

 <p>Escola Técnica Estadual TIQUATIRA</p>	<p>Componente Curricular: Tecnologia dos Processos industriais</p> <p>Prof. Barbosa 4º Módulo de Química Procedimento de Prática Experimental</p>	<p>Competências Selecionar e analisar métodos físico-químicos de análise de matéria prima e produtos acabados. Selecionar e utilizar métodos e técnicas de gerenciamento de laboratórios do setor químico. Realizar análises de custo e perda.</p>
---	--	---

VOLUMETRIA DE PRECIPITAÇÃO: DETERMINAÇÃO DE CLORETO DE SÓDIO EM SORO FISIOLÓGICO

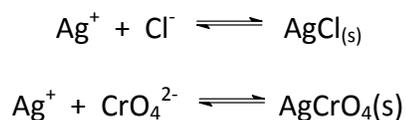
A volumetria de precipitação envolve a reação na qual forma-se um produto de baixa solubilidade. Sua principal aplicação está na determinação de haletos e alguns íons metálicos. A curva de titulação e a determinação do ponto final são grandemente afetadas pela diluição das soluções e solubilidade do produto.

A reação deve processar-se praticamente de forma quantitativa no ponto de equivalência, completar-se em tempo relativamente curto e oferecer condições para uma sinalização do ponto final

O titulante mais empregado é a solução padrão de AgNO_3 . O ponto final pode ser determinado de três formas diferente:

- formação de um sólido colorido (ex: método de Mohr)
- formação de um complexo solúvel (ex: método de Volhard)
- mudança de cor associada com a adsorção de um indicador sobre a superfície de um sólido (ex: método de Fajans)

Na determinação de cloreto, pelo método de Mohr, o ponto final é detectado através da formação de um precipitado vermelho entre o indicador K_2CrO_4 e AgNO_3 . As reações envolvidas são as seguintes:



Para que o ponto final seja visualizado é preciso adicionar-se um excesso e titulante, tornando necessária realização de um branco (V_b) que deve ser descontado do resultado da titulação da amostra (V_a).

 <p>Escola Técnica Estadual TIQUATIRA</p>	<p>Componente Curricular: Tecnologia dos Processos industriais</p> <p>Prof. Barbosa 4º Módulo de Química Procedimento de Prática Experimental</p>	<p>Competências Selecionar e analisar métodos físico-químicos de análise de matéria prima e produtos acabados. Selecionar e utilizar métodos e técnicas de gerenciamento de laboratórios do setor químico. Realizar análises de custo e perda.</p>
---	--	---

A porcentagem de cloreto pode ser assim determinada:

$$V_{\text{Ag}^+} = V_a - V_b \Rightarrow \text{volume gasto na titulação do Cl}^-$$

$$n_{\text{Cl}^-} = n_{\text{Ag}^+} \Rightarrow n_{\text{Cl}^-} = n_{\text{Ag}^+}$$

$$m_{\text{Cl}^-} / \text{PM}_{\text{Cl}^-} = M_{\text{Ag}^+} \cdot V_{\text{Ag}^+}$$

$$\% = (m_{\text{Cl}^-} \cdot 100) / V_{\text{soro}}$$

O método de Volhard é um procedimento indireto para determinação de íons que precipitam com a prata. O excesso de prata é determinado por meio de titulação, com uma solução padrão de tiocianato de potássio ou de amônio usando-se íons ferro(III) como indicador.

QUESTIONÁRIO

1. Quais os requisitos para que uma reação possa ser empregada em volumetria de precipitação
2. Como a diluição das soluções e a solubilidade do precipitado afeta a curva de titulação?
3. Em que se baseiam os métodos de Mohr, Volhard e Fajans? Explique cada um.
4. Escreva as reações envolvidas no procedimento para determinação de haletos que precipitam com a prata usando o método de Volhard.
5. Por que se utiliza uma titulação em branco na titulação pelo método de Mohr?
6. Defina: precipitação, solubilidade, produto de solubilidade, indicadores de adsorção.
7. Por que na titulação pelo método de Volhard utiliza-se ácido nítrico.
8. Uma solução contendo 0,205 g de NaCl e KCl gastou cerca de 30 mL de uma solução de AgNO_3 $0,10 \text{ mol L}^{-1}$ para completa precipitação do íon cloreto. Calcule o teor de cada sal na mistura.

 <p>Escola Técnica Estadual TIQUATIRA</p>	<p>Componente Curricular: Tecnologia dos Processos industriais</p> <p>Prof. Barbosa 4º Módulo de Química Procedimento de Prática Experimental</p>	<p>Competências Selecionar e analisar métodos físico-químicos de análise de matéria prima e produtos acabados. Selecionar e utilizar métodos e técnicas de gerenciamento de laboratórios do setor químico. Realizar análises de custo e perda.</p>
---	--	---

PRÁTICA

MÉTODO DE MOHR

1. Secar AgNO_3 por 2 h a 150°C , resfriar e manter em dessecador.
2. Solução padrão de AgNO_3 a 0,1 mol/L: Pesar 4,25 g de AgNO_3 em balança analítica, dissolver com água e diluir a 250 mL. Cuidado, esta solução provoca manchas escuras na pele e roupas.
3. Solução do indicador K_2CrO_4 a 5%: Pesar 2,5 g de K_2CrO_4 , dissolver com água e diluir a 50 mL
4. Medir, em pipeta ou em bureta, 15 mL de uma solução de soro fisiológico (0,9%).
5. Adicionar 25 mL de água e 1 mL de indicador.
6. Titular com solução padrão de AgNO_3 a 0,1 mol/L até mudança de cor de amarelo para marrom avermelhado.
7. Repetir a análise de soro mais duas vezes.
8. Titulação do branco: repetir os itens 4 a 7 substituindo soro por água destilada.
9. Calcular a porcentagem de NaCl e Cl no soro e comparar com os dados da embalagem.
10. Utilizando o mesmo procedimento determinar o teor de cloreto em amostras de água.
11. Calcular o erro relativo, média e desvio padrão entre as medidas.

 <p>Escola Técnica Estadual TIQUATIRA</p>	<p>Componente Curricular: Tecnologia dos Processos industriais</p> <p>Prof. Barbosa 4º Módulo de Química Procedimento de Prática Experimental</p>	<p>Competências Selecionar e analisar métodos físico-químicos de análise de matéria prima e produtos acabados. Selecionar e utilizar métodos e técnicas de gerenciamento de laboratórios do setor químico. Realizar análises de custo e perda.</p>
---	--	---

MÉTODO DE VOLHARD

1. Pesar cerca de 2,43 g de KSCN seco por 1- 2 h a 150 °C, em estufa e resfriado e mantido em dessecador.
2. Dissolver em água e completar o volume em balão de 250 mL com água destilada.
3. Medir, em pipeta ou em bureta, 15 mL de uma solução de soro fisiológico (0,9%).
4. Transferir para um erlenmeyer de 125 mL, adicionar 25 mL de nitrato de prata 0,1 mol L⁻¹ e 1,0 mL de indicador (solução saturada de sulfato férrico amoniacal ~ 40%,) acidificar o meio com 5,0 mL de HNO₃ 6,0 mol L⁻¹.
5. Titular com solução de tiocianato de potássio 0,1 mol L⁻¹ padrão até que apareça uma coloração marrom-avermelhada.

Obs. A primeira mudança perceptível de cor para o avermelhado ocorre cerca de 1% antes do ponto de equivalência, por que os íons prata ainda estão presentes na superfície do precipitado, por adsorção. Após o aparecimento da primeira mudança de cor, continua-se a titulação forte até o aparecimento de uma coloração marrom-avermelhado, que persiste mesmo sob forte agitação.

6. Anotar o volume gasto do titulante e repetir o procedimento pelo menos mais duas vezes
7. Calcular a porcentagem de NaCl e Cl no soro fisiológico e comparar com os dados da embalagem.
8. Calcular o erro relativo, média e desvio padrão entre as medidas.

 <p>Escola Técnica Estadual TIQUATIRA</p>	<p>Componente Curricular: Tecnologia dos Processos industriais</p> <p>Prof. Barbosa 4º Módulo de Química Procedimento de Prática Experimental</p>	<p>Competências Selecionar e analisar métodos físico-químicos de análise de matéria prima e produtos acabados. Selecionar e utilizar métodos e técnicas de gerenciamento de laboratórios do setor químico. Realizar análises de custo e perda.</p>
---	--	---

MÉTODO DE FAJANS

1. Secar AgNO_3 por 2 h a $150\text{ }^\circ\text{C}$, resfriar e manter em dessecador.
2. Solução padrão de AgNO_3 a $0,1\text{ mol/L}$: Pesar $4,25\text{ g}$ de AgNO_3 em balança analítica, dissolver com água e diluir a 250 mL . Cuidado, esta solução provoca manchas escuras na pele e roupas.
3. Medir, em pipeta ou em bureta, 25 mL de uma solução de soro fisiológico ($0,9\%$).
4. Transferir para um erlenmeyer de 250 mL , adicionar 25 mL de água destilada e 10 mL da suspensão de dextrina 1% (m/v) e 10 gotas de solução $0,1\%$ (m/v) de diclorofluoresceína.
5. Acertar o pH da solução para que fique entre 4 e 10 , caso não esteja adicionar um pouco de carbonato de cálcio
6. Titular com solução padrão de nitrato de prata $0,1\text{ mol L}^{-1}$ com forte agitação para que a detecção do ponto final seja mais perceptível.
7. Anotar o volume gasto do titulante e repetir o procedimento pelo menos mais duas vezes
8. Calcular a porcentagem de NaCl e Cl no soro fisiológico e comparar com os dados da embalagem.
9. Calcular o erro relativo, média e desvio padrão entre as medidas.