutos e dispersar o resíduo com um bastão de vidro;
3. Centrifugar e transferir a solução sobrenadante para outro tubo;
4. Lavar o precipitado com duas alíquotas de 1 mL de água e centrifugar novamente;
5. Adicionar algumas gotas de  $\text{HNO}_3$   $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  até dissolver a prata e o excesso de zinco.

*Nota: A prata é identificada nesta solução pela precipitação com cloreto, dissolução do precipitado com amônia e posterior reprecipitação pela adição de  $\text{HNO}_3$ .*

### vi. Determinação de ânions

Os ânions  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ , e  $\text{SO}_4^{2-}$  podem ser identificados no extrato com soda ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) como se segue:

*Nota: É conveniente analisar os ânions antes dos cátions, embora não seja uma condição obrigatória por via de regra.*

1. Colocar aproximadamente 1 g de amostra num béquer de 250 mL e adicionar cerca de 3 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  sólido e 30 mL de água;
2. Aquecer até a ebulição por 10 a 15 minutos;
3. Decantar o precipitado lentamente e testar os ânions no extrato sobrenadante.

## vii. Determinação de cátions

1. Observar a cor da solução aquosa;

Nota: Uma solução incolor não pode conter os íons  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$  e  $\text{Mn}^{2+}$ .

2. Em seguida, observar se algum cátion pode ou não ser eliminado com base na solubilidade em água e no resultados da análise de ânions;

Nota: Caso a mistura seja solúvel em água, provavelmente conterá íons  $\text{CO}_3^{2-}$ , portanto, os únicos cátions que podem estar presentes são:  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$  e  $\text{NH}_4^+$ .

3. Para se ter uma confirmação efetiva é necessário realizar uma análise sistemática para cátions.

**Atividade 1.** Desenvolva um esquema simplificado de análise para uma amostra desconhecida que pode conter os seguintes sólidos:

(a)  $\text{AgCl}$  e  $\text{NaOH}$

(c)  $\text{CaCO}_3$  e  $\text{Na}_2\text{SO}_4$

(b)  $\text{CuS}$  e  $\text{NaCl}$

(d)  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  e  $\text{BaCl}_2$



## DESTINO DOS RESÍDUOS

Após o experimento, descartar as soluções nos recipientes apropriados para descarte.

## BIBLIOGRAFIA

RIBEIRO, J. *Química Analítica I*, 1a Edição, Vitória, ES: Núcleo de Educação Aberta e a Distância, 2010.

BACCAN, N.; GODINHO, O. E. S.; ALEIXO, L. M.; STEIN, E. *Introdução à semimicroanálise qualitativa*, 7a Edição, Campinas, SP: Editora da UNICAMP, 1997.

POSTMA, J. M.; ROBERTS Jr., J. L.; HOLLENBERG, J. L. *Química no Laboratório*, 5a Edição, Barueri, SP: Editora Manole, 2009.

VOGEL, A. I. *Química Analítica Qualitativa*, 5a Edição, São Paulo, SP: Editora Mestre Jou, 1981.

SKOOG, D. A.; HOLLER, F. J.; WEST, D. M. *Fundamentos de Química Analítica*, 8a Edição, São Paulo, SP: Editora Pioneira Thomson Learning, 2006.

# Módulo VI

---

EXPERIMENTO 8 ..... 73  
Ácidos, bases e sais: introduzindo a medida  
de pH

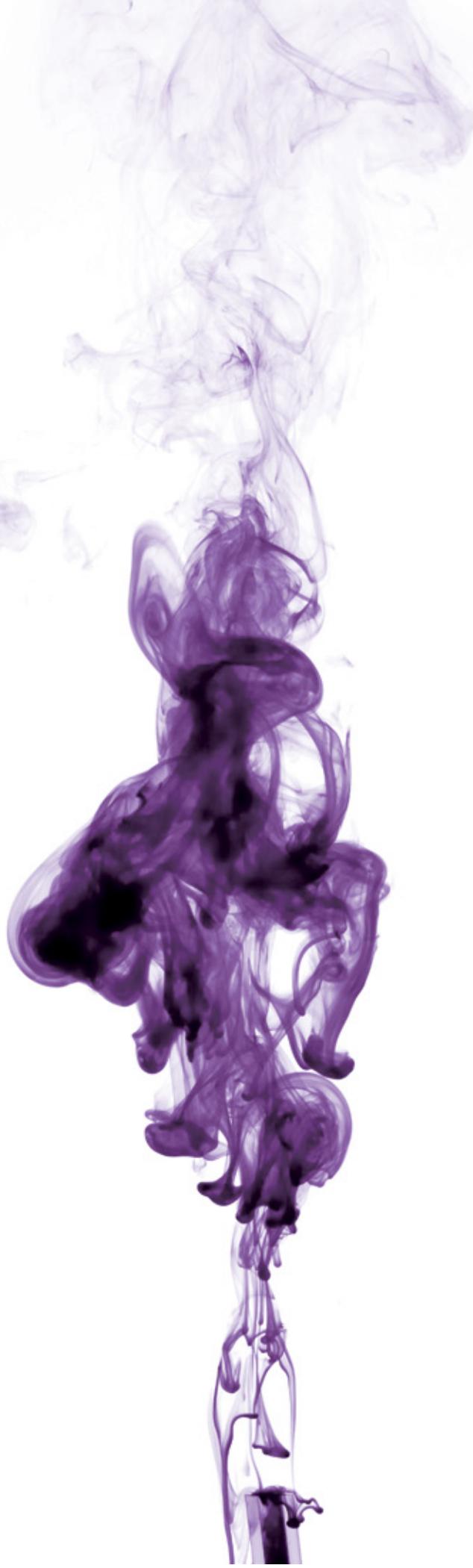
Introdução .....	73
Objetivos do experimento .....	74
Material .....	74
Reagentes .....	74
Procedimento experimental .....	74
Tratamento dos dados .....	75
Destino dos resíduos .....	76
Bibliografia .....	76

EXPERIMENTO 9 ..... 77  
Produto de Solubilidade,  $K_{ps}$ , de um sal

Introdução .....	77
Objetivos do experimento .....	77
Material .....	77
Reagentes .....	77
Procedimento experimental .....	77
Tratamento dos dados .....	78
Questões .....	79
Destino dos resíduos .....	79
Bibliografia .....	79

EXPERIMENTO 10 ..... 81  
Solução tampão

Introdução .....	82
Objetivos do experimento .....	82
Material .....	82
Reagentes .....	82
Procedimento experimental.....	82
Tratamento dos dados .....	83
Questões .....	84
Destino dos resíduos .....	84
Bibliografia .....	84



# Ácidos, Bases e Sais: Introduzindo a medida de pH

## INTRODUÇÃO

No estudo das funções inorgânicas é necessário verificar o princípio fundamental das propriedades químicas de algumas substâncias essenciais ao aprendizado em química analítica. Neste experimento pretende-se analisar alguns reagentes bem conhecidos dos estudantes e relacionar as suas características com as funções inorgânicas: Sal, ácido e base.

Tabela 5. Exemplos de alguns indicadores.

Indicador	Faixa de Viragem	Mudança de Cor
Azul de timol	1,2 - 2,8	Vermelho - Amarelo
Azul de bromofenol	3,0 - 4,6	Amarelo - Violeta avermelhado
Vermelho Congo	3,0 - 5,2	Violeta azulado- Alaranjado avermelhado
Metil Orange	3,1 - 4,4	Vermelho - Alaranjado amarelado
Verde de bromocresol	3,8 - 5,4	Amarelo - Azul
Vermelho de metila	4,4 - 6,2	Vermelho - Amarelo alaranjado
Tornassol	5,0 - 8,0	Vermelho - Azul
Vermelho de fenol	6,4 - 8,2	Amarelo - Vermelho
Vermelho de cresol	7,0 - 8,8	Amarelo - Púrpura
Azul de timol	8,0 - 9,6	Amarelo - Azul
Fenolftaleína	8,2 - 9,8	Incolor - Violeta avermelhado

## MATERIAL OBJETIVOS DO EXPERIMENTO

Tubos de ensaio  
Pisseta (frasco lavador)  
Pipetas  
Conta-gotas  
pH-metro  
papel de tornassol azul e  
vermelho

- Reconhecer propriedade dos ácidos, bases e sais usando indicadores e medidas de pH.

## REAGENTES

HCl	NaCl	acetato de sódio
vinagre	AgNO <sub>3</sub>	água destilada
Suco de limão	NaOH	

## PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

1. Colocar 2 mL de cada solução presente na tabela abaixo em tubos de ensaios e efetuar os testes com os respectivos indicadores;
2. No caso do papel de tornassol (figura 6), molhe um bastão de vidro com a solução e depois molhe o papel e observe o que acontece e anote o resultado na tabela;
3. No caso dos indicadores adicione 2 gotas de indicador. Observar o que acontece e anote o resultado;
4. Descartar a solução do tubo analisado no recipiente apropriado, lavar o tubo e adicionar mais 2 mL da mesma solução a ser analisada e repetir o procedimento anterior, agora com o segundo indicador (alaranjado de metila);
5. Repita o procedimento para o indicador vermelho de metila;
6. Faça o mesmo para as demais soluções que serão analisadas;

7. Preencher o quadro abaixo, com os resultados observados;

Quadro para anotação dos resultados:

Solução	Papel de tornassol azul	Papel tornassol vermelho	Fenolftaleína	Alaranjado de metila	Vermelho de metila	pH
Vinagre						
Limão						
Sol. de HCl						
Sol. de NaOH						
Leite de magnésia						
Sol. de NaCl						
Acetato de amônio						

Indicar quais as soluções e/ou substâncias possuem comportamento semelhante;

*Cuidado ao manusear as vidrarias. Lavar cuidadosamente toda a vidraria antes e após o experimento.*

## TRATAMENTO DOS DADOS

- Descreva e discuta os resultados observados;
- Discuta as propriedades ácidas e/ou básicas das substâncias: usando as equações químicas e definições de Arrhenius e de Brønsted-Lowry.

*Atividade 1.* O que é um ácido e uma base de Arrhenius? Exemplifique.

*Atividade 2.* Qual a diferença entre o conceito de ácido e base de Arrhenius e de Brønsted-Lowry?



## DESTINO DOS RESÍDUOS

Após o experimento, descartar as soluções nos recipientes apropriados para descarte.

## BIBLIOGRAFIA

RIBEIRO, J. *Química Analítica I*, 1a Edição, Vitória, ES: Núcleo de Educação Aberta e a Distância, 2010.

BRADY, J. HUMISTON, G. E. *Química Geral vol. I*, Rio de Janeiro, Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., 1986.

BACCAN, N., GODINHO, O. E. S., ALEIXO, L. M., STEIN, E. *Introdução à semimicroanálise qualitativa*, 7a Edição, Campinas, SP: Editora da UNICAMP, 1997.

JEFFERY, G.H, BASSET, J, MENDHAM, J., DENNEY, R. C., *VOGEL: Química Analítica Quantitativa*, 5ª edição, Ed. Livros Técnicos e Científicos Ltda., Rio de Janeiro, RJ, 1992.

HARRIS, D. C., *Análise Química Quantitativa*, 6ª edição, Ed. Livros Técnicos e Científicos Ltda., Rio de Janeiro, RJ, 2005.

# Produto de solubilidade, $K_{ps}$ , de um sal

## INTRODUÇÃO

A solubilidade se define como a quantidade máxima de um soluto que se dissolve em determinada quantidade de solvente a uma dada temperatura, ou seja, a temperatura afeta a solubilidade da maioria das substâncias.

O produto de solubilidade,  $K_{ps}$ , de um composto é o produto das concentrações molares dos íons constituintes elevadas aos respectivos coeficientes estequiométricos na equação de equilíbrio.

## OBJETIVOS DO EXPERIMENTO

- Determinar o produto de solubilidade de um determinado sal a uma dada temperatura.

## REAGENTES

Nitrato de cálcio  $0,0185 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  e oxalato de sódio  $0,0185 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$

## PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

1. Preparar 5 tubos de ensaios contendo, em cada um deles 1 mL, 2 mL, 3 mL, 3 mL e 3 mL de água destilada, respectivamente;
2. Colocar no primeiro tubo, 2 mL de solução de nitrato de cálcio  $0,0185 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ;

## MATERIAL

Tubos de ensaio;  
Pisseta (frasco lavador);  
Pipetas;  
Conta-gotas;

3. Retirar 1 mL do 1º tubo e adicionar ao 2º tubo. Retirar 1 mL do 2º tubo e adicionar ao 3º tubo e, assim, sucessivamente, jogando fora 1 mL do 5º tubo;
4. Calcular as concentrações molares dos íons  $\text{Ca}^{2+}$  em cada tubo, por meio da relação  $C_1V_1 = C_2V_2$ ;
5. Preparar outros cinco tubos de ensaios e repetir o mesmo procedimento utilizando-se uma solução de oxalato de sódio  $0,0185 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ;
6. Misturar os dois grupos de tubos de ensaio na mesma ordem de numeração, ou seja, 1 com 1, 2 com 2, assim sucessivamente;
7. Calcular a concentração final de cada reagente presente nos tubos;
8. Deixar o sistema em repouso e observar a precipitação do oxalato de cálcio;
9. Como o  $K_{ps}$  é determinado quando a solução está saturada, procurar o tubo de maior concentração e que não apresente corpo de fundo (precipitado);
10. Determinar a concentração de íons neste tubo e seu  $K_{ps}$ ;

*Cuidado ao manusear as vidrarias. Lavar cuidadosamente toda a vidraria antes e após o experimento.*

## TRATAMENTO DOS DADOS

- Faça um fluxograma do procedimento experimental;
- Faça uma tabela para a relação dos reagentes;
- Faça uma tabela dos resultados encontrado das concentrações do oxalato e nitrato;
- Descreva e discuta os resultados observados;
- Calcule o valor do  $K_{ps}$  e compare com o valor real.

**Atividade 1.** Demonstre como a concentração de íons sulfeto relaciona-se com a concentração de íons hidrônio de uma solução mantida saturada com sulfeto de hidrogênio?

**Atividade 2.** Por que não falamos de valores de  $K_{ps}$  de compostos iônicos solúveis?



## QUESTÕES

1. Calcule a solubilidade do oxalato de cálcio em água destilada, sabendo que o  $K_{ps}$  é  $1,7 \times 10^{-7}$ .
2. A solubilidade do sulfato de cálcio ( $\text{CaSO}_4$ ) é  $0,67 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ . Calcule o valor do  $K_{ps}$  do sulfato de cálcio.
3. Foram adicionados exatamente 200 mL de  $\text{BaCl}_2$   $0,0040 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  a exatamente 600 mL de  $\text{K}_2\text{SO}_4$   $0,0080 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ . Vai formar-se um precipitado?
4. Explique a diferença entre solubilidade e produto de solubilidade de uma substância pouco solúvel como o  $\text{BaSO}_4$ .

## DESTINO DOS RESÍDUOS

Após o experimento, descartar as soluções nos recipientes apropriados para descarte.

## BIBLIOGRAFIA

RIBEIRO, J. *Química Analítica I*, 1a Edição, Vitória, ES: Núcleo de Educação Aberta e a Distância, 2010.

BRADY, J. HUMISTON, G. E. *Química Geral vol. I*, Rio de Janeiro, Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., 1986.

BACCAN, N., GODINHO, O. E. S., ALEIXO, L. M., STEIN, E. *Introdução à semimicroanálise qualitativa*, 7ª Edição, Campinas, SP: Editora da UNICAMP, 1997.

JEFFERY, G.H, BASSET, J, MENDHAM, J., DENNEY, R. C., *VOGEL: Química Analítica Quantitativa*, 5ª edição, Ed. Livros Técnicos e Científicos Ltda., Rio de Janeiro, RJ, 1992.

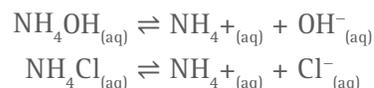
HARRIS, D. C., *Análise Química Quantitativa*, 6ª edição, Ed. Livros Técnicos e Científicos Ltda., Rio de Janeiro, RJ, 2005.

# Solução tampão

## INTRODUÇÃO

Em alguns casos, principalmente em estudos bioquímicos e biológicos, deseja-se manter constante a concentração hidrogeniônica de uma solução. A estratégia usada para controlar a concentração de íons  $H^+$  em um dado sistema é utilizar a solução reguladora de pH, denominada comumente de solução tampão. A solução reguladora pode ser constituída usando um ácido fraco e sua base conjugada, ou uma base fraca e seu ácido conjugado.

Por exemplo, o equilíbrio existente em uma solução de  $NH_4OH$  (hidróxido de amônio) contendo excesso de cloreto de amônio ( $NH_4Cl$ ) pode ser representado da seguinte maneira:



Se uma pequena quantidade de base forte como o NaOH for adicionada à solução formada pelas duas substâncias acima, os íons  $OH^-$  provenientes da base forte reagem com os íons  $NH_4^+$  produzindo a base fraca  $NH_4OH$ . Por outro lado, se um ácido forte é adicionado, o  $NH_4OH$  reage com o  $H^+$  formando  $H_2O$  e  $NH_4^+$ . Contudo, observa-se que em ambos os casos ocorre somente uma pequena variação da concentração de íons  $H^+$ , ou seja, uma ligeira variação do pH. O mesmo comportamento é constatado quando se usa uma solução de ácido fraco, por exemplo, ácido acético ( $CH_3COOH$ ), contendo excesso do sal acetato de sódio ( $CH_3COONa$ ). Deste modo, conclui-se que as duas soluções são tam-

pões, pois o pH se mantém constante, mesmo após a adição de um ácido forte ou base forte, e é possível calcular o pH da solução usando a seguinte expressão:

$$\text{pH} = \text{pK}_a + \log[\text{sal}]/[\text{ácido}] \quad \text{ou} \quad \text{pOH} = \text{pK}_b + \log[\text{sal}]/[\text{base}]$$

## MATERIAL OBJETIVOS DO EXPERIMENTO

Béquer de 250 mL  
Pisseta (frasco lavador)  
Pipeta  
Conta-gotas  
Béqueres de 100 mL

- Preparar uma solução tampão;
- Observar o comportamento tamponante da solução.

## REAGENTES

Vermelho de metila	HCl	ácido acético
fenolftaleína,	NaOH	acetato de sódio

## PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

1. Calcular em que razão deve estar presente o ácido acético e os íons acetatos em uma solução para que seu pH seja 5, sabendo que a constante de ionização do ácido acético é  $1,8 \times 10^{-5}$ ;
2. Preparar 250 mL desta solução empregando como materiais de partida solução de acetato de sódio e ácido acético. Verificar o pH da solução preparada utilizando um pHmetro.

*Solicite auxílio do professor ou técnico para manusear o aparelho;*

3. Coloque 50 mL da solução preparada em dois béqueres de 100 mL;
4. Coloque em outros dois béqueres de 100 mL, 50 mL de água destilada;
5. Adicionar 2 gotas de indicador vermelho de metila e fenolftaleína

em cada béquer (para que pequenas variações no pH das soluções possam propiciar sensíveis alterações na coloração da solução);

6. Usando o conta-gotas colocar 1 (uma) gota de HCl  $0,01 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  em um dos béqueres contendo água;

7. Em seguida colocar também 1 (uma) gota de HCl  $0,01 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  em um dos béqueres contendo solução tampão;

8. Observar o que acontece e anotar em seu caderno de laboratório;

9. Continuar a adição gota a gota de ácido a cada béquer, até um total de 1 mL, ou seja, 20 gotas;

10. Observar e anotar o que acontece;

11. Repetir o procedimento dos itens 6-10 com os outros 2 béqueres usando a solução de hidróxido de sódio  $0,01 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ;

12. Finalmente diluir uma amostra da solução tampão inicial com um volume igual de água e medir o seu pH usando o aparelho de medir pH;

*Cuidado ao manusear as vidrarias. Lavar cuidadosamente toda a vidraria antes e após o experimento.*

## TRATAMENTO DOS DADOS

- Faça um fluxograma do procedimento experimental;
- Faça uma tabela para a relação dos reagentes;
- Mostre todos os cálculos efetuados;

*Atividade 1.* Descreva e discuta os resultados observados. Explique o efeito tamponante.



## QUESTÕES

1. O que é uma solução tampão?
2. Por que o pH de uma solução tampão não muda bruscamente com a adição de uma solução de ácido forte ou base forte?
3. Quantos mols de  $\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2$  deveriam ser adicionados a 300 mL de  $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$   $0,25 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  para preparar um tampão com  $\text{pH} = 4,50$ ? Suponha que não haja variação de volume.

## DESTINO DOS RESÍDUOS

Após o experimento, descartar as soluções nos recipientes apropriados para descarte.

## BIBLIOGRAFIA

RIBEIRO, J. *Química Analítica I*, 1a Edição, Vitória, ES: Núcleo de Educação Aberta e a Distância, 2010.

BRADY, J. HUMISTON, G. E. *Química Geral vol. I*, Rio de Janeiro, Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., 1986.

BACCAN, N., GODINHO, O. E. S., ALEIXO, L. M., STEIN, E. *Introdução à semimicroanálise qualitativa*, 7a Edição, Campinas, SP: Editora da UNICAMP, 1997.

JEFFERY, G.H, BASSET, J, MENDHAM, J., DENNEY, R. C., VOGEL: *Química Analítica Quantitativa*, 5ª edição, Ed. Livros Técnicos e Científicos Ltda., Rio de Janeiro, RJ, 1992.

HARRIS, D. C., *Análise Química Quantitativa*, 6ª edição, Ed. Livros Técnicos e Científicos Ltda., Rio de Janeiro, RJ, 2005.



## APÊNDICE

---

# MATERIAIS

---



Figura 1. Escovas



Figura 2. Bico de Bunsen



Figura 3. Cadinho



Figura 4. Fio de monel



Figura 5. Vidro de cobalto



Figura 6. Papel tomassol



Figura 7. Papel indicador universal

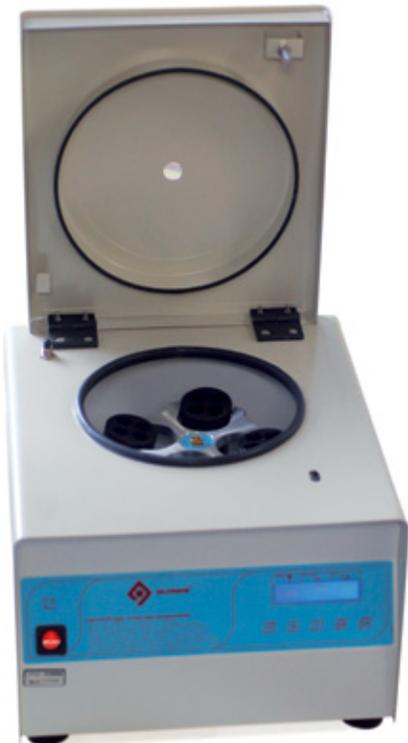


Figura 8. Centrifuga



Figura 9. Lamina de cobre

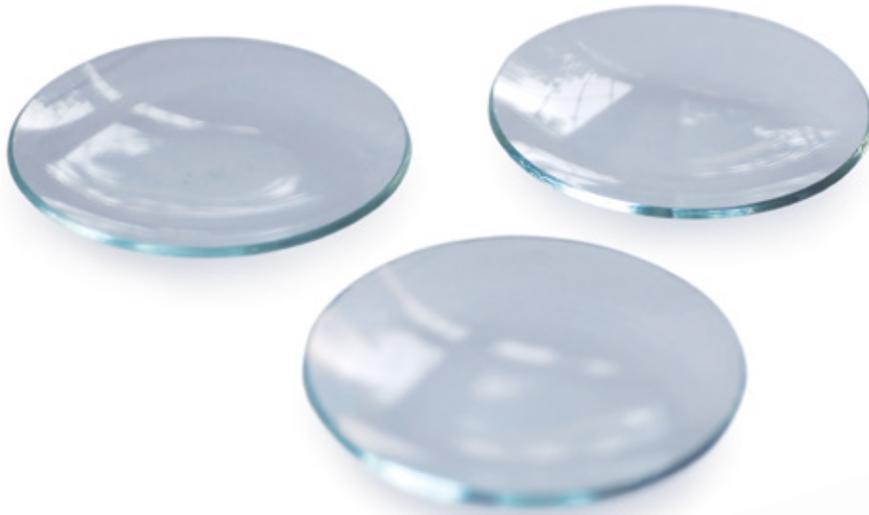


Figura 10. Vidro de relógio



Figura 11. Pinça de madeira



Figura 12. Lamina de vidro



Figura 13. Conta-gotas

# MATERIAIS EXTRAS

---



Pêra



Pisseta



Óculos de proteção



Luva



Sistema de aquecimento elétrico

# Tabela periódica

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
1 <b>H</b> 1.00794	2 <b>He</b> 4.002602	3 <b>Li</b> 6.941	4 <b>Be</b> 9.012182	5 <b>B</b> 10.811	6 <b>C</b> 12.0107	7 <b>N</b> 14.00674	8 <b>O</b> 15.9994	9 <b>F</b> 18.9984032	10 <b>Ne</b> 20.1797	11 <b>Na</b> 22.989770	12 <b>Mg</b> 24.3050	13 <b>Al</b> 26.981538	14 <b>Si</b> 28.0855	15 <b>P</b> 30.973761	16 <b>S</b> 32.066	17 <b>Cl</b> 35.453	18 <b>Ar</b> 39.948
19 <b>K</b> 39.0983	20 <b>Ca</b> 40.078	21 <b>Sc</b> 44.955910	22 <b>Ti</b> 47.867	23 <b>V</b> 50.9415	24 <b>Cr</b> 51.9961	25 <b>Mn</b> 54.938049	26 <b>Fe</b> 55.8457	27 <b>Co</b> 58.933200	28 <b>Ni</b> 58.6934	29 <b>Cu</b> 63.546	30 <b>Zn</b> 65.409	31 <b>Ga</b> 69.723	32 <b>Ge</b> 72.64	33 <b>As</b> 74.92160	34 <b>Se</b> 78.96	35 <b>Br</b> 79.904	36 <b>Kr</b> 83.798
37 <b>Rb</b> 85.4678	38 <b>Sr</b> 87.62	39 <b>Y</b> 88.90585	40 <b>Zr</b> 91.224	41 <b>Nb</b> 92.90638	42 <b>Mo</b> 95.94	43 <b>Tc</b> (98)	44 <b>Ru</b> 101.07	45 <b>Rh</b> 102.90550	46 <b>Pd</b> 106.42	47 <b>Ag</b> 107.8682	48 <b>Cd</b> 112.411	49 <b>In</b> 114.818	50 <b>Sn</b> 118.710	51 <b>Sb</b> 121.760	52 <b>Te</b> 127.80	53 <b>I</b> 126.90447	54 <b>Xe</b> 131.293
55 <b>Cs</b> 132.90545	56 <b>Ba</b> 137.327	57 a 71	72 <b>Hf</b> 178.49	73 <b>Ta</b> 180.9479	74 <b>W</b> 183.84	75 <b>Re</b> 186.207	76 <b>Os</b> 190.23	77 <b>Ir</b> 192.217	78 <b>Pt</b> 195.078	79 <b>Au</b> 196.96655	80 <b>Hg</b> 200.59	81 <b>Tl</b> 204.3833	82 <b>Pb</b> 207.2	83 <b>Bi</b> 208.98038	84 <b>Po</b> (209)	85 <b>At</b> (210)	86 <b>Rn</b> (222)
87 <b>Fr</b> (223)	88 <b>Ra</b> (226)	89 a 103	104 <b>Rf</b> (261)	105 <b>Db</b> (262)	106 <b>Sg</b> (266)	107 <b>Bh</b> (264)	108 <b>Hs</b> (269)	109 <b>Mt</b> (268)	110 <b>Ds</b> (271)	111 <b>Rg</b> (272)	112 <b>Uub</b> (285)	113 <b>Uut</b> (284)	114 <b>Uuq</b> (289)	115 <b>Uup</b> (288)	116 <b>Uuh</b> (292)	117 <b>Uus</b> Ununseptium	118 <b>Uuo</b> Ununoctium

- Metals alcalinos
- Metals alcalinos-terrosos
- Metals de transição
- Lantanídeos
- Actinídeos
- Outros metals
- Não-Metals
- Gases nobres
- Sólidos
- Líquidos
- Gases
- Sintético

Massas atômicas entre parênteses são aquelas do isótopo mais estável ou comum.

57 <b>La</b> 138.9055	58 <b>Ce</b> 140.116	59 <b>Pr</b> 140.90765	60 <b>Nd</b> 144.24	61 <b>Pm</b> (145)	62 <b>Sm</b> 150.36	63 <b>Eu</b> 151.964	64 <b>Gd</b> 157.25	65 <b>Tb</b> 158.92534	66 <b>Dy</b> 162.500	67 <b>Ho</b> 164.93032	68 <b>Er</b> 167.259	69 <b>Tm</b> 168.93421	70 <b>Yb</b> 173.04	71 <b>Lu</b> 174.967
89 <b>Ac</b> (227)	90 <b>Th</b> 232.0381	91 <b>Pa</b> 231.03588	92 <b>U</b> 238.02891	93 <b>Np</b> (237)	94 <b>Pu</b> (244)	95 <b>Am</b> (243)	96 <b>Cm</b> (247)	97 <b>Bk</b> (247)	98 <b>Cf</b> (251)	99 <b>Es</b> (252)	100 <b>Fm</b> (257)	101 <b>Md</b> (258)	102 <b>No</b> (259)	103 <b>Lr</b> (262)

Nota: Os números de subgrupo 1-18 foram adotados em 1984 pela International Union of Pure and Applied Chemistry (União Internacional de Química Pura e Aplicada). Os nomes dos elementos 112-118 são os equivalentes latinos desses números.



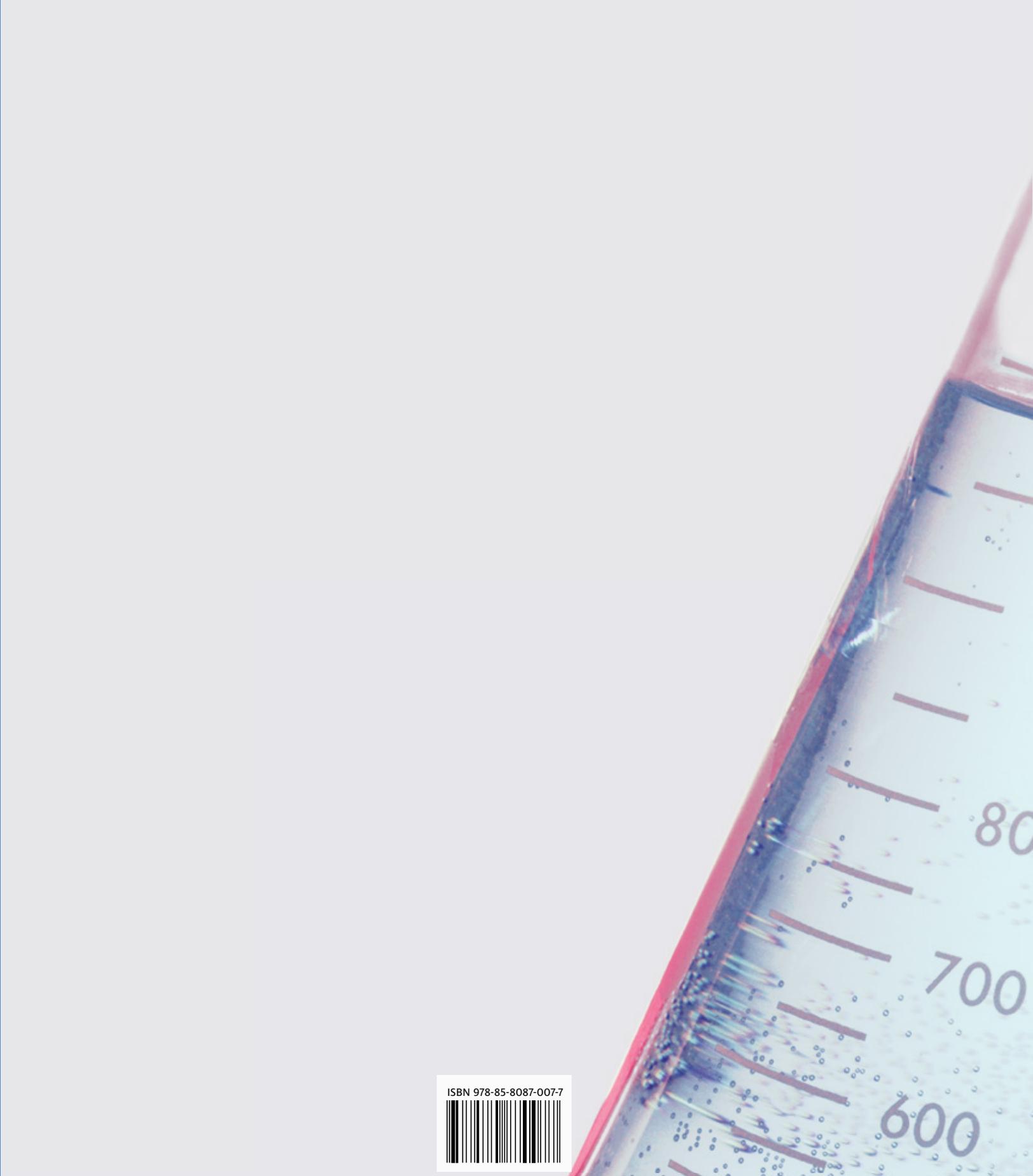


### Prof. Dr. Josimar Ribeiro

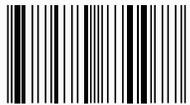
Possui graduação em Química (Bacharelado e Licenciatura) pela Faculdade de Filosofia Ciências e Letras de Ribeirão Preto (FFCL-RP / USP) (1999), mestrado em Ciências, área de concentração Química, pela FFCL-RP / USP (2002) e doutorado em Ciências, área de concentração Química, pela FFCL-RP / USP (2006). Realizou o primeiro pós-doutorado na Université de Poitiers - França (2007) trabalhando com catalisadores para célula a combustível. Tendo realizado o segundo pós-doutorado na Universidade de São Paulo no Instituto de Química de São Carlos - IQSC/USP (2008). Tem experiência na área de Química, com ênfase em Físico-Química, subárea Eletroquímica, atuando principalmente nos seguintes temas: Tratamento de efluentes, ADEs, óxidos de metais de transição, difração de raios X e desenvolvimento de eletrocatalisadores para célula a combustível (Pt-Sn-Ir-Ru-Mo-W). Atualmente trabalha como professor adjunto II no Centro de Ciências Exatas da Universidade Federal do Espírito Santo (CCE-UFES).

### Prof. Dr. Rafael de Queiroz Ferreira

Possui curso técnico em Química Industrial pelo Centro Federal de Educação Tecnológica do Ceará (1996-1999), graduação em Química Industrial pela Universidade Federal do Ceará (2000-2003), doutorado-direto em Química (Química Analítica) pela Universidade de São Paulo (2004-2009) e pós-doutorado pela Universidade Federal do ABC (2009-2010). Atualmente, trabalha como Professor Adjunto I em regime de dedicação exclusiva no Departamento de Química da Universidade Federal do Espírito Santo, possuindo experiência na área de Química, com ênfase em Eletroquímica e atuando principalmente nos seguintes temas: técnicas eletroanalíticas, capacidade antioxidante, eletrodo de diamante dopado com boro, eletroquímica de interface e biossensores.



ISBN 978-85-8087-007-7



UFES

[www.nead.ufes.br](http://www.nead.ufes.br)

(27) 4009 2208

