

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
INSTITUTO DE QUÍMICA DE SÃO CARLOS

Oficina Didática de Química Analítica Qualitativa

Autores

Prof. Dr. Rafael Martos Buoro

Profa. Dra. Maria Olímpia de Oliveira Rezende

São Carlos
2023

Oficina Didática de Química Analítica Qualitativa

APRESENTAÇÃO

A química analítica é a ciência que estuda os princípios e a teoria dos métodos de análise química que nos permitem determinar a composição química das substâncias ou de misturas das mesmas. A análise permite-nos determinar a *composição qualitativa* da substância em estudo, ou seja, identificar os elementos ou iões que a constituem e também a *composição quantitativa*, ou seja, estabelecer as proporções entre os elementos ou iões que tinham já sido identificados.

A finalidade da *Análise Qualitativa* é a identificação ou pesquisa dos elementos ou iões que constituem a substância em estudo.

A *Análise Quantitativa* permite determinar a composição quantitativa dos elementos que entram na constituição da substância em estudo.

Normalmente, a *Análise Qualitativa* deve preceder a análise quantitativa. Deve recorrer-se à *Análise Qualitativa* mesmo quando se trate de determinar a percentagem de um constituinte cuja presença na substância em estudo é conhecida antecipadamente. De facto, só se pode escolher o método mais adequado para a determinação quantitativa de um componente, depois de se saber quais os outros elementos ou iões presentes na substância em estudo.

A Química Analítica e, em particular, a *Análise Qualitativa* têm uma importância científica e prática enormes porque apresentam um conjunto de métodos de investigação das substâncias e das suas transformações. São também de grande valor nas disciplinas científicas afins da **Química**: Mineralogia, Geologia, Fisiologia, Microbiologia e também em **Medicina**, Agronomia e na técnica.

Em qualquer investigação científica ligada, de uma ou outra maneira aos fenómenos químicos, o investigador deve recorrer às técnicas da Química Analítica. As suas aplicações práticas não são menos importantes. A *Análise Química* tem uma enorme importância na economia de uma nação; ela é indispensável no controlo químico da produção em importantíssimas esferas da indústria e também no estudo químico dos solos, dos fertilizantes, dos produtos agrícolas, dos minérios, etc.

V. Alexeyev – Qualitative Analysis

O conhecimento adquirido com a execução das práticas laboratoriais aqui apresentadas tem como objetivo ajudar os estudantes a compreender o universo microscópico e a ir sempre mais além.

Bom estudo!

SUMÁRIO

APRESENTAÇÃO.....	2
NORMAS DE SEGURANÇA.....	4
TÉCNICAS BÁSICAS.....	5
Utensílios de vidro.....	5
Utensílios de porcelana.....	7
Utensílios metálicos.....	8
Outros materiais.....	9
Manuseio de sólidos.....	9
Manuseio de líquidos.....	10
Aquecimento de substâncias.....	10
Manuseio de tubos de vidro.....	10
Inserção de tubos de vidro em rolhas.....	10
Manuseio do bico de Bunsen.....	11
Destinação de resíduos químicos.....	12
Objetivo Geral.....	14
Objetivos Específicos.....	14
Metodologia.....	15
Etapa 1 – Preparatória.....	15
1. Colóquio.....	15
2. Elaboração de material próprio.....	15
Etapa 2 – Execução e Análise.....	16
Metodologia de Avaliação.....	17
Pré-Lab.....	17
Análise.....	17
Conclusões.....	17
BIBLIOGRAFIA.....	18
ANEXO 1.....	19

Normas de Segurança

Essas normas objetivam um trabalho laboratorial seguro para você e para os colegas que o cercam. Somada a essas normas, você deve utilizar sua intuição e o bom senso para reconhecer perigos em potencial. Familiarize-se com os equipamentos de segurança do laboratório, tais como: extintor de incêndio, cobertores para abafar fogo, chuveiro de emergência, lava olhos e caixa de primeiros socorros, perguntando sobre sua localização e seu funcionamento ao responsável pelo laboratório.

1. Fogo é um perigo constante. Conheça a localização dos extintores mais próximos e como utilizá-los. O laboratório também deve ser equipado com um chuveiro e um cobertor para extinção de fogo. **Se o cabelo ou roupas pegarem fogo, apague-o cobrindo as chamas com um cobertor ou molhando-se no chuveiro de emergência.** Não fume no laboratório. Não deixe frascos de substâncias inflamáveis próximos ao fogo.
2. Calçados muito abertos não são aconselháveis para uso em laboratórios. Vidros quebrados e produtos químicos, tais como ácidos concentrados, podem cair ou formar uma poça no chão. **Também é exigido o uso de um avental**, de preferência longo e de mangas compridas, para a proteção das pernas e dos braços.
3. A utilização de óculos de proteção é recomendada durante todo o tempo. Não utilize lentes de contato durante o trabalho no laboratório, mesmo com a proteção de óculos de segurança. **No caso de qualquer reagente químico entrar em contato com os olhos, lave-os com água em abundância.**
4. Cuidado com ferimentos expostos ao contato com reagentes químicos. O ferimento pode irritar, bem como servir de entrada de substâncias na corrente sanguínea.
5. Os vapores de um grande número de soluções são muito tóxicos e podem causar irritação ou prejudicar a mucosa nasal e a garganta. Utilize sua mão para trazer os vapores em direção ao seu rosto. A abertura, bem como a manipulação, de frascos contendo substâncias que produzem vapores deve ser realizada na câmara de exaustão (capela). Reações que produzam gases venenosos devem ser feitas na capela.
6. Em várias práticas é necessário aquecer soluções em tubos de ensaio. Nunca aplique calor no fundo do tubo; sempre aplique-o na região do tubo correspondente ao nível superior da solução. Seja cuidadoso, quanto a direção para onde o tubo está voltado; evite voltá-lo para a sua face ou na direção de um colega.
7. Evite ingerir reagentes químicos. Não coma e nem beba no laboratório. Lave bem as mãos antes de sair do laboratório.
8. Ao utilizar uma pipeta para retirar líquidos de frascos utiliza sempre um pipetador (ou pêra). **Em nenhuma hipótese realize esta operação utilizando a boca para chupar o líquido.**
9. **Nunca adicione água (ou álcool) em ácidos. Sempre o ácido na água.**
10. Nunca realize experimentos não autorizados e nem trabalhe sozinho no laboratório.
11. Cuidado com material de vidro quente. Ao retirar material da estufa, faça-o utilizando uma luva apropriada e deixe-o resfriar por alguns minutos até pode-lo manipular com segurança.

12. Não jogue material sólido nem reagentes dentro das pias. Reagentes devem ser colocados em recipientes apropriados para posterior tratamento.
13. Ao introduzir rolhas em tubos de vidro, lubrifique o vidro levemente com água ou glicerina. Em seguida enrole parcialmente o vidro e a rolha com uma toalha de forma a proteger as mãos. Segure o tubo de vidro próximo a rolha e pressione-o levemente contra o orifício fazendo movimentos circulares.
14. Neutralize ácido ou base como a seguir:
 - Ácidos em roupas, use solução diluída de bicarbonato de sódio;
 - Álcali em roupa, use uma solução de ácido bórico (50 g/L);
 - Ácido ou Álcali sobre a bancada, utilize bicarbonato de sódio em ambos os casos, seguido de água.
15. Ao deixar o laboratório verifique se as torneiras de gás estão fechadas e todos os equipamentos utilizados devidamente desligados.

Técnicas Básicas

Seu comportamento no laboratório é um fator determinante na sua segurança e no desenvolvimento eficiente de seus experimentos. Para desenvolver suas atividades laboratoriais de forma organizada, você deverá estudar o roteiro da aula *antes* de entrar no laboratório, preparando uma estratégia de trabalho onde deverão ser incluídos, por exemplo, os cálculos para o preparo de soluções e os valores de parâmetros encontrados na bibliografia.

O seu local de trabalho deve estar sempre limpo, devendo ser evitados obstáculos inúteis ao seu redor e em torno de seu sistema ou equipamento em uso. Quando montar um sistema, chame o responsável pelo laboratório, antes de iniciar o experimento, para uma verificação final.

Você deve aprender a limpar o seu próprio material, antes e depois do uso, tendo sempre em mente as *normas de segurança* do laboratório.

A seguir serão descritos alguns utensílios mais comuns utilizados em um laboratório, bem como, algumas das técnicas de manipulação geralmente empregadas. Na primeira aula do curso, serão feitas várias demonstrações que complementarão essas informações.

UTENSÍLIOS DE VIDRO

Antes de utilizar qualquer material de vidro verifique se o mesmo não está quebrado ou se não possui trincas. Vidros quebrados podem causar cortes profundos e frascos trincados, quando aquecidos, podem quebrar, com consequências imprevisíveis. Todo o material de vidro quebrado deve ser entregue ao responsável pelo laboratório, pois grande parte pode ser recuperada.

O procedimento mais comum recomendado para a limpeza de materiais de vidro é o de lavar o objeto cuidadosamente com uma escova e detergente, enxaguar com água da

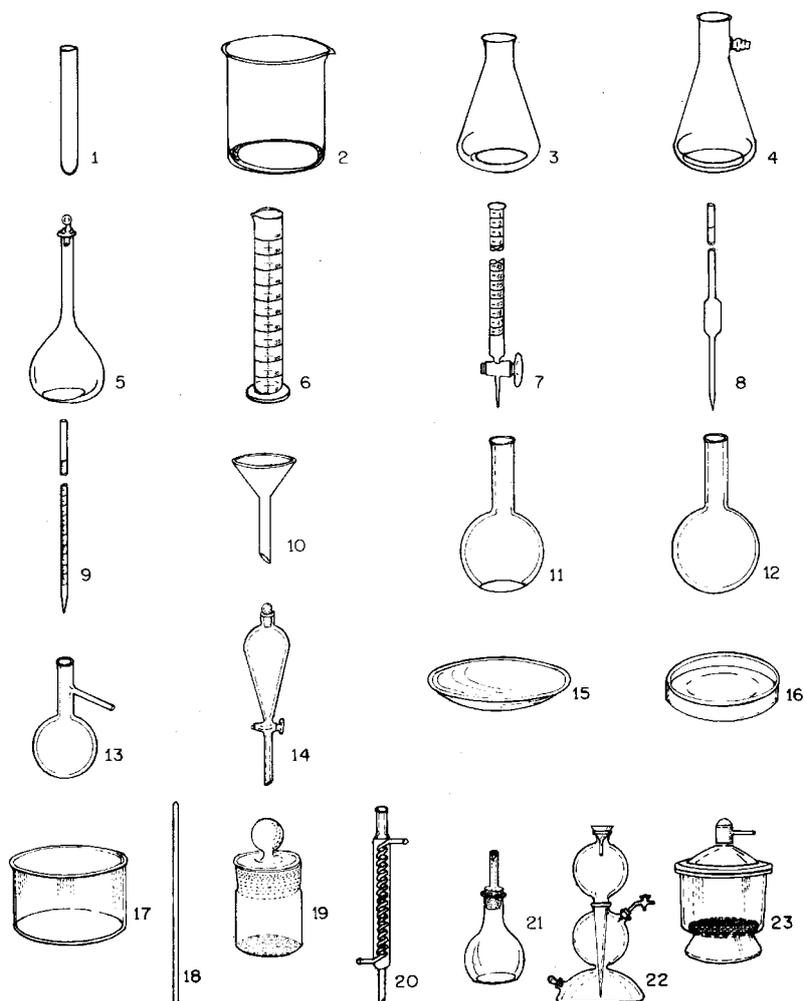
torneira e, finalmente, enxaguar com água destilada. Após a lavagem deixe a água escorrer colocando o objeto com a boca voltada para baixo ou seque-o em uma estufa. Quando for necessário a utilização imediata do material, enxague-o de duas a três vezes com pequenas porções da solução a ser utilizada.

Se uma limpeza mais cuidadosa for necessária, pode ser empregada uma solução de sulfocrômica, seguida de lavagem com água destilada. Cuidado ao empregar soluções de limpeza que contenham ácidos ou álcalis pois os respingos podem destruir suas roupas bem como causar queimaduras sérias. *Não as utilize sem a supervisão do responsável pelo laboratório!*

A **Figura 1** ilustra os materiais de vidro de uso mais comuns no laboratório, cujas denominações e principais usos são descritos a seguir:

1. *Tabo de Ensaio*: utilizado para realizar reações químicas em pequena escala;
2. *Béquer*: copo de vidro utilizado para preparar soluções e aquecer líquidos;
3. *Erlenmeyer*: usado para titulações e aquecimento de líquidos;
4. *Kitassato*: parte do conjunto usado para filtrações a vácuo;
5. *Balão Volumétrico*: frasco calibrado de precisão utilizado para preparar e diluir soluções;
6. *Cilindro Graduado (ou proveta)*: usado para medidas aproximadas de volumes de líquidos;
7. *Bureta*: usada para medidas volumétricas precisas;
8. *Pipeta Volumétrica*: usada para medir volumes fixos de líquidos;
9. *Pipeta Graduada*: usada para medir volumes variáveis de líquidos;
10. *Funil*: usado para transferências de líquidos e para filtrações. O funil com colo longo e estrias é chamado de funil analítico;
11. *Balão de Fundo Chato*: usado para aquecimento e armazenamento de líquidos;
12. *Balão de Fundo Redondo*: usado para aquecimento de líquidos e para realizar reações que envolvam desprendimento de gases;
13. *Balão de Destilação*: possui saída lateral e é usado para destilações;
14. *Funil de Decantação*: usado para a separação de líquidos imiscíveis;
15. *Vidro de Relógio*: usado para cobrir béqueres durante evaporações, pesagens, etc.;
16. *Placa de Petri*: usada para cobrir cristalizadores, para o desenvolvimento de culturas, e inúmeros outros fins;
17. *Cuba de Vidro*: utilizado para conter misturas refrigerantes e finalidades diversas;
18. *Bastão de Vidro*: usado na agitação e transferência de líquidos;
19. *Pesa-Filtro*: recipiente usado para a pesagem de sólidos;
20. *Condensadores*: utilizados na condensação de vapores em processos de destilação ou de aquecimento sob refluxo;
21. *Picnômetro*: utilizado na determinação da densidade de líquidos;
22. *Aparelho de Kipp*: utilizado na produção de gases, tais como, H₂S e CO₂;
23. *Dissecador*: utilizado no armazenamento de substâncias sob pressão reduzida ou em atmosfera com baixo teor de umidade.

Figura 1. Utensílios de vidro comuns em laboratórios químicos



OBSERVAÇÃO: Não seque na estufa a vidraria graduada e volumétrica, pois o aquecimento, seguido de resfriamento, deformará o vidro, comprometendo a precisão das medidas posteriores.

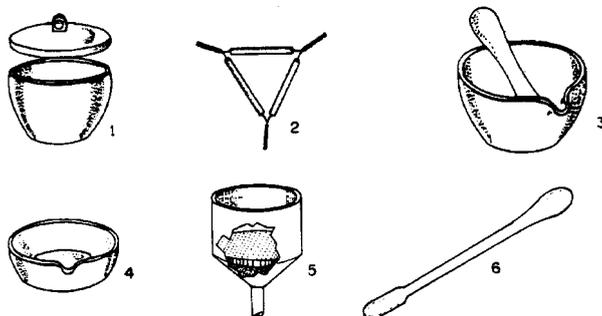
UTENSÍLIOS DE PORCELANA

Na **Figura 2** estão mostrados os utensílios mais comuns feitos de porcelana, cujos empregos são descritos a seguir:

1. *Cadinho*: usado em calcinações de substâncias;
2. *Triângulo de Porcelana*: usado para sustentar cadinhos de porcelana em aquecimentos diretos no bico de Bunsen;
3. *Almofariz e Pistilo*: usados para triturar e pulverizar substâncias sólidas;
4. *Cápsula*: usada na evaporação de líquidos;
5. *Funil de Büchner*: usado em conjunto com um kitassato para filtrações a vácuo;

6. *Espátula*: usada para a transferência de sólidos.

Figura 2. Utensílios de porcelana de uso em laboratórios químicos

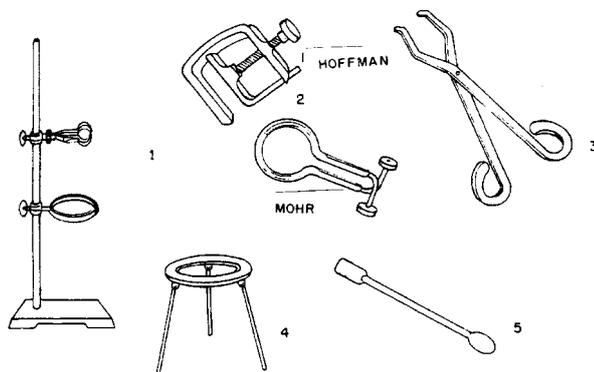


UTENSÍLIOS METÁLICOS

Vários utensílios utilizados em um laboratório de Química são metálicos. Alguns deles são representados na **Figura 3** e seus usos específicos são descritos a seguir:

1. *Suporte Universal, Mufa e Garra*: usados na sustentação de peças para as mais diferentes finalidades. A garra metálica pode ser específica para determinadas peças, por exemplo, garra para buretas (garra dupla), garra para destiladores (formato arredondado) e anel para funil;
2. *Pinças de Mohr e de Hofmann*: usadas para impedir ou reduzir o fluxo de líquidos ou gases através de mangueiras;
3. *Pinça Metálica*: usada para segurar objetos aquecidos;
4. *Tripé*: usado como suporte de telas de amianto e de triângulos em processos de aquecimento com bico de Bunsen;
5. *Espátula*: similar a de porcelana é de uso mais comum devido ao preço e a grande variedade de formatos, contudo tem limitações quanto ao ataque por substâncias corrosivas.

Figura 3. Utensílios metálicos de uso em laboratórios químicos

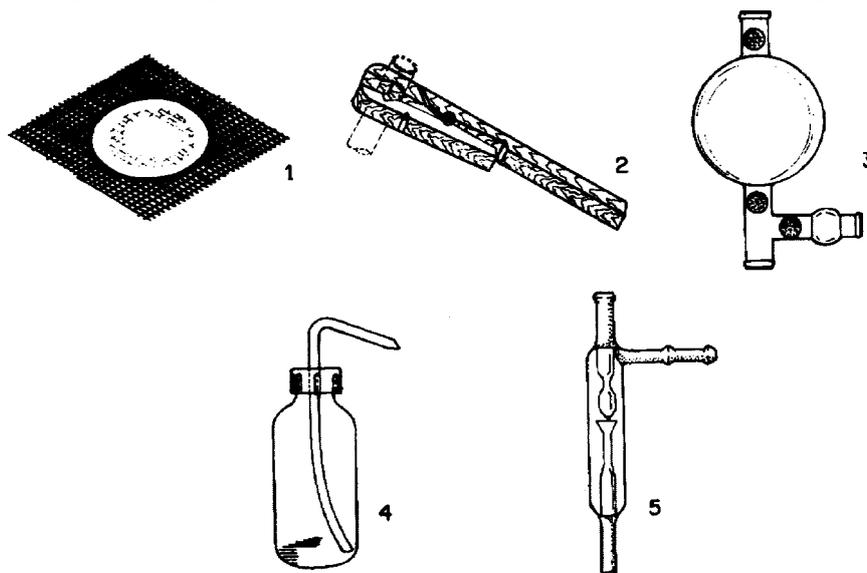


OUTROS MATERIAIS

Além dos materiais já descritos, existem alguns outros materiais que são descritos a seguir e mostrados na **Figura 4**.

1. *Tela de Amianto*: usada para produzir uma distribuição uniforme de calor durante o aquecimento com um bico de gás. Trata-se de uma tela metálica com a região central coberta de amianto;
2. *Pinça de Madeira*: usada para segurar tubos de ensaio;
3. *Pipetador ou Pêra*: é para ser acoplado em pipetas, auxiliando na técnica de pipetar líquidos;
4. *Pisseta*: usualmente feita de plástico, pode conter água destilada,
5. *Trompa de Água*: acoplada a uma torneira, serve para aspirar o ar e reduzir a pressão no interior de um frasco (na figura correspondente está representada uma trompa feita de vidro).

Figura 4. Alguns utensílios de uso comum em laboratórios químicos



MANUSEIO DE SÓLIDOS

Para retirar um sólido, na forma de pó ou grânulos, de um frasco é utilizada uma espátula cuidadosamente limpa, para evitar contaminações. Se o frasco tiver uma boca estreita, impossibilitando a introdução de uma espátula, deve ser feita em primeiro lugar, uma transferência do sólido para um pedaço de papel ou para um recipiente de vidro.

Após o uso, feche bem o frasco para evitar a contaminação do reagente através da entrada de poeira ou do aumento da umidade.

MANUSEIO DE LÍQUIDOS

Quando retirar líquidos de um frasco, algumas precauções devem ser tomadas:

- Ao transferir um líquido, evite que o mesmo escorra externamente, danificando o rótulo de identificação, impedindo assim, a leitura do nome da substância;
- Antes de derramar um líquido, incline o frasco de modo a molhar o gargalo, o que evitará que o líquido escoe bruscamente.
- Ao verter líquidos em um recipiente utilize um funil ou um bastão de vidro pelo qual o líquido escorrerá;
- Em nenhuma circunstância coloque bastões de vidro, pipetas ou quaisquer outros materiais dentro de frascos de reagentes. Para pipetar, transfira uma porção do líquido para um frasco limpo e seco, e a partir deste efetue a operação;
- Não retorne líquido não utilizado ao frasco de reagente. Retire o mínimo necessário e o excesso coloque em um frasco separado para futuros usos ou para ser recuperado;
- Não coloque líquidos aquecidos dentro de frascos volumétricos, pois o processo de expansão/contração, devido ao aquecimento seguido de resfriamento, altera a calibração desses frascos.

AQUECIMENTO DE SUBSTÂNCIAS

Os utensílios mais comuns utilizados no aquecimento de substâncias são: bico de Bunsen, chapa aquecedora e manta aquecedora. Alguns cuidados gerais devem ser observados quando da realização de aquecimento de substâncias:

- Não utilize uma chama para aquecer substâncias inflamáveis;
- Não aqueça substâncias em frascos volumétricos;
- Não aqueça substâncias em recipientes totalmente fechados;
- Iniciar sempre o aquecimento de forma branda, intensificando-o depois de alguns segundos;
- Ao aquecer líquidos em tubos de ensaio, não aqueça o fundo do tubo. Posicione a chama na altura do nível do líquido. Use uma pinça de madeira para segurar o tubo. Não volte a boca do tubo de ensaio em sua direção ou na direção de seus companheiros;
- Terminado o uso do gás, verifique se todos os registros estão devidamente fechados, evitando assim o perigo de escape.

MANUSEIO DE TUBOS DE VIDRO

O trabalho com vidro exige muito cuidado, pois envolve o perigo de cortes e queimaduras (veja *Normas de Segurança*). As técnicas para cortar, dobrar e esticar tubos de vidro lhe será demonstrada (por um especialista) no primeiro dia de atividades.

INSERÇÃO DE TUBOS DE VIDRO EM ROLHAS

Nesta operação verifique se:

- As bordas do tubo de vidro não contêm regiões cortantes;
- O orifício na rolha tem um diâmetro condizente com o diâmetro do tubo.

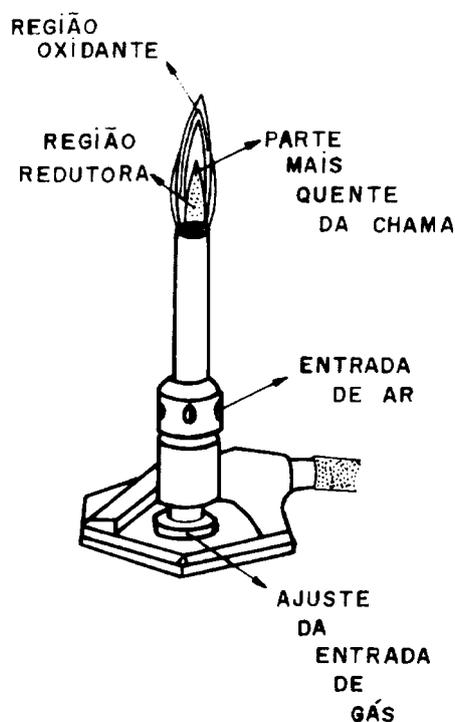
Em seguida, observe as seguintes etapas de procedimento:

- Aplique uma pequena quantidade de lubrificante à superfície do vidro (glicerina ou água);
- Proteja as mãos com um tecido grosso;
- Segure o tubo de vidro bem próximo à rolha;
- Aplique uma leve pressão combinada com movimentos de rotação.

MANUSEIO DO BICO DE BUNSEN

Geralmente o aquecimento em laboratório é feito utilizando-se queimadores de gases combustíveis sendo o mais simples deles o bico de Bunsen (**Figura 5**).

Figura 5. Esquema de um bico de Bunsen



Outro desses queimadores é o bico de Meker, o qual é uma modificação do bico de Bunsen. Este queimador é maior que o de Bunsen e possui uma grelha que ajuda na formação de uma chama mais quente e mais distribuída.

De uma maneira geral, o gás entra no queimador pela sua base e seu fluxo é regulado por uma torneira externa na parte inferior do bico. À medida que o gás sobe pelo tubo do queimador, o ar é injetado através de orifícios situados um pouco acima da base. A quantidade de ar pode ser controlada girando-se o anel que fica sobre os orifícios.

A etapa inicial para se acender um bico de gás é fechar a entrada de ar e posicionar o queimador longe de objetos inflamáveis. A seguir, deve-se abrir o gás e acender o queimador. A chama obtida apresenta uma cor amarela brilhante e é bastante grande. Esta

chama é "fria" e inadequada ao uso porque a mistura é pouco oxidante. Para que uma chama mais quente seja obtida, deve-se deixar o ar entrar gradualmente no sistema, até que sua coloração se torne azulada. Nota-se então, duas regiões cônicas distintas, como mostradas na **Figura 5**: a interna, mais fria, chamada de zona redutora, e a externa, quase invisível, chamada de zona oxidante. A região mais quente, com temperatura em torno de 1560 °C, está situada logo acima do cone interno.

DESTINAÇÃO DE RESÍDUOS QUÍMICOS

Este conceito está intimamente relacionado às condutas e paradigmas relacionados aos profissionais da área ambiental. Desta forma a boa formação trará benefícios, não somente técnico, mas também cidadã.

Atualmente, existe uma preocupação crescente com a minimização da produção de resíduos e de suas destinações de forma racional. Esta conscientização é mandatória não somente em empresas que usufruem ou modificam substâncias químicas, mas também nos laboratórios de pesquisa, de controle e de ensino. Para tanto, os princípios da química verde têm sido cada vez mais empregados.

O tratamento de resíduos é uma parte essencial para qualquer laboratório de ensino de química. O gerenciamento de resíduos é essencial para o desenvolvimento do profissional afim à química. Associando-se à minimização de descarte, buscando-se a otimização da utilização de reagentes e solventes, são preocupações fundamentais para se contribuir na diminuição do impacto deletério do meio ambiente.

Na sociedade, o conceito de verde é julgado como sinônimo de sustentável e é apontado como peça determinante para o desenvolvimento social e econômico, preservando-se ao máximo o bioma dos recursos naturais.

A classificação de resíduos envolve a identificação do processo ou atividade que lhes deu origem.

A separação dos resíduos na fonte geradora em função das características químicas e a identificação da sua origem são parte integrante dos laudos de classificação. A descrição clara e inequívoca de matérias primas, de insumos e do processo no qual o resíduo foi gerado é considerada como a garantia para o tratamento e destinação seguros dos resíduos.

De acordo com as normas ABNT (NBR 12809 e 10004), os resíduos são classificados em:

- a) Classe I – Resíduos Perigosos;
- b) Classe II – Resíduos Não perigosos;
 - b1) Classe II A – Resíduos Não inertes.
 - b2) Classe II B – Resíduos Inertes.

Conceitualmente a periculosidade é aplicada a substâncias ou organismos vivos que, em função de propriedades físicas, químicas ou infectocontagiosas, podem apresentar risco à saúde pública, provocando mortalidade, incidência de doenças ou acentuando seus índices e riscos ao meio ambiente.

Segundo essas normas, o resíduo que não for classificado como perigoso poderia ser tratado como lixo comum e, portanto, poderia ser descartado no lixo ou no esgoto

urbano. Entretanto, no caso de resíduos químicos toda atenção e cuidado devem ser tomados. A melhor opção é nunca descartar em lixo ou rede de esgoto e sempre verificar a possibilidade de recuperação, reciclagem ou doação.

Para se compreender o significado de periculosidade, o diagrama de Hommel (Figura 6), também conhecido como diamante do perigo, auxilia na classificação de produtos químicos.

Figura 6. Diagrama de Hommel



Fonte: Laboratório de Resíduos Químicos
 (<http://www.ccsc.usp.br/residuos/rotulagem/index.html>)

É bom lembrar que *o lema é sempre o da não geração de resíduos.*

Pergunta: como se chama um tambor de resíduos perigosos com uma gota de champanhe?

Resposta: *Resíduo perigoso!*

Pergunta: Como se chama um tambor de champanhe com uma gota de resíduos perigosos?

Resposta: *Resíduo perigoso!*

Objetivo Geral

Revisão e aprofundamento de conceitos e fundamentos em química analítica com base nas propriedades químicas de cátions e ânions em solução.

Objetivos Específicos

- 1) Discutir e aprofundar os conceitos teóricos em equilíbrio químico envolvidos na separação de cátions e ânions em solução.
- 2) Discutir e aprofundar os fundamentos básicos de procedimentos laboratoriais com objetivo de separar íons em solução.
- 3) Desenvolver habilidades consideradas *soft skills* como observação de fenômenos, raciocínio lógico, trabalho em equipe e organização em laboratório.

Metodologia

A proposta geral da Oficina é propor uma amostra desconhecida mais complexa aos alunos e, a partir dos conhecimentos adquiridos nas disciplinas prévias cursadas em química analítica, e, que dentro do prazo estabelecido, os alunos sejam capazes de identificar os íons presentes em sua amostra.

Nesse sentido e visando uma melhor fluidez de tempo, os alunos trabalharão **em dupla**.

A amostra poderá conter cátions do Grupo I, IIA, IIIA, IIIB, IV e V.

Visando esse objetivo, a Oficina será dividida em duas etapas: uma primeira etapa considerada preparatória e uma segunda etapa de execução.

Etapa 1 -Preparatória – A etapa 1 preparatória consistirá em duas atividades:

1) **Colóquio**

Na semana antecedente às práticas, será ministrado um colóquio referente à execução da prática por parte dos docentes ministrantes da Oficina explicitando o que será abordado na execução das práticas bem como a metodologia de avaliação. No colóquio, os alunos serão instruídos a fazer a preparação para a execução das práticas, elaborando material próprio contendo as reações envolvidas tanto para identificação das espécies em solução quanto para sua separação. Os esquemas de separação serão discutidos conforme explicitado em literatura específica. Orientações gerais referentes ao bom andamento das práticas dentro do laboratório também serão discutidas no colóquio. O colóquio está programado para ser ministrado exatamente 1 semana antes do início da parte prática da Oficina.

2) **Elaboração de material próprio**

Após o colóquio ter sido ministrado, os alunos consultarão a literatura para elaboração do material **em papel** a ser utilizado nas práticas. O material elaborado deve, **no mínimo**, conter:

- As reações envolvidas na separação dos grupos, na separação dos cátions dentro do mesmo grupo e identificação dos mesmos;

- Um esquema geral de separação dos íons levando em consideração a separação entre os grupos, e a separação de íons dentro de um mesmo grupo.

Esse material comporá a avaliação final da Oficina, com peso a ser apresentado na seção avaliação. O ANEXO 1 apresenta um material ilustrativo de como esse esquema pode ser elaborado.

O aspecto preparatório em disciplinas de química analítica qualitativa é fundamental para o bom andamento das práticas, uma vez que é visível como alunos que realizaram preparação prévia apresentam melhor desenvoltura na execução da separação e no gerenciamento do tempo.

Etapa 2 – Execução e análise -A etapa 2 constitui na execução da análise, em que uma amostra líquida contendo os cátions abordados será fornecida às duplas. Os alunos terão 5 dias a contar do primeiro dia de execução para fornecer a composição da amostra. Sugere-se que os alunos então trabalhem com 1 grupo a cada período. Como sugestão de dinâmica ao longo da semana, tem-se

Dia da semana	Grupo estudado
Dia 1	Grupo I
Dia 2	Grupo IIA
Dia 3	Grupo IIIA
Dia 4	Grupo IIIB
Dia 5	Grupo IV e V

As amostras serão compostas por um cátion de cada grupo, perfazendo 5 espécies químicas ao todo. Os alunos deverão ao final dessa semana fornecer a composição geral da amostra.

Os alunos poderão consultar todo material de autoria própria, em papel. Não serão permitidas consultas a livros didáticos e materiais digitais durante a execução das práticas.

Grupos a serem separados e íons em cada grupo

Grupo I: Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+}

Grupo IIA: Hg^{2+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} , Cd^{2+}

Grupo IIIA: Fe^{3+} , Cr^{3+} , Al^{3+}

Grupo IIIB: Ni^{2+} , Co^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+}

Grupo IV e V: Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , NH_4^+ , Mg^{2+} , K^+

Metodologia de Avaliação

A metodologia de avaliação será composta da seguinte forma:

$$\text{Nota} = 0,3*(\text{pré-lab}) + 0,7*(\text{análise})$$

Em que:

Pré-Lab: A nota do pré-lab constitui a média das notas dos materiais apresentados aos professores da Oficina contendo todas as reações envolvidas na separação executada no dia, conforme cronograma sugerido na seção metodologia, somado ao esquema de separação apresentado na forma de fluxograma, ou em seções detalhadas.

Análise: Como a amostra será composta por 5 cátions, cada espécie corretamente informada somará 2,0 pontos ao valor da prova em um total de 10,0. Quando o aluno fornecer mais de um cátion possível para um determinado grupo, cada cátion extra fornecido penalizará o aluno em 0,7 ponto na nota final da prova. Caso o aluno forneça apenas 1 cátion, ainda que incorreto, para cada grupo, não serão inseridas penalizações.

Conclusões

Espera-se que, ao final da Oficina, os alunos tenham reforçado e aprofundado a compreensão acerca dos conceitos e fundamentos teóricos de equilíbrio químico aplicados a sistemas reais e amostras complexas, além de explorar o aspecto prático de separações envolvido nas disciplinas de química analítica qualitativa.

Bibliografia

1. VOGEL, A. I. Química analítica qualitativa. São Paulo: Mestre Jou, 1981. 665p.
2. ALEXEYEV, V. N. Qualitative analysis. Moscow: Mir Publishers, 1967. 563p.
3. BACCAN, N.; GODINHO, O. E. S.; ALEIXO, L. M.; STEIN, E. Introdução à semicroanálise qualitativa. Campinas: Editora da UNICAMP, 1997. 295 p.
4. BARD, A. J. Equilíbrio químico. Madrid: Harper & Row, 1970. 222p

Separação intragrupo – Hg_2^{2+}

$\text{PbCl}_2, \text{Hg}_2\text{Cl}_2, \text{AgCl}$

- 1) Δ (antes de ebulição)
- 2) Filtração (lavagem de precipitado com água quente)

Reação de desproporcionamento \rightarrow forma uma espécie oxidada e uma reduzida em relação a espécie original

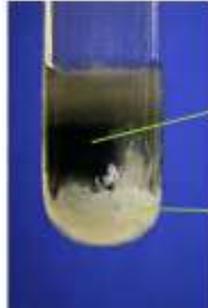
Pb^{2+}
Filtrado (Solução)

$\text{Hg}_2\text{Cl}_2, \text{AgCl}$
(precipitado - Reservado)

- 1) + NH_4OH 6,0 M (ainda no papel de filtro)

$\text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+$
Filtrado (Solução)

$\text{Hg}(\text{NH}_3)\text{Cl}_2 + \text{Hg}$
(precipitado escuro - Reservado)

$$\downarrow \overset{+1}{\text{Hg}_2\text{Cl}_2} + 2\text{NH}_3 \rightarrow \downarrow \overset{+2}{\text{Hg}(\text{NH}_3)\text{Cl}_2} + \overset{0}{\text{Hg}_0} + \text{NH}_4^+$$


Mercúrio metálico (Hg_0)
Sólido escuro

$\downarrow \text{Hg}(\text{NH}_3)\text{Cl}_2$
Sólido Branco