

INTRODUÇÃO À ANÁLISE QUÍMICA

Profa. Denise Lowinsohn

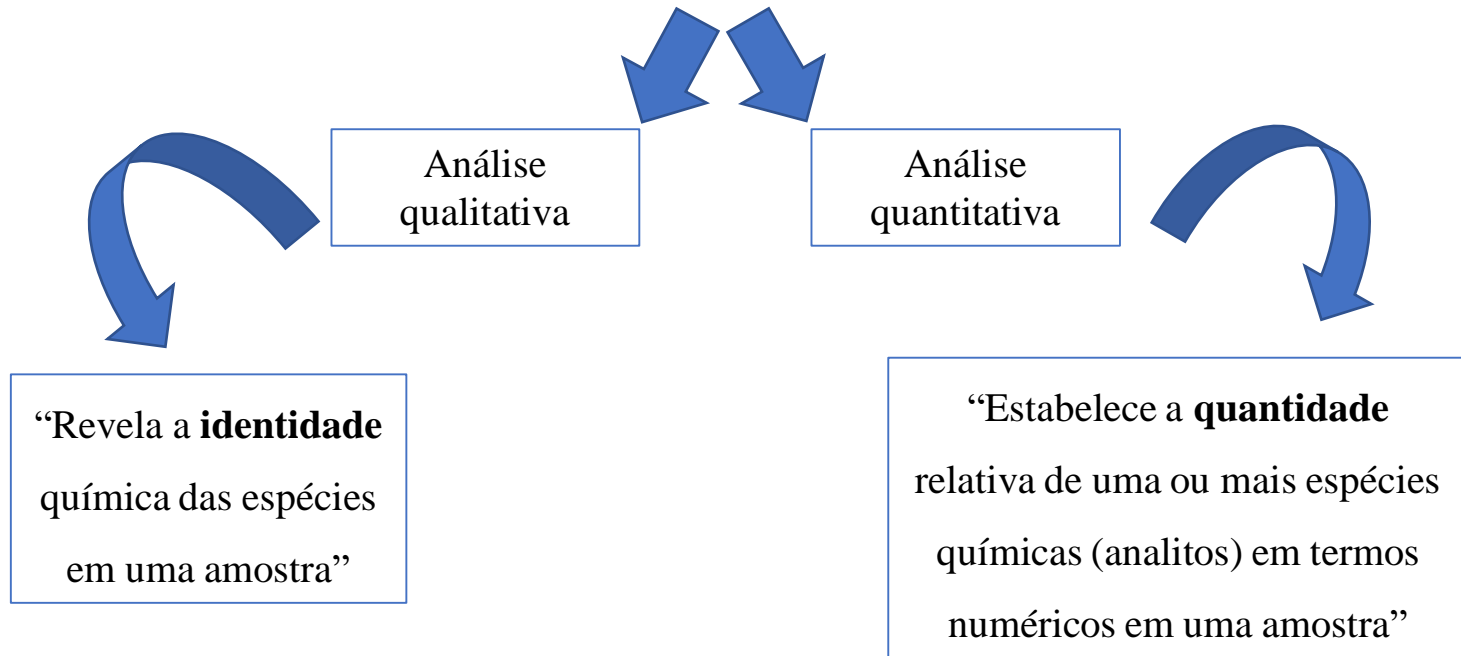
<http://www.ufjf.br/nupis>

denise.lowinsohn@ufjf.edu.br

DIA/MÊS	ASSUNTO
05/08	<i>Não haverá aula</i>
12/08	Introdução à análise química e titulação
19/08	Titulação ácido-base
26/08	Titulação ácido-base
02/09	Titulação ácido-base
09/09	1ª TVC
16/09	Titulação de precipitação
23/09	Titulação de precipitação
30/09	Titulação redox
07/10	Titulação redox
14/10	Titulação redox
21/10	<i>Semana do ICE</i>
28/10	<i>Feriado</i>
04/11	2ª TVC
11/11	Titulação de complexação
18/11	Titulação de complexação
25/11	Análise gravimétrica
02/12	3ª TVC

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:

ETAPAS GERAIS EM UMA ANÁLISE QUÍMICA

1-Definição do problema analítico

2-Escolha do método analítico adequado

3-Obtenção de uma amostra representativa (amostragem)

4-Preparo da amostra

5-Análise química: calibração e medição

6-Avaliação: tratamento e interpretação de dados, controle de qualidade analítica e apresentação dos resultados

DEFINIÇÕES

MATRIZ - Conjunto de substâncias que compõem uma amostra.

AMOSTRA - Porção do material coletado para análise (ideal que amostra seja a mais representativa possível do restante do material)

ANALITO - Substância em particular que interessa medir ou estudar (outros componentes que não sejam de interesse devem ser considerados na seleção do método)

Normalmente, o analista não tem conhecimento da composição real das amostras de teste, mas tem consciência da matriz.

MÉTODO ANALÍTICO

Um método em que a quantidade medida é definida pela sequência encontrada em conformidade com o procedimento estabelecido (IUPAC-International Union of Pure and Applied Chemistry, 1995)

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 em uma amostra

Quais os fatores desejáveis no método escolhido?

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

CLASSIFICAÇÃO DOS MÉTODOS ANALÍTICOS

1 - Quanto ao nível de concentração do constituinte presente na amostra

MAJORITÁRIOS (Macro): 1 a 100% do analito na amostra → métodos clássicos são adequados

MINORITÁRIOS (Micro): 0,01 a 1% do analito na amostra

TRAÇOS: menor que 0,01% do analito na amostra → métodos instrumentais são mais sensíveis

Quanto menor o nível de concentração do analito na amostra, mais crítico será o risco de contaminação da amostra a partir de reagentes e aparatos durante a análise.

2 - Quanto a dimensão da amostra (quantidade da amostra necessária para a análise)

MACROANÁLISE: amostras com massa superior a 0,1 g

SEMIMICROANÁLISE: amostras com massa de 0,01 a 0,1 g

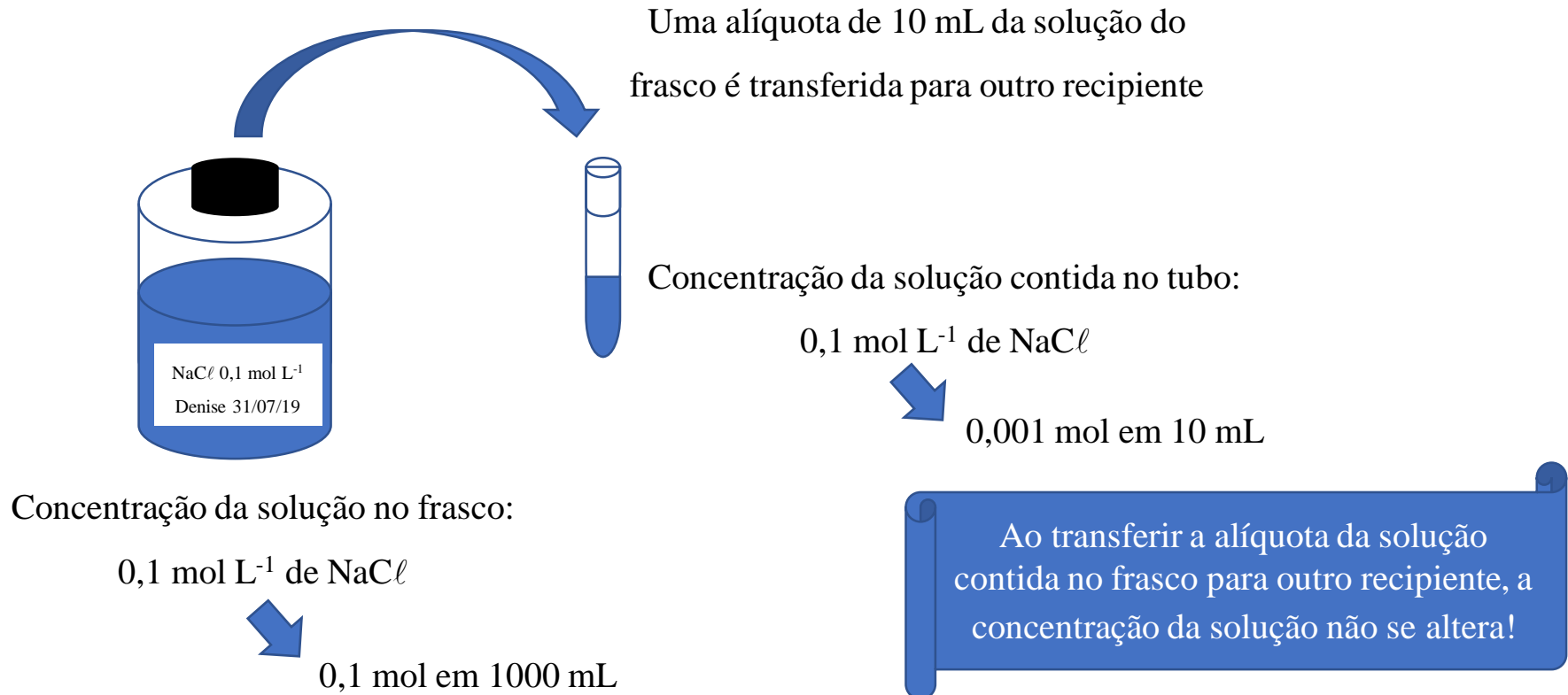
MICROANÁLISE: amostras com massa de 10^{-4} a 0,01 g

ULTRA MICROANÁLISE: amostras com massa menor que 10^{-4} g

SOLUÇÕES E SUAS CONCENTRAÇÕES

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.



UNIDADES E DEFINIÇÕES

Concentração em g L⁻¹: representa a massa de soluto expressa em gramas por volume da solução expresso em litro

$$C (g L^{-1}) = \frac{\text{massa do soluto (g)}}{\text{volume da solução (L)}}$$

Concentração em mol L⁻¹: representa o número de mols de uma substância por litro de solução

$$C (mol L^{-1}) = \frac{\text{massa do soluto (g)}}{MM (g mol^{-1}) \times \text{volume da solução (L)}}$$

Concentração molar analítica “Ca”: fornece o número total de mols de um soluto em 1 L de solução.

Ex: solução de ácido sulfúrico 1,0 mol L⁻¹ → dissolução de 1,0 mol (98g) de H₂SO₄ em 1L de água →

$$Ca_{(H_2SO_4)} = 1,0 \text{ mol L}^{-1}$$

Concentração molar de equilíbrio “[]”: expressa a concentração molar de uma espécie em particular, em uma solução, no equilíbrio. As concentrações molares de equilíbrio são frequentemente simbolizadas colocando-se colchetes ao redor da fórmula química da espécie.

Ex: solução de ácido fraco (HA) com concentração analítica 1,0 mol L⁻¹ → Ca_(HA) = 1,0 mol L⁻¹

$$Ca_{(HA)} = [HA] + [A^-] = 1,0 \text{ mol L}^{-1}$$

EXEMPLO

Calcular as concentrações molares analítica e de equilíbrio para as espécies do soluto presentes em uma solução aquosa que contém 285 mg de ácido tricloroacético, Cl_3CCOOH ($163,4 \text{ g mol}^{-1}$) em 10 mL. O ácido é 73% ionizável em água)

EXEMPLO

Calcular as concentrações molares analítica e de equilíbrio para as espécies do soluto presentes em uma solução aquosa que contém 285 mg de ácido tricloroacético, Cl_3CCOOH ($163,4 \text{ g mol}^{-1}$) em 10 mL. O ácido é 73% ionizável em água)

$$n_{(HA)} = \frac{285 \text{ mg}}{163,4 \text{ g mol}^{-1}} = 1,74 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

$$Ca = \frac{1,74 \times 10^{-3}}{0,01} = 0,174 \text{ mol L}^{-1}$$

EXEMPLO

Calcular as concentrações molares analítica e de equilíbrio para as espécies do soluto presentes em uma solução aquosa que contém 285 mg de ácido tricloroacético, Cl_3CCOOH ($163,4 \text{ g mol}^{-1}$) em 10 mL. O ácido é 73% ionizável em água)

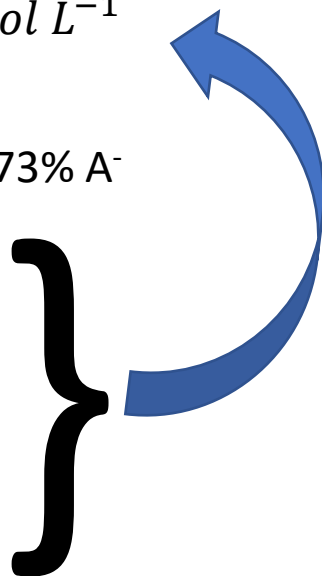
$$n_{(HA)} = \frac{285 \text{ mg}}{163,4 \text{ g mol}^{-1}} = 1,74 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

$$Ca = \frac{1,74 \times 10^{-3}}{0,01} = 0,174 \text{ mol L}^{-1}$$

$\text{HA} \rightleftharpoons \text{H}^+ + \text{A}^-$ 73% ionizável \rightarrow 27% HA e 73% A^-

$$[\text{A}^-] = \frac{0,174 \times 73}{100} = 0,127 \text{ mol L}^{-1} = [\text{H}^+]$$

$$[\text{HA}] = \frac{0,174 \times 27}{100} = 0,047 \text{ mol L}^{-1}$$



EXERCÍCIO

O oceano possui uma concentração de $0,054 \text{ mol L}^{-1}$ de MgCl_2 . Quantos gramas de MgCl_2 estão presentes em 25 mL de água do mar? ($\text{Mg} = 24,30 \text{ g mol}^{-1}$; $\text{Cl} = 35,45 \text{ g mol}^{-1}$)

Parte por milhão (ppm) e partes por bilhão (ppb)

ppm → representa quantas partes do soluto em um milhão de partes da solução. A unidade da massa no numerador e no denominador precisa concordar.

Em soluções aquosas e diluídas: 1 ppm corresponde $1\ \mu\text{g mL}^{-1}$ ($= 1\ \text{mg L}^{-1}$)

ppb → representa quantas partes do soluto em um bilhão de partes da solução. A unidade da massa no numerador e no denominador precisa concordar.

Em soluções aquosas e diluídas: 1 ppb corresponde $1\ \text{ng mL}^{-1}$ ($= 1\ \mu\text{g L}^{-1}$)

EXERCÍCIO

A concentração do hidrocarboneto $\text{C}_{29}\text{H}_{60}$ na água de chuva durante o verão é de 34 ppb.

Encontre a concentração molar de $\text{C}_{29}\text{H}_{60}$ em mol L^{-1} na água de chuva.

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).

$$\% \text{ em massa ou peso} = \frac{\text{massa do soluto}}{\text{massa total da solução ou mistura}} \times 100\%$$

$$\% \text{ em volume} = \frac{\text{volume do soluto}}{\text{volume total da solução}} \times 100\%$$

$$\% \text{ em massa/volume} = \frac{\text{massa do soluto (g)}}{\text{volume total da solução (mL)}} \times 100\%$$

EXERCÍCIO

Qual a concentração molar de uma solução de HCl a 37% m/m e densidade 1,19 g mL⁻¹.

PREPARO DE SOLUÇÕES

Para se preparar uma solução com uma concentração em mol 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.

EXERCÍCIO

Quantos gramas de CuSO₄·5H₂O (MM = 249,69 g mol⁻¹) devem ser dissolvidos em um balão volumétrico de 500,00 mL para o preparo de uma solução que contém 8,00 mmol L⁻¹ de Cu²⁺?

DILUIÇÃO

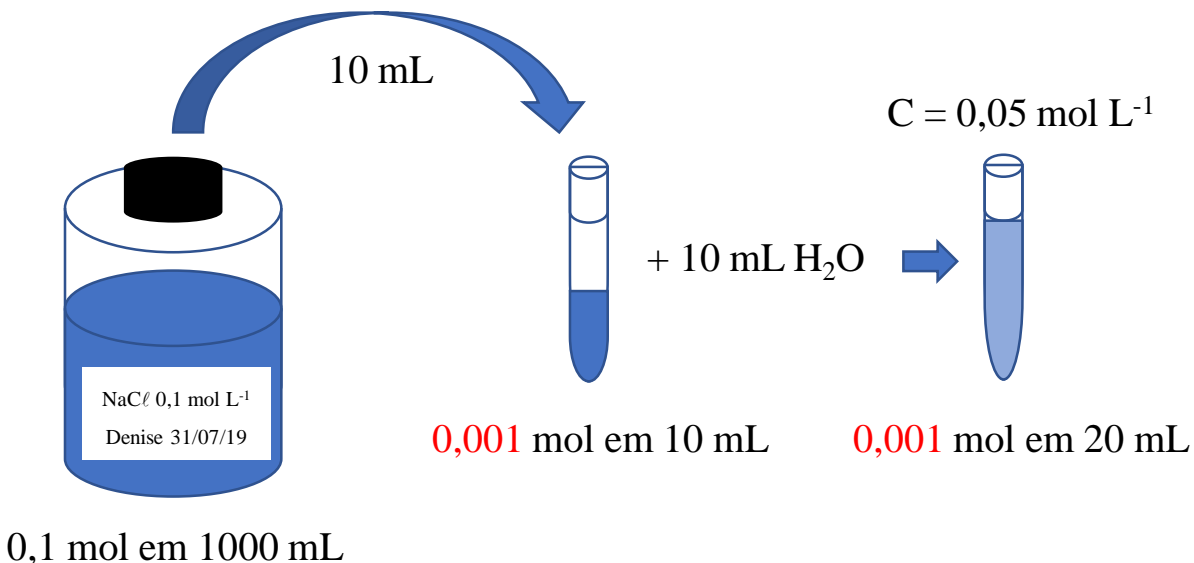
Soluções diluídas devem ser preparadas a partir de soluções concentradas.

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 transferida da solução concentrada e solução diluída obtida.

número de mols existentes na solução concentrada = número de mols existentes na solução diluída

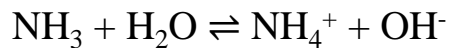
$$C_{(\text{solução concentrada})} \times V_{(\text{solução concentrada})} = C_{(\text{solução diluída})} \times V_{(\text{diluída})}$$



EXERCÍCIOS

A concentração molar do HCl “concentrado” que é vendido para ser usado em laboratório, é de aproximadamente $12,1 \text{ mol L}^{-1}$. Quantos mililitros desse reagente devem ser diluídos para se preparar $1,000 \text{ L}$ de HCl $0,100 \text{ mol L}^{-1}$?

Uma solução de amônia em água é chamada de “hidróxido de amônio” devido ao equilíbrio:



A densidade de uma solução concentrada de hidróxido de amônio, que contém $28,0\%$ m/m de NH_3 é $0,899 \text{ g mL}^{-1}$. Que volume desse reagente deve ser diluído para preparar $500,0 \text{ mL}$ de uma solução de NH_3 $0,250 \text{ mol L}^{-1}$?

Quantos gramas de uma solução 50% m/m de NaOH ($\text{MM} = 40 \text{ g mol}^{-1}$) devem ser diluídos para preparar $1,00 \text{ L}$ de uma solução de NaOH $0,10 \text{ mol L}^{-1}$?

Qual a densidade de uma solução aquosa a $53,4\%$ m/m de NaOH ($\text{MM} = 40 \text{ g mol}^{-1}$), se $16,7 \text{ mL}$ dessa solução diluída a $2,00 \text{ L}$ resultam numa solução de NaOH $0,169 \text{ mol L}^{-1}$?