

VOLUMETRIA DE PRECIPITAÇÃO:

determinação de cloreto de sódio em soro fisiológico

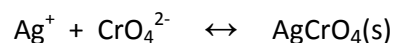
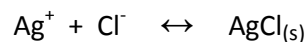
A volumetria de precipitação envolve a reação na qual forma-se um produto de baixa solubilidade. Sua principal aplicação está na determinação de haletos e alguns íons metálicos. A curva de titulação e a determinação do ponto final são grandemente afetadas pela diluição das soluções e solubilidade do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

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.

Determinação de amônia em limpador doméstico

Objetivos:

Determinar a porcentagem (teor) de amônia em um limpador doméstico, realizando a titulação de um ácido forte com uma base fraca.

Procedimento Experimental

Preparação da solução de limpador doméstico para ser titulada

Retire uma alíquota de 10 mL do limpador com uma pipeta volumétrica calibrada.

Transfira para um balão volumétrico de 100 mL tarado. Determine a massa do limpador correspondente aos 10 mL e complete o volume com água destilada. Homogeneíze a solução.

Titulação da solução de limpador com solução de HCl 0,1N fatorada.

Retire uma alíquota de 25 mL da solução do produto de limpeza com uma pipeta volumétrica calibrada.

Transfira para o erlenmeyer de 250 mL.

Junte duas gotas de verde de bromocresol (viragem do azul para amarelo) e 25 mL de água destilada.

Titule com a solução de HCl 0,1N fatorada até a viragem do indicador.

O procedimento deve ser feito em duplicata.

Calcule o volume médio: $V_{\text{médio}} = \text{_____ mL}$.

Se a diferença entre os volumes for maior que 0,1 mL, fazer em triplicata e descartar o volume mais discrepante para tirar a média.

Calcule o número de equivalente-grama do ácido utilizado.

$e_{\text{HCl}} = \text{_____ eq-g}$.

Calcule a massa de NH_3 na solução inicial de limpador doméstico.

$m_{\text{NH}_3} = \text{_____ g}$.

Determine a concentração de amônia na solução do limpador doméstico, em g/L e em mol/L.

Calcule o teor de amônia no limpador doméstico concentrado.

Teor = _____ %.

Determinação de Hidróxido de magnésio em Leite de magnésia

Uma das etapas mais importantes em uma análise é a amostragem, pois, em geral, apenas uma pequena porção do material de interesse será analisado, e esta deve ser representativa do todo.

Muitas vezes a amostra não está em condições de ser diretamente analisada, já que a maioria dos métodos analíticos empregam soluções, e nem sempre o material é solúvel em água. Pode ser necessária a abertura da amostra, e o método empregado depende de sua natureza.

Após a obtenção da solução pode ser necessária uma separação ou imobilização de interferentes.

Outro fator importante é a escolha do método, que depende fundamentalmente da concentração do analito. Métodos clássicos são aplicados a macrocomponentes.

questionário

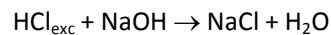
1. O que é amostragem? Quais as etapas de um processo de amostragem?
2. Qual a diferença entre amostra homogêneas e heterogêneas? Dê um exemplo de cada uma.
3. Qual o efeito do erro de amostragem no resultado da análise?
4. Como é realizada a amostragem de uma suspensão?
5. Por que é necessário realizar a abertura da amostra por dissolução com ácido em lugar de realizar a titulação diretamente na amostra?
6. O que é titulação direta? E retrotitulação ou titulação de retorno?

Volumetria de Neutralização

À amostra é adicionado excesso (V_a) de solução padrão de ácido (M_a), ocorrendo a seguinte reação:



O excesso de ácido é titulado com solução padrão de NaOH:



Conhecendo-se o número de moles total de ácido (n_a) adicionado e o número de moles em excesso (n_{aexc}), determina-se o número de moles que reagiu (n_{ar}) com o Mg(OH)_2 , através da regra de três:

$$\begin{array}{l} 1 \text{ mol Mg(OH)}_2 \quad \text{---} \quad 2 \text{ mol HCl} \\ n_{\text{Mg(OH)}_2} \text{ mol Mg(OH)}_2 \quad \text{---} \quad n_{\text{ar}} \text{ mol HCl} \\ 2 \cdot n_{\text{Mg(OH)}_2} = 1 \cdot n_{\text{ar}} \text{ mol HCl} \end{array}$$

$$n_{\text{ar}} = n_a - n_{\text{aexc}}$$

$$n_{\text{aexc}} = n_{\text{NaOH}} = M_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}}$$

$$n_a = M_a \cdot V_a$$

onde M_{NaOH} e V_{NaOH} são a concentração e o volume de NaOH gastos na titulação.

$$\therefore n_{\text{Mg(OH)}_2} = 1/2(M_a \cdot V_a - M_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}})$$

$$\% \text{Mg(OH)}_2 = [(n_{\text{Mg(OH)}_2} \cdot \text{PM}_{\text{Mg(OH)}_2}) / \text{massa da amostra}] \cdot 100$$

PRÁTICA

1. Agitar vigorosamente o frasco de leite de magnésia.
2. Pesar imediatamente, com o auxílio de um conta gotas, não mais que 0,4 g da amostra em um béquer.
3. Adicionar, com uma pipeta volumétrica, exatamente 25 mL de solução padrão de HCl 0,1 mol/L e agitar com bastão até dissolver completamente, tomando cuidado para que não haja perda.
4. Usando no máximo 25 mL de água, transferir quantitativamente a amostra para um erlenmeyer de 125 mL.
5. Adicionar 3 gotas de fenolftaleína ou vermelho de metila e titular com solução padrão de NaOH 0,1 mol/L.
6. Repetir o procedimento pelo menos mais duas vezes.
7. Calcular a porcentagem de hidróxido de magnésio no leite de magnésia
8. Calcular o desvio padrão relativo.
9. Discutir os resultados baseado, pelo menos, no questionário acima.

DETERMINAÇÃO DE ACIDO ACETILSALICÍLICO EM ANALGÉSICO

A ácido acetilsalicílico (aspirina) é um analgésico usado no tratamento de cefaléias, nevralgias e outras dores. Analgésicos são depressores do sistema nervoso central empregado para aliviar a dor sem causar a perda da consciência.

Em soluções aquosas, as titulações de neutralização são aquelas nas quais íons hidrogênio (H_3O^+), são titulados com íons hidroxila (OH^-) ou vice-versa. O ponto final é sinalizado com auxílio de indicadores ácido-base. Cada indicador possui uma zona de transição própria. Deve-se portanto, conhecer o ponto da escala do pH em que se situa o ponto de equivalência da titulação, particularmente em torno do ponto de equivalência.

questionário

1. Escreva as reações envolvidas na prática.
2. Escreva a fórmula estrutural da aspirina
3. Por que o ácido nítrico não é comumente usado como titulante padrão? Por que o ácido acético não é útil para este objetivo?
4. Na padronização de uma solução de ácido clorídrico com carbonato de sódio, um estudante não secou adequadamente o carbonato. A concentração obtida para o ácido é alta, baixa ou correta? Explique.
5. A aspirina (ácido acetilsalicílico, massa molar – 180,16) pode ser determinado analiticamente num laboratório, mediante sua hidrólise com uma quantidade conhecida de um excesso de uma base forte, tal como NaOH, fervendo-se por 10 minutos e depois titulando-se a base remanescente com um ácido padrão. Considerando que uma amostra de 0,2775 g foi originalmente pesada, e que 50,0 mL de uma solução de NaOH 0,100 mol L^{-1} , foram usados no procedimento da hidrólise, e que 12,05 mL de uma solução de HCl 0,20 mol L^{-1} , foram necessários para titular o excesso da base, usando-se o vermelho de fenol como indicador, qual é a porcentagem de pureza da amostra?

prática

1. Pesar 4 comprimidos de AAS e anotar a massa;
2. Triturar (macerar) os comprimidos em um almofariz com pistilo;
3. Calcular a massa média de um comprimido e pesar 3 amostras equivalente a um;
4. Transferir cada amostra para um erlenmeyer de 125 mL;
5. Adicionar 30 mL de NaOH 0,5 mol L^{-1} ;
6. Aquecer esta mistura brandamente por 10 minutos;
7. Após esfriar, adicionar 3 gotas de fenolftaleína 0,1%;
8. Titular o excesso de NaOH com HCl 0,5 mol L^{-1} até ficar uma coloração incolor;
9. Anote o volume gasto de HCl;

10. Repetir o procedimento mais duas vezes
11. Fazer uma titulação em branco (sem adição do analgésico)
12. Calcular a quantidade de ácido acetilsalicílico em gramas nas amostras analisadas.
13. Calcule o erro relativo e o desvio padrão das medidas.

ANALISE DO SORO FISIOLÓGICO E SAL DE COZINHA

1 - INTRODUÇÃO

Uma reação com formação de precipitado pode ser utilizada para titulação, desde que se processe com velocidade adequada, que seja quantitativa e que haja um modo de determinar o momento em que o ponto de equivalência foi alcançado. Estes métodos são conhecidos por volumetria de precipitação. Os processos mais importantes na análise titrimétrica de precipitação utilizam o nitrato de prata como reagente (processos argentimétricos).

Pela portaria N.º 518, de 25 de março de 2004, do Ministério da Saúde, que estabelece os procedimentos e responsabilidades relativos ao controle e vigilância da qualidade da água para consumo humano e seu padrão de potabilidade, o padrão de aceitação de consumo humano de cloreto na água é de 250 mg/L. De acordo com a portaria, toda a água destinada ao consumo humano deve obedecer a este padrão.

Soro fisiológico é uma solução isotônica em relação aos líquidos corporais que contem 0,9%, em massa, de NaCl em água destilada, ou seja, cada 100mL da solução aquosa contém 0,9 gramas do sal. A presença do sal faz com que a solução apresente, normalmente, pH=7. Devido às suas características é utilizado em várias situações. É utilizado em medicina em pessoas que apresentam sintomas diversos, como gripes, respostas alérgicas, limpeza de ferimentos externos e desidratação. Em laboratórios pode ser utilizado como meio de soluções, por exemplo, quando se pretende preparar uma solução para observar ao microscópio.

O sal de cozinha é uma mistura de alguns sais: NaCl (cloreto de sódio - o constituinte principal, acima de 99%), KI (iodeto de potássio - responsável pela presença de iodo no sal), ferrocianeto de sódio e alumínio silicato de sódio (responsáveis pela diminuição da umidade do produto, evita que o sal empedre). O sal de cozinha quando dissolvido em água, forma uma solução turva, que é decorrente da não solubilidade destes anti-umectantes em água.

Para verificar a presença e a concentração de cloretos em algum material é usado o método Mohr. Neste método, os cloretos são titulados usando-se uma solução padrão de nitrato de prata (AgNO_3) usando como indicador o cromato de potássio. O final da reação produz um precipitado marron-avermelhado de cromato de prata (Ag_2CrO_4), que pode ser quantificado. Pelo processo estequiométrico é determinado a concentração de cloretos.

O Cromato de potássio (K_2CrO_4) é um indicador químico de cor amarela. É um sal de potássio cuja massa molar é de 194.21 g/mol. É um produto bastante tóxico podendo causar câncer por inalação.

O nitrato de prata é um sal inorgânico, sólido à temperatura ambiente, de coloração esbranquiçada e sensível à luz. É venenoso e forte agente oxidante, a ponto de causar queimaduras por contato direto, e irritação por inalação ou contato com a pele, mucosas ou olhos. É bastante solúvel em água, formando soluções incolores. Por ser forte oxidante, pode inflamar materiais combustíveis, e é explosivo quando misturado com materiais orgânicos ou outros materiais também oxidantes. A temperaturas elevadas, pode decompor-se com emissão de gases tóxicos.

2 - PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

MATERIAIS E REAGENTES

- § Água da torneira
- § Água destilada
- § Balança analítica
- § Balão volumétrico de 100mL
- § Becker
- § Bureta de 25mL
- § Erlenmeyer
- § Pipeta graduada
- § Pisseta
- § Proveta
- § Sal de cozinha
- § Solução 0,1M de nitrato de prata
- § Solução de cromato de potássio
- § Soro fisiológico

PARTE EXPERIMENTAL

Para realização do experimento, se fez necessário o uso de uma solução 0,1M de nitrato de prata (AgNO_3). Esta solução já estava devidamente preparada e padronizada na ocasião da aula experimental.

A experiência consistiu de três etapas: na primeira, determinou-se o teor de cloreto numa amostra de água da torneira; na segunda, determinou-se o teor de NaCl em soro fisiológico; e na terceira etapa, determinou-se a pureza do sal de cozinha, em porcentagem de NaCl.

Para a primeira etapa, mediu-se 100mL, exatamente, de água de torneira, à qual adicionou-se 5 gotas de indicador cromato de potássio. A solução adquiriu coloração amarelada típica das soluções de cromato de potássio. A seguir, a solução foi titulada com nitrato de prata 0,1M até a coloração variar de amarelo para castanho.

Na determinação do teor de NaCl em soro fisiológico, mediu-se 5mL de soro com a ajuda de uma pipeta e transferiu-se para um erlenmeyer, onde adicionou-se três gotas do indicador cromato de potássio e procedeu-se a titulação com a solução de nitrato de prata 0,1M.

Para se determinar a pureza do sal de cozinha, preparou-se 100mL de solução utilizando 500mg do sal disponibilizado pelo laboratório. Utilizou-se 5 mL desta solução, a qual juntou-se duas gotas do indicador cromato de potássio e em seguida procedeu-se a titulação.

Em todos os três casos, o procedimento foi realizado duas vezes.

3 – RESULTADOS E DISCUSSÕES

Na determinação de cloreto em água potável, foram utilizados na titulação 0,9 e 0,7mL de solução de AgNO_3 , obtendo-se uma média de 0,8mL desta solução. Considerando-se a reação:

$\text{AgNO}_{3\text{aq}} + \text{Cl}^-_{\text{aq}} \rightarrow \text{AgCl} \downarrow + \text{NO}^-_{3\text{aq}}$, na qual um mol de cloreto reage com um mol de nitrato de prata, podemos escrever que:

$$n_{\text{Cl}^-} = n_{\text{AgNO}_3}$$

$$\text{MM}_{\text{Cl}^-} \cdot \frac{\text{C}_{\text{Cl}^-} \cdot V_{\text{amostra}}}{V_{\text{amostra}}} = \text{M}_{\text{AgNO}_3} \cdot V_{\text{AgNO}_3} \rightarrow \frac{\text{M}_{\text{AgNO}_3} \cdot V_{\text{AgNO}_3} \cdot \text{MM}_{\text{Cl}^-}}{V_{\text{amostra}}}$$

$$\text{C}_{\text{Cl}^-} = \frac{0,1 \text{ mol/L} \cdot 0,8 \times 10^3 \text{ L} \cdot 35,453 \text{ E/mol}}{100 \times 10^{-3} \text{ L}} = 0,0283624 \text{ E/L}$$

$$\text{C}_{\text{Cl}^-} = 28,4 \text{ ppm}$$

Na determinação do teor de NaCl em soro fisiológico, obteve-se um gasto de 8,5 e 8,6mL da solução de nitrato de prata, obtendo-se uma média de 8,55mL. Foi utilizada a solução fisiológica com marca própria da Drogeria Globo - Guararapes na qual seu rótulo indica teor de NaCl 0,9%, lote 08082215, fabricação em 08/08 e validade até 08/10. Efetuando-se os cálculos, obtemos:

$$\text{MM}_{\text{NaCl}} \cdot \frac{\text{C}_{\text{NaCl}} \cdot V_{\text{amostra}}}{V_{\text{amostra}}} = \text{M}_{\text{AgNO}_3} \cdot V_{\text{AgNO}_3} \rightarrow \frac{\text{M}_{\text{AgNO}_3} \cdot V_{\text{AgNO}_3} \cdot \text{MM}_{\text{NaCl}}}{V_{\text{amostra}}}$$

$$\frac{\text{C}_{\text{NaCl}}}{5 \times 10^{-3} \text{ L}} = \frac{0,1 \text{ mol/L} \cdot 8,55 \times 10^3 \text{ L} \cdot 58,442 \text{ E/Mol}}{5 \times 10^{-3} \text{ L}} = 9,993582 \text{ E/L} = 0,009993582 \text{ E/mL}$$

O erro obtido entre o valor experimental e o valor teórico foi:

$$\text{Erro}_{\%} = \frac{\% \text{ experimental} - \% \text{ teórica}}{\% \text{ teórica}} \times 100 = \frac{0,999 - 0,9}{0,9} \times 100 = 11,0398\%$$

Na determinação do teor de pureza do sal de cozinha, foram gastos 4,2 e 4,1mL de solução de nitrato de prata, sendo a média de 4,15mL. O sal utilizado neste experimento foi o sal comum, moído e iodado, tipo 1, marca Nevado, lote 5079 e de validade 31/08/08. Os resultados trabalhados são:

$$\text{MM}_{\text{NaCl}} \cdot \frac{\text{C}_{\text{NaCl}} \cdot V_{\text{amostra}}}{V_{\text{amostra}}} = \text{M}_{\text{AgNO}_3} \cdot V_{\text{AgNO}_3} \rightarrow \frac{\text{M}_{\text{AgNO}_3} \cdot V_{\text{AgNO}_3} \cdot \text{MM}_{\text{NaCl}}}{V_{\text{amostra}}}$$

$$\frac{\text{C}_{\text{NaCl}}}{5 \times 10^{-3} \text{ L}} = \frac{0,1 \text{ mol/L} \cdot 4,15 \times 10^3 \text{ L} \cdot 58,442 \text{ E/Mol}}{5 \times 10^{-3} \text{ L}} = 4,50686 \text{ E/L}$$

Como esta concentração se refere à solução, podemos calcular a massa de cloreto de sódio que foi utilizada para preparar a solução:

$$\text{C} = \frac{m_1}{V} \rightarrow m_{\text{NaCl}} = \text{C}_{\text{NaCl}} \cdot V_{\text{solução}} = 4,850686 \text{ E/L} \cdot 100 \times 10^{-3} \text{ L} = 0,4850686 \text{ g}$$

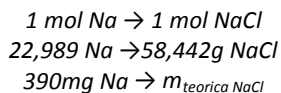
$$m_{\text{NaCl}} = 485,0686 \text{ mg}$$

Esta massa de NaCl foi obtida da pesagem de 516mg de sal de cozinha. Logo, podemos calcular a porcentagem de pureza deste sal:

$$\%_{\text{pureza}} = \frac{m_{\text{NaCl}}}{m_{\text{total}}} \times 100 = \frac{485,0686 \text{ mg}}{516 \text{ mg}} \times 100 = 94,01\%$$

$$\%_{\text{pureza}} = 94,01\%$$

O rótulo deste sal indica que cada 1000mg de sal contém 390mg de sódio. Considerando que este sódio está totalmente presente sob a forma de cloreto de sódio, temos:



$$m_{\text{teórica NaCl}} = \frac{58,442 \cdot 390}{22,989} = 991,447 \text{ mg}$$

Logo, a porcentagem teórica de pureza do sal será:

$$\%_{\text{teórica pureza}} = \frac{m_{\text{NaCl}}}{m_{\text{total}}} \times 100 = \frac{991,447 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 100 = 99,14\%$$

$$\%_{\text{teórica pureza}} = 99,14\%$$

4 – CONCLUSÃO

Com o exercício, em laboratório, da técnica de titrimetria de precipitação, pode-se concluir que os conhecimentos acerca deste assunto estão mais apurados entre os participantes desta prática. O processo desenvolvido propiciou aos alunos uma fundamentação teórica mais concisa sobre o processo de titulação de precipitação e técnica de Mohr. Os resultados experimentais obtidos se aproximaram significativamente dos resultados teóricos esperados, possuindo uma pequena margem de erro causada, dentre outros fatores, pelo grau de pureza dos reagentes, pela validade dos materiais trabalhados, pela precisão das medidas efetuadas e pela diferença entre o ponto de equivalência e o ponto final da titulação, fator este muito significante no processo de análise volumétrica de precipitação.

5 – PRÉ-LABORATÓRIO

1. Em que consiste a volumetria de precipitação?

Volumetria de precipitação é o método no qual se utiliza de materiais que reagem entre si e formam duas fases uma líquida e outra um precipitado, com isso é possível determinar quantitativamente o produto da reação.

2. Descreva de forma sucinta o método de Mohr.

Este método baseia-se em titular o nitrato de prata com solução-padrão de cloreto de sódio 0,1N (padrão primário), usando solução de cromato de potássio como indicador. Quando todos os íons Ag^+ tiverem se depositado sob a forma de AgCl , haverá a precipitação de cromato de prata (Ag_2CrO_4) de coloração marrom-avermelhada.

6 – PÓS-LABORATÓRIO

1. Em relação à prática “determinação do teor de cloreto em água potável”, calcule o teor de cloreto expressando o resultado em PPM e g/ 100 mL.

Na determinação de cloreto em água potável, foram utilizados na titulação 0,9 e 0,7mL de solução de AgNO_3 , obtendo-se uma média de 0,8mL desta solução. Considerando-se a reação:

$\text{AgNO}_{3\text{aq}} + \text{Cl}^-_{\text{aq}} \rightarrow \text{AgCl} \downarrow + \text{NO}^-_{3\text{aq}}$ na qual um mol de cloreto reage com um mol de nitrato de prata, podemos escrever que:

$$n_{Cl^-} = n_{AgNO_3}$$

$$MM_{Cl^-} \cdot \frac{C_{Cl^-} \cdot V_{amostra}}{V_{amostra}} = M_{AgNO_3} \cdot V_{AgNO_3} \rightarrow \frac{M_{AgNO_3} \cdot V_{AgNO_3} \cdot MM_{Cl^-}}{V_{amostra}}$$

$$C_{Cl^-} = \frac{0,1 \text{ mol/L} \cdot 0,8 \times 10^3 \text{ L} \cdot 35,453 \text{ E/mol}}{100 \times 10^{-3} \text{ L}} = 0,0283624 \text{ E/L}$$

$$C_{Cl^-} = 28,4 \text{ ppm}$$

2. Em relação à prática “determinação do teor de NaCl em soro fisiológico”, calcule o teor de NaCl na preparação farmacêutica utilizando para isso a média dos volumes gastos, e compare com o valor indicado no rótulo.

Na determinação do teor de NaCl em soro fisiológico, obteve-se um gasto de 8,5 e 8,6mL da solução de nitrato de prata, obtendo-se uma média de 8,55mL. No rótulo, indica-se teor de NaCl 0,9%. Efetuando-se os cálculos, obtemos:

$$MM_{NaCl^-} \cdot \frac{C_{NaCl^-} \cdot V_{amostra}}{V_{amostra}} = M_{AgNO_3} \cdot V_{AgNO_3} \rightarrow \frac{M_{AgNO_3} \cdot V_{AgNO_3} \cdot MM_{NaCl^-}}{V_{amostra}}$$

$$\frac{C_{NaCl^-}}{5 \times 10^{-3} \text{ L}} = \frac{0,1 \text{ mol/L} \cdot 8,55 \times 10^3 \text{ L} \cdot 58,442 \text{ E/Mol}}{5 \times 10^{-3} \text{ L}} = 9,993582 \text{ E/L} = 0,009993582 \text{ E/mL}$$

O erro obtido entre o valor experimental e o valor teórico foi:

$$Erro\% = \frac{\% \text{ experimental} - \% \text{ teórica}}{\% \text{ teórica}} \times 100 = \frac{0,999 - 0,9}{0,9} \times 100 = 11,0398\%$$

3. Em relação a prática determinação da pureza do sal de cozinha (% de NaCl), calcule o percentual de NaCl na amostra.

Na determinação do teor de pureza do sal de cozinha, foram gastos 4,2 e 4,1mL de solução de nitrato de prata, sendo a média de 4,15mL. Os resultados trabalhados são:

$$n_{Cl^-} = n_{AgNO_3}$$

$$MM_{NaCl^-} \cdot \frac{C_{NaCl^-} \cdot V_{amostra}}{V_{amostra}} = M_{AgNO_3} \cdot V_{AgNO_3} \rightarrow \frac{M_{AgNO_3} \cdot V_{AgNO_3} \cdot MM_{NaCl^-}}{V_{amostra}}$$

$$\frac{C_{NaCl^-}}{5 \times 10^{-3} \text{ L}} = \frac{0,1 \text{ mol/L} \cdot 4,15 \times 10^3 \text{ L} \cdot 58,442 \text{ E/Mol}}{5 \times 10^{-3} \text{ L}} = 4,50686 \text{ E/L}$$

Como esta concentração se refere à solução, podemos calcular a massa de cloreto de sódio que foi utilizada para preparar a solução:

$$C = \frac{m_1}{V} \rightarrow m_{NaCl} = C_{NaCl} \cdot V_{solução} = 4,50686 \text{ E/L} \cdot 100 \times 10^{-3} \text{ L} = 0,4850686 \text{ g}$$

$$m_{NaCl} = 485,0686 \text{ mg}$$

Esta massa de NaCl foi obtida da pesagem de 516mg de sal de cozinha. Logo, podemos calcular a porcentagem de pureza deste sal:

$$\%_{\text{pureza}} = \frac{m_{NaCl}}{m_{\text{sal}}} \times 100 = \frac{485,0686 \text{ mg}}{516 \text{ mg}} \times 100 = 94,0055\%$$

m_{total} 516mg

% pureza = 94,01%

7 – BIBLIOGRAFIA

Todas as fontes de informações que não obtidas em laboratório, sala de aula ou de conhecimento prévio dos alunos estão listadas a seguir.

Livros:

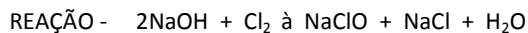
· MENDHAM, J.; DENNEY, R.C.; BARNES, J.D.; THOMAS, M.J.K. Vogel-Análise química quantitativa, LTC Rio de Janeiro, 2002.

Internet:

- <http://br.geocities.com/chemicalnet/quantitativa/tiposde.htm>
- http://www.agrolab.com.br/portaria%20518_04.pdf
- http://fernandaguedes.weblog.com.pt/arquivo/2007/10/soro_fisiologic.html
- <http://www.quiprocura.net/sal.htm>
- http://pt.wikipedia.org/wiki/Cromato_de_pot%C3%A1ssio
- http://pt.wikipedia.org/wiki/Nitrato_de_prata
- <http://br.geocities.com/chemicalnet/quantitativa/padmetmohr.htm>

ANÁLISE DA ÁGUA SANITÁRIA COMERCIAL I
(DETERMINAÇÃO DO CLORO ATIVO)

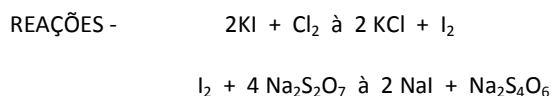
A água sanitária é uma solução diluída de hipoclorito de sódio (NaOCl), obtida passando gás cloro através de solução concentrada de NaOH.



O método da determinação baseia-se no fato do cloro poder deslocar o bromo e o iodo. Com isso, ao se adicionar iodeto de potássio à solução, poderemos dosar o iodo liberado com solução de tiosulfato de sódio, utilizando goma de amido como indicador.

Tomar 10mL da amostra de água sanitária comercial, transferir para um balão aferido de 1000mL e homogeneizar. Retirar uma alíquota de 50mL, transferindo-a para um erlenmeyer de 250mL. Juntar 20mL de solução 0,1N de iodeto de potássio, 20mL de solução 0,1N de H₂SO₄ e 2 gotas de goma de amido.

Titular o iodo liberado com solução-padrão de tiosulfato de sódio 0,1N, até o desaparecimento da coloração azul. Repetir a titulação, achar a média entre os volumes encontrados e fazer os cálculos.



CÁLCULOS - $\% \text{Cl}_2 = V \cdot N \cdot 0,03545 \cdot 100$
 $V_a \cdot 50 / 1000$

ONDE: V = Volume de Na₂S₂O₃ gasto

N = Normalidade do Na₂S₂O₃

0,03545 = Miliequivalente do cloro

V_a = Volume da amostra

MÉTODOS ENVOLVENDO O IODO, I₂ TITULAÇÃO IODOMÉTRICA

As aplicações do iodo como reagente redox são bastante extensas, principalmente porque:

(1) o potencial padrão de redução do par I₂/I⁻ é intermediário, e além disso, pode agir como um agente oxidante na forma de I₂, ou como agente redutor na forma de I₃⁻, e

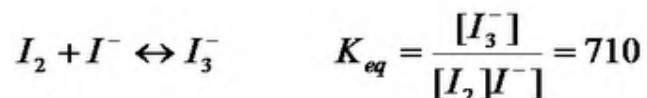
(2) é praticamente independente da acidez do meio até pH<8.

O par redox iodo/iodeto pode ser caracterizado pela semi- reação,



indicando que o iodo é um oxidante moderado e o iodeto é um redutor relativamente fraco. O iodo é quantitativamente reduzido a iodeto em meio neutro, por redutores moderadamente fortes, como Sn(II), H₂SO₃, SO₂, H₂S e o iodeto é quantitativamente oxidado a iodo por oxidantes moderados ou fortes, como H₂O₂, IO₃⁻, IO₄⁻, Cr₂O₇²⁻, MnO₄⁻ e ClO⁻.

Há dois modos analíticos na aplicação na química do iodo em titulações de oxi-redução. O primeiro envolve o uso de solução padrão de iodo diretamente como titulante em meio levemente ácidos ou levemente básicos. Esta técnica é classificada de método iodimétrico, também denominada iodimetria. No segundo modo, o iodeto é utilizado como redutor, e o iodo liberado na reação associada, é titulado em meio neutro ou levemente ácido com um redutor, usualmente uma solução padronizada de tiosulfato de sódio. Tal técnica é classificada como método iodométrico ou denominada iodometria. Os dois grupos de métodos estão baseados (a) no fato de que o iodo na presença de iodeto produz o íon triiodeto.



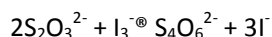
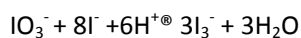
(b) no par redox triiodeto/iodeto,



Pelo fato do potencial de redução ser relativamente baixo, poucas substâncias são oxidadas pelo iodo, daí a existência de poucos métodos iodimétricos. Por outro lado, muitas espécies são capazes de oxidar o iodeto a iodo, resultando numa ampla variedade de métodos indiretos ou iodométricos, onde a espécie de interesse é quantitativamente reduzida em excesso de solução de iodeto liberando o equivalente em iodo, e esse é dosado por titulação com uma solução padrão de um redutor. O método iodométrico é mais vantajoso porque o iodo é gerado *in situ* evitando perdas por volatilização, pois o iodo é facilmente sublimável.

O tiosulfato de sódio é o redutor mais empregado como titulante no iodo gerado nas metodologias iodométricas. Normalmente as soluções são preparadas a partir do sal pentahidratado, $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ (PF = 248,18g/mol), e devem ser posteriormente padronizadas, pois este sal não se enquadra como um padrão primário. Normalmente as soluções devem ser preparadas com água destilada previamente fervida para eliminar o CO_2 dissolvido e também prevenir a decomposição do tiosulfato por bactérias. É de praxe adicionar algumas gotas de clorofórmio que funciona como um eficiente preservativo. Além disso, cerca de no máximo 0,1g/L de Na_2CO_3 é adicionada para garantir uma leve alcalinidade na solução, pois íon $S_2O_3^{2-}$ se decompõe em meio ácido, catalisado pela ação da luz, liberando enxofre coloidal e conferindo uma turbidez na solução. Por outro lado, hidróxidos de metais alcalinos, $Na_2CO_3 > 0,1 \text{ g L}^{-1}$ e bórax, não devem ser adicionados, pois tendem a acelerar a decomposição sob ação do oxigênio atmosférico: $S_2O_3^{2-} + 2O_2 + H_2O \rightarrow 2SO_4^{2-} + 2H^+$. Assim, a solução deve ser armazenada em frasco escuro (âmbar) logo após a preparação.

Normalmente as soluções de tiosulfato são padronizadas pelo método iodométrico, utilizando como padrão primário bromato de potássio, $KBrO_3$ ou iodato de potássio KIO_3 . Estes sais, em meio moderadamente acidulado com ácido sulfúrico, oxidam quantitativamente o iodeto a triiodeto, e este é titulado com a solução de tiosulfato padronizada:



O dicromato de potássio, $K_2Cr_2O_7$ pode ser utilizado como padrão primário para a padronização indireta do tiosulfato, da mesma forma que o bromato e o iodato. Porém, em meios moderadamente ácidos a reação de geração de iodo (triiodeto) não é instantânea, sendo necessário um meio de elevada acidez, concomitantemente aumentando o risco da oxidação do iodo formado pelo oxigênio atmosférico.

Resultados precisos e reprodutíveis podem ser obtidos ajustando a acidez de um volume conhecido de solução padrão $K_2Cr_2O_7$ com HCl $0,2 - 0,5 mol L^{-1}$ e adicionando KI a $2,0\%(m/v)$. Deixa-se a mistura em repouso por $5 - 10$ minutos no escuro para garantir a geração quantitativa de triiodeto, antes da titulação com o tiosulfato.

Nas titulações iodimétricas e iodométricas, o amido é utilizado como indicador sensível, pois forma um complexo com I_2 de coloração azul intensa, e mesmo numa concentração de $10^{-5} mol L^{-1}$, o iodo pode ser detectado. O denominado amido solúvel é encontrado comercialmente e se dispersa facilmente em água. Por outro lado, o complexo amido- I_2 é relativamente pouco solúvel, e portanto, nas titulações iodométricas o indicador deve ser adicionado na solução do analito um pouco antes do ponto de equivalência, onde a concentração do iodo é baixa. Uma vez que o amido é susceptível ao ataque por microorganismos, é recomendável preparar a solução no dia da análise. Normalmente prepara-se solução de amido solúvel a $0,5 - 1,0\%(m/v)$ e adiciona-se ácido bórico como preservativo, para prolongar o tempo de vida útil.

Nesta prática será feita a dosagem de **cloro-ativo** numa amostra de alvejante a base de hipoclorito de sódio ou cálcio, a famosa *água sanitária*, de uso doméstico e em lavanderias. No tratamento de água de piscina, utiliza-se o hipoclorito de cálcio, $Ca(OCl)_2$ misturado com cloreto de cálcio básico, $CaCl_2 \cdot Ca(OH)_2 \cdot 2H_2O$.

O constituinte ativo responsável pelo efeito alvejante e algicida, é o íon hipoclorito, o qual é instável em meio ácido. Por exemplo, sob ação de ácido clorídrico, ocorre a liberação de cloro: $OCl^- + 2H^+ + Cl^- \rightarrow Cl_2 + H_2O$. O **cloro-ativo** de uma solução alvejante é a quantidade de cloro que pode ser liberado sob ação de ácido diluído, sendo expresso em $\%(m/v)$. No caso de amostras sólidas, em $\%(m/m)$. Portanto, por análise química do conteúdo de hipoclorito, calcula-se por estequiometria a concentração em termos da porcentagem de **cloro-ativo** da amostra, e *vice-versa*. Esta forma de expressar o teor de hipoclorito já se tornou corriqueira e está normatizada como padrão de qualidade de alvejantes a base de hipoclorito.

QUESTIONÁRIO

1. Para que os aspectos e procedimentos experimentais sejam bem assimilados, é importante compreender o significado dos termos seguintes. Descreva cada um.

Reação de oxi-redução

Estequiometria

Titulações redox

Indicadores redox

Padrão primário redox

Potenciais de eletrodo

Titulação de retorno

Equação de Nernst

Titulação "em branco"

2. Escreva as reações envolvidas na prática.

3. Qual a diferença entre iodimetria e iodometria? Em qual técnica, iodimetria ou iodometria, o indicador goma de amido não é adicionado até um pouco antes do ponto de equivalência? Por que?
4. Pesquise um pouco sobre o complexo amido-iodo.

PRÁTICA

1. *Preparação da solução de amido a 1%(m/v):* Prepare uma pasta contendo 0,5 g de amido solúvel e um pouco de água e adicione em 50 mL de água destilada em ebulição sob agitação até completa dissolução. Deixe a solução esfriar e adicione 1 g de iodeto de potássio e dissolva. Manter a solução num frasco de vidro escuro fechado. Nas titulações iodométricas, cerca de 1 a 2 mL da solução indicadora de amido a 1% são adicionadas, quando a titulação estiver próxima do ponto de equivalência, o qual é indicado pelo descoloramento da solução.
2. *Preparação da solução de tiosulfato de sódio @ 0,1 mol L⁻¹:* O tiosulfato de sódio pentahidratado, Na₂S₂O₃·5H₂O (PF = 248,18 g/mol) é encontrado no comércio especializado com elevado grau de pureza, porém, há dúvidas quanto ao exato conteúdo de água de hidratação presente, além de ser levemente higroscópico. Estes aspectos não permitem utilizá-lo como padrão primário, daí a necessidade de padronizá-lo. Suas soluções são tradicionalmente usadas nas metodologias iodométricas, pois é um bom reagente redutor na titulação do iodo liberado, conforme mencionado anteriormente.
3. *Preparação da solução padrão de iodato de potássio:* Pesar com precisão 0,43 – 0,45 g de iodato de potássio, KIO₃ (PF = 214,0 g/mol), puro e previamente seco em estufa a 110 °C por duas horas, e transferir quantitativamente para um balão volumétrico de 100 mL contendo cerca de 50 mL de água destilada previamente fervida. Agitar para dissolver o sólido, completar o volume e homogeneizar. Calcular a concentração molar do sal na solução.
4. *Padronização da solução de tiosulfato de sódio a 0,1 mol L⁻¹:* Coloque a solução de tiosulfato de sódio numa bureta de 25 mL previamente limpa e pré-lavada com a própria solução. Em três erlenmeyers rotulados coloque:
20 mL de H₂SO₄ 2 mol L⁻¹ e 10,0 mL (com pipeta volumétrica) da solução padrão de KIO₃ e agite para homogeneizar. Em seguida, somente no primeiro erlenmeyer, adicione 10 mL da solução de KI 10%(m/v), agite para homogeneizar e inicie a adição do titulante até a solução ficar quase incolor. Nesse ponto adicione 2 mL da solução indicadora de amido e continue a titulação até o desaparecimento da coloração azul. Anote o volume. Proceder da mesma forma os demais erlenmeyers. Calcular a média dos volumes e, baseado na estequiometria das reações envolvidas, determinar a concentração molar da solução de tiosulfato de sódio.

5. Determinação iodométrica do cloro-ativo em alvejante comercial.

- Pipetar uma alíquota de 5,0 mL da amostra e transferir para um balão volumétrico de 100 mL contendo cerca de 50 mL de água destilada.
- Agite, complete o volume até a marca e homogeneize.
- Num erlenmeyer de 150 mL adicionar: 30 mL de água destilada, 10 mL de KI 10% (m/v) e 10 mL (com pipeta volumétrica) da solução da amostra. Em seguida adicione, mediante uma pipeta graduada ou proveta, 5 mL de ácido acético glacial, homogeneizar
- Iniciar a titulação com tiosulfato de sódio $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ até a solução ficar quase incolor. Neste ponto adicione 1 mL da solução de amido 1% e continue a titulação até a solução ficar incolor. Anote o volume de eqüivalência.
- Efetuar pelo menos mais duas titulações e com o valor médio, calcular o teor percentual de cloro-ativo na amostra original do alvejante.
- Comparar com o rótulo das amostras utilizadas.

VOLUMETRIA DE PRECIPITAÇÃO:

determinação de cloreto de sódio em soro fisiológico

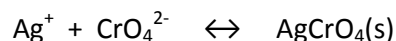
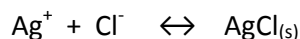
A volumetria de precipitação envolve a reação na qual forma-se um produto de baixa solubilidade. Sua principal aplicação está na determinação de haletos e alguns íons metálicos. A curva de titulação e a determinação do ponto final são grandemente afetadas pela diluição das soluções e solubilidade do 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 de titulante, tornando necessária realização de um branco (V_b) que deve ser descontado do resultado da titulação da amostra (V_a).

A porcentagem de cloreto pode ser assim determinada:

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

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

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

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

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.

prática

MÉTODO DE MOHR

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 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 $0,1 \text{ mol/L}$ 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.

Sabão e Sabonete em barras

Determinação de umidade e voláteis

Método do forno de microondas

1 Objetivo

Esta norma especifica o método para determinação de umidade e voláteis em sabão e sabonete em barras, utilizando forno de microondas.

2 Referência normativa

A norma relacionada a seguir contém disposições que, ao serem citadas neste texto, constituem prescrições para esta Norma. A edição indicada estava em vigor no momento desta publicação. Como toda norma está sujeita a revisão, recomenda-se àqueles que realizam acordos com base nesta que verifiquem a conveniência de se usar a edição mais recente da norma citada a seguir. A ABNT possui a informação das normas em vigor em um dado momento.

3 Definições

Para os efeitos desta Norma, aplicam-se as definições da Portaria INMETRO nº 74, de 25/05/95, e as seguintes.

3.1 sabão: Sal, inorgânico ou orgânico, de um ácido graxo ou de uma mistura de ácidos graxos associados ou não a ácidos resinosos.

3.2 sabão em barra: Produto para lavagem e limpeza, formulado à base de sabão, associado ou não a outros tensoativos.

3.3 sabonete em barra: Produto para higiene e limpeza pessoal, formulado à base de sabão, associado ou não a outros tensoativos.

3.4 tablete: Unidade ou barra de sabão ou sabonete de valor nominal definido.

3.5 amostra de ensaio: Conjunto de tabletes de sabão ou sabonete retirado da amostra do lote.

4 Método de ensaio

4.1 Reagente

Sílica dessecante com 2,0 mm a 5,6 mm de diâmetro

4.2 Aparelhagem

- a) ralador;
- b) frascos de vidro de boca larga com tampa rosqueável;
- c) forno de microondas com prato giratório e controle digital;
- d) béquer de 200 mL;
- e) placa de Petri com dimensões de 100 mm x 20 mm;
- f) dessecador com tampa esmerilhada;
- g) balança semi-analítica com resolução de 1 mg.

4.3 Amostragem

Coletar aleatoriamente os tabletes que devem compor a amostra de ensaio, de acordo com a tabela 1.

Numero de Tabelas		
Tamanho do lote	Tamanho da amostra do lote	Tamanho da amostra do ensaio
0 a 149	20	5
149 a 4.000	32	6
4001 a 10.000	80	9

4.4 Preparação e preservação da amostra de ensaio

4.4.1 Ralar os tabletes que compõem a amostra de ensaio, usando um ralador, e homogeneizá-los.

4.4.2 Guardar a amostra de ensaio homogeneizada em um frasco de vidro de boca larga, com tampa rosqueável.

NOTA - As operações descritas em 4.4.1 e 4.4.2 devem ser executadas em tempo suficiente, de modo a evitar alteração da umidade da amostra de ensaio.

4.5 Procedimento

4.5.1 Colocar no centro do prato giratório do forno de micro-ondas um béquer de 200 mL, contendo 100 g de sílica dessecante. A sílica deve estar pelo menos parcialmente hidratada para ser usada como lastro e deve ser substituída sempre que perder toda a umidade.

4.5.2 Identificar três placas de Petri, para que a determinação de umidade e voláteis possa ser feita em triplicata; colocá-las no prato giratório do forno de microondas, regulá-lo na potência descongelar (aproximadamente 250 W de potência útil) e ligá-lo por 10 min.

NOTA - Recomenda-se não usar mais de seis placas de Petri no forno, para cada determinação.

4.5.3 Transferir as três placas de Petri para um dessecador, com lastro de sílica dessecante, e deixar esfriar por 15 min. Determinar a massa de cada placa (m_{pi}) usando uma balança semi-analítica.

4.5.4 Pesar aproximadamente 3 g da amostra de ensaio (m_i) com exatidão de 0,001g, em cada placa de Petri previamente tarada, usando uma balança semi-analítica, obtendo, desta forma, as três subamostras para a realização do ensaio.

4.5.5 Espalhar as subamostras, uniformemente, por toda a superfície das respectivas placas de Petri.

4.5.6 Colocar as três placas de Petri no prato giratório do forno de microondas, regulá-lo na potência descongelar (aproximadamente 250 W de potência útil) e ligá-lo por 10 min.

4.5.7 Transferir as três placas de Petri para um dessecador, com lastro de sílica dessecante, e deixar esfriar por 15 min. Determinar a massa de cada placa, usando uma balança semi-analítica.

4.5.8 Colocar as três placas de Petri novamente no prato giratório do forno de microondas, regulá-lo na potência descongelar (aproximadamente 250 W de potência útil) e ligá-lo por 20 min.

4.5.9 Repetir as operações descritas em 4.5.7 e 4.5.8 até obtenção de massa constante (m_{ci}). Considerar massa constante quando a diferença entre duas pesagens consecutivas for inferior a 0,005 g.

4.6 Expressão dos resultados

4.6.1 Cálculo do teor médio de umidade e voláteis das três subamostras

4.6.1.1 Calcular inicialmente o teor de umidade e voláteis individual de cada subamostra (tu_i), em percentagem, através da seguinte equação:

$tu_i (\%) = [(m_i - ms_i)/m_i] \times 100$ sendo:

$$ms_i = mc_i - mp_i$$

onde:

mp_i é a massa de cada placa, determinada conforme 4.5.3, em gramas;

m_i é a massa de cada subamostra, determinada conforme 4.5.4, em gramas;

mc_i é a massa constante de cada subamostra com sua respectiva placa, determinada conforme 4.5.9, em gramas;

ms_i é a massa seca de cada subamostra, em gramas.

4.6.1.2 Calcular o teor médio de umidade e voláteis das três subamostras (tu_m), em percentagem, através da seguinte equação:

$$tu_m (\%) = \frac{tu_1 + tu_2 + tu_3}{3}$$

4.6.2 Critério para aceitação do resultado do ensaio

4.6.2.1 Calcular o desvio-padrão das três subamostras, através da seguinte equação:

$$S = \sqrt{\frac{\sum (tu_i - tu_m)^2}{n-1}}$$

onde:

S é o desvio-padrão da umidade e voláteis das três subamostras;

n é o número de subamostras.

4.6.2.2 Calcular o coeficiente de variação das três subamostras, através da seguinte equação:

$$Cv = \frac{100S}{tu_m}$$

onde:

Cn é o coeficiente de variação da umidade e voláteis das três subamostras.

4.7 Caso o coeficiente de variação (Cn) das três subamostras seja superior a 1,5, repetir o ensaio.

5.7 Relatório de ensaio

O relatório de ensaio deve conter as seguintes informações:

a) nome do fabricante;

b) local de realização do ensaio;

- c) responsável pelo ensaio;
- d) data do ensaio;
- e) data de fabricação do produto;
- f) número do lote;
- g) teor de umidade e voláteis nominal do produto;
- h) quaisquer desvios, quando for o caso, ocorridos durante o ensaio.

Determinação da Acidez do Vinagre

O vinagre é o produto resultante da fermentação de certas bebidas alcoólicas, particularmente do vinho. Nesta fermentação, microorganismos da espécie "Mycoderma aceti" transformam o álcool etílico em ácido acético, o que faz com que o vinho, após a fermentação, tenha cerca de 4 a 5% de ácido acético e seja agora chamado de vinagre (vinho azedo).

O teor de ácido acético no vinagre é determinado volumetricamente titulando-se certa quantidade do mesmo com solução padrão de hidróxido de sódio 0,100 mol/L, conhecida com três casas decimais. Usa-se uma solução de fenolftaleína como indicador, a fim de se ver o fim da reação. As principais características analíticas de vinagres de vinho branco e de vinagres de vinho tinto brasileiros estão indicadas na Tabela 1. A acidez volátil corresponde ao teor de ácido acético que é o componente mais importante do vinagre. Ele provém da oxidação do álcool do vinho no processo de acetificação. O vinagre para consumo deve ter entre 4% e 6% de ácido acético. A legislação brasileira estabelece em 4% o teor mínimo de ácido acético para vinagre. O grau alcoólico do vinagre representa o resíduo do processo de acetificação. Todo vinagre deve ter um pouco de álcool, caso contrário as bactérias acéticas, na ausência de um substrato alcoólico, podem degradar o ácido acético produzido com prejuízo para o próprio vinagre. A legislação brasileira estabelece em 1,0%(v/v) o teor alcoólico máximo para o vinagre.

Tabela 1. Características analíticas de vinagres de vinho branco e de vinho tinto brasileiros.

Variáveis	Vinagres de vinho branco		Vinagres de vinho tinto	
	*Intervalo de confiança	Media	*Intervalo de confiança	Media
Densidade a 20°C (g/L)	1009,4 - 1010,4	1009,9	1009,8 - 1010,7	1010,3
Etanol (g/L)	0,7 - 2,2	1,5	0,4 - 2,2	1,3
Metanol (mg/L)	0,1 - 11,8	3,8	11,3 - 27,2	19,3
Acetato de etila (mg/L)	112 - 265	189	62 - 311	186
Acidez total (g % em ácido acético)	4,34 - 4,63	4,49	4,40 - 4,79	4,59
Acidez volátil (g % em ácido acético)	4,24 - 4,44	4,34	4,20 - 4,62	4,40
Acidez fixa (g % em ácido acético)	0,10 - 0,20	0,15	0,14 - 0,23	0,18
pH	2,69 - 2,83	2,76	2,72 - 2,81	2,79
Extrato seco (g/L)	8,02 - 10,63	9,32	8,40 - 11,15	9,78
Extrato seco reduzido (g/L)	7,16 - 9,27	8,22	7,79 - 9,93	8,86
Açúcares redutores totais (g/L)	1,34 - 2,73	2,04	1,29 - 2,46	1,88
Cinzas (g/L)	1,36 - 1,64	1,50	1,23 - 1,70	1,46
Alcalinidade das cinzas (meq/L)	5,6 - 11,1	8,4	6,3 - 10,9	8,6
DO (420 nm)	0,062 - 0,165	0,114	0,037 - 0,058	0,047
DO (520 nm)	-	-	0,036 - 0,060	0,048
Intensidade de cor (DO 420 + DO 520)	-	-	0,073 - 0,118	0,096
Prolina (mg/L)	0,1 - 19,3	9,6	9,7 - 22,6	16,2
Cloretos (mg/L)	62 - 585	262	37 - 354	167
Potássio (mg/L)	190 - 471	330	301 - 549	425
Sódio (mg/L)	42 - 391	217	20 - 227	123
Cálcio (mg/L)	33 - 130	82	47 - 121	84

Magnésio (mg/L)	11 - 22	16	19 - 31	25
Manganês (mg/L)	0,1 - 4,9	2,5	0,5 - 4,6	2,6
Ferro (mg/L)	0,8 - 1,9	1,4	1,5 - 8,0	4,0
Cobre (mg/L)	0,1 - 0,3	0,2	0,1 - 0,3	0,2
Zinco (mg/L)	0,1 - 0,3	0,2	0,2 - 0,4	0,3
Fósforo (mg/L)	45 - 172	109	73 - 156	114

Quanto ao metanol, não há dados sobre sua concentração em vinagres brasileiros. Trata-se de um álcool formado a partir da hidrólise da pectina da uva e liberado por ocasião da maceração na vinificação. Como provém do vinho utilizado para acetificação e como não é oxidado pelas bactérias acéticas, a quantidade não se altera no processo de acetificação. O conhecimento do teor de metanol do vinagre de vinho é fundamental para comprovar a sua origem, pois ele não é metabolizado no processo de acetificação. O vinagre de vinho genuíno deveria apresentar, no mínimo, 25 mg/L de metanol para vinagre de vinho branco e 50 mg/L para o vinagre de vinho tinto.

A legislação brasileira não estabelece limite de metanol nos vinagres de vinho. Na Espanha, o teor de metanol dos vinagres de vinho não deve ultrapassar 1,0 g/L, enquanto que nos vinagres italianos o limite de metanol varia entre 60 mg/L e 130 mg/L. Vinagres com teores de metanol muito elevados correspondem a produtos elaborados com vinhos de prensa.

O acetato de etila é, quantitativamente, o éster mais importante do vinho e do vinagre de vinho. Este composto aumenta o aroma do vinagre e se encontra em maior quantidade nos melhores vinagres.

O extrato seco e as cinzas do vinagre, proporcionalmente, devem se relacionar com a concentração inicial do vinho. A relação entre o extrato seco reduzido e as cinzas deve ficar compreendida entre 3,5 e 8,0.

Com relação à alcalinidade das cinzas, os valores encontrados sempre foram inferiores àqueles dos vinhos, o que mostra que os ácidos fixos se encontram predominantemente na forma livre. De outra parte, constataram-se pequenas diferenças entre os vinagres de vinho branco e aqueles de vinho tinto.

A prolina é um dos aminoácidos mais importantes nos vinhos principalmente nos elaborados com espécies de *Vitis vinifera* L. O nitrogênio da prolina é pouco metabolizado pelas leveduras na fermentação alcoólica e pelas bactérias no processo de acetificação. Por isso, a quantidade de prolina é mais ou menos constante na passagem de mosto para vinho e desse para vinagre. De outra parte, existe uma relação entre a prolina e a cultivar que originou o vinho. Assim, os vinhos de uvas do grupo das americanas apresentam baixos teores de prolina. Esse aminoácido é um componente importante e deve ser melhor estudado para auxiliar na comprovação da origem vínica do vinagre.

O potássio é o cátion mais importante do vinho e, conseqüentemente, do vinagre, pois representa aproximadamente 40% do valor das cinzas. É normal os vinagres de vinho tinto apresentarem teores mais elevados de potássio em relação aos vinagres de vinho branco devido à maceração pelicular na vinificação em tinto. Constatou-se, em alguns vinagres de vinho branco e de vinho tinto, mais sódio do que potássio, fato que não acontece nos vinhos, pois o sódio aparece em concentrações mais baixas. Na verdade, o sódio é facilmente alterado pelos coadjuvantes de filtração, de clarificação e de estabilização dos vinagres.

O cálcio e o magnésio também aparecem com teores relativamente altos nos vinagres e estão sempre presentes nos vinhos.

O manganês é um cátion encontrado, regularmente, nos vinhos em pequenas quantidades menos de 3,0 mg/L. Os teores médios detectados nos vinagres correspondem àqueles dos vinhos.

Com relação ao ferro, cobre e zinco, os teores encontrados nos vinagres também é o reflexo da concentração do vinho, embora o contato com determinados materiais ou a utilização de produtos enológicos para clarificar e estabilizar o vinagre possam aumentar o teor.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

1. Meça a massa de uma proveta limpa e seca. _____
2. Colocar cerca de 50 mL de vinagre na proveta de medir a massa total. _____
3. Determine a massa de vinagre que equivale ao volume de 50 mL . _____
4. Calcule a densidade do vinagre. _____
5. Pipetar uma alíquota de 2 mL de vinagre para um erlenmeyer de 250 mL .
6. Adicionar cerca de 30 mL de água e 5 gotas de fenolftaleína.
7. Carregar corretamente a bureta com a solução padrão de NaOH 0,100 mol/L, enchendo, também a parte inferior abaixo da torneira.
8. Adicionar ao erlenmeyer a solução de NaOH, gota-a-gota, com agitação constante, até a viragem do indicador.
9. Repetir a partir do item 5.

PORCENTAGEM AMINA LIVRE

1. PRINCÍPIO

1.1. Este método baseia-se no volume gasto de Ácido Clorídrico 0,1N necessária para neutralizar um grama de amina , utilizando azul de bromofenol como indicador .

2. REAÇÕES

2.1. Titulação ácido base.

3. REAGENTES

3.1. Álcool Etílico PA

3.2. Indicador azul de bromofenol solução 0,1 % em etanol

3.3. Solução de Ácido Clorídrico 0,1 N.

4. APARELHAGEM

4.1. Erlenmeyer de 250 ml

4.2. Bureta de 25 ml

4.3. Proveta de 100 ml

4.4. Balança analítica 0,1 mg de precisão

5. PROCEDIMENTOS

5.1. Em um erlenmeyer de 250 ml , pesar analiticamente ,aproximadamente 1,0 g da amostra a ser analisada

5.2. Adicionar 100 ml de álcool etílico neutro / em alguns casos isopropílico , e algumas gota de azul de bromofenol.

5.3. Titular a amostra com HCl 0,1 N , até a mudança de cor (azul para amarelo) .

5.4. A mudança de cor pode ser lenta, por isso recomenda-se comparar a cor com a do álcool neutro.

6. CÁLCULOS

Calcular o número de amina livre pela fórmula :

$$\text{Número de amina} , (\text{ml HCl} / 0,1 \text{ g}) = V \times N \times f_c / m$$

Onde :

V = volume de HCl gasto na titulação , em (ml)

N = normalidade do HCl ,

m = massa da amostra , em g

Fc = fator de correção do HCl

7. ACONDICIONAMENTO

Frasco de vidro âmbar.

Manter bem fechado , em lugar seco e ao abrigo da luz.

Rotular : nome da solução,

concentração,

data de preparo,

validade : 6 meses , padronizado semanalmente ou de acordo com o uso.

Hipoclorito de sódio - Determinação de cloro ativo - Método volumétrico

Objetivo

Esta Norma estabelece o método de ensaio para determinação de cloro ativo em solução de hipoclorito de sódio por titulação com solução padronizada de tiosulfato de sódio.

Definição

Para os efeitos desta Norma, aplica-se a seguinte definição:

hipoclorito de sódio: Solução aquosa, alcalina, de coloração amarelada, límpida e de odor característico, contendo concentrações variadas de cloro ativo.

Método de ensaio

Princípio do método

A amostra é adicionada a uma solução de iodeto de potássio que após acidificação libera iodo. O iodo é titulado com uma solução padronizada de tiosulfato de sódio, sendo utilizado o amido como indicador do ponto final da titulação.

Reagentes

1 Ácido acético glacial (CH₃COOH) p.a.

2 Água destilada.

3 Solução de amido 0,5%: dissolver 0,5 g de amido [(C₆H₁₀O₅)_n] p.a. em 100 mL de água destilada fervente. Homogeneizar e esfriar. Esta solução deve ser preparada no momento do uso.

4 Solução de iodeto de potássio 5%: dissolver 25 g de iodeto de potássio (KI) p.a. em 500 mL de água destilada.

5 Solução padronizada de tiosulfato de sódio (Na₂S₂O₃) 0,1 N, conforme ABNT NBR 11589:1989.

Procedimento

1 Pesar cerca de 5,0 g ± 0,5 g de amostra em balão volumétrico de 100 mL. Anotar a massa (M).

2 Avolumar o balão com água destilada e homogeneizar.

3 Adicionar 30 mL de solução de iodeto de potássio 5% ao frasco de Erlenmeyer de 250 mL, utilizando a proveta.

4 Pipetar 10 mL da solução preparada em 5.4.1 e transferir para o frasco de Erlenmeyer, tomando o cuidado de imergir a ponta da pipeta na solução de iodeto de potássio.

5 Adicionar 10 mL de ácido acético glacial e iniciar imediatamente a titulação com solução de tiosulfato de sódio 0,1 N até que a solução se torne amarela-clara.

6 Adicionar 1 mL de solução de amido 0,5% e completar a titulação até o desaparecimento da cor azul. Anotar o volume gasto (VG).

Expressão de resultados

Método de cálculo

1 Calcular o teor de cloro ativo na amostra:

2 Calcular o teor de hipoclorito de sódio na amostra:

Onde:

VG é o volume gasto de solução de tiosulfato de sódio 0,1 N, em mililitros;

N_{re} é a normalidade real da solução de tiosulfato de sódio 0,1 N;

M é a massa da amostra, em gramas;

d é a massa específica da amostra original à temperatura de execução do ensaio, em gramas por litro.

3 Expressar o resultado com um dígito após a vírgula. Se for necessário, pode-se indicar que o resultado da equação é uma relação massa-massa (m/m).

Análise da vitamina C

A análise de ácido ascórbico normalmente é realizada através de reação com um agente oxidante, a qual deve ser realizada o mais rapidamente possível, visto que o ácido é facilmente oxidado pelo próprio oxigênio do ar, formando ácido dihidroascórbico.

Existem vários agentes oxidantes que podem ser empregados na determinação de vitamina C, sendo que um dos mais simples é o iodo. O iodo é um agente oxidante moderado capaz de oxidar quantitativamente apenas substância fortemente redutora.

A análise volumétrica na qual o iodo é empregado como titulante chama-se iodimetria ou titulação iodométrica direta.

A semi-reação de redução do iodo é a seguinte:



No entanto, a titulação empregando solução de iodo como titulante apresenta algumas dificuldades: perda de iodo por volatilização, necessidade de padronização da solução e realização da análise o mais rapidamente possível. Uma alternativa é adicionar excesso de íons iodeto à solução de iodo.

Forma-se o triiodeto,

No entanto, a titulação empregando solução de iodo como titulante apresenta algumas dificuldades: perda de iodo por volatilização, necessidade de padronização da solução e realização da análise o mais rapidamente possível. Uma alternativa é adicionar excesso de íons iodeto à solução de iodo.

Forma-se o triiodeto,



que também é um agente oxidante semelhante ao iodo:



Portanto, usando-se como titulante uma solução padrão de iodo contendo excesso de iodeto, a perda de iodo por volatilização decresce apreciavelmente, principalmente se a análise for realizada sob refrigeração, sendo que, o erro devido a alteração do título da solução padrão é tolerável.

Preparação da solução 0,1N de Tiosulfato de sódio:

Procedimento:

Utiliza-se o sal penta hidratado para a produção da solução de tiosulfato de sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$). Dissolvem-se 24,9g de tiosulfato hidratado e puro e 0,2g de Carbonato de sódio anidro (Na_2CO_3 é utilizado para evitar precipitação do enxofre) em 1 litro de água previamente fervida, deixa-se decantar por 24h e padroniza-se.

Padronização:

Adicionam-se 100mL de água em 25mL de solução padrão de KMnO_4 0,1N e mistura-se com solução de iodeto de potássio (2g de KI dissolvidos completamente em 30mL de água e 100mL de H_2SO_4 a 20%).

Goteja-se a solução de Na₂S₂O₃ a ser padronizada na solução de KMnO₄ padrão, adiciona-se 1mL da solução de amido 1% e titula-se até desaparecer a cor azul.



Esta operação devera ser feita em local escuro e em temperatura de solução menor do que 30°C.

$$[\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3] = \frac{(\text{VKMnO}_4) \cdot (\text{MKMnO}_4) \cdot 5 \cdot 2}{2 \cdot (\text{VNa}_2\text{S}_2\text{O}_3)}$$

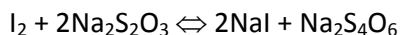
Preparação da solução 0,03M de iodo – I₂

Procedimento:

Pesam-se aproximadamente 1,9g de iodo puro em um vidro de relógio e transfere-se para um béquer de 250mL contendo 5g de iodeto de potássio dissolvido em 25mL de água. Agita-se cuidadosamente para dissolver todo o iodo. Se necessário, pode-se colocar mais um pouco de água. Transfere-se todo o conteúdo do béquer para um balão volumétrico de 250mL, completa-se até a marca com água deionizada e homogeneiza-se. Após, transfere-se todo o conteúdo do balão para frasco âmbar de 500mL.

Padronização:

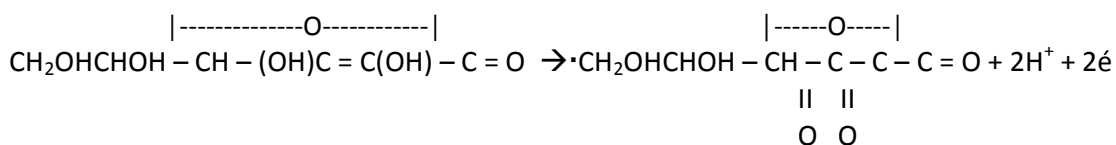
A padronização pode ser feita titulando-se 25mL de solução padrão de Tiosulfato de sódio 0,1mol/L contra a solução 0,03mol/L de iodo. Os 25mL de tiosulfato são transferidos com o auxílio de uma pipeta volumétrica para um erlenmeyer de 125mL. Adiciona-se 1mL de solução de amido 1% ao erlenmeyer como indicador e titula-se até o aparecimento da cor azul.



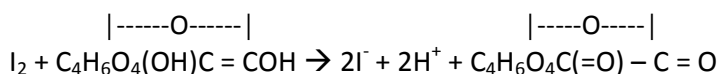
$$[\text{I}_2] = \frac{(\text{MNa}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot (\text{VNa}_2\text{S}_2\text{O}_3)}{2 \cdot (\text{VI}_2)}$$

Análise de comprimidos de Vitamina C pelo método iodimétrico

A vitamina C (C₆H₈O₆), ou ácido ascórbico (com massa molar igual a 176,13g/mol) é facilmente oxidado ao ácido dehidroascórbico, como visto anteriormente:



O iodo por ser um oxidante de poder moderado, como já discutimos, oxida o ácido ascórbico somente até o ácido dehidroascórbico. A reação básica envolvida na reação é:



Lembrar que a vitamina C é rapidamente oxidada pelo próprio oxigênio dissolvido na solução. Assim, as amostras devem ser analisadas o mais rápido possível depois de dissolvidas.

O frasco de titulação deve ser fechado com papel alumínio durante a titulação para evitar a absorção de oxigênio adicional do ar. A pequena oxidação causada pelo oxigênio já dissolvido na solução não é significativa, mas a gitação contínua em um erlenmeyer aberto pode absorver uma quantidade suficiente de oxigênio para causar um erro significativo na determinação.

Procedimento:

Prepara-se e pedroniza-se um solução de iodo 0,03mol/L. Usa-se como amostra ¼ de comprimido de vitamina C (Vitasay, Cetiva, Cebion, Cenevit,...) de maneira a se obter uma amostra com aproximadamente 0,8g. Pesa-se então a amostra, evitando contato manual, por diferença se possível e transfere-se para um balão volumétrico de 100mL previamente lavado. Desde que a solução de iodo 0,03M titulante esteja pronta, então dissolve o comprimido no balão, adicionando aproximadamente 50mL de água, fechando o frasco e agitando até que o material se dissolva. Pode haver uma pequena quantidade de aglutinante que não irá dissolver, mas isso não causará erros.

A seguir, completa-se o volume do balão até a marca, com água deionizada. Coloca-se a solução de iodo 0,03mol/L na bureta.

Pipetam-se exatamente 10mL de solução de vitamina C e transfere-se para um erlenmeyer de 125mL. Adicionam-se 5mL de solução de indicador de amido. Cobre-se a “boca” do erlenmeyer com papel alumínio ou cartolina, tendo uma pequena abertura para inserir a ponta da bureta e titula-se rapidamente até o aparecimento da cor azul. Faz-se em triplicata pelo menos, mas não se transfere a amostra seguinte para o erlenmeyer até que a anterior tenha sido titulada.

Calcula-se a porcentagem de ácido ascórbico na amostra e também a quantidade (mg) de vitamina C em cada comprimido:

$$\% \text{Ácido ascórbico} = \frac{(V_{I_2}) \cdot (M_{I_2}) \cdot 176,13 \cdot 10}{1000 \cdot (m_{\text{comprimido}})} \times 100$$

Onde:

V_{I_2} é o volume de solução de iodo gasto, em mL.

M_{I_2} é a concentração molar da solução de iodo.

$m_{\text{comprimido}}$ é a massa de comprimido da amostra.

ÁCIDO NÍTRICO MÉTODO DE ANÁLISE

Reagentes

1. Ácido Fosfórico, concentração 85%.
2. Dicromato de Potássio, solução padrão 0,1N.
3. Difenilamina Sulfonada de Bário como Indicador.
4. Ácido Sulfúrico concentrado 98%
5. Sulfato Ferroso (II) 7-H₂O, solução 0,1N (FeSO₄ . 7H₂O).

Preparação da Solução de Sulfato Ferroso

Em um Becker de 1 litro colocar cerca de 700 ml de água destilada. Adicionar lentamente 50 ml de ácido sulfúrico concentrado.

Esfriar a solução e adicionar 27,801 g de Sulfato Ferroso (II) 7-H₂O e agitar até completa dissolução. Transferir para um balão volumétrico de 1.000 ml e acertar para o volume final com água destilada.

Padronização da Solução de Sulfato Ferroso

Em um Becker de 600 ml adicionar 25 ml de Dicromato de Potássio 0,1N. Adicionar 200- 250ml de água destilada.

Acidificar a solução com algumas gotas de Ácido Sulfúrico concentrado Adicionar 25 ml de Ácido Fosfórico 85% agitando fortemente.

Adicionar uma pequeníssima quantidade de Difenilamina Sulfonada de Bário e agitar até completa dissolução.

Titular com solução de Sulfato Ferroso 0,1 N até viragem verde claro. Anotar o volume gasto como " A " ml.

$$\text{Fator: } F = A / 25$$

Determinação de Ácido Nítrico

Pipetar 5 ml. da solução de abrlhantamento e transferir para um Becker de 600 ml. Adicionar 100 ml de Ácido Fosfórico 85%. Não adicionar água

Resfriar sob agitação até 40 - 45°C. (nota: respeitar o intervalo de temperatura, porque é muito importante para se obter uma ótima visibilidade do ponto final da titulação)

Titular com solução de Sulfato Ferroso 0,1 N, até a obtenção de uma cor permanente marrom-ouro.

Anotar o volume gasto como " B " ml.

Cálculo

$$\text{Ácido Nítrico 100\% (g/l)} = B \times F \times 0,407$$

2. Análise Ácido Sulfúrico e Ácido Fosfórico

Reagentes

Hidróxido de Sódio 1N

Fenofaleína solução alcoólica 0,1%, como indicador

Metilorange solução aquosa 0,1%, como indicador

Método

Preparar uma solução Mãe, pipetando 50 ml do banho de abrlhantamento e transferir para um balão volumétrico de 250 ml.

Acertar o volume até o nível com água destilada.

Adicionar 100 ml de água destilada em um becker de 400ml. Adicionar 5 ml da solução acima preparada

Adicionar 1-2 ml de Metilorange, a colocação da solução irá se tornar Vermelho Alaranjado.

Titular com Hidróxido de Sódio 1N, até viragem para a cor amarela. Anotar como "V1" os mls gastos.

Recomprou o volume da bureta com Hidróxido de Sódio 1N.

Adicionar a mesma solução contida no Becker 1 a 2 ml de Fenolftaleína. Titular com Hidróxido de Sódio 1N até viragem para a cor rosa.

Anotar como "V₂" os mls gastos.

Cálculos

Ácido Fosfórico g/l (100%) = (V₂ - R) x 98

Ácido Sulfúrico g/l (100%) = [(R + V₁ - V₂) x 49] - g/l de Ácido Nítrico encontrado na titulação precedente.

$R = \frac{\text{g/l Alumínio}}{9}$

3. Análise do Alumínio Dissolvido

Reagentes

Solução de Sulfato de Cobre 0,1 Molar (CuSO₄ · 5H₂O).

Pesar e dissolver 24,97 g de Sulfato de Cobre em 1 litro de água destilada, adicionando algumas gotas de Ácido Sulfúrico concentrado.

Solução de EDTA 0,1 Molar.

Indicador PAN 0,1% (solução de 0,1% peso/peso, preparado dissolvendo-se 0,1 g do produto em 100 ml de Álcool Metílico).

Solução buffer - Preparação.

Dissolver 500 g de Acetato de Amônia, em água destilada e adicionar 20 ml de Ácido Acético glacial, diluindo para 1 litro com água destilada.

Fluoreto de Potássio (pó).

Procedimento

Pipetar e transferir 10 ml da solução do banho de abrillantamento para um frasco volumétrico de 100 ml. E completar com água destilada, até a marca. Pipetar e transferir 10 ml desta solução para um Becker de 600 ml Adicionar 350 - 400 ml de água destilada.

Adicionar 20 ml da solução Buffer

Adicionar 25 ml da solução EDTA 0,1 Molar.

Aquecer até a ebulição e adicionar 1,0 ml do indicador PAN.

Esfriar até 60°C e titular com solução de padronizada de Sulfato de Cobre 0,1 Molar até viragem para cor Azul Violeta permanente - desprezar o volume gasto.

Recompor o volume da bureta com Sulfato de Cobre 0,1 Molar

Adicionar mínimo de 4 g de Fluoreto de Potássio e aquecer até ebulição.

Esfriar até 60°C e titular com solução de Sulfato de Cobre 0,1 Molar, até a cor azul permanente.

Anotar como "C" ml, o volume de solução de sulfato de cobre 0,1 Molar utilizado nessa última titulação.

Cálculo

g/l de Alumínio = C x 2,7

4. Análise LL-MG 99

Reagentes

Tiosulfato de sódio,

Solução 0,1 N Iodeto de Potássio,

Pó Amido, como indicador

Método

Pipetar 100 ml de água destilada e colocar em um Becker de 400 ml. Pipetar e adicionar 50 ml do banho de abrillhantamento.

Adicionar 2 g de Iodeto de Potássio.

Adicionar 2 ml de amido como indicador.

Titular com Tiosulfato de Sódio 0,1 N até viragem branco leite. Anotar como " A " ml gastos.

Cálculo

$$\text{LL-MG 99 (g/l)} = A \times 1,93$$

ANÁLISE DA ÁGUA SANITÁRIA COMERCIAL II

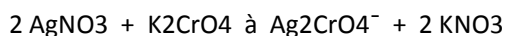
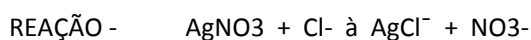
(DETERMINAÇÃO DO ÍON CLORETO)

Durante a fabricação da água sanitária, além do hipoclorito, também há a formação de cloreto de sódio. A dosagem do percentual de cloreto presente na água sanitária pode ser feita pelo método de Mohr.

Pipetar 5mL da amostra e transferir para um erlenmeyer de 200mL, juntamente com gotas de cromato de potássio (indicador) e 50mL de água destilada.

Titular com solução-padrão de nitrato de prata 0,1N até o aparecimento de uma coloração marrom-avermelhado de cromato de prata.

Repetir o procedimento e, com a média dos volumes encontrados, fazer os cálculos.



$$\text{CÁLCULOS - } \quad \% \text{Cl}^- = \frac{V \cdot N \cdot 0,03545 \cdot 100}{V_a}$$

ONDE: V = Volume de AgNO₃ gasto

N = Normalidade do AgNO₃

0,03545 = Miliequivalente do íon cloreto

V_a = Volume da amostra