

Universidade Federal de Juiz de Fora
Instituto de Ciências Exatas
Departamento de Química



Disciplinas

QUIO94 - Introdução à Análise Química

QUIO95 - Análise Volumétrica

1º semestre 2015

Profa. Maria Auxiliadora Costa Matos

Downloads aulas: <http://www.ufjf.br/nupis/>

QUI 094 - Introdução à Análise Química - 1º semestre 2015

Profa. Maria Auxiliadora Costa Matos

Semana	Data	Assunto
1º	02-Mar	Introdução
2º	09-Mar	Introdução: Titulações & Titulações Ácido-Base
3º	16-Mar	Titulações Ácido-Base (ácidos e bases fortes, ácidos fracos)
4º	23-Mar	Titulações Ácido-Base (ácidos fracos e indicadores ácidos-
5º	30-Mar	Titulações Ácido-Base (bases fracas)
6º	06-Apr	Titulações Ácido-Base (polipróticos)
7º	13-Apr	Titulações Ácido-Base (polipróticos)
8º	20-Apr	<i>Recesso</i>
9º	27-Apr	1º TVC
10º	04-May	Titulações por Precipitação
11º	11-May	Titulações por Precipitação
12º	18-May	Titulações por Complexação
13º	25-May	Titulações por Complexação
14º	01-Jun	2º TVC
15º	08-Jun	Titulações Redox
16º	15-Jun	Titulações Redox
17º	22-Jun	Análise Gravimétrica
18º	29-Jun	3º TVC
19º	06-Jul	2ª chamada
Nota final = (1ºTVC + 2ºTVC + 3ºTVC)/3		

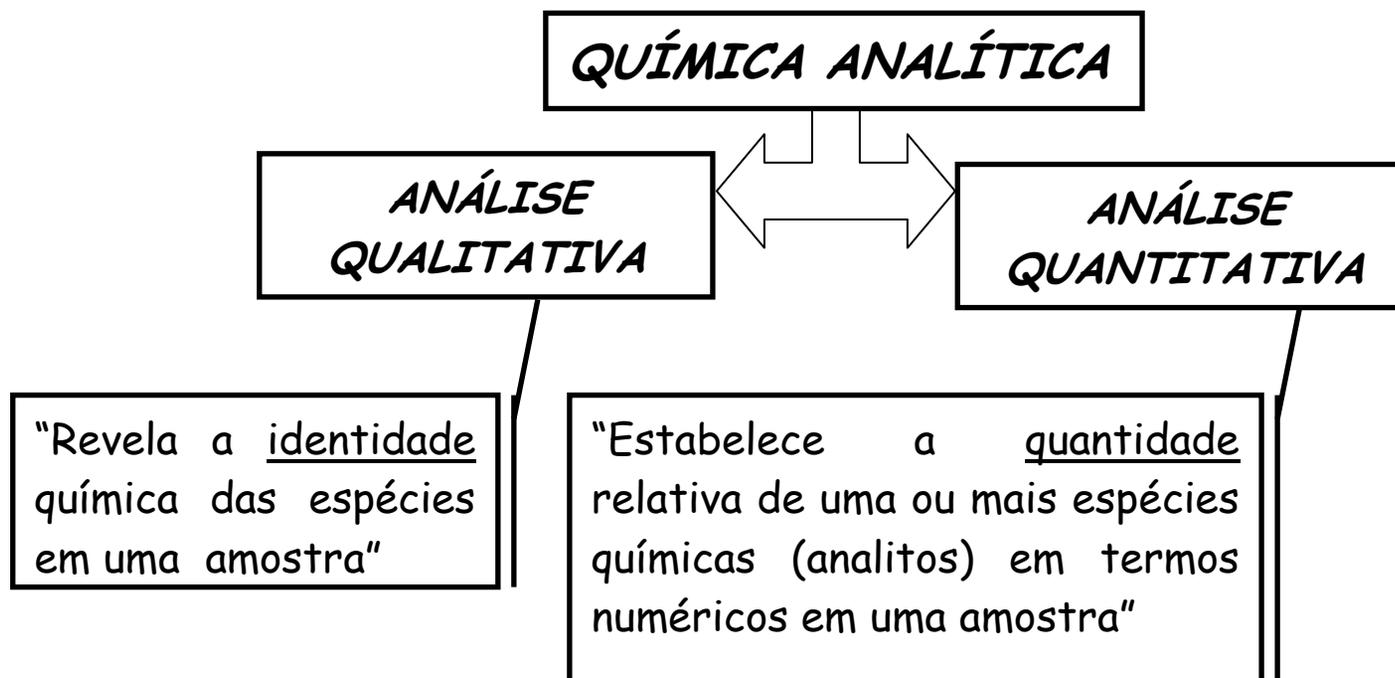
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Harris, D. C. Análise Química Quantitativa, Editora LTC, 5ª edição, 2001 (6ª edição, 2001; 7ª edição, 2008).
2. Skoog, D. A, West, D. M., Holler, F. J., Crouch, S. R. Fundamentos de Química Analítica, Editora Thomson, tradução da 8ª edição, 2006.

Skoog, D.A.; West, D.M.; Holler, F.J. Fundamentals of Analytical Chemistry, 6ª ed., Saunders, Philadelphia, 1992, ou versão condensada, mesmos autores, Analytical Chemistry, An Introduction, 6ª ed., Saunders, Philadelphia, 1994.
3. Jeffery, G. H.; Bassett, J.; Mendham, J.; Denney, R. C. Tradução Macêdo H. Vogel Análise Química Quantitativa, Editora Guanabara Koogan S.A, 5ª. edição, 1992.
4. Baccan, N., Andrade, J.C., Godinho, O.E.S, Barone, J.S. Química Analítica Quantitativa Elementar, Editora E. Blücher, 3ª. edição, 2001.

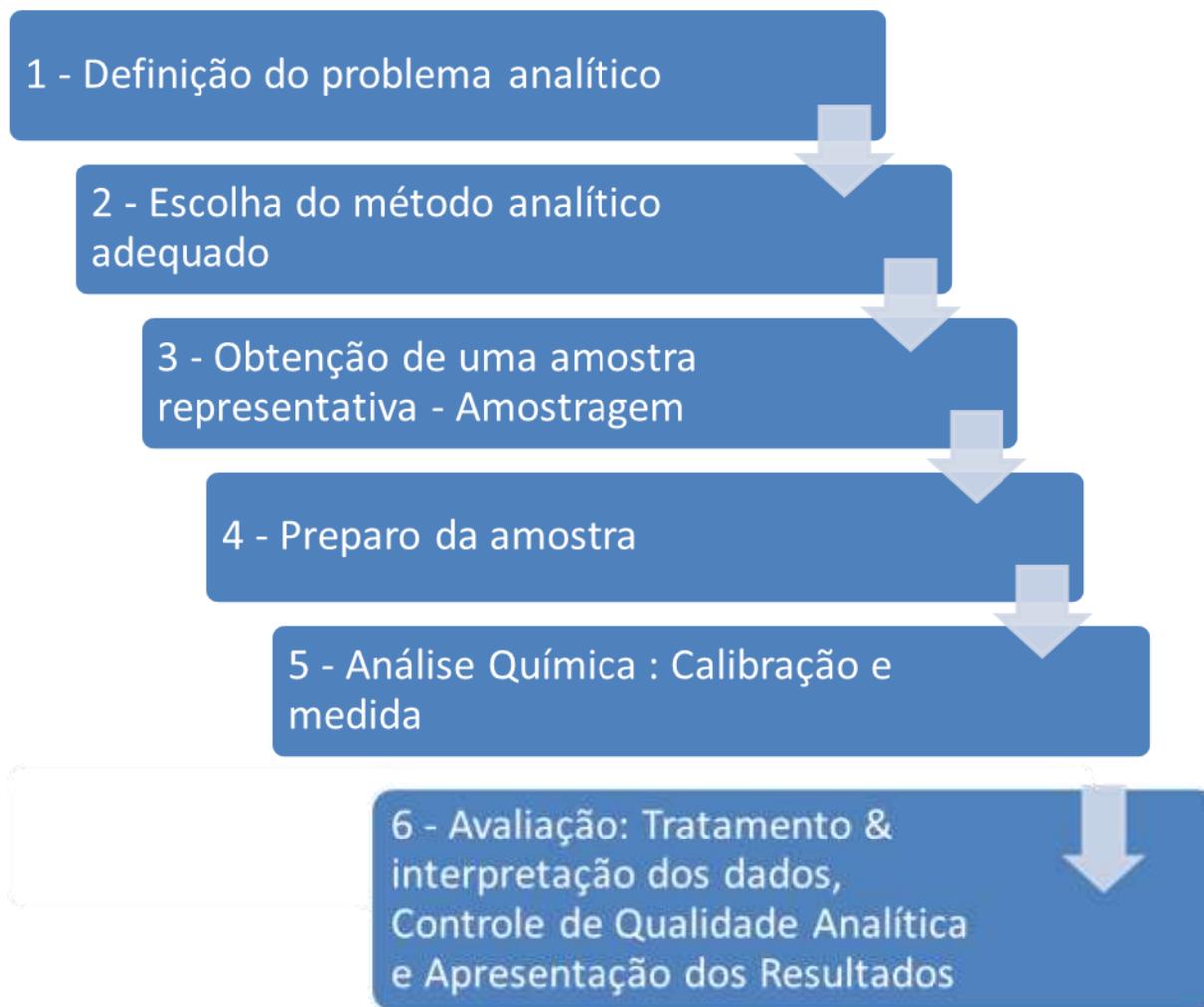
INTRODUÇÃO À QUÍMICA ANALÍTICA

Química Analítica é o ramo da química que envolve a separação, identificação e determinação das quantidades relativas dos componentes de uma amostra.





De um modo geral, a **análise química quantitativa** pode ser estabelecida em etapas, com grau de importância e influência no resultado final da análise:



DEFINIÇÃO DO PROBLEMA ANALÍTICO

Traduzir questões gerais, em questões específicas, acessíveis que possam ser reproduzidas através de **medidas químicas**.

Problema analítico ?

Objetivo da análise ?

Determinação de cálcio e magnésio na água para avaliação da sua dureza e classificação quanto ao uso ou destinação.

Avaliação dos níveis de concentração de herbicidas em um lote de morangos.

Exemplos:

Controle de qualidade (matéria prima e/ou produto final)

Controle de produção (adição de C, Ni, Cr na fabricação de aço)

Avaliação ambiental (poluentes)

Exposição ocupacional (análise do ambiente ou fluídos biológicos)

FATORES QUE INFLUENCIAM NA ESCOLHA DO MÉTODO

1) **Faixa de concentração da espécie química a ser analisada:** O analito é um componente majoritário (Métodos clássicos) ou um componente traço (Métodos mais sensíveis - instrumentais) ? Quanto menor o nível de concentração analisado, mais crítico será o risco de contaminação a partir de reagente e aparatos.

Componente	Nível de concentração
traço	menor que 0,01%
micro	0,01 a 1%
macro	1 a 100%

2) **Nível de exatidão desejado:** O tempo requerido para a uma análise aumenta de forma exponencial com nível de exatidão desejado.

3) **Componentes presentes na amostra - Interferentes:** É necessário conhecer a composição química aproximada da amostra antes de selecionar um método para a determinação quantitativa de um ou mais componentes. Uma análise qualitativa pode ser realizada para uma triagem da amostra identificando componente que possam interferir no método a ser escolhido.

4) **Propriedade física e química da amostra bruta**

Homogeneização da amostra;

Perdas por volatilidade;

Alteração da composição, durante armazenamento ou sob condições de análise;

5) **Número de amostras & tempo de análise**

Métodos para decomposição ou dissolução da amostra sem perda de analito.

MÉTODO ANALÍTICO OU METODO DE ANÁLISE

Um método em que a quantidade medida é definida pela sequência encontrada em conformidade com o procedimento estabelecido (IUPAC, 1995)

A abordagem utilizada para examinar a amostra e seu analito.



Métodos Clássicos

- Produzem resultados usando quantidades determinadas experimentalmente, como massa ou volume, juntamente com massas atômicas ou moleculares e reações bem definidas.



Métodos Instrumentais

- Utiliza um sinal gerado por um instrumento para detectar a presença de um analito ou determinar a quantidade de um analito em uma amostra.

QUI094
QUI095





Métodos Clássicos

- Ideal para análises esporádicas
- Baixo custo
- Aparelhagem de fácil aquisição
- Macro constituinte



Métodos Instrumentais

- Ideal para rotina
- Custo mais elevado
- Pessoal treinado
- Análise de traços
- Necessita calibração do aparelho
- Grande aplicação em indústria
- Maior sensibilidade

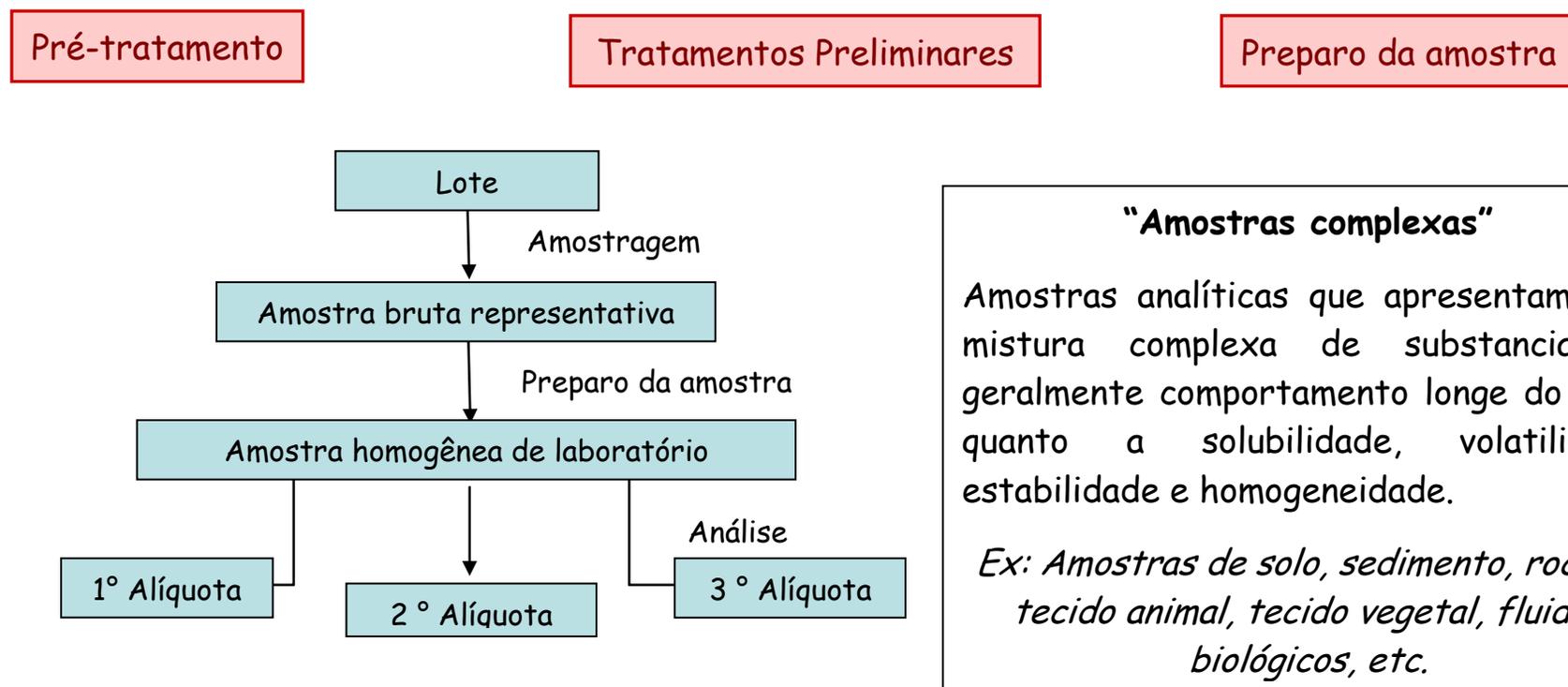
Quais os fatores desejável no método escolhido?

- a) Método deve ser eficiente e, sempre que possível simples e rápido;
- b) Não deve causar danos ao recipiente no qual a amostra será tratada;
- c) Não deve causar qualquer perda do constituinte de interesse;
- d) Não deve permitir ou promover contaminação dos constituintes a serem determinados, inserções de interferentes, a não ser que possam ser facilmente removidos.
- e) Máxima segurança operacional

AMOSTRAGEM

Amostragem é o processo de selecionar uma amostra bruta representativa de um lote ou população a ser investigada, refletindo adequadamente as propriedades de interesse.

Preparo da amostra é o processo que converte uma amostra bruta em uma amostra de laboratório homogênea. Também, referem-se, as etapas que eliminam as espécies interferentes ou que concentram os constituintes em análise.



AMOSTRA
Porção do material
coletado para análise.

MATRIZ
Conjunto de substancias
que compõem uma amostra.

ANALITO
Substância em particular que
interessa medir ou estudar.

Análise de componentes
Majoritários.
Refere-se a substancias
que compõem mais de
1 % da amostra



Análise de componentes
Minoritários.
Refere-se a substancias que
compõem de 0,01 a 1 % da
amostra



Análise de componentes
traços.
Refere-se a substancias
que compõem menos que
0,01 % da amostra.

ANÁLISE QUÍMICA

Medir a concentração do analito em várias alíquotas idênticas (replicatas) para avaliar a incerteza da análise.

Para cada método devem ser verificadas todas as variáveis que afetam a análise propriamente dita, além dos interferentes químicos ou não, para que não haja comprometimento do resultado.

TRATAMENTO DE DADOS

Métodos de calibração (instrumentais)

Comparação com padrões analíticos certificados

Tratamento estatístico sempre que necessário, para validar os resultados.

APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS OBTIDOS

O cuidado com todo processo de análise é muito importante, porque o resultado obtido é um número. Este número muitas vezes pode gerar ações imediatas de órgãos oficiais de saneamento básico, saúde pública ou ainda controle ambiental.

- Retirada de produtos do mercado
- Fechamento de indústrias
- Afastamento do trabalho
- Rodízio de automóveis
- Indicação para uma cirurgia

Soluções e Unidades de concentrações

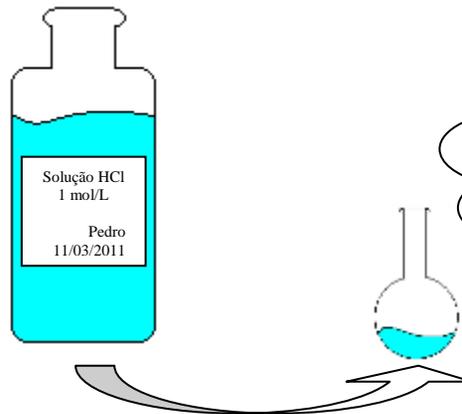
CONCENTRAÇÃO QUÍMICA

Solução é uma mistura homogênea de duas ou mais substâncias. A espécie em menor quantidade em uma solução é chamada de **soluto**, e a espécie em maior quantidade é chamada de **solvente**.

Concentração química de uma substância refere-se à quantidade de soluto contida em um dado volume ou massa de solução ou de solvente.

A concentração (em qualquer unidade) é válida para qualquer quantidade da solução, independente da massa e do volume.

1 - Concentração da solução no frasco do recipiente: 1 mol L^{-1} de HCl
($n^\circ \text{ mol em } 1000 \text{ mL de solução} = 1 \text{ mol}$).



Ao transferir a alíquota da solução contida no frasco para outro recipiente, por exemplo, um balão volumétrico ou um erlenmyer, a concentração da solução não se altera!

2 - Uma alíquota de 10 mL da solução do frasco é transferida para outro recipiente:
Concentração da solução contida no balão = 1 mol L^{-1} de HCl
($n^\circ \text{ mol em } 10 \text{ mL de solução} = 0,01 \text{ mols}$).



CONCENTRAÇÃO QUÍMICA

Solução é uma mistura homogênea de duas ou mais substâncias. A espécie em menor quantidade em uma solução é chamada de **soluto**, e a espécie em maior quantidade é chamada de **solvente**.

Concentração química de uma substância refere-se à quantidade de soluto contida em um dado volume ou massa de solução ou de solvente.

Lembrete!

A concentração (em qualquer unidade) é válida para qualquer quantidade da solução, independente da massa e do volume.

1. Concentração em $g \cdot L^{-1}$:

Representa a massa de soluto expressa em gramas por volume da solução expresso em litro.

$$C \text{ (g/L)} = \frac{\text{massa soluto (g)}}{V \text{ solução (L)}}$$

2. Concentração em $mol \cdot L^{-1}$:

É o número de moles de uma substância por litro de solução.

Concentração entre “[]” é expressa em $mol \cdot L^{-1}$ e representa a concentração do analito no equilíbrio.

Exemplo 1: Uma porção de 100 mL água do mar contém 2,70 g de cloreto de sódio. Qual a concentração em $mol \cdot L^{-1}$ de NaCl no oceano?

$$C \text{ (mol/L)} = \frac{\text{massa soluto (g)}}{MM(\text{g/mol}) \cdot V \text{ solução (L)}}$$

3. Partes por milhão (ppm) e partes por bilhão (ppb):

ppm \Rightarrow gramas de substâncias por 1 milhão de gramas da solução ou mistura total.

ppb \Rightarrow gramas de substâncias por 1 bilhão de gramas de solução ou mistura total.

$$1 \text{ ppm} = 1 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$$

Soluções aquosas e bem diluídas
1 mg/L ou 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$

$$1 \text{ ppb} = 1 \text{ ng}\cdot\text{g}^{-1}$$

Soluções aquosas e bem diluídas
1 $\mu\text{g}/\text{L}$ ou 1 ng/mL

Exemplo 2: A concentração de $\text{C}_{29}\text{H}_{60}$ na água de chuva durante o verão é de 34 ppb. Encontre a concentração em $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ do $\text{C}_{29}\text{H}_{60}$.

Lembrete!

A fim de evitar ambiguidade quando relatar concentrações nesta forma, as escalas **peso/peso**, **volume/volume** ou **peso/peso** devem ser sempre utilizadas, ou seja, **evite o uso das abreviações ppm e ppb.**



4. Composição Percentual:

A porcentagem de um componente em uma mistura ou solução é usualmente expressa como percentual massa/massa (% m/m) ou peso/peso (% p/p).

As unidades de massa ou volume devem sempre ser expressas para evitar ambigüidade.

- Exemplo: 3. Qual a massa de etanol em 250 g de uma solução 95 % (m/m)?
4. Qual a massa de ácido acético em 250 mL de vinagre com teor de 4,0% (m/v)?
5. Qual a concentração em $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ de uma solução de H_2SO_4 a 95,0% (m/m) e densidade $1,84 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$?
6. Qual a concentração em $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ de uma solução de HCl a 36,5% (m/m) e densidade $1,18 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$?

Lembrete!

A fim de evitar ambigüidade quando relatar concentrações nesta forma, as escalas **peso/peso**, **volume/volume** ou **peso/volume** devem ser sempre utilizadas para valores expressos em %.
Evite o uso das abreviações ppm e ppb.



5. Normalidade:

Razão entre o n° de equivalente-grama do soluto e o volume da solução em litros.

$$C \text{ (n°equiv/L)} = \frac{n^\circ \text{ equiv-g}}{V \text{ (L)}}$$

Sendo:
$$n^\circ \text{ equiv-g} = \frac{\text{massa (g)}}{E \text{ equiv-g}}$$

$$E \text{ equiv-g} = \frac{\text{Massa molar}}{y}$$

$$N = \frac{\text{massa (g)}}{E \text{ equiv-g} \times V \text{ (L)}}$$

$$N = \frac{\text{massa (g)} \times y}{\text{Massa molar} \times V \text{ (L)}}$$



ÁCIDOS: $y = n^\circ$ de H^+ ionizáveis

BASES: $y = n^\circ$ de OH^-

SAIS: $y =$ carga positiva (ou negativa) total

ELEMENTOS QUÍMICOS: $y =$ valência



Sugestão para leitura: Apêndice E, Harris, D. C. Análise Química Quantitativa, Editora LTC.

PREPARO DE SOLUÇÕES

Para se preparar uma solução com uma concentração em $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ desejada de um sólido ou líquido puro, pesamos uma massa exata do reagente e a dissolvemos no volume desejado em um balão volumétrico.

Exemplo 7: Quantos gramas de $\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$ devem ser dissolvidos em um balão volumétrico de 500,00 mL para o preparo de uma solução que contém $8,00\text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1}$ de Cu^{2+} ? Dados M.A (u.m.a.): Cu = 63,5; S= 32,0; O= 16,0 e H= 1,0.



Sugestão para leitura e resolução de exercícios:

Capítulos 0 e 1 Harris, D. C. Análise Química Quantitativa, Editora LTC.

Capítulos 1 e 2 Skoog, D. A. Fundamentos de Química Analítica, Editora Thomson.

DILUIÇÃO

Soluções diluídas devem ser preparadas a partir de soluções concentradas.

Um volume ou massa desejado de uma solução concentrada é transferido para um balão volumétrico e diluído para um volume ou massa final pretendido.

O princípio básico da diluição é que o número de mol do soluto é o mesmo na **alíquota da solução concentrada e solução diluída.**

n° de mols alíquota da sol. concentrada = n° de mols solução diluída

$$C_{\text{sol. conc.}} \times V_{\text{sol. conc.}} = C_{\text{sol. diluída}} \times V_{\text{sol. dil.}}$$

1 - Concentração da solução no frasco do recipiente: $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ de HCl
(n° mol em 1000 mL de solução = 1 mol)



2 - Uma alíquota de 10 mL da solução do frasco é transferida para outro recipiente:

Concentração da solução contida no balão = $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ de HCl
(n° mol em 10 mL de solução = **0,01 mol**).

3 - Adição de 40 mL de água.

4 - Volume final 50 mL

Concentração Solução = $0,2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$.

(n° mol em 50 mL = **0,01 mol** de solução)

Exemplo 8: A concentração molar do H_2SO_4 concentrado para uso em laboratório é $17,8 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$. Quantos mililitros desse reagente devem ser diluídos para preparar 250 mL de H_2SO_4 $0,150 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$?

Exemplo 9: Um laboratório tem disponível HCl concentrado a 36,5% (m/m) e densidade $1,18 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$. Qual a concentração em $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ do HCl concentrado? Quantos mililitros desse reagente devem ser diluídos para preparar 250 mL de solução HCl $0,150 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$?