

**PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DE MINAS GERAIS  
DEPARTAMENTO DE FÍSICA E QUÍMICA**

**Laboratório de Química Sanitária  
Engenharia Civil**

Revisão / Atualização  
Prof. Árton Rímulo  
Prof. Carlos Roberto de Araújo  
Profa. Cláudia V. Schayer Sabino  
Profa. Eliana Aparecida Nonato Knupp  
Profa. Heloísa Helena Vieira Machado

## Sumário

1.	INFORMAÇÕES GERAIS .....	2
2.	MEDIDAS E ERROS .....	3
3.	PROPRIEDADES DOS MATERIAIS.....	11
4.	PREPARO DE SOLUÇÕES .....	16
5.	VOLUMETRIA DE NEUTRALIZAÇÃO (TITULAÇÃO).....	22
6.	DETERMINAÇÃO DA ALCALINIDADE E DA ACIDEZ TOTAL DA ÁGUA	26
7.	MEDIDA DA TURBIDEZ E COR DA ÁGUA .....	32
8.	DETERMINAÇÃO DO OXIGÊNIO DISSOLVIDO EM AMOSTRAS DE ÁGUAS NATURAIS	38
9.	DETERMINAÇÃO DE OXIGÊNIO CONSUMIDO ( OC ).....	42
10.	DETERMINAÇÃO DE CROMATO EM ÁGUA( MÉTODO TITULOMÉTRICO)	44
11.	ANÁLISE DE CLORETO UTILIZANDO INDICADOR (TITULAÇÃO) ....	46
12.	DETERMINAÇÃO DA DUREZA DA ÁGUA .....	49
13.	PRINCÍPIOS BÁSICOS DE ANÁLISES COLORIMÉTRICAS .....	54
14.	DETERMINAÇÃO COLORIMÉTRICA DE FERRO.....	58
15.	ADSORSÃO .....	62
16.	DETERMINAÇÃO DE FOSFATOS .....	65
17.	DETERMINAÇÃO DO TOTAL DE SÓLIDOS POR EVAPORAÇÃO.....	67
18.	JAR TEST .....	69
19.	CARACTERIZAÇÃO DE COMPOSTOS ORGÂNICOS E INORGÂNICOS	75
20.	PERIODICIDADE QUÍMICA .....	77

## 1. INFORMAÇÕES GERAIS

### 1.1. Introdução

As atividades propostas para a parte experimental da disciplina Química Sanitária visam proporcionar ao aluno a oportunidade para trabalhar com autonomia e segurança em um laboratório de química. Procurar-se-á, para isto, não apenas desenvolver a habilidade no manuseio de reagentes e aparelhagens, mas também criar condições para uma avaliação crítica dos experimentos realizados.

### 1.2. Recomendações aos alunos

O uso da apostila é imprescindível a partir da primeira aula.

O aluno deverá tomar conhecimento, a partir da primeira aula, das instalações do laboratório, bem como de suas normas de funcionamento.

Todo material usado deve ser lavado ao final de cada aula e organizado no local apropriado (mesas, bancadas).

A bancada de trabalho deve ser limpa.

Após o uso, deixar os reagentes nos devidos lugares.

O laboratório não é local para brincadeiras e conversas em voz alta, principalmente sobre assuntos alheios à aula.

### 1.3. Segurança no laboratório

É recomendado a todos os estudantes e professores o uso de avental ou guarda-pó no laboratório. A falta do guarda-pó pode levar a acidentes causados por agentes corrosivos.

Os alunos não devem tentar nenhuma reação não especificada pelo professor.

Reações desconhecidas podem causar resultados desagradáveis.

É terminantemente proibido fumar em qualquer laboratório.

Não se deve cheirar um reagente diretamente. Os vapores devem ser abanados em direção ao nariz, enquanto se segura o frasco com a outra mão.



Figura 1.1 - Técnica de laboratório para reconhecimento de vapores gasosos  
Nunca acender um bico de gás quando alguém no laboratório estiver usando algum solvente orgânico.

Fechar cuidadosamente as torneiras dos bicos de gás depois de seu uso.

Não aquecer tubos de ensaios com a boca virada para o seu lado, nem para o lado de outra pessoa.

Não aquecer reagentes em sistemas fechados.

Planejar o trabalho a ser realizado.

## 2. MEDIDAS E ERROS

### 2.1. Introdução

Um processo científico é iniciado com observações.

Nenhuma ciéncia pode progredir muito sem se valer de observações quantitativas. Isto significa que devemos fazer medidas. Um processo de medida envolve, geralmente, a leitura de números em algum instrumento; em consequéncia, tem-se quase sempre alguma limitação no número de dígitos que expressam um determinado valor experimentalmente.

Cada medida, não importando o grau de cuidado com qual ela é feita, está sujeita a erro experimental. A magnitude desse erro pode ser expressa, de um modo simples, usando-se algarismos significativos.

### 2.2. Grandeza Química

Uma grandeza sempre pode ser considerada um produto de um valor numérico com uma unidade. Como exemplos têm-se:

- A massa de um corpo é  $m=25,3$  g;
- O volume de um balão volumétrico é de  $V= 50,0$  mL;
- A densidade do alumínio é, portanto,  $d = 2,708$  g/mL.
- E, por fim, a  $[Ca^{2+}] = 0.05$  mol/L.

As medidas volumétricas podem ser feitas com o uso de alguns dos aparelhos seguintes.

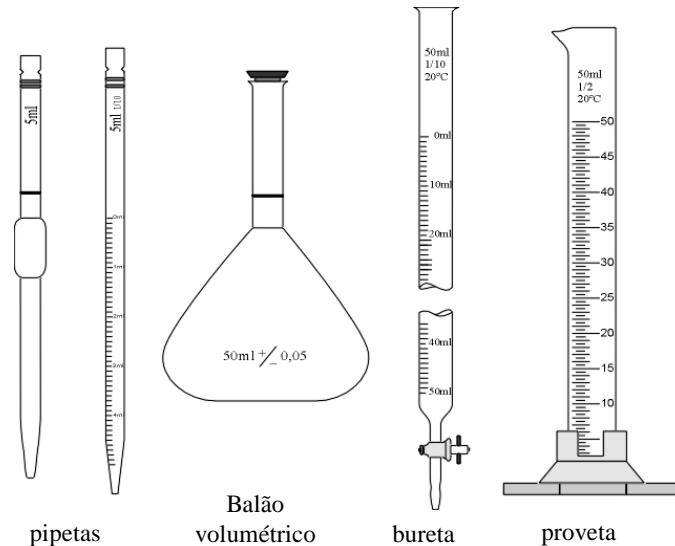


Figura 1 – Instrumentos de medida de volume

Para medida de massa podemos usar diversos tipos de balança, dentre elas, a mostra abaixo.

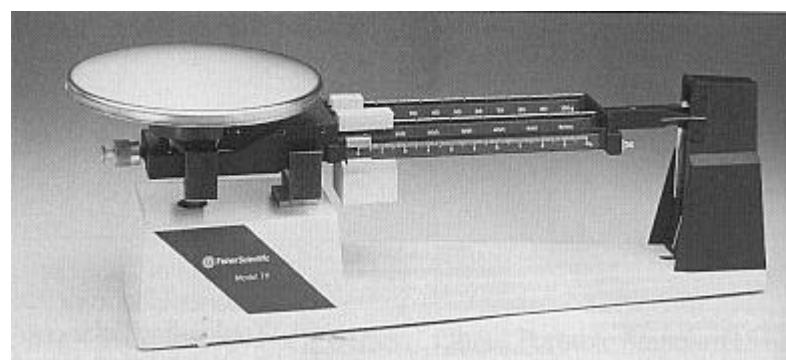


Figura 2—Balança de braço de laboratório

### **2.3. Erros em medição**

Erro é a diferença entre o valor encontrado em uma medida e o valor real desta medida. O valor verdadeiro, entretanto nem sempre é conhecido.

Existem alguns tipos de erros:

#### **2.3.1. Erro grosseiro**

É aquele cometido por um engano grosseiro, como, por exemplo, ler 154 e registrar 145.

#### **2.3.2. Erro sistemático:**

É o tipo de erro devido a uma causa sistemática, como erro da calibração do equipamento, ou erro do operador. Este erro é repetitivo e difícil de ser detectado. Uma forma de encontrá-lo é medir uma amostra de valor conhecido e certificado, denominada: material de referência ou padrão.

#### **2.3.3. Erro aleatório**

São os erros que interferem na precisão de um experimento e fazem com que o resultado flutue em torno da média.

As principais fontes de erro são: Instrumento, Operador, Materiais, Procedimento, Laboratório (contaminação e outros).

#### **2.3.4 Erro absoluto**

É definido como a diferença entre o valor medido e o valor verdadeiro de uma dada grandeza:

$$E = X - X_v$$

E = Erro absoluto

X = Valor medido

$X_v$  = Valor verdadeiro

#### **2.3.5 Erro relativo**

O erro de uma análise é geralmente expresso em termos relativos, sendo calculado através da relação:

$$Er = E/X_v$$

#### **2.3.6 Erro percentual**

O erro relativo é adimensional e comumente expresso em partes por cem:

$$Er = E/X_v \times 100$$

## 2.4. Algarismos significativos

Como já mencionado, cada medida que realizamos envolve certo grau de incerteza ou erro. A dimensão desse erro dependerá da natureza e da grandeza sendo medida, do tipo de instrumento de medida e da nossa habilidade para usá-lo.

Para cada medida efetuada devemos indicar o grau de incerteza associado. Esta informação é vital para quem queira repetir um experimento ou julgar sua precisão.

O método pelo qual, o erro é indicado, ou seja, a precisão de uma medida é descrita em termos de algarismos significativos. Necessitamos conhecer quantos algarismos foram utilizados em uma determinada medida. Para isto são considerados os seguintes itens:

Zeros entre dígitos diferentes de zero são significativos;

Zeros além do ponto decimal no final de um número são significativos;

Zeros que precedem o 1º dígito diferente de zero não são significativos.

Tabela 1 - Exemplos de algarismos significativos

Número	Número de significativos
8,80	3
8,08	3
8,008	4
800,80	5
0,008	1
0,00808	3
0,00800	3
$8 \times 10^{-3}$	1
$8,12 \times 10^{-3}$	3
$8,00008 \times 10^5$	6

### 2.4.1. Operações aritméticas com algarismos significativos

Quando o resultado de uma análise é calculado, vários números, que representam os valores das grandezas determinadas experimentalmente (ex: massa de substância, volume de solução) são envolvidos. A manipulação desses dados experimentais, que geralmente possuem diferentes números de algarismos significativos, gera o problema de se determinar o número de algarismos significativos a ser expresso no resultado do cálculo. Por isto algumas regras a esse respeito, envolvendo operações de adição, subtração, multiplicação e divisão, serão discutidas.

**Adição e subtração:** quando duas ou mais quantidades são adicionadas e/ou subtraídas, a soma ou diferença deverá conter tantas casas decimais quantas existirem no componente com menor número delas.

Exemplos:

- a) Um corpo pesou 2,2 g numa balança cuja incerteza é  $\pm 0,1$  g e outro 0,1145 g ao ser pesado em uma balança analítica. Calcular a massa dos dois corpos nestas condições.

$$2,2 \text{ g} + 0,1145 \text{ g} = 2,3145 \text{ g}$$

O resultado a ser tomado deve ser 2,3 g.

- b) Um volume de 25,0 mL medidos em uma proveta foi adicionado em um bêquer a um volume de 20,00 mL medidos em um pipeta.. Calcular o volume final.

$$25,0 \text{ mL} + 20,00 \text{ mL} = 45,0 \text{ mL}$$

O volume final é de 45,0 mL.

**Multiplicação e divisão:** Nestes casos, o resultado deverá conter tantos algarismos significativos quantos estiverem expressos no componente com menor número de significativos.

**Exemplos:** Calcular a quantidade de substância existente nos seguintes volumes de solução de HCl 0,1000 mol.L<sup>-1</sup>.

a) 25,00 mL

$$\text{quantidade de substância} = n_{\text{HCl}} = 25,00 \times 10^{-3} \text{ L} \times 0,1000 \text{ mol.L}^{-1} = 2,500 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

b) 25,0 mL

$$\text{quantidade de substância} = n_{\text{HCl}} = 25,0 \times 10^{-3} \text{ L} \times 0,1000 \text{ mol.L}^{-1} = 2,50 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

c) 25 mL

$$\text{quantidade de substância} = n_{\text{HCl}} = 25 \times 10^{-3} \text{ L} \times 0,1000 \text{ mol.L}^{-1} = 2,5 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

## 2.5. Parte experimental – Parte I

### 2.5.1. Materiais e reagentes

MATERIAIS	REAGENTES
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Proveta de 100 mL</li> <li>- Proveta de 50 mL</li> <li>- Proveta de 10 mL</li> <li>- Pipeta volumétrica de 5 mL</li> <li>- Pipeta graduada de 5 mL</li> <li>- Béquer de 100 mL</li> <li>- Béquer de 50 mL</li> <li>- Bureta de 50 mL</li> <li>- Balança analítica</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Água destilada</li> </ul>

### 2.5.2. Procedimento experimental

#### 2.5.2.1. Comparação entre volumes medidos com a proveta e com o balão volumétrico

Meça 50 mL de água destilada em uma proveta adequada e transfira para um balão volumétrico de 50 mL de capacidade.

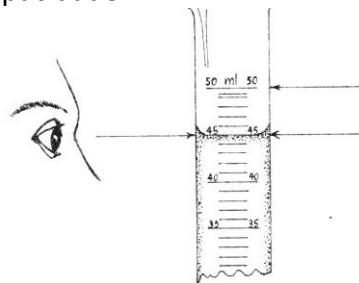


Figura 2.3 – Técnica de leitura do volume

A parte inferior do menisco deve ser usada como referência nas medidas de volume (para soluções transparentes).

Anotar as medidas e analisar a equivalência de volumes entre os dois instrumentos.  
*Justificar com suas palavras se houve ou não coincidência nas medidas.*

Volumes ( $V \pm \Delta V$ ) mL	Análise e justificativa
Proveta:	
Balão Volumétrico:	

### 2.5.2.2. Comparação entre volumes medidos com a proveta e com a bureta

Medir 50 mL de água em uma bureta adequada, transferir para uma proveta de 100 mL e depois para um béquer de 100 mL de capacidade. *Anotar corretamente os valores medidos*

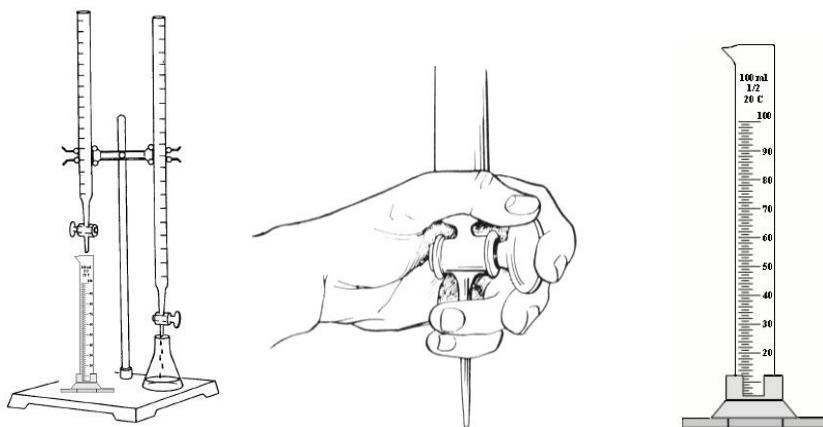


Figura 2.4 – Técnica de utilização da bureta

Bureta	Justificativa
Proveta	Justificativa

### 2.5.2.3. Adição de volumes medidos em instrumentos diferentes

Adicionar a uma proveta de 50 mL, *usando instrumentos diferentes*, os seguintes volumes:

- 5mL de água medidos em uma pipeta volumétrica,
- 5mL de água medidos em uma pipeta graduada,
- 5mL de água medidos em uma bureta,
- 10mL de água medidos em uma proveta.

Instrumento	Medida ( $V \pm \Delta V$ ) (mL)
Pipeta volumétrica	
Pipeta graduada	
Bureta	
Proveta	
Total	

Expressar corretamente o resultado total e o erro associado:

### 2.5.3. Parte Experimental – Parte II

#### 2.5.3.1. Treino de pesagem

Pese um bêquer de 100 mL de capacidade e determine a sua massa em gramas. Adicione a este bêquer 50 mL de água medida em uma proveta e determine a massa deste conjunto.

Calcular a massa de água no bêquer. Comparar o valor do volume de água medido com o valor calculado. Justificar se houve coincidência destes valores, e as possíveis causa de erro (considerar  $\rho_{H_2O} = 1000 \text{ kg/m}^3$ ).

Massa do bêquer (g)	
Massa do bêquer com água (g)	
Massa de água (g)	
Volume estimado de água ( $\text{cm}^3$ )	

#### 2.5.3.2. Determinação da densidade da água

Determine a massa de um bêquer de capacidade de 100 mL: .

Usando uma bureta, adicione exatamente vinte e cinco mililitros de água destilada no bêquer (sistema A). Anote a massa total do sistema.

Ao sistema A, adicione mais vinte e cinco mililitros de água, anotando a massa total, bem como o volume total de água ( sistema B ).

Ao sistema B, adicione mais vinte e cinco mililitros de água anotando a massa total e o volume total de água ( sistema C ).

Preencha o quadro abaixo determinando as densidades dos sistemas A, B, e C e os seus respectivos erros absoluto, percentual e relativo..

SISTEMA	Massa do bêquer com água (g)	Massa de água (g)	Volume de água (mL)	Densidade da água (g/mL)	DESVIO		
					Absoluto	Relativo	Percentual (%)
A							
B							
C							

### 2.5.3.3. Determinação da densidade da água por outras vidrarias

Transcreva os dados do sistema A do quadro anterior, para o quadro abaixo:

Sistemas	Massa Total do Béquer com Água (g)	Massa Total de Água (g)	Volume Total de H <sub>2</sub> O (mL)	Densidade (g/mL)
A				
D				
E				

Seque o béquer da experiência anterior. Meça vinte e cinco mililitros de água em uma proveta de 100 mL de capacidade e transfira o líquido para o béquer seco e determine a massa total ( sistema D ).

Seque o béquer da experiência anterior. Meça vinte e cinco mililitros de água no próprio béquer seco e determine a massa total ( sistema E ).

Complete o quadro anterior

### 2.6. Questionário

1. Complete a tabela

Número (m)	Número de significativos	Notação científica	Arredondamento (2 significativos)
26,31			
20,000			
0,206			
0,00206			
0,00000007320			
1,34 mil			
606			
393,68			
0,0000000007			

2. Faça as operações aritméticas indicadas considerando que cada número é resultado de uma medida experimental:

$$351 + 2,982 \quad \underline{\hspace{10cm}}$$

$$25,128 - 0,0042 \quad \underline{\hspace{10cm}}$$

$$13,51 + 1,00754 + 0,214 \quad \underline{\hspace{10cm}}$$

$$4,6254 - 10,1 \quad \underline{\hspace{10cm}}$$

$$14,021 + 14 \quad \underline{\hspace{10cm}}$$

$$126 / 2,51 \quad \underline{\hspace{10cm}}$$

$$3,658 \times 9,2 \quad \underline{\hspace{10cm}}$$

3. De que depende a variabilidade dos resultados de uma medida.

4. O que é sensibilidade de um aparelho e o desvio avaliado.

5. Qual a sensibilidade e o desvio avaliado de uma régua cuja menor divisão é 0,1 cm.

6. Explique porque as densidades da maioria dos líquidos diminuem com o aumento da temperatura.

7. Converter as seguintes massas para gramas:

- a)  $3,89 \cdot 10^{-6}$  kg
- b)  $1,8 \cdot 10^4$  mg
- c) 6  $\mu$ g
- d) 12 ng
- e) 8 pg
- f) 3,24 t

8. Converter 0,005 g/cm<sup>3</sup> em:

- a) g/mL
- b) g/L
- c) kg/mL
- d) kg/L
- e) kg/m<sup>3</sup>
- f) g/m<sup>3</sup>
- g) considerando que é a concentração de uma substância diluída em água converter em ppm.
- h) considerando que é a concentração de uma substância diluída em água converter em ppb.
- i) considerando que é a concentração de uma substância diluída em água converter em %.

### 3. Propriedades dos Materiais

#### Introdução

Definem-se como propriedades físicas de uma substância aquelas que podem ser medidas sem provocar mudanças em sua composição química. Tais propriedades fornecem a base para a separação de substâncias. Substâncias simples e compostas são identificadas pelas propriedades físicas, tais como: cor, odor, solubilidade, ponto de fusão, ponto de ebulição e densidade.

#### Cor

Algumas substâncias podem ser identificadas pelo método de tentativas, com base em suas colorações. As colorações de gases e líquidos devem-se à absorção da luz visível, onde a luz, dentro de certa faixa de comprimento de onda, está associada a uma determinada cor.

**Tabela 1 – Cores das substâncias que absorvem luz na região visível**

Faixa de comp. Onda.	Cor absorvida	Cor transmitida
< 400nm	Ultravioleta	Incolor
400 – 450	Violeta	Vermelho, laranja, amarelo
450 – 490	Azul	
490 – 550	Verde	Roxa
550 – 580	Amarelo	
580 – 650	Laranja	Azul, verde
650 – 700	Vermelho	
> 700nm	Infravermelho	Incolor

Por exemplo, o dióxido de nitrogênio gasoso possui cor castanha, o vapor de bromo é vermelho, e o vapor de iodo é violeta. Uma solução aquosa de sulfato de cobre é azul, uma solução de permanganato de potássio é roxa, e com base na cor transmitida podemos identificar a faixa de comprimento de onda e consequentemente o elemento ou substância química que caracteriza a absorção de cores no espectro visível de luz.

#### Odor

O estado de gases e vapores de uma substância, sem haver mudança de suas propriedades químicas, tem uma característica própria para cada substância. Esta característica está intrinsecamente ligada ao fator odoro ou inodoro.

Além disto, os gases e vapores podem ser classificados segundo a ação sobre o organismo vivo como: irritante, anestésico ou asfixiante.

#### Solubilidade

Dizemos que uma substância é solúvel em outra quando misturadas, formam um sistema homogêneo. Quando se trata de líquidos eles se dizem miscíveis.

A solubilidade é uma propriedade específica de uma substância e depende do solvente ao qual é misturada. Assim, uma substância pode ser muito solúvel em álcool e não o ser em água. Da mesma forma não podemos afirmar que um determinado líquido é miscível.

A solução e a miscibilidade, ao se tratar de líquidos, está relacionada com algumas propriedades das substâncias que, por sua vez dependem da natureza da ligação entre os átomos. A forma com que os átomos estão ligados fornece às substâncias certa geometria que determina um grau de polaridade às moléculas

**OBS. 1:** A miscibilidade é o termo usado para sistemas formados por líquidos. A solubilidade, termo utilizado para sistemas formados por sólidos(ou gases) e líquidos.

**OBS. 2:** A formação de sistema homogêneo evidencia a solubilidade. Um sistema resultante turvo mostra uma solubilidade parcial e um sistema heterogêneo identifica uma substância insolúvel no solvente em estudo.

### Ponto de fusão e de ebulação

O ponto de fusão de uma substância é a temperatura na qual as fases líquida e sólida coexistem em equilíbrio, a uma determinada pressão. O ponto de ebulação, analogamente, é a temperatura na qual a fase líquida e o vapor coexistem em equilíbrio, a uma determinada pressão.

Os pontos de fusão e de ebulação medidos em laboratório dependerão das variações na pressão atmosférica.

### Densidade

A densidade é uma propriedade física que pode ser usada para identificar uma substância, uma vez que, raramente, diferentes substâncias têm a mesma densidade. A densidade é uma grandeza física que relaciona a quantidade de massa de uma substância em um dado volume:

$$\text{Densidade} = \frac{\text{Massa}}{\text{Volume}}$$

Em química se expressa a densidade de sólidos e líquidos em gramas por centímetro cúbico ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ).

A densidade expressa a quantidade de matéria presente em uma dada unidade de volume. Por exemplo, quando dizemos que o chumbo tem maior densidade do que o alumínio, isto significa que num dado volume de chumbo há mais matéria que no mesmo volume de alumínio.

**Tabela2– Propriedades físicas das substâncias**

Substância	Densidade ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )*	PF( $^\circ\text{C}$ )	PE( $^\circ\text{C}$ )	Solubilidade ( $\text{g}/100\text{g água}$ )*	Cor
Elementos Bromo(L)	3,12	-7	59	3,3	Vermelho
Cloro(g)	0,00292	-101	-34	0,59	Verde – amarelado
Cobre(s)	8,94	1083	2567	~0	Vermelho
Ferro(s)	7,87	1535	2750	~0	Cinza
Magnésio(s)	1,74	650	1120	~0	Cinza
Compostos Benzeno(L)	0,879	5	80	0,13	Incolor
Álcool etílico(L)	0,785	-112	78	Infinita	Incolor
Nitrato de potássio(s)	2,11	334	-	40	Branco
Cloreto de sódio(s)	2,16	808	1473	36	Branco
Água(L)	1,00 <sup>⊕</sup>	0	100	-	Incolor

\*A 25°C, 1 atm   <sup>⊕</sup> Considerada como tal; na realidade seu valor é de 0,997  $\text{g}/\text{cm}^3$

**Parte experimental**

Materiais: Béquer 100mL, Bureta 50mL 1/10, Balança MARTE Modelo1001, Proveta 100mL 1/1, Proveta de 50mL ½

**1<sup>a</sup> experiência: Análise da solubilidade e miscibilidade**

Preencha a tabela que se segue no relatório utilizando a simbologia, abaixo:

S – Solúvel;  
I – Insolúvel;  
M – Miscível;  
NM – Não Miscível.

**2<sup>a</sup> Experiência : Determinação da densidade de um material pelo deslocamento**

Usando os materiais fornecidos pelo professor, determine a massa de cada um deles; Adicione cada um dos materiais a uma proveta graduada contendo 30mL de água.

Anote os volumes inicial e final da água, quando cada material é colocado na proveta:

$$V_{\text{Material}} = V_{\text{final}} - V_{\text{inicial}}$$

**3<sup>a</sup> Experiência : Determinação da densidade da água**

Pese um béquer de capacidade de 100mL (utilize o quadro no relatório);

Depois usando uma bureta, adicione exatamente 25mL de água destilada no béquer (SISTEMA A). Anote a massa total do sistema ( $m_{\text{béquer}} + m_{\text{H}_2\text{O}}$ );

Ao sistema anterior, adicione mais 25mL de água, anotando a massa total, bem como o volume total de água (SISTEMA B);

Ao SISTEMA B, adicione mais 25mL de água anotando a massa total e o volume total de água (SISTEMA C).

**4<sup>a</sup> Experiência : Determinação da densidade da água por outras vidrarias**

Sistema I: Transcreva os dados do SISTEMA A acima.

Sistema 2: Seque o béquer da experiência anterior, Meça 25 mL de água em uma proveta de 100 mL de capacidade e transfira o líquido para o béquer tarado e seco. Determine a massa total.

Sistema 3: Seque o béquer da experiência anterior. Meça 25 mL de água no próprio béquer tarado e seco. Determine a massa total.

**Questionário**

1. Ao preencher o quadro abaixo, descrever e transcrever generalizando, as relações entre os líquidos de um mesmo tubo de ensaio (quanto a polaridade e a geometria das moléculas).

	<b>ÁGUA</b>	
<b>ÁGUA</b>		<b>ÁLCOOL ETÍLICO</b>
<b>ÁLCOOL ETÍLICO</b>		<b>TETRACLORETO DE CARBONO</b>
<b>TETRACLORETO DE CARBONO</b>		<b>ACETONA</b>
<b>ACETONA</b>		<b>BENZENO</b>
<b>BENZENO</b>		

2 Preencher o quadro a abaixo com os dados da segunda experiência, calcular as densidades dos materiais e comparar com as densidades da tabela (Propriedades dos materiais).

<b>Objeto</b>	<b>Material 1</b>	<b>Material 2</b>	<b>Material 3</b>
Massa(g)			
Volume Inicial(mL)			
Volume Final(mL)			
Volume do Material(cm <sup>3</sup> )			
Densidade(g/cm <sup>3</sup> )			

3. Preencher o quadro abaixo com os dados da segunda experiência. Achar as densidades, calcular a sua média ( $\bar{d}$ ), o desvio absoluto(DA), o desvio médio absoluto(DMA) e transcrever a expressão correta para a densidade calculada. Comparar com a densidade da água local e exemplificar as possíveis condições de interferência.

<b>Sistemas</b>	<b>Massa Total do Béquer com Água(g)</b>	<b>Massa Total de Água(g)</b>	<b>Volume Total de H<sub>2</sub>O(mL)</b>	<b>Densidade(g/mL)</b>	<b>Desvio Absoluto</b>
A					
B					
C					

#### **Densidade da água:**

4) Preencha a Tabela abaixo com os dados da Experiência 4 :

<b>Sistemas</b>	<b>Massa Total do Béquer com Água(g)</b>	<b>Massa Total de Água(g)</b>	<b>Volume Total de H<sub>2</sub>O(mL)</b>	<b>Densidade(g/mL)</b>
1				
2				
3				

Justifique os resultados encontrados.

### Questionário

- 1 A densidade do diamante é  $3,5 \text{ g/cm}^3$ . A unidade prática internacional para a pesagem de diamantes é o quilate, que corresponde a 200 mg. Qual o volume de um diamante de 1,5 quilates?
- 2 Quando se deixa cair uma peça de metal com massa 112,32 g em um cilindro graduado que contém 23,45 mL de água, o nível de água sobe para 29,27 mL. Qual a densidade do metal em  $\text{g/cm}^3$ ?
3. Um líquido, com volume de 10,7 mL, tem a massa de 9,42 g. O líquido pode ser octano, etanol ou benzeno, cujas densidades são, respectivamente (em  $\text{g/cm}^3$ ), 0,702, 0,789 e 0,879. Qual é o líquido? Justifique a resposta
4. Um sólido flutuará num líquido que for mais denso do que ele. O volume de uma amostra de calcita pesando 35,6 g é 12,9  $\text{cm}^3$ . Em qual dos seguintes líquidos haverá flutuação da calcita: Tetracloreto de carbono (densidade =  $1,60 \text{ g/cm}^3$ ), brometo de metileno (densidade =  $2,50 \text{ g/cm}^3$ ), tetrabromoetano (densidade =  $2,96 \text{ g/cm}^3$ ) ou iodeto de metileno (densidade =  $3,33 \text{ g/cm}^3$ )? Justifique a resposta

## 4. PREPARO DE SOLUÇÕES

### Introdução

As soluções são definidas como misturas homogêneas de duas ou mais substâncias. Elas são encontradas em qualquer um dos três estados da matéria: sólido, líquido e gasoso.

Todas as misturas gasosas são soluções porque qualquer mistura de gases é homogênea. Soluções sólidas, como certas ligas metálicas, são comuns. A grande maioria das soluções, entretanto, existe no estado líquido. Soluções líquidas são formadas pela dissolução de um gás, líquido ou sólido em um líquido. Se o líquido é a água, a solução é chamada de solução aquosa.

### Soluções

Geralmente uma solução é constituída por um componente em maior quantidade, o solvente e, um ou mais componentes denominados solutos.

Em toda solução com participação da água, esta é considerada como solvente esteja ou não em maior quantidade. Então:

$$\text{Solução} = \text{Sóluto} + \text{Solvente}$$

**Tabela 1 - Tipos de soluções segundo o estado físico do soluto e do solvente**

Solvente	Sóluto	Solução	Exemplo
Gás	Gás	Gasosa	Atmosfera
Líquido	Gás	Líquida	Água-amônia
Líquido	Líquido	Líquida	Água-etanol
Sólido	Líquido	Sólida	Zinco-mercúrio (amálgama)
Líquido	Sólido	Líquida	Água-sal
Sólido	Gás	Sólida	Paládio-hidrogênio
Sólido	Sólido	Sólida	Zinco-cobre(latão)

A maior parte da terra é constituída por soluções aquosas – os oceanos. Vivemos na dependência completa de duas espécies de soluções: uma gasosa –(a atmosfera) e a outra aquosa (mar, rios, lagoas).

Para estudo das soluções três aspectos devem ser considerados: quantidade, composição e concentração. A quantidade da solução envolvida em um processo pode ser medida em massa ou volume.

A composição de uma solução é a soma total de todos os ingredientes que a compõem, e a concentração de uma solução é a quantidade relativa destes vários componentes.

Quando adicionamos 1 grama de NaCl a 1 litro de água, observamos que todo sal se dissolve facilmente. Esta solução assim obtida conterá pequena quantidade do soluto (sal de cozinha) em relação à quantidade do solvente (água) usada e será chamada solução diluída.

Solução diluída contém pouco soluto em relação à quantidade do solvente.

Ao acrescentarmos mais soluto a solução anterior (solução diluída), estamos transformando uma solução diluída em concentrada. Quando a quantidade do soluto for grande em relação à quantidade do solvente, obteremos uma solução concentrada. Assim, uma solução que contenha 300 gamas de NaCl em 1 litro de água é uma

solução concentrada. Não há limite para considerarmos uma solução, diluída ou concentrada, sem um termo de comparação. Assim, se temos duas soluções:

A – 10 gramas de sal em 500 gramas de água. (20 g/L)

B – 2 gramas de sal em 50 gramas de água, dizemos que a solução B é concentrada em relação à solução A ou que a solução A é mais diluída em relação a B. de concentração 40g/L.

**Tabela 2 - Algumas formas de expressar a concentração das soluções**

Sistemas	Notação	Soluções	Aplicações
Percentual	%	Partes por 100 (p/p; p/v; v/p ;v/v)	Geral
Molaridade ou Formalidade	M ou F	$\frac{n \text{ (número de moles) soluto}}{V(L) \text{ solução}}$	Química
Normalidade	N	$\frac{N_{\text{eq.g}} \text{ (sólido)}}{V(L) \text{ solução}}$	Química
Molalidade	m	$\frac{n \text{ (número de moles) soluto}}{m(\text{Kg}) \text{ solvente}}$	Física
Fração Molar	x	$\frac{n \text{ (número de moles) componente}}{\text{número total (moles) componentes}}$	Física/química

Solução concentrada contém muito soluto em relação à quantidade do solvente.

A cor de uma solução de tinta, ou a doçura de uma solução de açúcar depende da quantidade do soluto contida em determinada quantidade da solução (sólido + solvente). Esta relação é denominada de concentração de uma solução.

Outro sistema comum de expressar a concentração é: *gramas por litro* (g/L), que é a relação entre a massa do soluto em gramas e o volume da solução em litros.

### Parte Experimental

#### Materiais e Reagentes

MATERIAIS	REAGENTES
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Balança analítica</li> <li>- Béquer de 100 mL</li> <li>- Bastão de vidro</li> <li>- Garrafa lavadeira</li> <li>- Balão volumétrico de 100 mL</li> <li>- Espátula de porcelana</li> <li>- Funil de colo curto</li> <li>- Agitador magnético</li> <li>- Tubos de ensaio</li> <li>- Estante para tubos de ensaio</li> <li>- Papel de tornassol azul</li> <li>- Papel de tornassol vermelho</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Hidróxido de sódio (NaOH) em pastilhas</li> <li>- Água destilada</li> <li>- Ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)</li> <li>- Solução alcoólica de fenolftaleína</li> <li>- Solução diluída de hidróxido de sódio (NaOH)</li> </ul>

### Procedimento experimental

#### A) Preparar 100 mL de solução aquosa de hidróxido de sódio (NaOH) 0,5 M

Pese 2 g de NaOH em um bêquer de 100 mL, devidamente limpo e seco, em uma balança analítica devidamente tarada.

Acrescente ao bêquer uma quantidade de água destilada (aproximadamente 30 mL) suficiente para dissolver o soluto. A dissolução do NaOH é exotérmica (se necessário realize resfriamento da parede do bêquer em água corrente, na torneira).

Transfira esta solução, de forma quantitativa, conforme mostra a Figura 3.1, para um balão volumétrico de 100 mL, com auxílio de um funil ou um bastão de vidro.

Lave o bêquer e o funil, com água destilada e transfira as águas de lavagem também para o balão.

Complete o volume do balão volumétrico, enchendo-o com água destilada até o traço de referência (Figura 3.1.c). O balão deve ser arrolhado e agitado para homogeneização (Figura 3.1.d).

Guarde a solução em frasco rotulado (Figura 3.1.e).



(a)



(b)



(c)



(d)

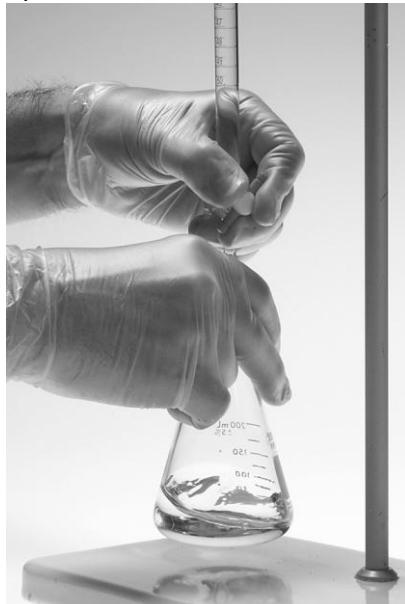


Figura 3.1 – Formas de transferência quantitativa de solução aquosa (a) usando o funil, (b) lavagem do resíduo do béquer, (c) completando o volume, (d) agitação para homogeneização da solução do o balão volumétrico e (e) armazenagem em um fraco de vidro.

#### B) Preparar 100 mL de solução aquosa de ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 0,5 M

**CUIDADO NO MANUSEIO DE ÁCIDO SULFÚRICO. PEÇA EXPLICAÇÕES E SUPERVISÃO AO PROFESSOR. FALTA DE CUIDADO PODE CAUSAR ACIDENTES COM VOCÊ OU SEUS COLEGAS**

Meça 2,7 mL de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  – 98%, cuja densidade é igual a 1,84 g/mL, usando uma bureta contendo o referido ácido, deixando cair o líquido em um béquer de 100 mL, contendo aproximadamente 20 mL de  $\text{H}_2\text{O}$  destilada.



(a)



(b)

Figura 3.2 – Medida de volume (a) Manipulação da torneira da bureta e (b) técnica de diluição de ácido

**Observação:** Sempre adicione ácido à água, jamais facão o inverso (caso seja feito, o ácido supitará, isto é, quando o líquido extravasa o recipiente, e poderá respingar no rosto, nos olhos, etc.).

Transfira vagarosamente a solução de ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) diluída para um balão volumétrico de 100 mL, utilizando um funil.

Lave o bêquer e o funil, com água destilada e transfira as águas de lavagem também para o balão.

Complete o volume do balão com água destilada até o traço de referência.

Arrolhar o balão e agitá-lo para homogeneização. Guarde a solução em frasco rotulado.

### C) Identificar algumas propriedades funcionais dos ácidos e bases.

Em uma estante coloque 2 tubos de ensaio. Adicione (aproximadamente) 2 mL de ácido sulfúrico 0,5 M e 2 mL de hidróxido de sódio 0,5 M, a cada um dos tubos, respectivamente.

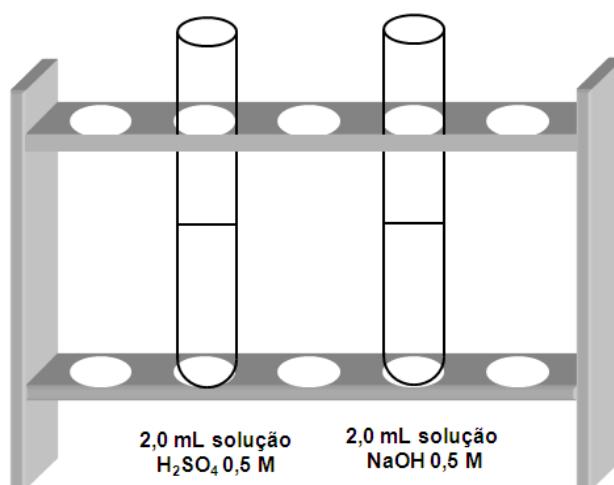


Figura 3 – Suporte para tubos de ensaio

Molhe a ponta de um papel tornassol azul em cada uma das soluções contidas nos tubos. Observe e anote a cor estabelecida no papel.

Cores estabelecidas no papel de tornassol azul	
$H_2SO_4$ 0,5 M	NaOH 0,5 M

Proceda do modo anterior com um papel tornassol vermelho. Observe e anote a cor.

Cores estabelecidas no papel de tornassol vermelho	
$H_2SO_4$ 0,5 M	NaOH 0,5 M

Adicione duas gotas de solução de fenolftaleína a cada um dos dois tubos. Agite, observe e anote as cores.

Cores estabelecidas em presença de fenolftaleína	
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,5 M	NaOH 0,5 M

Adicione, gota a gota – usando uma pipeta ou uma conta gotas, a solução diluída de hidróxido de sódio no tubo contendo ácido. Observe o aparecimento da cor vermelha e comente o ocorrido.

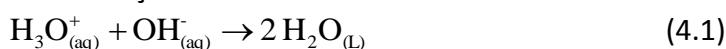
### Questionário

- As soluções reparadas nesta prática poderão ser usadas como padrão? Justifique sua resposta.
- Por que se deve usar balão volumétrico para preparar uma solução?
- A dissolução do NaOH em H<sub>2</sub>O é exotérmica e do NaCl não o é. Explicar.
- Dez gramas de ácido ascórbico (vitamina C), C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>6</sub>, são dissolvidos em água suficiente para preparar 125 mL de solução. Qual é a molaridade do ácido ascórbico?
- Qual a normalidade de uma solução 0,9 molar de hidróxido de alumínio?
- Indique como preparar:  
550 mL de HNO<sub>3</sub> 0,8 mol/L a partir de HNO<sub>3</sub>, 4 mol/L  
0,75 L de KOH 2,5 mol/L a partir de KOH 12 mol/L  
Qual é a concentração expressa em mol/L de uma solução de HF 10,0% (p/v)?
- Qual a quantidade de HCl 36%, d=1,18 g/mL, necessária para preparar 2 L de HCl 0,1 M?
- Uma solução glicosada a 30% em massa tem densidade 1,8 g/mL, sendo que para sua elaboração foram utilizados 90g de glicose. Quanto de água foi utilizado e qual a concentração da solução?
- Qual a molaridade de uma solução que contém 1,96g de ácido sulfúrico diluídos em 20 mL de solução? (H=1u, S= 32u, O= 16u ).

## 5. VOLUMETRIA DE NEUTRALIZAÇÃO (TITULAÇÃO)

### Introdução

A teoria sobre ácidos e base é de grande importância, não só no estudo do equilíbrio químico, como também na resolução de problemas práticos. Uma das suas mais importantes aplicações e a determinação da quantidade de uma substância presente em uma solução, por meio de soluções reagentes adequadas cujas concentrações são exatamente conhecidas (padrões). Esta técnica é denominada de Volumetria de Neutralização, a *chamada titulação*, porque a reação que se verifica é denominada de neutralização.



Na reação de neutralização um mol de ácido reage com dois moles de base para formar sal e água.

A Volumetria de Neutralização compreende:

Acidimetria: que é a determinação da concentração de soluções ácidas por meio de soluções padrões de bases.

Alcalimetria: que é a determinação da concentração de soluções básicas por meio de soluções padrões de ácidos.

A solução reagente é adicionada até o ponto em que a quantidade de reagente adicionada seja equivalente à quantidade de substância que se analisa; este ponto denomina-se ponto de equivalência. A localização do ponto de equivalência é o problema fundamental de uma titulação. Esta localização é feita usando-se instrumentos apropriados ou, mais frequentemente, indicadores visuais e, neste caso, a titulação é chamada *volumétrica de neutralização*.

Os indicadores usados nessas titulações são conhecidos como indicadores ácido-base. São substâncias ácidas ou básicas fracas, que na forma molecular apresentam coloração diferente daquela que tem na forma iônica. A viragem de um indicador se dá em um intervalo de pH característico para cada substância usada como indicador.

Numa titulação é necessário escolher um indicador que tenha o ponto de viragem mais próximo possível do pH da solução quando alcançado o ponto de equivalência. Por exemplo, quando se titula um ácido fraco, o pH da solução no ponto de equivalência, situa-se na região básica, sendo, portanto necessário escolher um indicador que se apresente uma viragem da cor nessa região (fenolftaleína). Ao contrário, titulando-se uma base fraca obter-se-á uma solução cujo pH, no ponto de equivalência, é ácido, sendo necessário escolher um indicador cuja cor varie na região ácida da escala de pH (o vermelho de metila, por exemplo, cujo intervalo de pH é de 4,2 a 6,2).

No caso da titulação de um ácido forte com uma base forte, onde o salto de pH no ponto de equivalência seja bastante extenso, a escolha do indicador será menos crítica.

A escolha adequada do indicador a ser usado na titulação de um ácido ou de uma base é grandemente facilitada pelo condicionamento da curva de titulação do ácido ou da base, que fornece o pH da solução em função do volume de base ou ácido adicionado.

A curva de titulação pode ser obtida:

Teoricamente, calculando o pH da solução para sucessivas adições do titulante, através de desenvolvimento de expressões matemáticas rigorosas.

A partir de dados experimentais.

O estudo das curvas de titulação revela as melhores condições para a titulação indicando o erro que se comete se usar um indicador que não vira nas proximidades do ponto de equivalência.

### MATERIAIS

Materiais: Bureta de 50mL, Suporte para buretas, Erlenmeyer, Funil, Béquer de 100mL, Pipeta volumétrica adequada, Pipeta de 10mL

Reagentes: Hidróxido de sódio(NaOH), Ácido sulfúrico(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), Solução alcoólica de fenolftaleína, Solução padronizada de NaOH, Solução alcoólica de fenolftaleína(indicador), Vinagre(CH<sub>3</sub>COOH<sub>(aq)</sub>)

### Parte experimental

#### **1ª Experiência: Determinar a concentração de uma solução de hidróxido de sódio NaOH usando como padrão uma solução de ácido clorídrico H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5 mol/L**

Encha a bureta com NaOH (com auxílio de um funil) um pouco acima do traço que indica zero mL.

Deixe escoar a solução até que o menisco inferior coincida com a referência do zero mL. Não deixar bolhas de ar aderidas às paredes da bureta

Coloque em um béquer de 100mL uma pequena porção de solução de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5 mol/L (padrão) e com esta solução lave o béquer e uma pipeta volumétrica.

Despreze a solução de lavagem.

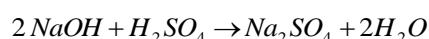
Pipete 10mL da solução de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> e coloque três gotas de solução alcoólica de fenolftaleína.

Agite.

Deixe escoar lentamente (gota a gota) a solução da bureta (NaOH) sobre a solução do erlenmeyer, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5, agitando sempre, até que persista uma coloração levemente rósea. Anote o volume de NaOH gasto na tabela abaixo.

Repita a titulação e anote na tabela os novos dados. **Os volumes de NaOH não devem diferir de mais de 0,1mL. Se as diferenças forem maiores, repita a titulação.**

Equação química da reação:



	1ª Titulação	2ª Titulação
Volume gasto da base		
Volume do ácido		
Normalidade do ácido		

Volume médio da base:

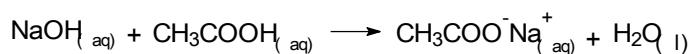
Normalidade da base:

Com os dados obtidos, calcule a Normalidade exata da solução de NaOH, usando a expressão:  $N_a V_a = N_b V_b$  onde  $V_a$  e  $N_a$  são, respectivamente, o volume e a normalidade do ácido e  $V_b$  e  $N_b$  são referentes à base.

2ª Experiência: Determinar a acidez do vinagre( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ), usando como padrão a solução de NaOH da experiência anterior.

Proceda de modo análogo à experiência anterior, utilizando 5mL de vinagre para as duas titulações. Complete o quadro abaixo

Equação química da reação:



	1ª Titulação	2ª Titulação
Volume gasto da base		
Volume de ácido		
Normalidade da base		

Volume médio da base:

Com os dado obtidos calcule a normalidade do vinagre, usando a expressão:

$$V_a N_a = V_b N_b$$

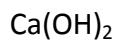
Normalidade do vinagre:

#### Questionário

- 1) Numa titulação quais são os erros que podem interferir nos resultados?
- 2) Cite algumas aplicações industriais da titulação.
- 3) Na neutralização de 200mL do resíduo de decapagem feita com  $\text{HNO}_3$  em uma fábrica de chapas de latão foi consumido 370 mL de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  – 0,5N. Pede-se a reação, a concentração em molaridade, e a massa do  $\text{HNO}_3$  no resíduo.
- 4) Titulou-se o ácido acético contido em 20mL de um vinagre comercial com NaOH 0,153N. Foram necessários 53,3mL da base para a neutralização completa do ácido. Qual a % do ácido acético no vinagre comercial?
- 5) Defina ácido e base.
- 6) Escreva a equação das reações:  
Hidróxido de potássio e ácido sulfúrico  
Hidróxido de sódio e ácido nítrico  
Carbonato de sódio e ácido sulfúrico  
Magnésio e ácido sulfúrico
- 7) Complete a tabela:

Nome do composto	Fórmula	Efeito na fenolftaleina
Ácido clorídrico		Não colore
	$\text{HNO}_3$	
Ácido sulfúrico		
	$\text{NaOH}$	Colore
Hidróxido de potássio		
Hidróxido de cálcio		

- 8) Qual é o equivalente grama dos seguintes ácidos e bases:



9) Escreva o nome e a fórmula da base e do ácido a partir dos quais foram obtidos os seguintes compostos. Escreva também a equação de formação balanceada:

- a) Nitrato de potássio ( $\text{KOH}$ )
- b) Sulfato de cálcio ( $\text{CaSO}_4$ )
- c) Cloreto de bário ( $\text{BaCl}_2$ )
- d) Brometo de sódio ( $\text{NaBr}$ )
- e) Iodeto de magnésio ( $\text{MgI}_2$ )

## 6. Determinação da alcalinidade e da acidez total da água

### Introdução

#### pH

É a medida da concentração de íons  $\text{H}_3\text{O}^+$  na água. O balanço dos íons hidrônio ( $\text{H}_3\text{O}^+$ ) e hidróxido ( $\text{OH}^-$ ) determina quão ácida ou básica ela é. Na água quimicamente pura os íons  $\text{H}_3\text{O}^+$  estão em equilíbrio com os íons  $\text{OH}^-$  e seu pH é neutro, ou seja, igual a 7. Os principais fatores que determinam o pH da água são o gás carbônico dissolvido e a alcalinidade. O pH das águas subterrâneas varia geralmente entre 5,5 e 8,5.

A medida do pH na água é importante principalmente devido a:

**Controle de corrosão:** As águas ácidas são corrosivas, atacando as paredes das tubulações, de modo que precisam ser corrigidas através da utilização de cal em doses adequadas;

**Processo de coagulação química:** as águas naturais turvas, quando tratadas com sulfato de alumínio coagulam melhor na faixa de pH compreendido entre 5,7 e 8,0. As águas altamente coradas, por sua vez, coagulam melhor numa faixa ácida, entre 4,4 e 6,0;

**Desinfecção das águas:** águas com pH menor que 7,2 são melhor desinfetadas que as que apresentam pH maior que 7,6;

**Tratamento biológico de esgotos e rejeitos industriais:** o pH deve ser cuidadosamente controlado, a fim de favorecer o crescimento de determinados micro-organismos envolvidos nos tratamentos.

### Alcalinidade

É a medida total das substâncias presentes numa água, capazes de neutralizarem ácidos. Em outras palavras, é a quantidade de substâncias presentes numa água, que atua como tampão. Se numa água quimicamente pura ( $\text{pH}=7$ ) for adicionada pequena quantidade de um ácido fraco seu pH mudará instantaneamente. Numa água com certa alcalinidade a adição de uma pequena quantidade de ácido fraco não provocará a elevação do pH, porque os íons presentes irão neutralizar o ácido. A alcalinidade é devida principalmente aos carbonatos e bicarbonatos e, secundariamente, aos íons hidróxidos, silicatos, boratos, fosfatos e amônia.

Alcalinidade total é a soma da alcalinidade produzida por todos estes íons presentes e é função da temperatura, pH e concentração de sólidos dissolvidos. Águas que percolam rochas calcárias (calcita =  $\text{CaCO}_3$ ) geralmente possuem alcalinidade elevada.

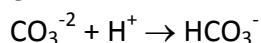
$\text{pH} > 9,4$	hidróxidos e carbonatos
$8,3 < \text{pH} < 9,4$	carbonatos e bicarbonatos
$4,4 < \text{pH} < 8,3$	apenas bicarbonatos

Granitos e gnaisses, rochas comuns em muitos estados brasileiros, possuem poucos minerais que contribuem para a alcalinidade das águas. A alcalinidade total de uma água é expressa em mg/L de  $\text{CaCO}_3$  e é importante quando relacionada à coagulação e abrandamento e prevenção da corrosão. Por exemplo, o sulfato de alumínio é um sal

ácido que adicionado à águas naturais, reage com compostos eventualmente presentes formando flocos, mas se a alcalinidade da água for baixa, a coagulação será insuficiente. A maioria das águas naturais apresenta alcalinidade entre 30 e 500 mg/L de CaCO<sub>3</sub> que é a unidade usada para expressar esta variável.

### **Princípio do método**

Uma solução de carbonato de sódio pode ser titulada até o estágio do hidrogenocarbonato (isto é, com um mol de íons hidrogênio) quando a reação líquida é:

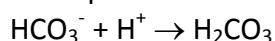


O ponto de equivalência do estágio primário de ionização do ácido carbônico está no pH = (1/2) (pK<sub>1</sub> + pK<sub>2</sub>) = 8,3, e então, o azul de timol e a fenolftaleína podem ser adotados para detectar o ponto final, ou até um indicador misto.

A solução de carbonato de sódio também pode ser titulada até que todo o ácido carbônico seja deslocado. A reação líquida é:



Atinge-se o mesmo ponto final na titulação de solução de hidrogenocarbonato de sódio pelo ácido clorídrico:



O ponto de equivalência pode ser deduzido a partir da constante de dissociação do ácido fraco e da concentração deste ácido, e é aproximadamente 3,8. Os indicadores apropriados são, portanto, o amarelo de metila, o metilorange, o vermelho-congo e o azul de bromofenol.

O seguinte procedimento consiste em usar uma alíquota da amostra, titulando lentamente com ácido clorídrico padrão, com fenolftaleína. O volume (V) corresponde à metade do carbonato. Outra alíquota de mesmo volume é então titulada pelo mesmo ácido padrão com o indicador metilorange (alaranjado de metila). O volume de ácido consumido (v) corresponde ao carbonato + hidrogenocarbonato. Conclui-se que: (2V) = carbonato e (v - 2V) = hidrogenocarbonato.

### **LIMITES E PRECAUÇÕES**

Mostram-se a seguir uma tabela contendo os indicadores utilizados nesse procedimento, suas faixas de aplicação e variações de cor.

Indicador	pH	Cor	pK <sub>In</sub>
Alaranjado de metila	3,1	levemente vermelha	3,7
	4,4	laranja-amarelada	
Vermelho de metila	4,2	vermelha	5,0
	6,3	amarela	
Fenolftaleína	8,3	incolor	9,6
	9,8	vermelha	

### **MATERIAIS**

Erlenmeyer de 250 mL, Pipeta volumétrica de 25 mL e de 100 mL, Pipeta graduada de 5mL, Bureta de 25 mL com escala de 1/10, Balão volumétrico de 1000 mL , Bécher de 250 mL, 600 mL, 1000 mL , Frascos de reagentes, Pissete com água desmineralizada, Agitador magnético

## REAGENTES

Solução de alaranjado de metila 0,05% p/v -  $[(\text{CH}_3)_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{N}:\text{N.C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{Na}]$

Solução de vermelho de metila 0,1% -  $[\text{HOOC.C}_6\text{H}_4\text{H:N.C}_6\text{H}_4\text{N}(\text{CH}_3)_2]$

Solução de fenolftaleína 0,5% p/v -  $[\text{C}_6\text{H}_4\text{COO.C(C}_6\text{H}_4\text{OH})_2]$

Solução de ácido clorídrico 0,02 Eq/L (HCl)

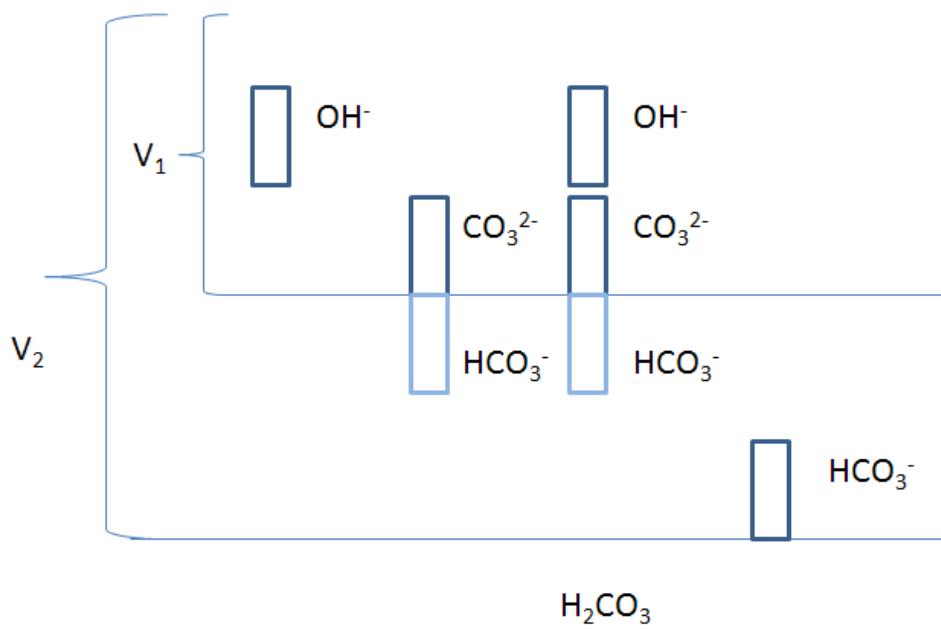
Solução de carbonato de sódio 0,02 Eq/L ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )

Solução de hidróxido de sódio 0,02 Eq/L (NaOH)

Solução de biftalato de potássio 0,02 Eq/L ( $\text{C}_6\text{H}_4\text{COOK.CO}_2\text{H}$ )

Tabela de cálculo

Anions presentes na amostra				Cálculos
Resultados	Hidróxido	Carbonato	Hidrogenocarbonato	
$V_1 = 0$			$V_2$	ppm $\text{HCO}_3^- = V_2$ .
$2V_1 < V_2$		$2V_1$	$V_2 - 2V_1$	ppm $\text{HCO}_3^- = (V_2 - 2V_1)$ . ppm $\text{CO}_3^{2-} = 2V_1$ .
$2V_1 = V_2$		$2V_1$		ppm $\text{CO}_3^{2-} = V_2$
$2V_1 > V_2$	$2V_1 - V_2$	$2(V_2 - V_1)$		ppm $\text{CO}_3^{2-} = 2(V_2 - V_1)$ ppm $\text{OH}^- = (2V_1 - V_2)$
$V_1 = V_2$	$V_1$			ppm $\text{OH}^- = V_2$
$V_1 = V_2 = 0$				---



## PROCEDIMENTO

### Parte experimental

**Experiência 1 – Determinação da alcalinidade de uma água pelo método do metilorange**

Pipetar 100mL da amostra de água, transferir para erlenmeyer de 250 mL e juntar 3 gotas de fenolftaleína;

Fazer prova em branco colocando em outro erlenmeyer 100 mL de água destilada e 3 gotas de fenolftaleína;

Se a amostra ficar vermelha após a adição de fenolftaleína titular com  $H_2SO_4$  0,02 N até o descoramento do indicador. Anote o volume gasto como  $v_1$ .

Adicionar a cada frasco 3 gotas de metilorange.

Adicionar à prova em branco 1 gota de  $H_2SO_4$  0,02 N. A coloração vermelho alaranjada desenvolvida servirá de padrão.

Se a amostra de água estiver amarela, continuar a titulação com  $H_2SO_4$  0,02 N até que a coloração fique igual a da prova em branco,

Anotar o volume gasto como  $v_2$ .

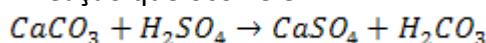
Calcular a alcalinidade da amostra.

#### Cálculos:

Espécies iônicas e alcalinidade correspondente:

#### Alcalinidade total, como carbonato de cálcio.

A reação que ocorre é:



A relação é de um equivalente grama de carbonato de cálcio para um equivalente grama de ácido sulfúrico.

$$V_1N_1 = V_2N_2 \quad N_1 = \frac{V_2N_2}{V_1} = \frac{V_2 \times 0,02}{100}$$

O equivalente grama do carbonato de cálcio é 50g ou 50000 mg. ppm é mg/L.

Lembrando que normalidade "N" é equivalentes gramas por litro, podemos escrever:

$$\text{ppm } CaCO_3 = \frac{V_2 \times 0,02 \times 50000}{100} \quad \text{ppm } CaCO_3 = V_2 \times 10$$

$$\text{ppm } CaCO_3 = v_2 \times 10$$

#### Especies iônicas e alcalinidade correspondente

a) Se  $v_1 = v_2$  a alcalinidade será devida apenas a  $OH^-$ :

$$\text{ppm } OH^- (\text{em termos de } CaCO_3) = v_1 \times 10$$

b) Se  $v_1 > \frac{1}{2} v_2$  tem-se  $OH^-$  e  $CO_3^{2-}$ , e as alcalinidades serão:

$$\text{ppm } OH^- (\text{em termos de } CaCO_3) = (2v_1 - v_2) \times 10$$

$$\text{ppm de } CO_3^{2-} (\text{em termos de } CaCO_3) = 2(v_2 - v_1) \times 10$$

c) Se  $v_1 = \frac{1}{2} v_2$  tem-se somente  $CO_3^{2-}$ , e a alcalinidade será:

$$\text{ppm} = v_2 \times 10 \text{ (em termos de } CaCO_3)$$

d) Se  $v_1 < \frac{1}{2} v_2$  tem-se  $HCO_3^-$  e  $CO_3^{2-}$ , e a alcalinidade será:

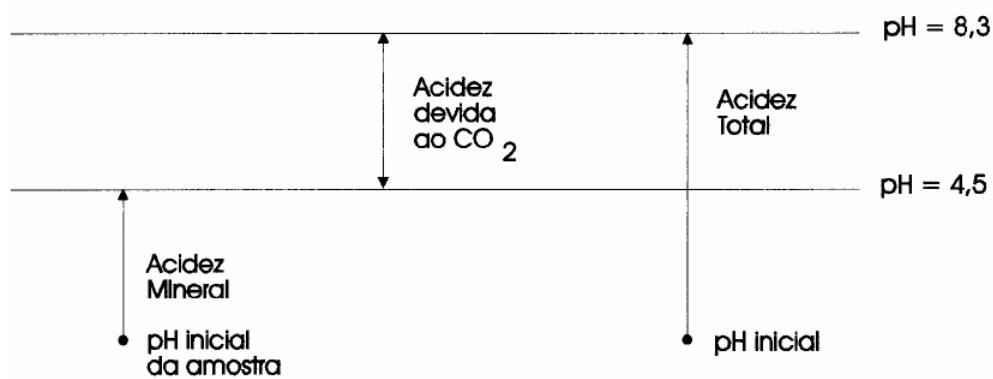
$$\text{ppm de } \text{CO}_3^{2-} (\text{em termos de CaCO}_3) = 2 v_1 \times 10$$

$$\text{ppm de } \text{HCO}_3^- (\text{em termos de CaCO}_3) = (v_2 - 2 v_1) \times 10$$

e) Se  $v_1 = 0$  (isto é, se a amostra não se tinge de vermelho pelo uso de fenolftaleína) teremos apenas  $\text{HCO}_3^-$  e a alcalinidade será:

$$\text{ppm de } \text{HCO}_3^- (\text{em termos de CaCO}_3) = v_2 \times 10$$

### Experiência II – Determinação da acidez total de uma água



Pipetar 100 mL da amostra, transferir para um erlenmeyer de 250 mL e adicionar 3 gotas de fenolftaleína, como indicador,

Titular com NaOH 0,02N, até o primeiro aparecimento de coloração rósea persistente,  
Anotar o volume de NaOH 0,02N gasto e calcular a acidez.

### Cálculo

$$\text{ppm de acidez (em termos de CaCO}_3) = \text{volume gasto de NaOH 0,02N} \times 10$$

### Experiência III – Determinação da acidez carbônica das águas

Determinar a acidez total da água,

Pipetar 100 mL da amostra, transferir para um erlenmeyer de 250 mL e fervor por exatamente 3 min,

Após isto, retirar do aquecimento e deixar esfriar sem agitar. Cobrir com vidro de relógio.

Após frio, adicionar 3 gotas de fenolftaleína, caso a amostra se colora de rosa ou vermelho, considerar a análise concluída e a acidez total é igual à carbônica, se a amostra permanecer incolor após a adição de fenolftaleína, titular com NaOH 0,02N até coloração rósea.

Calcular a acidez carbônica

### Cálculo

ppm acidez carbônica (em termos de CaCO<sub>3</sub>) = (Volume de NaOH 0,02N gasto na determinação da acidez total – Volume de NaOH gasto na determinação da acidez carbônica) x 10

### Questionário

1) Na determinação dos componentes da alcalinidade de uma amostra de água, através da titulação de 100 mL de amostra com H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,01 mol/L, foram obtidos os seguintes resultados:

pH inicial da amostra: 9,5

volume gasto de ácido até pH = 8,3: 6,3 mL

volume gasto de ácido até pH = 4,5: 8,4 mL

Calcular as alcalinidades de carbonatos, bicarbonatos e hidróxidos da amostra.

## 7. Medida da turbidez e cor da água

### Introdução

#### Turbidez

Turbidez em termos práticos é a redução da transparência da água devido à presença de matéria em suspensão. As partículas em suspensão dispersas nas águas tem origem na degradação mecânica ou na transformação química ou biológica dos materiais ( argila, iodo, limo e placton ) e possuem conformação e tamanhos diferentes entre si, com tamanho oscilando entre 0.01 a 100 microns.

Em equilíbrio com esses materiais particulados encontram-se substâncias dissolvidas, causadoras da cor. Em geral o aumento de sólidos em suspensão aumenta a cor de águas.

As partículas em suspensão na água se encontram em constante mobilidade devido a : turbulência, correntes de convecção no líquido e a repulsão de cargas elétricas presentes na superfície das partículas.

Esta mobilidade mantém as partículas em equilíbrio dinâmico, com as partículas menores tendendo a permanecer em suspensão e as maiores a sedimentar lentamente.

A turbidez é avaliada a partir da medida da quantidade de luz refletida, dando a ordem de grandeza dos sólidos em suspensão na amostra, mas não pode ser associada de imediato a quantidade de sólidos.

#### Aspectos estéticos e sanitários.

A turbidez das águas foi por muito tempo, considerada apenas como parâmetro estético causador de rejeição do consumidor.

Contudo estatísticas foram realizadas em diversas cidades e os dados quantificados entre concentração de cloro residual livre, número de coliformes fecais, casos de hepatite e poliomielite em função da turbidez da água, mostraram haver correlação entre turbidez e a eficácia da desinfecção da água.

Comprovando-se desta maneira a presença de coliformes fecais em águas tratadas e com turbidez maior que 1 NTU, mesmo com residual de cloro entre 0,5 e 0,8 mg/l.

Embora a legislação classifique como exigência para água potável uma turbidez de até 5 NTU, é recomendável e desejável atingir um valor máximo de 1 NTU.

Existe ainda a hipótese de que as partículas em suspensão ocluem os microorganismos, protegendo-os da ação dos oxidantes de desinfecção.

#### Turbidimetria

Com a evolução dos recursos tecnológicos, que possibilitam o desenvolvimento de instrumentos de alta precisão e sensibilidade, foi possível entender a importância do controle da turbidez.

#### Princípio.

Entende-se por nefelometria a medida da quantidade de material sólido suspenso, a partir da luz dispersa ( usualmente ) num ângulo de 90° em relação a um feixe de luz incidente ( é comum também o uso da medição num ângulo de 45° em relação a vertical ).

Nefelômetro é o instrumento que realiza essa medida, construído basicamente por uma fonte luminosa, cubeta de amostra e fotodetector, instalado em angulo de 45° ou 90° em relação a fonte de luz.

Devido ao angulo em que é medida a luz, o fotodetector é excitado praticamente só pela luz refletida pelas partículas em suspensão.

Qualquer equipamento que parte deste princípio "medição de luz refletida pode ser usado em nefelometria".

Existem vários tipos de nefelômetros com concepções construtivas diferentes, ainda que baseados na intensidade de luz refletida. O uso de instrumentos com concepções construtivas não padronizadas leva a medições diferentes entre um equipamento e outro, impedindo o correlacionamento de resultados.

Exercem influência decisiva nas características fotométricas do nefelômetro:

- - A posição angular da fonte de luz em relação ao fotodetector.
- - A intensidade e comprimento de onda da fonte de luz.
- - A distância entre o centro da cubeta de amostra à fonte de luz e ao detetor.
- - A interferência proveniente da reflexão de luz nas paredes do porta-cubeta e das cubetas.
- Calibração com diferentes tipos de padrões sólidos ou suspensões com meio líquido com índices de refração diferentes, alem de partículas de conformação distintas.

As medidas nefelométricas gozam das seguintes propriedades:

- - Elevada sensibilidade para baixa turbidez.
- - Sinal nulo para valor de turbidez nulo.
- - Resposta direta o sinal cresce com o aumento da turbidez.
- - Resposta linear para baixos valores de turbidez, com possibilidade de linearização para valores maiores.
- - Cor dissolvida não é registrada como turbidez, contudo pode gerar medições errôneas, " erro negativo ".

### **Normas de padronização.**

As exigências cada vez maiores no tratamento de águas, levaram os índices de medidas de turbidez a valores de 5 NTU. Esse fato somado a pouca sensibilidade à cor dissolvida selecionam o método nefelométrico como o mais preciso para as medidas de turbidez. Visando uniformizar os equipamentos nefelométricos, tornando suas leituras compatíveis entre si foram adotadas as Seguintes Normas Técnicas: ISSO 7027, APHA/AWWA 163 A, e Cetesb L. 5156 que resumimos a seguir:

#### **Fonte de Luz.**

Lâmpada de filamento de tungstênio, operando entre 2200K a 3000K.

#### **Distância atravessada pela luz incidente**

Total não deve exceder 10 cm.

#### **Ângulo de luz recebida pelo detetor.**

Centrado a 90° em relação ao raio incidente e não excedendo a 30° além dos 90°.

#### **Pico de medida.**

Detetor e o sistema de filtro, se houver, deve ter pico de resposta entre 400 a 600 nm.

#### **Unidade de medida NTU.**

A partir da 13° edição do Standard Methods for the examination of water and waste water editada em 1971 foi estabelecida uma normalização para correlacionar as medidas de turbidez.

A norma definiu características do nefelômetro e do padrão primário que permitem expressar em NTU ( Nefelometric Turbidity Unit ) a turbidez de uma solução.

Definiu-se 1 NTU como sendo a medida fotométrica de feixe de luz refletida a 90° por uma suspensão de 1 mg/l de formazina em nefelômetro que siga as normas ISSO 7027, APHA/AWWA 163 A, e CETESB L. 5156.

#### **Cor:**

A água dos rios apresenta diferentes colorações, pode ser amarelada, por influência de materiais como folhas e detritos orgânicos, podendo ficar escura ou negra, quando atravessa áreas de vegetação densa, como no caso do Rio Negro, na Amazônia. É preciso percorrer a margem do rio para saber se a sua coloração não é proveniente de despejos industriais, como curtumes, tecelagens, tinturarias e esgotos domésticos.

A cor de uma água é consequência de substâncias dissolvidas. Quando pura, e em grandes volumes, a água é azulada. Quando rica em ferro, é arroxeadas. Quando rica em manganês, é negra e, quando rica em ácidos húmicos, é amarelada. A medida da cor de uma água é feita pela comparação com soluções conhecidas de platina-cobalto ou com discos de vidro corados calibrados com a solução de platina-cobalto. Uma unidade de cor corresponde àquela produzida por 1mg/L de platina, na forma de íon cloroplatinado. Especial cuidado deve ser tomado na anotação do pH em que foi realizada a medida, pois sua intensidade aumenta com o pH. Da mesma forma a cor é influenciada por matérias sólidas em suspensão (turbidez), que devem ser eliminadas antes da medida. Para águas relativamente límpidas a determinação pode ser feita sem a preocupação com a turbidez. Neste caso a cor obtida é referida como sendo aparente.

Em geral as águas subterrâneas apresentam valores de cor inferiores a 5mg de platina. Para ser potável uma água não deve apresentar nenhuma cor de considerável intensidade. Segundo a OMS o índice máximo permitido deve ser 20mg Pt/L.

#### **Parte experimental**

##### **Experimento 1 – Turbidez**

###### **Reagentes:**

Água isenta de turbidez: passar a água destilada através de uma membrana filtrante, tendo no máximo poros de 100 m $\mu$ . Testar esta água e a destilada. Usar a que apresentar menor turbidez.

Suspensão padrão: Adicionar 5 g de caolim a 1 L de água destilada, agitar vigorosamente e deixar decantar por 24h. Remover o sobrenadante sem tocar o resíduo. Determinar a turbidez. Diluir porções da suspensão para a turbidez desejada, testando todas acima de 25 NTU. As suspensões padrão podem ser preservadas pela adição de 1 g de cloreto de mercúrio a 1 L da suspensão. Devem ser agitadas antes de cada leitura e devem ser testadas pelo menos uma vez por mês. Suspensões com turbidez menor que 25 NTU não podem ser estocadas.

###### **Procedimento experimental**

Turbidez de 25 a 1000 NTU

Colocar a amostra no frasco apropriado e medir a turbidez.

Turbidez=

Turbidez excedendo 1000 NTU

Diluir a amostra com um ou mais volumes de água isenta de turbidez até que esta caia abaixo de 1000 NTU.

Turbidez=

Turbidez entre 5 e 100 NTU

Preparar uma curva de padrões de 5, 10, 20, 50, 80 e 100 NTU. Efetuar a leitura da curva. Medir três alíquotas da amostra. Interpolar na curva, tirar a média e expressar o resultado.

### **Interpretação dos resultados**

As leituras de turbidez são anotadas de acordo com a seguinte tabela:

Faixa de turbidez	Levar ao mais perto
0-1	0,1
1-10	1
10-100	5
100-400	10
400-700	50
Acima de 700	100

### **Experimento 2 – Cor**

Reagentes:

O cloroplatinato de potássio,  $K_2PtCl_6$  é um reagente muito caro e deve ser usado com cuidado e moderação.

Solução padrão de cor:

Dissolver 1,246 g de cloroplatinato de potássio,  $K_2PtCl_6$  (equivalente a 0,5 g de platina metálica) e 1 g de cloreto cobaltoso  $CoCl_2 \cdot 6H_2O$  (equivalente a cerca de 0,25 g de cobalto metálico) em água destilada com 100 mL de ácido clorídrico concentrado e diluir para 1 L.

Esta solução estoque tem cor de 500 unidades.

Preparo de padrões:

Preparar padrões tendo cores 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 60 e 70, por diluições da solução padrão de cor:

Unidade de cor	mL do estoque para 50 mL da solução diluída	Unidade de cor	mL do estoque para 50 mL da solução diluída
0	0,0	35	3,5
5	1,5	40	4,0
10	1,0	45	4,5
15	1,5	50	5
20	2,0	60	6
25	2,5	70	7
30	3,0	*	

Proteger estes padrões contra a evaporação e contaminação com rolhas, quando não estiverem em uso.

#### Cloreto de cálcio:

Dissolver 300 g de cloreto de cálcio dihidratado completando com água destilada.

Filtrar.

1 mL = 0,6 g de  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

#### Procedimento experimental

Medir a cor. Esta será a cor aparente se a água tem turbidez e esta não tiver sido removida.

Para determinar a cor verdadeira, se a turbidez estiver presente, levar a amostra a centrifuga até que o sobrenadante esteja claro. O tempo requerido para a centrifugação e a velocidade de rotação dependerá da natureza da água, mas raramente será necessário mais que 1 h.

Se necessário usar cloreto de cálcio, transferir 100 mL da amostra(ou alíquotas diluídas de 100 mL quando a cor exceder 50 unidades) para bêquer apropriado. Adicionar 1 mL de cloreto de cálcio. Agitar e centrifugar até que a turbidez tenha desaparecido.

Se a cor exceder 70 unidades, diluir a amostra com água destilada em proporções conhecidas até que a cor caia dentro da faixa dos padrões.

Medir o pH da amostra.

#### Cálculo

Calcular a cor pela seguinte expressão:

$$\text{Unidade de cor} = \frac{A * 50}{B}$$

A= cor da amostra diluída e B = mL da amostra tomado para diluição.

A cor é anotadas de acordo com a seguinte tabela:

Faixa de cor	Levar ao mais perto
1-50	1
51-100	5
101-250	10
201-500	20

#### Questionário

1. Assinale a alternativa correta:

- a) As partículas que produzem cor nas águas influenciam na passagem da luz, as que provocam turbidez, não.
- b) A cor é produzida por sólidos dissolvidos na água, principalmente em estado coloidal, a turbidez é provocada por sólidos em suspensão.
- c) As partículas que produzem cor nas águas causam absorção e espalhamento da luz; as partículas que provocam turbidez, só provocam absorção da luz.
- d) As partículas em suspensão desviam o feixe de luz incidente apenas segundo um ângulo de 90°, as dissolvidas desviam a luz em várias direções diferentes.
- e) n.d.a.

2. Assinale a alternativa correta:

- a) A cor real é provocada apenas por sólidos dissolvidos, enquanto que a cor aparente é influenciada pela presença de sólidos em suspensão na água.
  - b) A cor real é sempre maior que a cor aparente.
  - c) A cor real é sempre menor que a cor aparente.
  - d) Cor real e cor aparente são parâmetros independentes, não se relacionando entre si.
  - e) n.d.a.
- 3) Os parâmetros cor e turbidez possuem maior utilidade nos controles de:
- a) Estações de tratamento de água para abastecimento e estações de tratamento de esgotos
  - b) Poluição de águas naturais e estações de tratamento de água para abastecimento
  - c) Poluição de águas naturais e estações de tratamento de esgotos
  - d) Estações de tratamento de esgotos e estações de tratamento de efluentes industriais
  - e) Poluição de águas subterrâneas e estações de tratamento de efluentes industriais

## 8. Determinação do Oxigênio Dissolvido em Amostras de Águas Naturais

### Introdução

Todos os organismos vivos dependem de uma forma ou de outra do oxigênio para manter os processos metabólicos de produção de energia e reprodução. O oxigênio é muito solúvel em água variando a solubilidade entre 14,6 mg/L a 0°C até 7,6 mg/L a 30°C, dependendo da pressão e dos sais dissolvidos. Em águas poluídas a concentração de oxigênio é menor que em águas naturais.

Nos corpos de água a medida de OD é vital para manutenção das condições oxidantes (aeróbicas) para degradar matéria orgânica e para manter, por exemplo, o fósforo no sedimento dos lagos e reservatórios.

Temperatura °C	Oxigênio dissolvido	Temperatura °C	Oxigênio dissolvido	Temperatura °C	Oxigênio dissolvido
1	14.62	11	11.08	21	8.99
2	14.23	12	10.83	22	8.83
3	13.84	13	10.6	23	8.68
4	13.13	14	10.37	24	8.55
5	12.8	15	10.15	25	8.38
6	12.48	16	9.95	26	8.22
7	12.17	17	9.74	27	8.07
8	11.87	18	9.54	28	7.92
9	11.59	19	9.35	29	7.77
10	11.33	20	9.17	30	7.63

### Demanda química de oxigênio (DQO)

A demanda química mede a quantidade de material passível de oxidação. É importante porque a oxidação química não está sujeita a tantas variáveis quanto a oxidação biológica; na substâncias de substâncias muito tóxicas a oxidação química pode ser a única forma de determinar a quantidade de material orgânico. A medida é feita através da medida de dicromato de potássio oxidado pela amostra após digestão com ácido sulfúrico.

### Demanda bioquímica de oxigênio (DBO)

A demanda bioquímica de oxigênio é definida como a quantidade de oxigênio requerida pelos microorganismos aeróbicos para estabilizar a matéria orgânica biodegradável proveniente de despejo doméstico, industrial, efluentes, estações de tratamento, água poluída, e outros. A matéria orgânica biodegradável serve como fonte de energia e alimento para os microorganismos que a decompõem. O teste DBO mede a matéria orgânica decomponível e dá, portanto uma medida da poluição característica. Assim o teste serve como medida da carga orgânica (biodegradável poluidora); para a verificação do grau de auto-depuração dos cursos de água; controle do processo de tratamento da matéria orgânica. A medida pode ser feita através da comparação do DQO antes e depois da incubação.

### Princípio do método

O método é indireto. Adiciona-se a amostra sulfato manganoso e em seguida, iodeto de potássio em meio fortemente alcalino de hidróxido de sódio. O sulfato manganoso reage com o hidróxido de sódio produzindo um precipitado flocoso de hidróxido manganoso. O precipitado de hidróxido manganoso é disperso uniformemente na amostra por agitação do frasco fechado, e o oxigênio dissolvido oxida rapidamente uma quantidade equivalente de manganês à hidróxidos básicos de estados de oxidação mais altos, de coloração marrom. Quando a solução é acidificada, o precipitado é dissolvido e se forma sulfato mangânico que reage com iodeto liberando iodo ( $I_2$ ) em quantidade equivalente à quantidade original de oxigênio na amostra. O iodo liberado é titulado com tiossulfato de sódio.

### Parte experimental

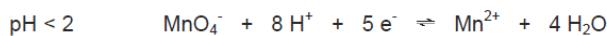
Objetivo: Determinar o teor de  $O_2$  dissolvido nas águas, pelo método de Wingler (modificado) a fim de decidir sobre sua utilização adequada, ou sobre os métodos de tratamento da mesma.

Aparelhagem: frascos de 250 mL de rolha esmerilhada, pipetas graduadas de 1 a 1º mL, bureta de 25 mL; pipeta volumétrica de 50 mL, erlenmeter de 250 mL, balão volumétrico de 1 L.

Reagentes:  $H_2SO_4$  concentrado,  $KMnO_4$  0,2N,  $Na_2C_2O_4$  0,2N,  $MnSO_4$  480 g/L, iodeto alcalino (500g de NaOH + 150 g de KI +  $H_2O$  até 1 L), solução de amido a 1%, solução de  $Na_2S_2O_3$  N/160.

### Procedimento

- 1) Encher até os bordos, evitando borbulhamento, um frasco de 250 mL de capacidade, de rolha esmerilhada e chanfrada, com a água em estudo,
- 2) Adicionar imediatamente 0,7 mL de  $H_2SO_4$  concentrado e 1 mL de  $KMnO_4$  0,2N, por meio de pipetas, mergulhando a ponta das mesmas até o fundo do frasco.



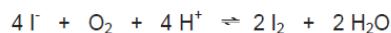
- 3) Fechar o frasco e homogeneizar o conjunto, por inversões sucessivas, evitando que fiquem bolhas de ar no interior,
- 4) Se a cor desaparecer dentro de 20 min (o que indica muita matéria reagindo), adicionar mais 1 mL de  $KMnO_4$  0,2N e, se ainda não for suficiente, utilize solução de  $KMnO_4$  mais concentrada,
- 5) Após 20 min adicionar 1 mL de  $Na_2C_2O_4$  0,2N, fechar o frasco e homogeneizar como anteriormente descrito,



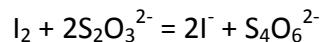
- 6) Após o descoloramento adicionar 1 mL de sulfato manganoso e 3 mL da solução alcalina de iodeto de sódio,



- 7) Fechar novamente o frasco (evitando bolhas de ar) e agitar o conjunto, deixando precipitar, agitar e deixar em repouso para nova precipitação,  
 8) Adicionar 1 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado, fechar rapidamente o frasco e agitar até dissolução do precipitado, (em meio ácido o iodeto é oxidado pelo oxigênio).



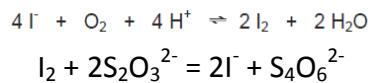
- 9) Deixar em repouso por um mínimo de 5 min, pipetar 50 mL da solução amostra e transferir para erlenmeyer de 250 mL,  
 10) Titular com Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> N/160 até coloração amarela pálida,



- 11) Adicionar 1 mL de amido 1% e prosseguir a titulação até o desaparecimento da coloração azul,  
 12) Calcular a quantidade de oxigênio dissolvido.

### Cálculos

O equivalente do Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> é 160g e do O<sub>2</sub> 8g. Observando-se as equações:



Percebe-se que 1 equivalente de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> corresponde a  $\frac{1}{2}$  equivalente de O<sub>2</sub>. Como foram utilizados 250 mL da amostra é possível calcular:

$$V_{Na_2S_2O_3} N_{Na_2S_2O_3} = \frac{1}{2} V_{O_2} N_{O_2} \quad V_{Na_2S_2O_3} \times \frac{160000}{160} = \frac{250 \times 8}{2} \frac{mg_{O_2}}{L}$$

1 mL de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> N/160 = 1 ppm de O<sub>2</sub> dissolvido

### Questionário

- 1) O oxigênio é um dos gases presentes na atmosfera, a altitude do local onde foi coletada a amostra influencia no OD?
- 2) Se houver ânions e cátions dissolvidos na água, eles influenciam no OD?
- 3) A temperatura influencia na OD? Como você justificaria se, em um mesmo local, uma amostra de água fosse retirada de manhã (temperatura baixa) resultasse em OD diferente daquela retirada em pleno sol quente (temperatura mais elevada). Qual deveria conter mais OD?
- 4) Por quê OD é importante para qualificar águas superficiais?
- 5) Qual a relação entre OD e DBO?

- 6) Analise e justifique o fato: Em uma coleta de água feita às 16:00 hs o OD de um rio mostrou ser de 8 mg/L e, no mesmo rio, uma coleta feita às 24:00 hs o OD deste rio mostrou ser de 2 mg/L.
- 7) Em condições normais de pressão e temperatura (1 atm e 25°C), quais a quantidade máxima de O<sub>2</sub> dissolvido que a água deve ter?

## 9. Determinação de oxigênio Consumido ( OC )

### Objetivo:

Determinar a quantidade de oxigênio consumido ( OC ), em função da matéria orgânica existente na água, informativo do grau de poluição.

### Introdução

A determinação de OC fornece a quantidade de material orgânico que é oxidável, usando como agente oxidante o  $\text{KMnO}_4$  ( permanganato de potássio ) em meio ácido. O conhecimento do OC é muito importante para definir a qualidade da água, o processo de tratamento dessa água e o desenvolvimento de microorganismos na unidade de tratamento.

Neste procedimento é usado uma mistura sulfo-permangânica,  $\text{KMnO}_4/\text{H}_2\text{SO}_4$ , visto que o íon  $\text{MnO}_4^-$  oxida a matéria orgânica presente na água e não o íon sulfato,  $\text{SO}_4^{2-}$  usado na análise, portanto, não interferindo no resultado.

Durante o processo da titulação o excesso de permanganato usado a quente é para se ter a certeza de que todo o material oxidável vai reagir.

A adição de agente redutor, o oxalato de sódio em quantidade estequiométrica ao permanganato reage com o excesso de permanganato e a sobra de oxalato será titulado com o permanganato de potássio 0,0125N. O volume gasto na titulação será igual ao consumido pela amostra.

### Parte Experimental

1º) Pipetar 100 mL da amostra e transferir para o erlenmeyer de 250 mL.

2º) Adicionar de ácido sulfúrico 1:3 e da 10 mL de permanganato de potássio 0,0025N.

3º) Em outro erlenmeyer, colocar 10 mL de água destilada, 10 mL de ácido sulfúrico 1:3 e, através de uma bureta, 10 mL de permanganato 0,0125N (é a prova em branco).

4º) Colocar os dois erlenmeyer em digestão no banho Maria por meia hora, tendo o cuidado de que a água do banho esteja sempre acima do nível das soluções nos frascos. Caso o permanganato usado na amostra descore, repita a digestão, usando uma maior quantidade de permanganato.

5º) Adicionar por meio de uma bureta, 10 mL de oxalato de sódio 0,0125N a cada frasco. As soluções se tornarão incolores.

6º) Titular, em seguida, com uma solução de  $\text{KMnO}_4$  0,0125N, até que a primeira cor rosa permanente seja obtida. Anotar o volume gasto em cada caso.

7º) Calcular o teor de oxigênio consumido ( OD ).

### Cálculo

$$\text{OD} = [( \text{K-N} ) - ( \text{k-n} )] \cdot 100 / \text{volume da amostra}$$

K = volume de  $\text{KMnO}_4$ , gasto na amostra, incluindo o adicionado antes da digestão.

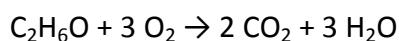
N = volume de oxalato adicionado à amostra.

k = volume de  $\text{KMnO}_4$ , gasto na prova em branco.

n = volume de oxalato gasto no branco.

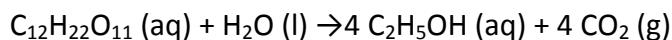
### Questionário

- 1) Dada a seguinte reação de combustão do etanol:



De acordo com a estequiometria da reação, 10g de etanol reagem com certa massa de oxigênio, produzindo 19g de gás carbônico e 12g de água. Qual a massa de oxigênio consumida para reagir completamente com todo o álcool?

- 2) O etanol é obtido da sacarose por fermentação conforme a equação:



Determine a massa de etanol obtida pela fermentação de 171g de sacarose. As massas molares da sacarose e do etanol são, respectivamente, 342 g e 46 g.

- 3) Hidrogênio reage com oxigênio na proporção 1: 8, em massa, para formar água. A partir da reação descrita. Completando com valores, em gramas, os espaços preenchidos com X, Y e Z na tabela a seguir.

Sistema	Hidrogênio	+ Oxigênio	→ Água	+ Excesso
I.	5g	32g	X	Y
II.	7g	Z	63g	4g

## 10. Determinação de cromato em água( método titulométrico)

### **Introdução**

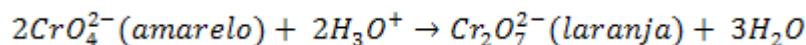
As concentrações de cromo em água doce são baixas, normalmente inferiores a 1 µg/l. É comumente utilizado em aplicações industriais e domésticas, como na produção de alumínio anodizado, aço inoxidável, tintas, pigmentos, explosivos e papel fotografia. Cromo trivalente é elemento essencial para os homens e os animais. Tem função biológica com os complexos organo-metálicos envolvidos na síntese de insulina e no controle dos índices de colesterol e de triglicérides no sangue. Ocorrem principalmente nos ovos, laticínios, temperos, carnes, peixes e cereais. A porção diária para animais e homens é de 50-200 mg. Um adulto contém cerca de 6 mg de cromo. O cromo é absorvido no ambiente gastrintestinal em porcentagem baixa; o cromo (VI) é absorvido preferencialmente ao cromo (III), mas é biologicamente inativo como elemento essencial. Nas águas, o cromo ocorre em solução como Cr (VI), podendo causar deficiências que podem e devem ser combatidas com dietas balanceadas ou por via profilática.

O excesso de cromo é tóxico e no caso particular do cromo (VI) pode ser mutagênico a nível celular, com o cromo podendo reagir com o DNA, induzindo erros “de leitura” durante a duplicação da cadeia nucleotídica do ácido nucleico. A exposição a pós de cromo pode ser responsável de patologias de tumores no pulmão.

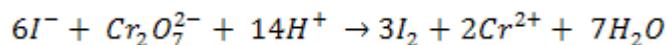
Objetivo: Determinar o teor de cromato em águas

### **Parte Experimental**

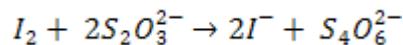
- 1) Medir 100 mL da amostra em proveta e transferir para erlenmeyer,
- 2) Adicionar 10 mL da solução HCl 1:1,



- 4) Adicionar 1 ou 2 g de cristais de iodeto de potássio, agitar para dissolver,



- 5) Titular a amostra com solução de tiossulfato de sódio até que a cor da solução se torne amarelo bem clara,

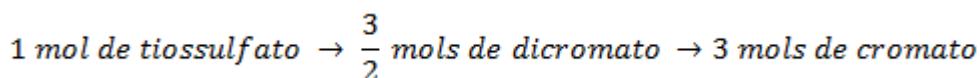


- 5) Adicionar 2 a 3 mL da solução de amido e continuar a titulação até que a cor escura, originada do amido desapareça,
- 6) Calcular o teor de cromato.

### C . Cálculo

Pode ser feito usando um dos seguintes procedimentos:

Por mri das reações apresentadas é possível perceber que 2 mols de tiosulfato reagem com 1 mol de iodo ( $I_2$ ). Na reação anterior vemos que 3 mols de  $I_2$  são produzidos a partir de 1 mol de dicromato. Na primeira reação percebemos que 1 mol de dicromato corresponde a 3 mols de cromato.



Assim 1 mol de tiosulfato (158,1077g) correspondem a 3 mols de cromato (161,9732g). Lembrando que ppm é mg/L é necessário transformar as massas para miligramas.

Lembrando também que molaridade= (número de mols)/L e que (número de mols)=(massa usada)/(massa molecular) concluímos que, tendo em vista que o tiosulfato usado é 0,025M:

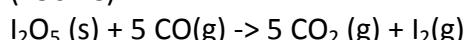
$$0,025 \times v_2 = 3 \times \frac{m_{usada}}{161,9732} \times 100 \quad m_{usada} = 0,013498 \text{ (g)}v_2 = 13,5 \text{ (mg)}v_2$$

1 ppm de  $Na_2CrO_4$  (em Cr)= 13,5 x volume (mL) da solução titulante

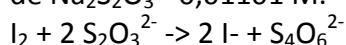
A seguir fazer a relação do número de equivalentes de cromo que reage na titulação com o tiosulfato.

### Questionário

- 1) 0,195g de um metal bivalente foram dissolvidos em 10 mL de ácido sulfúrico 0,50 molar. O excesso de ácido foi neutralizado por 16 mL de hidróxido de potássio 0,25 molar. Calcule a massa atômica do metal.
- 2) O monóxido de carbono contido em 20,30 mL de uma amostra de gás foi convertido em  $CO_2$  fazendo o gás passar por um leito de pentóxido de iodo aquecido (150 °C)



O iodo destilado a esta temperatura é recolhido num absorvente que continha 8,25 mL de  $Na_2S_2O_3^{2-}$  0,01101 M.



O excesso de  $Na_2S_2O_3$  titula-se por retorno com 2,16 mL de uma solução 0,00947 M de  $I_2$ . Calcule a massa de CO por litro de amostra.

## 11. Análise de cloreto utilizando indicador (Titulação)

### Introdução

Muitos processos relativos à água ou soluções líquidas envolvem solutos, que estão presentes em partículas tão pequenas, que podem ser consideradas em dimensão molecular ( $10^{-8}$  cm), que não refletem a luz. Dispersões coloidais são mistura contendo em suspensão partículas cujo diâmetro é da ordem de  $10$  a  $10^3$  Å. Esta faixa de tamanho de partículas coloidais é tal que podem não ser visíveis em um microscópio comum, mas tem dimensão suficiente para dispersar a luz.

Partículas coloidais suspensas no ar permitem que um feixe de luz seja visível, durante a noite. Quando a luz atravessa a mistura um feixe opaco é observado. O mesmo ocorre em minerais como a opala, na qual, um mineral está disperso em outro. A cor azul do céu durante o dia, em parte é devida à dispersão da luz do sol, por partículas de dimensões coloidais na atmosfera. A elevada concentração destas partículas permite a observação de um bonito por do sol em locais, como Belo Horizonte.

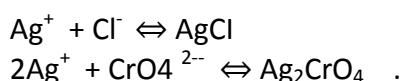
A principal propriedade das substâncias coloidais é a grande superfície apresentada pelas partículas. A área superficial de um cubo de 1cm de lado é  $6\text{ cm}^2$ , mas se este cubo for subdividido em cubos menores, de dimensões coloidais, a superfície será  $10^6\text{ cm}^2$ . As moléculas presentes nas superfícies de sólidos ou líquidos tendem a atrair as substâncias com as quais entram em contato. Esta atração superficial que é característica de colóides se denomina adsorção. O carvão ativado utilizado em máscara para gases e em filtros de cigarros é um excelente adsorvedor, sendo capaz de reter gases venenosos e outros materiais complexos. A capacidade de sorção dos complexos é devida a capacidade que estas substâncias possuem de ficarem em suspensão ao invés de se coagularem ou decantarem.

Partículas coloidais tendem a atrair outras partículas que estão carregadas, tornando-se também carregadas e assim separadas em solução, uma vez que partículas carregadas com mesma carga se repelem. Assim, a superfície do colóide atrai íons dispersos em solução, tornando-se carregada positivamente ou negativamente em relação à solução. Estes íons adsorvidos estão fortemente ligados a superfície e formam a denominada camada primária, que é constituída pelas partículas que estão mais concentradas na solução. A solução, nas vizinhanças desta camada contém os íons de cargas opostas suficientes, para balancear a carga dos íons adsorvidos. Estes íons são a camada secundária ou contra corrente. O resultado é que a superfície dos colóides contém duas camadas de carga, repelindo outras partículas coloidais e fazendo com que estas fiquem estabilizadas em solução.

### Metodologia

O método utilizado para quantificação dos íons cloreto será o Argentométrico com detecção visual do ponto de equivalência. Este procedimento é também conhecido como Método de Mohr, para determinação de cloretos e brometos. Na titulação de uma solução neutra ou ligeiramente alcalina de íons cloreto com solução padrão de nitrato de prata, adiciona-se uma pequena quantidade de solução de cromato de

potássio que age como indicador. No final, quando a precipitação do cloreto for completa, primeiro excesso de íons prata. combina-se com os íons cromato (indicador) formando um precipitado de cromato de prata, vermelho, fracamente solúvel.



Na prática, o ponto final ocorre um pouco além do ponto de equivalência, devido a necessidade de se adicionar um excesso de íons  $\text{Ag}^+$  para precipitar o  $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$  em quantidade suficiente para ser notada visivelmente na solução amarela que já contém a suspensão de  $\text{AgCl}$ . Este método requer que uma titulação em branco seja feita para que se possa corrigir o erro cometido na detecção do ponto final 1. O valor da prova em branco obtido deve ser subtraído do valor da titulação propriamente dita.

### **Parte experimental**

#### **Preparação da amostra**

1. Utilize 100 mL de amostra ou de uma quantidade adequada diluída.
2. Se a amostra apresentar cor muito intensa, adicione 3mL da suspensão de hidróxido de alumínio, deixe sedimentar e filtre.
3. Se estiverem presentes na amostra, sulfeto tiosulfato ou sulfito, adicione 1mL de  $\text{H}_2\text{O}_2$ , 30%.

#### **Titulação da amostra**

1. A amostra deve ser titulada numa faixa de pH compreendida entre 7 e 10. Ajuste o pH da amostra, se necessário com  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ou  $\text{NaOH}$ . Adicione 1 mL da solução indicadora de  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  e titule com a solução de  $\text{AgNO}_3$ . Faça também em branco, utilizando água destilada deionizada no lugar da amostra.

### **Cálculos**

O valor da concentração de íons cloreto é obtida da seguinte maneira:

$$\frac{\text{mg Cl}^-}{\text{L}} = \frac{(A - B)\text{M}}{\text{Vam}} 35453$$

Onde:

A = volume da solução de  $\text{AgNO}_3$  gasto para titular a amostra, em mL

B = volume da solução de  $\text{AgNO}_3$  gasto para titular o branco, em mL

M = concentração molar da solução de  $\text{AgNO}_3$

V<sub>am</sub> = volume utilizado na amostra, em mL

### Questionário

- 1) Qual a percentagem de Br<sup>-</sup> em uma amostra, se 30 mL de AgNO<sub>3</sub> 0,1 M se foram utilizados para titular 0,799 g da amostra?
- 2) Suponha que se queira determinar a quantidade de Ba(OH)<sub>2</sub> presente em efluente líquido de uma construção. São medidos 250,0 mL para titulação com HCl 0,09884N. Foram gastos 20,0 mL do ácido. Qual é a concentração do hidróxido de bálio?
- 3) Calcule a massa de KCl presente em 250,0 mL de um efluente líquido se 25,00 mL deste consumiram 34,00 mL de AgNO<sub>3</sub> 0,1050 N, durante a titulação.
- 4) Uma amostra de pesticida (0,1064g) foi decomposta pela ação de um reagente orgânico apropriado em tolueno. O cloreto liberado foi extraído em água e na titulação argentimétrica gastaram-se 23,28 mL de solução de AgNO<sub>3</sub> 0,03337 M. Exprima o resultado da análise em termos da porcentagem de aldrin (C<sub>12</sub>H<sub>8</sub>Cl<sub>6</sub>, MM = 364,92 g/mol).

## 12. Determinação da dureza da água

### Introdução

#### Cálcio

O teor de cálcio nas águas subterrâneas varia, de uma forma geral, de 10 a 100mg/L. As principais fontes de cálcio são os plagioclásios cárnicos, calcita, dolomita, apatita, entre outros. O carbonato de cálcio é muito pouco solúvel em água pura. O cálcio ocorre nas águas na forma de bicarbonato e sua solubilidade está em função da quantidade de gás carbônico dissolvido. A quantidade de CO<sub>2</sub> dissolvida depende da temperatura e da pressão, que são, portanto, fatores que vão determinar a solubilidade do bicarbonato de cálcio.

Toda variação de temperatura e de pressão que levam à modificação do CO<sub>2</sub> dissolvido na água refletirá sobre seu conteúdo em Ca. No caso das águas subterrâneas estas variações ora levam à solubilização do carbonato de cálcio, ora levam à sua precipitação. A incrustação de um filtro de poço por CaCO<sub>3</sub> é uma das consequências deste processo. O cálcio é o principal elemento responsável pela dureza de uma água.

#### Magnésio

O magnésio é um elemento cujo comportamento geoquímico é muito parecido com o do cálcio e, em linhas gerais, acompanha este elemento. Diferentemente do cálcio, contudo, forma sais mais solúveis. Os minerais mais comuns fornecedores de magnésio para as águas subterrâneas são: biotita, anfibólios e piroxênios. Estes minerais são mais estáveis diante do intemperismo químico, do que os minerais fornecedores de cálcio, por isso seu teor nas águas subterrâneas é significativamente menor do que aquele. Em região de rochas carbonáticas, o mineral dolomita é um importante fornecedor de Mg. Nas águas subterrâneas ocorre com teores entre 1 e 40mg/L. O magnésio, depois do cálcio, é o principal responsável pela dureza das águas. Na água do mar o magnésio ocorre em teores de cerca 1400 mg/L, bem acima do teor de cálcio (cerca de 480mg/L). Em águas subterrâneas de regiões litorâneas, a relação Mg/Ca é um elemento caracterizador da contaminação por água marinha.

#### Dureza da água

A dureza é definida como a dificuldade de uma água em dissolver (fazer espuma) sabão pelo efeito do cálcio, magnésio e outros elementos como Fe, Mn, Cu, Ba etc. Águas duras são inconvenientes porque o sabão não limpa eficientemente, aumentando o consumo, e deixando uma película insolúvel sobre a pele, pias, banheiras e azulejos do banheiro. A dureza pode ser expressa como dureza temporária, permanente e total.

#### Dureza temporária ou de carbonatos:

É devida aos íons de cálcio e de magnésio que sob aquecimento se combinam com íons bicarbonato e carbonatos, podendo ser eliminada por fervura. Em caldeiras e tubulações por onde passa água quente (chuveiro elétrico, por exemplo) os sais formados devido à dureza temporária se precipitam formando crostas e criando uma série de problemas, como o entupimento.

#### Dureza permanente:

É devida aos íons de cálcio e magnésio que se combinam com sulfato, cloretos, nitratos e outros, dando origem a compostos solúveis que não podem ser retirados pelo aquecimento.

**Dureza total:**

É a soma da dureza temporária com a permanente. A dureza é expressa em miligrama por litro (mg/L) ou miliequivalente por litro (meq/L) de  $\text{CaCO}_3$  (carbonato de cálcio) independentemente dos íons que a estejam causando.

A dureza é determinada através da titulação dos íons  $\text{Ca}^{++}$  e  $\text{Mg}^{++}$  com EDTA utilizando eriocromo T como indicador em pH 10.

As águas são classificadas quanto à dureza:

Água branda (mole)	0-75 mg/L de $\text{CaCO}_3$
Água moderadamente dura	75-100 mg/L de $\text{CaCO}_3$
Água dura	150-300 mg/L de $\text{CaCO}_3$
Água muito dura	Maior que 300 mg/L de $\text{CaCO}_3$

As águas brandas apresentam a vantagem de economizar combustível para aquecedores e também diminuir a mão de obra na manutenção e limpeza dos equipamentos. Mas, se essas águas apresentarem um teor de  $\text{CO}_2$  livre, serão altamente corrosivas. As águas duras por sua vez, se não tiverem uma quantidade suficiente de  $\text{CO}_2$  para manter bicarbonatos em solução, irão acarretar problemas de incrustação nos tubos de distribuição de água.

A determinação da dureza é feita utilizando o ácido etilenodiamino tetracético e seus sais de sódio (abreviado EDTA). Este ácido forma quelato solúvel quando adicionado à solução de certos metais. Se uma pequena quantidade de indicador, como o negro de eriocromo T é adicionado a uma solução aquosa contendo os íons cálcio e magnésio a um pH de  $10,0 \pm 0,1$ , a solução torna-se vinho. Se EDTA é usado como titulante, o cálcio e o magnésio serão complexados e quando a reação terminar o indicador mudará de vinho para azul. A reação do EDTA com o cálcio está mostrada na Figura apresentada na próxima página.

Nas águas naturais os principais cátions e ânions presentes são:

$\text{Ca}^{++}$ $\text{Mg}^{++}$	Alcalinidade	$\text{CO}_3^{--}$ $\text{HCO}_3^-$
$\text{Na}^+$ $\text{K}^+$		$\text{Cl}^-$ $\text{SO}_4^{--}$ $\text{NO}_3^-$

A dureza pode ser representada por:

$\text{Ca}^{++}$ $\text{Mg}^{++}$	Dureza	$\text{CO}_3^{--}$ $\text{HCO}_3^-$	Dureza de carbonato
$\text{Na}^+$ $\text{K}^+$		$\text{Cl}^-$ $\text{SO}_4^{--}$ $\text{NO}_3^-$	Dureza de não carbonato

## PREPARAÇÃO DOS REAGENTES

*Solução tampão* - Dissolver 16,9g de cloreto de amônio ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) em 143ml de hidróxido de amônio concentrado ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ). Adicionar 1,25g de EDTA de magnésio e diluir para 250ml com água destilada. Na falta de EDTA de magnésio adicionar 1,179g de EDTA de sódio dihidratado e 780mg de sulfato de magnésio ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) ou 644mg de cloreto de magnésio ( $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) dissolvidos em 50ml de água destilada. Guardar a solução tampão em frasco plástico ou de borosilicato bem fechado por não mais que um mês ou até que 1 a 2ml da mesma falhem para produzir um  $\text{pH} = 10,0 \pm 0,1$  no ponto final da titulação.

*Soluções inibidoras* - Para a maioria das águas nenhum agente inibidor ou "complexante" é necessário. Quando da necessidade da eliminação de interferências, especialmente metais, considerar o que foi previamente discutido e utilizar um dos seguintes reagentes inibidores:

	<b>Máxima concentração interferente</b>	
<b>Interferente</b>	(mg / l)	
	<b>Inibidor I</b>	<b>Inibidor II</b>
Alumínio	20	20
Bário	*	*
Cádmio	*	20
Chumbo	*	20
Cobalto	mais de 20	0,3
Cobre	mais de 30	20
Estrôncio	*	*
Ferro	mais de 30	5
Manganês ( $\text{Mn}^+$ )	*	1
Níquel	mais de 20	0,3
Zinco	*	200
Polifosfatos	*	10

(a) Inibidor I - cristais de  $\text{NaCN}$ . Ajustar o  $\text{pH}$  de amostras ácidas para 6 ou mais com o tampão ou  $\text{NaOH}$  0,1N. Adicionar 250mg de  $\text{NaCN}$ . Este sal é extremamente perigoso requerendo precauções no seu uso mesmo no descarte dos resíduos do teste que deve ocorrer com muita água e na ausência de resíduos de ácido;

(b) Inibidor II. Dissolver 5,0g de sulfeto de sódio nonahidratado ( $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) ou 3,7mg de sal pentahidratado ( $\text{Na}_2\text{S} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) em 100ml de água destilada. Manter num frasco fechado com rolha de borracha. Usar 1ml;

(c) MgCDTA em pó. Adicionar 250mg de 1,2 - ciclohexonodiaminatetracetato de magnésio para cada 100ml de amostra e dissolver completamente antes da adição do tampão.

#### *Indicadores*

(a) Preto de Eriocromo T [1-(1-hidroxi-2-naftilaza)-5-nitro-2-naftol-4-sulfanato de sódio] - Dissolver 0,5g do corante em 100g de 2,2',2"-nitrilotrietanol (trietanolamina) ou de 2-nitroximetanol (éter etílico glicol monometil). Usar 2 gotas por cada 50ml de solução a ser titulada.

### **Parte experimental**

#### **Experiência I – Determinação da dureza total da água**

Objetivo: Dosagem do teor de cálcio e magnésio em uma água a fim de decidir sobre sua aplicabilidade.

#### **Procedimento**

Pipetar 25 mL da amostra de água, transferir para erlenmeyer de 250 mL, juntar 25 mL de água destilada, 1 mL da solução tampão e agitar;

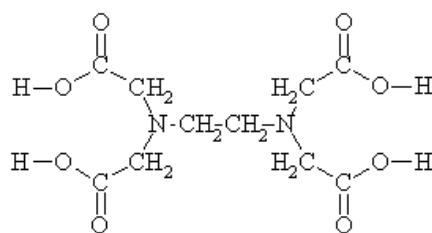
Adicionar 1 mL da solução inibidora e 2 gotas de eriocromo Tl

Titular lentamente com EDTA, agitando continuamente, até que o matiz vermelho desapareça e surja a cor azul.

Calcular a dureza.

#### **Cálculo**

$$\text{dureza em termos de } \text{CaCO}_3 = \frac{mL \text{ EDTA} \times 1000}{mL \text{ da amostra}}$$



Ácido etíleno diamina tetra acético (EDTA)

#### **Experiência II – Determinação da dureza de cálcio e da dureza de magnésio**

Objetivo: Dosagem do teor de cálcio em uma água, em termos de  $\text{CaCO}_3$ , para por diferença, conhecer o teor de magnésio e, assim, a fim de decidir sobre o tratamento de água a ser aplicado.

#### **Procedimento**

Pipetar 50 mL da amostra de água, adicionar 2 mL de hidróxido de sódio 1N para elevar o PH a 12 ou 13.

Agitar e juntar 0,1 a 0,2 g do indicador de murexida( a solução ficará rósea),

Titular com EDTA 0,01M até surgimento de uma leve coloração púrpura. Anotar o volume gasto de EDTA.

Calcular a dureza devida ao íon cálcio.

### Cálculos

$$\text{Dureza do cálcio} = \frac{\text{mL de EDTA} \times 1000}{\text{mL da amostra}}$$

$$\text{Dureza de magnésio} = \text{dureza total} - \text{dureza de cálcio}$$

### Questionário

1) Uma água coletada apresenta dureza total de 180,0 mg/L em CaCO<sub>3</sub>. Qual sua dureza magnesiana tendo-se dosado um teor de cálcio equivalente a 55,0 mg/L.

A análise de 100,0 mL de água apresentou a seguinte composição:

Ca<sup>2+</sup> ----- 0,05g/L

Mg<sup>2+</sup>----- 0,002 g/L

Sr<sup>2+</sup>----- 0,50 mg/L

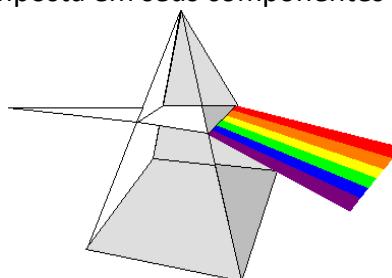
Calcule a dureza total da água e expresse o resultado em ppm. Classifique o tipo de dureza da água.

2) Na dosagem de dureza da água, 50,0 mL da amostra foi colocada em um frasco de erlenmeyer de 250 mL e titulado com EDTA 0,1 N , gastando no processo 1,8 mL do titulante , na viragem da cor de lilás para azul. Expressar a dureza da água em ppm e classifique o tipo de dureza.

### 13. Princípios básicos de análises colorimétricas

#### Introdução

A luz branca pode ser decomposta em seus componentes através de um prisma:



**Tab 1- Cores das substâncias que absorvem luz na região visível**

Faixa de comp. Onda	Cor absorvida	Cor transmitida
< 400nm	Ultravioleta	Incolor
400 – 450	Violeta	Vermelho, laranja, amarelo
450 – 490	Azul	
490 – 550	Verde	Roxa
550 – 580	Amarelo	
580 – 650	Laranja	Azul, verde
650 – 700	Vermelho	
> 700nm	Infravermelho	Incolor

#### Espectroscopia eletrônica (visível e ultravioleta)

Em um átomo, a transição de um elétron de um nível energético para outro, corresponde a um valor de energia único e bem definido. Por isso, os espectros atômicos são espectros de linhas que, convertidos em gráficos dão picos muito estreitos, um para cada radiação absorvida ou emitida. No caso das moléculas os picos são invariavelmente mais largos: espectros de bandas.

A explicação desta diferença é simples. Ao mesmo tempo em que um elétron, em cada molécula é excitado de um nível de energia eletrônica  $e_1$  a  $e_2$ , as moléculas experimentam também alterações na sua energia vibracional e rotacional, e estas alterações não são as mesmas para todas as moléculas. Isto significa que, em vez de uma única radiação absorvida, teremos várias, com uma gama de comprimentos de onda. Os níveis vibracionais estão muito mais próximos uns dos outros do que os níveis de energia eletrônica, e os níveis rotacionais ainda estão mais juntos que os vibracionais.

Da mesma forma que nos átomos, a energia dos elétrons de uma molécula está limitada apenas a determinados valores, já no estado fundamental ou de menor energia, ou em estados excitados. O método experimental que proporciona informação sobre a quantização de energia eletrônica é, novamente, a espectroscopia. Tal como nos átomos, a espectroscopia fotoeletrônica, porque determina as energias necessárias à remoção de elétrons, permite obter diretamente as energias dos elétrons nas moléculas.

Se as radiações utilizadas não forem de energia suficiente para ionizar a molécula, então resta a hipótese de excitar os elétrons a níveis de energia superior ao estado

fundamental. Quase invariavelmente as diferenças de energia entre o estado fundamental e os estados excitados exigem radiações visíveis ou ultravioletas; por isso, o *espectro de absorção* correspondente à excitação eletrônica das moléculas situa-se na região do ultravioleta e do visível, ou em ambas.

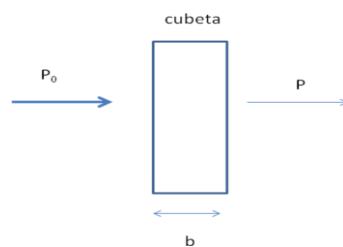
Este tipo de espectroscopia designa-se por espectroscopia de visível e de ultravioleta. É a absorção seletiva de luz visível, que determina a cor exibida pela maior parte das substâncias. Quando uma amostra de matéria absorve praticamente toda a gama de radiações visíveis, não transmitindo nem refletindo luz, então ela apresenta-se preta. Se, pelo contrário, praticamente nada absorve de luz visível, tudo transmitindo ou refletindo da luz incidente, então se trata de uma substância incolor (se essencialmente transmite luz recebida) ou branca (se essencialmente a reflete).

Entre estes dois casos extremos situam-se as substâncias ou materiais corados. A cor resulta de apenas determinada radiação visível ser absorvida, sendo as outras transmitidas ou refletidas. A cor exibida é, então, a que se obtém ao retirarem-se da luz branca, (composta por todas as radiações visíveis desde o violeta ao vermelho) as radiações que são absorvidas.

Assim, se uma amostra material absorver praticamente todas as radiações exceto o verde, então ela é verde: opaca se as radiações verdes forem refletidas, transparente se atravessarem a amostra. Mas pode ser de cor verde também noutros casos, por exemplo, se absorver de preferência radiações vermelhas, refletindo ou transmitindo luz azul, amarela e verde; na verdade, o conjunto destas radiações é luz verde. Inversamente, se a substância absorver de preferência luz verde, então a cor exibida é o vermelho. Vermelho e verde são cores complementares.

A clorofila, por exemplo, é verde porque absorve radiações vermelhas (em torno de 665 nm) e azuis (em torno de 430 nm), refletindo a luz verde e amarela. Já uma solução aquosa de nitrato de cobalto (II) é rósea, pois são agora radiações verdes (em torno de 510 nm) as preferencialmente absorvidas.

Um estudo quantitativo das radiações absorvidas por uma solução exige espetrômetros. Através de um sistema de detecção (fotocélula) e registro apropriado, estes medem a intensidade das radiações que, não sendo absorvidas, atravessam a solução.



Seja:

$\epsilon$  a absorbitividade molar em unidades de  $L \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$

$b$  o comprimento do caminho da amostra, isto é, o comprimento do caminho que a luz tem que atravessar na cuba ou qualquer recipiente onde esteja a solução. Esta grandeza tem unidades de comprimento, p. ex. centímetro.

$c$  é a concentração do elemento que absorve, na solução, expressa em  $\text{mol L}^{-1}$

$$A = \epsilon b c$$

$$\%T = 100 \frac{P}{P_0} = e^{-\epsilon b c}$$

De uma forma simplificada. a quantidade de radiação absorvida pode ser medida de diversas formas:

$$\text{Transmitância, } T = P / P_0$$

$$\text{Transmitância \% : \%T} = 100 T$$

$$\text{Absorbância, } A = \log_{10} P_0 / P$$

$$A = \log_{10} 1 / T$$

$$A = \log_{10} 100 / \%T$$

$$A = 2 - \log_{10} \%T$$

### **Parte experimental**

Objetivo: Medir a transmitância de uma curva de permanganato de potássio

Equipamentos: Espectrofotômetro, pipetas e tubos apropriados para leitura

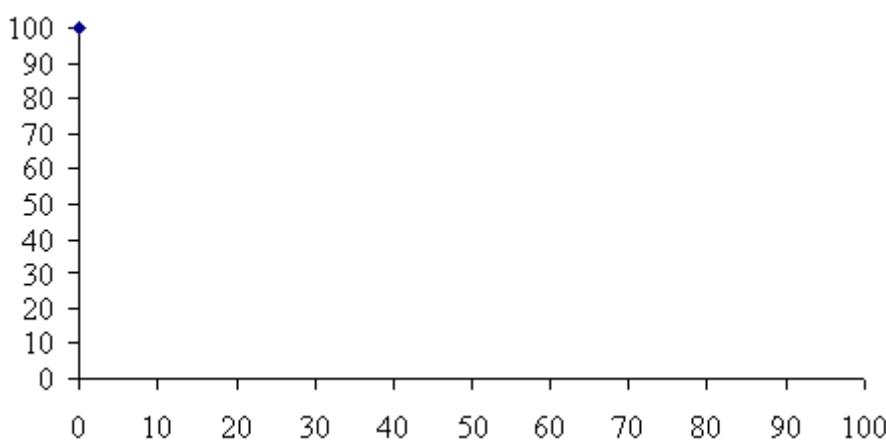
### **Procedimento**

Traçar uma curva analítica para permanganato de potássio, com oito pontos, dentro da faixa de menor erro (15 a 65% de transmitância).

- Preparar uma solução estoque de KMnO<sub>4</sub> (0,0006 mol/L=0,6 mmol/L= 0,003 N).
- Fazendo uso do valor de absorbância (A) obtido com o filtro escolhido, calcular as concentrações da solução que apresenta 15% de T e da que apresenta 65% de T.
- Partindo de uma solução estoque 0,0006 mol/L, calcular os volumes necessários desta solução, para a preparação das soluções padrões dos extremos da curva.
- Calcular o incremento em volume necessário para preparar as demais soluções. Este cálculo depende do número de soluções padrões que se deseja.
- Construir a tabela dos padrões e calcular as concentrações finais das 8 soluções.

Tubo	Água (mL)	KMnO <sub>4</sub> (mL)	Concentração (%)	%T	% A
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					

- Separar 8 balões volumétricos de 25 mL e numerá-los de 1 a 8.
- Preparar, nestes balões, as diluições conforme a tabela acima.
- Medir as transmitâncias das 8 soluções usando o filtro previamente escolhido (sempre usar água deionizada como branco para o ajuste do 100% de T).



### Questionário

- 1) Calcule a absorbância sabendo-se que a transmitância é:
  - a) 3,15%
  - b) 0,0290
  - c) 1,15%
  - d) 0,001
- 2) Calcule a transmitância (%) partindo-se dos seguintes valores de absorbância:
  - a) 0,912
  - b) 0,027
  - c) 0,556
  - d) 0,400
- 3) Se uma amostra para análise espectrofotométrica for colocada numa célula de 10 cm, a absorbância será 10 vezes maior do que a absorbância numa célula de 1 cm. A absorbância da “solução branca” também aumentará em um fator de 10?
- 4) Um composto de massa molecular de 292,16 g/mol foi dissolvido em um balão volumétrico de 5 mL. Foi retirada uma alíquota de 1,00 mL, colocada num balão volumétrico de 10 mL e diluída até a marca. A absorbância a 340 nm foi de 0,427 numa cubeta de 1 cm. A absorvidade molar para este composto em 340 nm é:  $340 = 6.130 \text{ L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ .
  - a) Calcule a concentração do composto na cubeta.
  - b) Qual era a concentração do composto no balão de 5 mL?
  - c) Quantos miligramas do composto foram usados para se preparar os 5 mL da solução

## 14. Determinação colorimétrica de ferro

### Introdução

O ferro é um elemento persistentemente presente em quase todas as águas em teores abaixo de 0,3 mg/L. Suas fontes são minerais escuros : magnetita, biotita, pirita, piroxênios, anfibólios. Em virtude de afinidades geoquímicas, quase sempre é acompanhado pelo manganês.

O ferro, no estado ferroso ( $\text{Fe}^{2+}$ ), forma compostos solúveis, principalmente hidróxidos. Em ambientes oxidantes o  $\text{Fe}^{2+}$  passa a  $\text{Fe}^{3+}$  dando origem ao hidróxido férrico, que é insolúvel e se precipita, tingindo fortemente a água. Desta forma, águas com alto conteúdo de ferro, ao saírem da fonte são incolores, mas ao entrarem em contato com o oxigênio do ar, ficam amarelados, os que lhes confere uma aparência nada agradável.

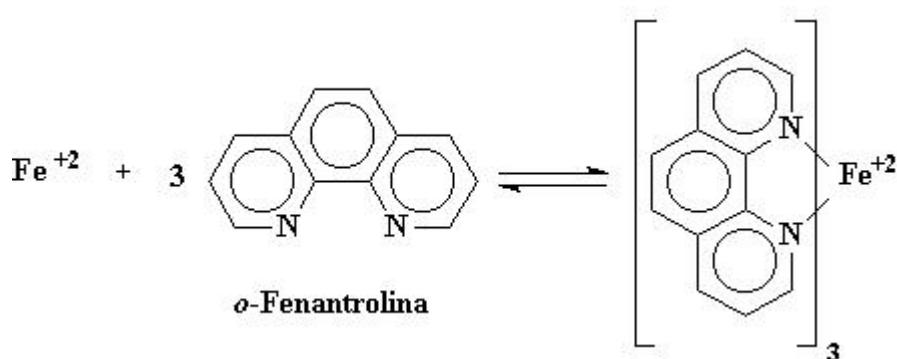
Apesar do organismo humano necessitar de até 19mg de ferro por dia, os padrões de potabilidade exigem que uma água de abastecimento público não ultrapasse os 0,3 mg/L. Este limite é estabelecido em função de problemas estéticos relacionados à presença do ferro na água e ao sabor ruim que o ferro lhe confere.

O ferro, assim como o manganês, ao se oxidarem se precipita sobre as louças sanitárias, azulejos e roupas, manchando-as. Águas ferruginosas devem ser aeradas antes da filtração para eliminar o ferro. Outra forma de evitar os inconvenientes da precipitação de sais deste elemento químico é usar substâncias complexantes, à base de fosfato, que encasulam as moléculas dos sais de ferro e manganês, formando compostos estáveis, não oxidáveis, nem através de forte cloração, e desta forma mantendo-os permanentemente em solução. O inconveniente deste processo é que ele não elimina o ferro e o manganês presentes na água, e ainda adiciona mais produto químico (fosfatos) à mesma. Estas substâncias complexantes são também usadas para evitar a precipitação de sais de cálcio e magnésio em águas duras, evitando as indesejáveis incrustações, e diminuindo o consumo de sabão.

A precipitação de ferro presente nas águas é a principal responsável pela perda da capacidade específica de poços profundos. Estas incrustações são produtos da atividade das ferro-bactérias. O uso de substâncias orgânicas emulsificantes e polifosfatos nos processos de perfuração e desenvolvimento dos poços criam condições para que as ferro-bactérias, naturalmente ocorrente nos aquíferos, proliferem com mais facilidade, fazendo-se necessário uma boa limpeza no processo de completação do poço.

### Princípio do método]

O Fe (II) pode ser determinado espectrofotometricamente com a utilização de um reagente bastante seletivo a *o*-fenantrolina, cuja fórmula é:  $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_3$ . A *o*-fenantrolina reage com o Fe (II) em meio ácido, formando um complexo de cor vermelho-alaranjado. Esse complexo mostra uma composição de 3 ligantes (*o*-ortofenatrolina) para 1 centro metálico [ferro (II)] conforme a reação abaixo:



A absorvividade molar do complexo é de  $1,1 \times 10^4$  em  $\lambda_{\max} = 510$  nm.

O Fe(II) é quantitativamente complexado pelo ligante num intervalo de pH variando de 2 até 9. As leituras das absorbâncias são feitas num espectrofotômetro neste comprimento de onda de 510nm (ou num fotômetro com filtro verde).

O ferro é um mineral essencial para a saúde e sua falta gera anemia. A falta de ferro no sangue pode estar relacionada à má alimentação, ou à perda de grandes quantidades de sangue. Para combater estes sintomas, recomenda-se o consumo de alimentos ricos em ferro, como os de origem animal, assim como as frutas como damasco seco, ameixa preta seca e morangos, que são ricas em ferro.

Caso os níveis de ferro estão muito baixos na corrente sanguínea, poderá ser indicado uma suplementação de ferro, com 1 ou 2 comprimidos por alguns meses.

### OBJETIVOS:

- Construir uma curva-padrão de absorbância em função da concentração;
- Determinar o teor de ferro em um comprimido de sulfato ferroso;

### PROCEDIMENTOS:

Dosagem Colorimétrica de Fe em aço e/ou medicamento.

Para realizar esta dosagem você deve traçar uma curva analítica para o complexo  $[Fe(C_{12}H_8N_2)_3]^{2+}$  e escolher o melhor filtro para a análise deste complexo.

Obs.: Cada reativo utilizado deve ter seu uso justificado.

Método da 1,10-Fenantrolina.

O Fe(II) reage com a 1,10-fenantrolina para formar o complexo de cor vermelho-alaranjado  $[(C_{12}H_8N_2)_3Fe^{2+}]$ . No intervalo de pH de 2 a 9, o complexo é estável por longos períodos.

O Fe(III) pode ser reduzido com cloreto de hidroxilamônio ou com hidroquinona.

### Parte Experimental:

Preparo dos reativos: (observe se estes reativos já estão prontos)

1) Solução padrão de  $Fe^{2+}$ : Pesar exatamente 0,7 g de alúmen ferroso (sulfato de ferro (II) e amônio) padrão primário  $[Fe(SO_4)_2(NH_4)_2] \cdot 6H_2O$  e transferir quantitativamente para um balão volumétrico de 500 mL. Acidificar com gotas de ácido sulfúrico, dissolver e completar o volume com água desionizada. Nesta solução 1 mL = 0,2 mg de Fe (II).

2) Solução padrão diluída de  $Fe^{2+}$ : Pipetar 10 mL de sol. padrão de  $Fe^{2+}$  para um balão volumétrico de 100 mL e completar o volume com água desionizada. Nesta solução 1 mL = 0,02 mg de Fe(II).

- 3) Solução de cloridrato de hidroxilamina 5% (m/v): Dissolver 5 g de NH<sub>2</sub>OH.HCl em 100 mL de água destilada.
- 4) Solução de acetato de sódio 2 mol/L: Pesar cerca de 41 g de acetato de sódio anidro, transferir para balão de 250 mL e completar o volume com água desionizada.
- 5) Solução a 0,25% (m/v) de 1,10-fenantrolina: Pesar 0,25 g de 1,10-fenantrolina, transferir para balão de 100 mL, adicionar cerca de 50 mL de água desionizada, 5 gotas de ácido nítrico concentrado, agitar e completar o volume com água desionizada.
- OBS.: Para evitar contaminação, tomar o cuidado de usar uma pipeta para cada reagente que não deve ser pipetado diretamente do frasco.

#### **Confeção da reta de calibração:**

- 1) Numerar 6 balões volumétricos de 25 mL.
- 2) Adicionar nos balões de números 2, 3, 4, 5 e 6, os seguintes volumes de solução padrão de ferro contendo 0,02 mg/mL de Fe (II), de acordo com a tabela abaixo:
- 3) Fazer as seguintes adições, em todos os balões, inclusive no branco, na ordem indicada:
  - 2 mL de solução aquosa de cloridrato de hidroxilamina a 5% (m/v).
  - 2 mL de solução aquosa de acetato de sódio 2 mol/L.
  - 4 mL de solução de 1,10-fenantrolina a 0,25% (m/v).
- 4) Completar os volumes dos 6 balões com água desionizada. Deixar as soluções em repouso por 10 minutos antes de fazer as leituras.
- 5) Escolher o filtro com a solução do balão de nº 3, fazendo uso da solução do balão de nº 1 como branco.
- 6) Medir as absorbâncias de todas as soluções usando a solução do balão de nº 1 como branco.
- 7) Traçar a curva analítica (A x conc.) no Excel®.

Nº do Balão	Vol. sol. 0,02 mg/mL (sol. diluída de Fe (II))	Concentração (mg/mL)	T%	T	A
1	0,0				
2	3,0				
3	5,0				
4	7,0				
5	9,0				
6	11,0				

#### **QUESTIONÁRIO:**

Um engenheiro precisou analisar o teor de ferro na água de um riacho e para tal ele adotou o seguinte procedimento: Uma amostra com 25,00 mL de água foi acidificada com ácido nítrico e tratada com KSCN em excesso para formar um complexo vermelho. A solução foi diluída para 100,0 mL e colocada numa célula de comprimento óptico variável. Para efeito de comparação, 10,0 mL de uma amostra de referência de  $\text{Fe}^{3+}$   $6,80 \times 10^{-4}$  M foram tratados com  $\text{HNO}_3$  e KSCN, e então diluídos a 50,0 mL. A referência foi colocada numa célula com caminho óptico de 1,00 cm. A amostra de água apresentou a mesma absorbância da referência quando o caminho óptico da sua célula foi de 2,48 cm. Qual foi a concentração de ferro que o engenheiro encontrou na água do riacho?

- 2) Um composto X deve ser determinado por espectrofotometria UV/visível. Uma curva de calibração é construída a partir de soluções padrão de X com os seguintes resultados: 0,50 ppm,  $A = 0,24$  ; 1,5 ppm,  $A = 0,36$  ; 2,5 ppm,  $A = 0,44$  ; 3,5 ppm,  $A = 0,59$  ; 4,5 ppm,  $A = 0,70$ . Uma amostra de X forneceu uma absorbância igual a 0,50 nas mesmas condições de medida dos padrões.
- Obtenha a curva analítica com os dados fornecidos
  - Determine a concentração da amostra.

## 15. ADSORSÃO

### Introdução

Este experimento tem como objetivo estudar a adsorsão pelo carvão, do ácido acético em solução aquosa, em função da concentração do ácido na solução e determinar as constantes de adsorsão da isoterma de Freundlich.

Sólidos e líquidos geralmente concentram em suas superfícies gases ou substâncias em solução e este fenômeno é denominado adsorsão. O poder de adsorsão é específico tanto para o adsorvido quanto para o adsorvente.

A relação entre a quantidade de substância retida por um adsorvente e a pressão do gás ou a concentração da solução no equilíbrio, a uma dada temperatura, é denominada isoterma de adsorsão. Diversas equações têm sido propostas para expressar o fenômeno.

Muitos casos de adsorsão por sólidos de substâncias em solução podem ser descritos pela equação da isoterma proposta por Freundlich.

$$x/m = K c^{1/n} \quad (1)$$

onde  $x/m$  é massa da substância adsorvida por unidade de massa do adsorvente,  $c$  é concentração da solução no equilíbrio,  $K$  e  $n$  são constantes características do adsorvente e do soluto, a uma dada temperatura.

Tomando o logaritmo da expressão (1) obtém-se a equação

$$\ln(x/m) = \ln K + 1/n \ln c \quad (2)$$

De acordo com esta equação um gráfico de  $\ln(x/m)$  versus  $\ln c$  é uma linha reta e as constantes  $K$  e  $n$  podem ser calculadas pela inclinação e interseção.

O carvão ativado é largamente utilizado na adsorção de gases poluentes. A curva que descreve a quantidade de poluente adsorvido em função da pressão de equilíbrio é descrita pela isoterma de Langmuir:

$$W = \frac{a C_g^*}{1 + b C_g^*} \quad \frac{C_g^*}{W} = \frac{1}{a} + \frac{b}{a} C_g^*$$

Onde  $W$  é a quantidade de gás presente por unidade de massa do adsorvente, kg/kg,  $a$ ,  $b$  são constantes determinadas experimentalmente e  $C_g^*$  é a concentração do poluente gasoso no equilíbrio

Quando a mistura de gases passa pelo leito de carvão ativado o poluente fica retido enquanto não ocorrer a saturação. Quando estiver próxima a saturação, o poluente começará a sair do leito, ocorrendo o denominado breakthrough.

Normalmente os sistemas dispõem de dois leitos, pois um funciona enquanto o outro está sendo regenerado (recuperado).

Um parâmetro crítico na escolha de um sistema adsorvedor é o tempo de funcionamento antes do breakthrough. Este tempo pode ser calculado por:

$$t_B = \frac{Z_t - \delta}{v_f} \quad v_f = \frac{(Q_g)(1 + bC_g^*)}{a\rho_s \rho_g A_c}$$

$Z_t$  é a altura do leito,  $\delta$  é a largura da zona de adsorção,  $v_f$ , definida pela equação acima é a velocidade na zona de adsorção,  $\rho_s$  e  $\rho_g$  são as densidades do sólido e do gás,

$\text{kg/m}^3$  e  $A_c$  é a área transversal do leito,  $\text{m}^2$ .  $Q_g$  é a taxa do fluxo gasoso e  $a$  e  $b$  constantes do sistema.

Nesta experiência será estudada a adsorção pelo carvão ativado de ácido acético em soluções aquosas. Para isso, massas definidas de carvão, pulverização e ativado, são colocadas em contato com uma série de soluções de várias concentrações do ácido a ser adsorvido. Depois de estabelecido o equilíbrio, as soluções são filtradas e os líquidos obtidos são analisados para se determinar o grau de adsorção em cada caso. A quantidade adsorvida em cada caso é calculada a partir das quantidades do soluto nas colações inicial e final.

#### MATERIAL

Erlenmeyer de  $125 \text{ cm}^3$ , rolhas, buretas, pipetas, funis, bêqueres, papel de filtro, carvão ativado, ácido acético  $0,4 \text{ mol.L}^{-1}$ , fenolftaleína.

#### Parte experimental

01- Colocar, com auxílio de buretas, em seis erlenmeyer numerados e contendo cada um 5g de carvão ativado e pulverizado, os seguintes volumes de ácido acético e água.

Frasco	Volume de ácido acético/ $\text{cm}^3$	Volume de água/ $\text{cm}^3$
1	50.0	-
2	35.0	15.0
3	25.0	25.0
4	15.0	35.0
5	10.0	40.0
6	8.0	42.0

02- Arrolhar os frascos de agitar cada mistura durante 5 a 8 minutos, tendo o cuidado de mantê-las à temperatura ambiente, evitando aquecê-las com as mãos.

03- Filtrar as soluções para erlenmeyers numerados.

04- Tomar  $10\text{cm}^3$  do filtrado do frasco nº 1 e titular com hidróxido de sódio  $0,1\text{N}$  usando como indicador a fenolftaleína.

05- Titular também os outros filtrados:  $10\text{cm}^3$  do frasco 2 e  $15\text{ cm}^3$  dos frascos 3, 4, 5 e 6.

#### UTILIZAÇÃO DOS DADOS

Calculam-se as concentrações, em  $\text{g/L}$ , do ácido acético (massa molar 60) nas soluções do item (a) que foram preparadas, consideradas iniciais, e nas soluções obtidas por filtração, depois de atingido o equilíbrio. A partir destes dados, calcula-se a quantidade,  $x$ , de ácido acético adsorvido de  $50 \text{ cm}^3$  de cada solução em contato com 5g de carvão ( $m$ ) e portanto a razão  $x/m$ . Com os valores de  $x/m$  e as concentrações de equilíbrio,  $c$ , constroem-se os gráficos,  $x/m$  versus  $c$ , e  $\ln(x/m)$  versus  $\ln c$ . No primeiro traça-se a curva de adsorção e com o segundo calculam-se as constantes  $K$  e  $n$ .

**RESULTADOS A APRESENTAR**

01- A seguinte tabela completada

Frasco	Concentração de ácido acético g/L		x	x/m	ln (x/m)	ln c <sub>final</sub>
	C <sub>inicial</sub>	C <sub>final</sub>				
1						
2						
3						
4						
5						
6						

02- Gráfico x/m versus C<sub>final</sub>

03- Gráfico ln (x/m) versus ln C<sub>final</sub>

04- Valores das constantes K e n.

**Questionário**

1) A capacidade do carvão ativado diminuir o odor da água foi testada, utilizando uma amostra que tinha 30 unidades de odor e a isoterma de Freundlich. Foi encontrado que as constantes K<sub>f</sub> e n são 0,5 e 2 respectivamente. Qual a quantidade de carvão ativado em mg/L necessária para diminuir o odor para 4 unidades?

1) Determine o tempo de breakthrough para um leito de adsorção que tem 0,5 m de espessura e uma secção transversal de 10 m<sup>2</sup>. Os parâmetros do leito são: taxa de fluxo gasoso: 1.3 kg/s de ar, temperatura: 25 °C, pressão do gás: 101,25 kPa, densidade do leito empacotado: 420 kg/m<sup>3</sup>, concentração de entrada do gás poluente: 0,0020 kg/m<sup>3</sup>, parâmetros de Langmuir: a=18, b=124, largura da zona de adsorção: 0,03m.

2) Determine as constante de Langmuir, a e b utilizando s dados obtidos para adsorção de H<sub>2</sub>S em uma peneira molecular:

P H <sub>2</sub> S (kPa)	W (g de H <sub>2</sub> S/ g de peneira)
0,860	0,082
1,667	0,1065
2,666	0,118
3,333	0,122

## 16. DETERMINAÇÃO DE FOSFATOS

O fósforo aparece nas águas em geral sob a forma de fosfatos orgânicos e inorgânicos. Apesar de ser um nutriente indispensável, pode se tornar um fator perigoso quando em grande quantidade, por provocar o crescimento de algas, gerando:

Desequilíbrio do oxigênio dissolvido,

Cheiro e gosto desagradável,

Matéria que tira a beleza do meio aquático.

O fósforo total presente na água não deve exceder 100 mg/L, para evitar esses efeitos prejudiciais. Se o corpo de água for fechado então, não deve exceder 50 mg/L.

Em geral, ele aparece, quando sob forma orgânica, na própria constituição do protoplasma das células. Como fosfato inorgânico, em geral está combinado em produtos utilizados na agricultura, tratamento de águas e produtos de limpeza, como por exemplo: hexameta fosfato, STP (sodium tritolyphosphate), TSP (tetrasodium pyrophosphate) e outros.

Como ortofosfato é produto final do ciclo do fósforo e mais usado no ciclo biológico. Muitos fosfatos complexos e orgânicos são decompostos em ortofosfatos. As principais fontes de fósforo na natureza são: aparatas, precipitações atmosféricas, degradação de tecidos vegetais e animais, fertilizantes e despejos industriais e domésticos.

Objetivo: Determinação de fósforo em sua forma solúvel (ortofosfato) no caso de teor de fosfato menor que 1 mg/L.

Equipamentos: pipetas de 1, 5 e 20 mL; bureta de 50 mL, bêquer de 20 e 100 mL, funil de separação, chapa aquecedora, espectofotômetro.

Reagentes: solução padrão de fosfato, reagente sulfomolíbdico, ácido ascórbico, isobutanol, etanol.

### Procedimento

1) Os detergentes comerciais contêm fósforo e não podem ser utilizados na descontaminação da vidraria que será utilizada neste procedimento. Toda a vidraria deve ser lavada com solução de HCl 1:1, quente e depois com água destilada. O material assim lavado deve ser preenchido com água destilada e tratado com todos os reagentes do processo, para remover os últimos traços de fósforo, que possam ter sido absorvidos pela vidraria. De preferência esta vidraria deve ser utilizado unicamente, para análise de fósforo e após o uso, ser lavada com água destilada e guardada devidamente até novo uso.

2) Em uma série de bêqueres de 100 mL pipetar o branco, 1, 2, 3 e 4 mL da solução padrão diluída ( $1\text{mL} = 1\text{ mg de PO}_4$ ) e ajustar o volume para 40 mL,

3) Tomar uma alíquota de 40 mL da amostra e transferir para bêquer de 100 mL,

4) Adicionar em cada solução 4 mL do reagente sulfomolíbdico e 0,1 g de ácido ascórbico,

5) Levar os bêqueres a uma chapa elétrica, esperar ferver e manter à ebulação por 1 min, agitando para evitar projeções,

6) Retirar da chapa e esperar esfriar à temperatura ambiente,

7) Transferir cada solução para funil de decantação e agitar com 10 mL de isobutanol, durante 1 min,

- 8) Após separação das fases, extrair a fase orgânica transferindo para béquer de 20 mL e adicionar 0,5 mL de etanol para clarear a solução,
- 9) Levar ao espectrofotômetro e medir a transmitância de cada padrão e amostra a um comprimento de onda de 608 nm.

### Cálculo

Construir a curva de transmitância em função da concentração dos padrões. A partir da curva determinar a concentração das amostras.

### Questionário

Um composto X deve ser determinado por espectrofotometria UV/visível. Uma curva de calibração é construída a partir de soluções padrão de X com os seguintes resultados: (0,50 ppm, A\_0,24); (1,5 ppm, A\_0,36); (2,5 ppm, A\_0,44); (3,5 ppm, A\_0,59); (4,5 ppm, A\_0,70). Uma amostra de X forneceu uma absorbância igual a 0,50 nas mesmas condições de medida dos padrões. Encontre a inclinação e a interseção da curva de calibração, o erro padrão em y, a concentração da amostra de X de concentração desconhecida, o desvio padrão na concentração de X. Construa um gráfico da curva analítica e determine, empregando o gráfico, a concentração da amostra.

- 2) Para a determinação da concentração de fosfato num pesticida é necessário primeiro a hidrólise trifosfatos, que possam existir na amostra. Assim, um método colorimétrico baseado na absorção de um complexo amarelo de fosfato e vanadomolibdato de amônia pode ser utilizado. O complexo é formado por reação de 20 mL de solução de fosfato com 5,0 mL de vanadomolibdato de amônia. Foi preparada uma série de padrões, tendo sido efetuadas as medidas de absorbância a 415 nm com uma célula de caminho óptico de 1,0 cm; os resultados são apresentados na tabela seguinte:

Solução	Concentração (Mol/L)	Absorbância
S <sub>0</sub>	0.0000	0
S <sub>1</sub>	0.0001	0.15
S <sub>2</sub>	0.0002	0.28
S <sub>3</sub>	0.0003	0.4
S <sub>4</sub>	0.0004	0.55
S <sub>5</sub>	0.0005	0.7

- a) Desenhar a curva de calibração que resulta desta análise.
- b) Uma solução de concentração desconhecida, obtida por hidrólise de 1 g de pesticida, tratada de modo idêntico tem uma absorbância de 0,45. Determine a concentração de fosfato desta solução.

## 17. DETERMINAÇÃO DO TOTAL DE SÓLIDOS POR EVAPORAÇÃO

### Sólidos em Suspensão

Com exceção dos gases dissolvidos, todas impurezas da água contribuem para a carga de sólidos presentes nos corpos de água. Os sólidos são classificados de acordo com o tamanho e características químicas.

Quanto ao tamanho podem ser classificados em sedimentáveis, em suspensão, colóides e dissolvidos. Na prática a separação é feita apenas em dois grupos: em suspensão e dissolvidos. Os em suspensão dividem-se em sedimentáveis, que se depositam se a água é deixada descansar por uma hora, e os não sedimentáveis. Os sólidos dissolvidos incluem os colóides e os sólidos realmente dissolvidos. A separação entre sólidos é feita utilizando-se uma membrana filtrante com poro igual a 1,2 mm. Qualquer partícula que passe é considerada dissolvida e a retida como em suspensão. Quanto à característica química os sólidos podem ser classificados em voláteis e fixos. Sólidos voláteis são os que volatilizam a temperaturas inferiores a 650 °C. A concentração dos sólidos dissolvidos dão uma idéia do desgaste das rochas por intemperismo. Em regiões com altos índices pluviométricos mas com rochas insolúveis como o granito, as águas apresentarão baixos teores de sólidos dissolvidos. Pode-se caracterizar a litologia de uma região através do estudo dos íons presentes na água.

As águas subterrâneas em geral não possuem sólidos em suspensão e quando um poço está produzindo água com significativo teor de sólidos em suspensão é geralmente como consequência de mal dimensionamento do filtro ou do pré-filtro ou completação insuficiente do aquífero ao redor do filtro. Em aquíferos cársticos e fissurais as aberturas das fendas podem permitir a passagem das partículas mais finas (argila, silte) aumentando assim o conteúdo em sólidos em suspensão.

### Sólidos Totais Dissolvidos (STD)

É a soma dos teores de todos os constituintes minerais presentes na água. Como dito anteriormente, a medida de Condutividade elétrica, multiplicada por um fator que varia entre 0,55 e 0,75, fornece uma boa estimativa do STD de uma água subterrânea. Segundo o padrão de potabilidade da OMS, o limite máximo permitível de STD na água é de 1000 mg/L.

### Parte experimental

Equipamentos: proveta de 100 mL, bacia de porcelana, forno mufla, balança analítica, chapa aquecedora, dessecador.

### Procedimento

#### 1. Objetivo

Este método é apropriado para a determinação gravimétrica de sólidos dissolvidos em todas as amostras de água e de rejeito. Aplica-se também a amostra do sistema de processamento de rejeito.

#### 2. Princípio do Método

Através de um papel de filtro, a matéria insolúvel contida na amostra é filtrada e no filtrado é analisado o sólido dissolvido. O filtrado é evaporado até a obtenção do sólido dissolvido e este sólido é pesado como substância seca.

#### 3. Limites e Precauções

As pesagens são efetuadas com uma exatidão de 0,1 mg.

O filtrado deve ser medido a partir do volume contido no balão volumétrico, para evitar erros de análise.

#### 4. Pré Requisitos ou Condições Iniciais

##### 4.1 Materiais

Cápsula de porcelana ou becher de 150 mL, Balão volumétrico, Chapa elétrica de aquecimento ou banho maria, Bastão de vidro, Pinça, Balança analítica, Estufa, Dessecador

#### 6. Procedimento experimental

6.1 Lavar e secar a 110 °C por uma hora, em estufa, uma cápsula de porcelana ou um becher de 150 mL.

6.2 Após a secagem, retirar a cápsula de porcelana ou o becher da estufa e colocar em um dessecador por 1 hora.

6.3 Após o resfriamento, pesar a cápsula de porcelana ou o becher e anotar o peso P<sub>1</sub>.

6.4 Pegar o filtrado guardado da análise anterior de sólidos em suspensão. Colocar em um balão volumétrico aferindo o volume do balão com o próprio filtrado.

6.5 Colocar uma quantidade deste filtrado em uma cápsula de porcelana contendo um bastão de vidro no interior e evaporar lentamente o filtrado, utilizando um banho maria.

Se for utilizado um becher para fazer a evaporação do filtrado, colocar o becher sobre uma chapa elétrica em aquecimento brando sem deixar o líquido entrar em ebulição.

6.6 Quando o recipiente estiver quase seco, adicione nova quantidade de amostra, e continue o processo até que todo o volume desejado tenha sido evaporado.

6.8 Deixar o evaporado levar a secura. Em seguida levar o recipiente para a estufa a 110 °C por duas horas.

6.7 Logo após esfriar em dessecador, pesar a cápsula de porcelana ou o becher até peso constante e anotar o peso P<sub>2</sub>.

#### Observação

O ácido bórico pode ser removido, convertendo-o a metil borato por aquecimento com álcool metílico absoluto, em capela. Neste caso, o recipiente e o equipamento utilizado para a evaporação do filtrado deverá ser um becher sobre uma capa elétrica com tela de amianto.

#### 7. Cálculo

7.1 O conteúdo em mg/L em sólidos dissolvidos é obtido através da fórmula:

$$C_D = \frac{(P_2 - P_1)}{V}$$

CD = Conteúdo de matéria de sólidos dissolvidos em (mg/L)

P<sub>1</sub> = Peso da cápsula de porcelana ou o becher vazio e tarado (mg)

P<sub>2</sub> = Peso da cápsula de porcelana ou o becher contendo o sólido dissolvido (mg)

V = Volume do filtrado em (L)

7.2 Sólidos em suspensão (ppm)

$$(ppm)_{Sólidos} = C_D$$

## 18. Jar test

### Introdução

Sem cor, sem cheiro, sem sabor e sem calorias, a água é vital para todas as formas de vida na terra. Nenhum humano, animal ou planta pode viver sem ela. Do elefante ao micrório, a água é essencial; e não tem substituto. Para manter-se saudável, cada um dos mais de cinco bilhões de habitantes da Terra precisa consumir, cerca de 2,5 litros de água por dia. Sem água não há vida.

Felizmente, há muita água. Quando é fotografado do espaço, a aparência do nosso belo planeta azul sugere que ele deveria chamar-se água e não Terra. De fato, se as águas do mundo cobrissem a superfície do planeta de maneira uniforme, formar-se-ia um oceano global de 2,5 quilômetros de profundidade. Toda a área terrestre caberia dentro do oceano pacífico.

Naturalmente a maior parte da água da terra está nos mares, e a água do mar é salgada. A pessoa que bebesse apenas água do mar morreria de sede ou desidratação, a medida que seu corpo tentasse livrar-se do sal. A água do mar tampouco serviria para a indústria ou agricultura, mataria as plantas e enferrujaria todas as máquinas. Assim os seres humanos só podem usar a água do mar depois de extraído o sal um processo oneroso.

Apenas 3% da água do planeta é doce. Quase toda essa água – cerca de 99% – está em geleiras e calotas polares, ou profundezas do solo. Apenas 1% está disponível a humanidade.

Um por cento não parece muita coisa. Será que vai faltar água doce? Provavelmente não, se esse 1% fosse distribuído uniformemente e usado racionalmente seria suficiente para sustentar uma população três vezes maior do que a atual.

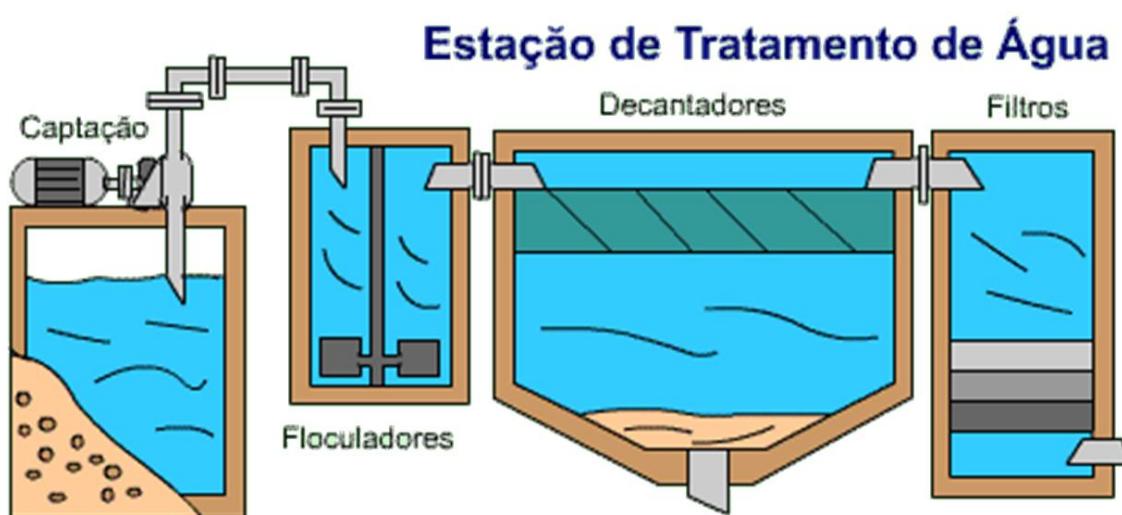
A água que você consome hoje talvez tenha matado a sede de um dinossauro. Isso porque a reserva de água que temos hoje é a que sempre tivemos ou que sempre teremos. Isso acontece porque a água do mundo e ao redor dele circula sem parar dos oceanos para a atmosfera daí para a terra, para os rios e de volta para os oceanos.

Sendo um líquido vital, é importante que ela chegue em condições de ser usada, incapaz de causar danos.

### Finalidade do Tratamento

Visa a melhoria da qualidade da água para abastecimento.

- Higiênica: Remoção de bactérias; elementos venenosos ou nocivos; mineralização excessiva; teores elevados de compostos orgânicos; protozoários; e outros microorganismos;
- Estética: Correção da cor; do sabor e turbidez;
- Econômica: Redução da corrosividade, dureza, cor, turbidez, ferro, odor, sabor, manganês, etc.



O processo de tratamento em uma estação convencional se divide basicamente em cinco partes: Desinfecção; Flocação; Decantação; Filtragem e Distribuição. As quais estão descritas no menu ao lado.

#### Flocação ou coagulação

As impurezas contidas na água podem encontrar-se:

- Em suspensão.
- Dissolvidas.
- Suspensões grosseiras: vegetais, restos de folhas, sílicas facilmente capazes de flutuar ou sedimentar quando a água estiver em repouso.
- Suspensões finas: Turbidez, bactérias, plâncton, etc.
- Coloidais: cor (emulsóides), ferro e manganês oxidados, etc.
- Dissolvidas: dureza, em parte sais de cálcio e magnésio, ferro e manganês não oxidados, etc.

A coagulação tem por objetivo transformar as impurezas que se encontram em suspensão fina, em estado coloidal, e algumas que se encontram dissolvidas, em partículas que possam ser removidas pela decantação (sedimentação) e filtragem. Esses aglomerados gelatinosos se reúnem produzindo os flocos (flocação).

Os reagentes utilizados são geralmente:

- Coagulantes: compostos de Alumínio ou de Ferro capazes de produzir hidróxidos gelatinosos. Como exemplo temos o Sulfato de Alumínio  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ .
- Alcalinizantes: hidróxido de cálcio, e sódio, carbonato de sódio, para conferir a alcalinidade necessária para a coagulação, em algumas estações não é adicionado nenhum produto pois a alcalinidade natural da água já é suficiente para coagulação.

Coadjuntores: polieletrolitos, por exemplo que é utilizado para melhorar a capacidade de flocação.

Cada ppm de sulfato de alumínio aplicado reage com 0,45 ppm de alcalinidade.

Existem vários fatores que influenciam na boa flocação:

- pH (concentração hidrogeniônica da água), Tempo de mistura, Temperatura, Agitação.

O processo envolve a dispersão do coagulante, sua reação com a alcalinidade para a formação do gel e a aglomeração dessa gelatina para a formação do flocos.

Geralmente os reagentes são aplicados por via úmida (o composto granulado é dissolvido em água e aplicado contando-se os mL/mim para se controlar a floculação). A forma mais utilizada para determinar a eficácia do processo de coagulação é o Jar Teste que consiste na utilização de um equipamento que permite a agitação uniforme de seis bêqueres com a água a ser estudada. Inicialmente os bêqueres são cheios com a água e uma primeira bateria de testes é feita mantendo a concentração de floculador constante e variando o pH. Uma segunda bateria é então feita, mantendo o pH constante e variando a concentração do floculador.

Limites de sulfato de alumínio em mg/L, recomendados para a floculação das águas, em função do seu grau de turbidez

Turbidez	Sulfato de Alumínio		
	Mínimo	Máximo	Médio
10	5	17	10
15	8	20	14
20	11	22	17
40	13	25	19
60	14	28	21
80	15	30	22
100	16	32	24
150	18	37	27
200	19	42	30
300	21	51	36
400	22	62	39
500	23	70	42

#### Estimativas de Hazen para águas turvas

Turbidez	Sulfato de Alumínio (mg/L)
50	12
100	17
150	22
200	27
250	31
300	34
400	42
500	49
600	55
700	60
800	64
900	67
1000	70
1250	78
1500	84
1750	90
2000	95
2500	105

#### Parte experimental

Materiais: Agitador para floculação (60 a 100 rpm), frascos de 2 L de capacidade.

Reagentes: Sulfato de alumínio a 1%; água de cal (1,2 g/L), amostra em estudo

**Determinação do pH ótimo de floculação( parte I )**

Determinar o pH, a turbidez, alcalinidade e a acidez da amostra de água;

**pH<sub>inicial</sub>=**

**Turbidez inicial=**

Determinar o pH ótimo de floculação. Colocar em 5 jarros a mesma quantidade de coagulante;

**Quantidade de coagulante:**

Adicionar ácido e base até atingir o pH solicitado , agitando fortemente.,

Após o acerto do PH colocar o jarro no equipamento r agitar por 1 min a 100 rpm;

Agitar após, por 20 min a cerca de 60 rpm;

Observar os flocos e o tempo gasto em sua formação. Anotar, segundo a tabela.

No do jarro	Sulfato de Al	pH	Resultado da turbidez

**Determinação da menor dose de coagulante ( parte II )**

Colocar 2 L da amostra em cada jarro;

Adicionar quantidade crescente de coagulante;

Corrigir o pH para o valor necessário (de acordo com a parte I) adicionando aos diversos jarros ácido ou base;

Após o acerto do PH colocar o jarro no equipamento r agitar por 1 min a 100 rpm;

Agitar os jarros por 20 min (v=60 rpm) e anotar o tempo de formação de flocos;

Decantar por 20 min, determinar a cor,

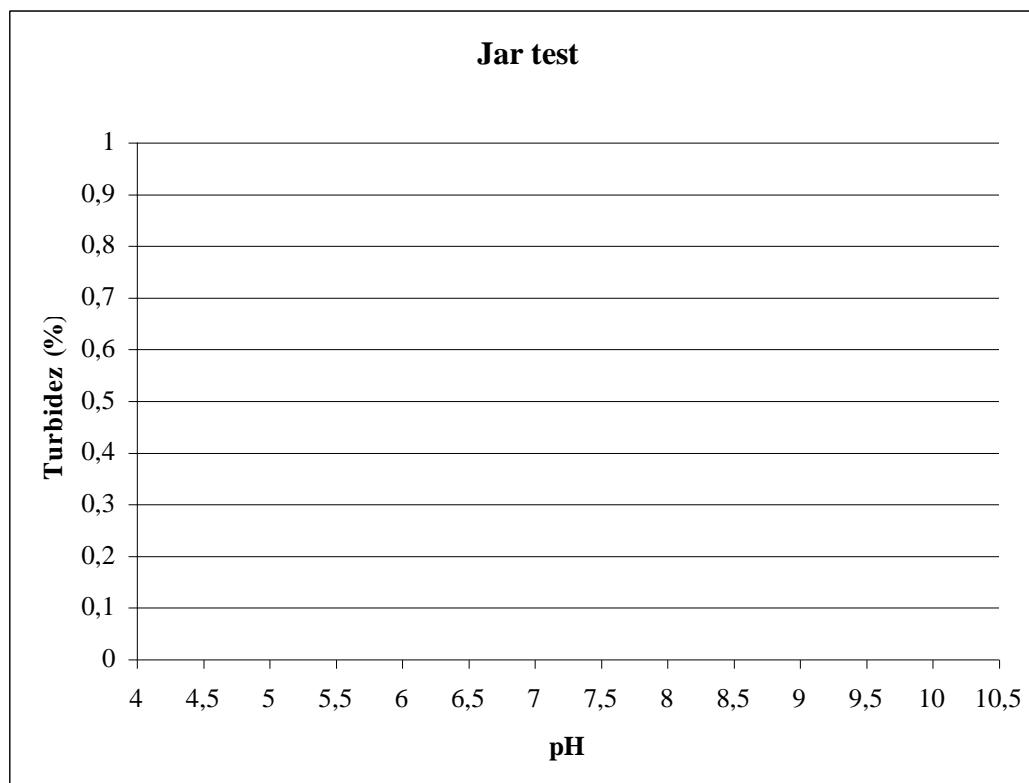
Anotar os resultados conforme a Tabela:

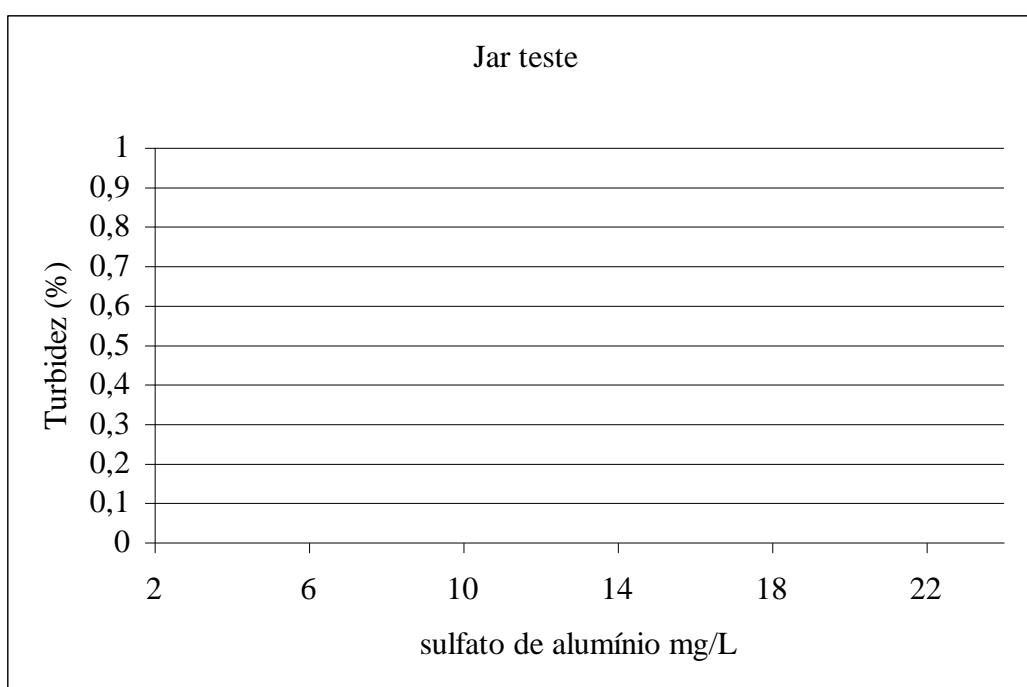
Nº do jarro	Sulfato de Al	pH	Resultado da turbidez

Estimativa dos melhores valores

Traçar os gráficos de pH em função da turbidez e concentração de sulfato de alumínio em função da turbidez.

Determinar os valores mínimos.





#### Questionário

1) Foram feitos duas bateladas de Jar test para efluente industrial que apresentava uma turbidez de 15 TU e alcalinidade em  $\text{HCO}_3^-$  de 50 mg/L expressa como  $\text{CaCO}_3$ . Foram obtidos os dados a seguir, encontre o pH ótimo, a dose ideal de coagulante e a alcalinidade teórica que pode ser consumida na dose ótima.

	1	2	3	4	5	6
PH	5	5,5	6	6,5	7	7,5
Sulfato de alumínio (mg/L)	10	10	10	10	10	10
Turbidez (UNT)	11	7	5,5	5,7	8	13

	1	2	3	4	5	6
PH	6	6	6	6	6	6
Sulfato de alumínio (mg/L)	5	7	10	12	15	20
Turbidez (UNT)	14	9,5	5	4,5	6	13

## 19. Caracterização de compostos orgânicos e inorgânicos

### OBJETIVO

- Realizar testes com uma substância desconhecida, classificando-a em orgânica ou inorgânica.
- Formular uma regra genérica quanto aos pontos de fusão de compostos orgânicos e inorgânicos.
- Caracterizar os compostos orgânicos como compostos que se queimam facilmente.
- Descrever comparativamente a ação do ácido sulfúrico sobre compostos orgânicos e inorgânicos.

### Introdução

Uma das finalidades das pesquisas constantes da química é a descrição de novas substâncias e o desvendamento gradativo da estrutura de suas moléculas. Todo este trabalho, em geral demorado e difícil, tem como finalidade possibilitar a produção artificial dessas substâncias.

Algumas pessoas importantes no estudo de substâncias desconhecidas são:

- Caracterização da substância como orgânica ou inorgânica;
- Caracterização da função a que pertence o composto;
- Determinação da fórmula molecular da substância ;
- Determinação da fórmula estrutural da substância.

Nesta experiência trabalharemos com o primeiro dos passos acima apresentados.

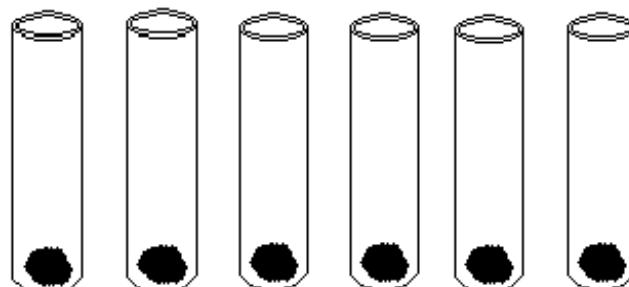
### MATERIAIS E REAGENTES

Cada grupo necessitará de: Fenol, Naftalina, Parafina (cera de vela), Cloreto de sódio, Óxido de cálcio, Nitrato cúprico, Espátulas, Cápsulas de porcelana, Bastão de vidro, 4 bêqueres de 50 mL, papel de filtro, 6 tubos de ensaio, garra para tubos de ensaio

#### Parte experimental

- Coloque uma substância em cada tubo de ensaio conforme mostra a fig. 1.

**Figura i**



- Segurando o tubo de ensaio com um agarrador, aqueça cada uma das substâncias na chama de um bico de Bunsen durante 2 ou 3 minutos. Observe.

- Anote na Tabela 1 as substâncias que fundem.

Tabela 1

SUBSTÂNCIA	OBSERVAÇÕES	SUBSTÂNCIA	OBSERVAÇÕES
Fenol		Naftalina	
Cloreto de Sódio		Parafina	

Óxido de Cálcio		Nitrato Cúprico	
-----------------	--	-----------------	--

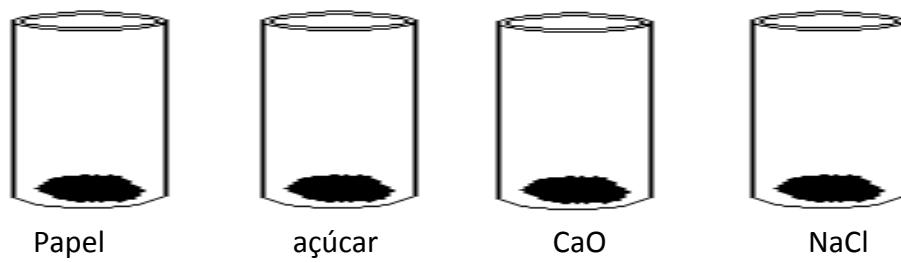
4- O fenol e a naftalina são compostos orgânicos. O cloreto de sódio e o óxido de cálcio são inorgânicos. De posse destas informações e de suas observações, responda: Que tipo de compostos seriam a parafina e o nitrato cúprico? Explique.

5- Coloque em uma cápsula de porcelana uma pequena porção de naftalina (alguns grãozinhos apenas). Ponha fogo e observe. Repita o processo com o cloreto de sódio e o óxido de cálcio. Faça uma descrição de suas observações.

6- Mergulhar um bastão de vidro em um pouco de benzeno. Coloque o bastão molhado em benzeno sobre a chama do bico de Bunsen. Que tipo de composto é o benzeno? Explique.

7- Prepare quatro copos de bêqueres de 50 mL, cada um com uma substância, como mostra a figura II.

Figura ii



8- Adicione sobre cada um destes materiais algumas gotas de ácido sulfúrico concentrado (CUIDADO!!!!!). Descreva o que observa.

9- Sabemos que o açúcar é um composto orgânico, que tipo de substância você julga ser o papel? Explique:

10- Quais as fórmulas estruturais planas dos compostos com que você trabalhou nesta experiência? Tente localizar essas fórmulas em seus livros ou nos livros de química da biblioteca e anote-as no espaço abaixo.

## 20. Periodicidade Química

### Introdução

A primeira tentativa para organizar os elementos em tabelas de acordo com suas propriedades físicas e química foi baseada na ordem crescente dos pesos atômicos.

Henry Moseley, em 1914, constatou que os elementos emitiam RAIOS – X, com freqüências distintas e relacionadas com um número, denominado número atômico (número de prótons nos núcleo). Esta descoberta levou ao estabelecimento da lei conhecida como lei periódica que afirma que “as propriedades dos elementos químicos não são arbitrárias mas que dependem da estrutura do átomo e variam, de maneira sistemática, com o número atômico”.

Periodicidade nas configurações eletrônicas, nas propriedades atômicas, nas propriedades físicas e nas propriedades químicas.

Os elementos são classificados com metais, não metais e metalóides (semi metais). O hidrogênio é classificado como um não metal. Sua localização é devido à sua estrutura eletrônica.

Dos elementos conhecidos até hoje cerca de 80 são metais. Estes são maleáveis, dúcteis, bons condutores de calor e eletricidade, apresentam brilho e geralmente pontos de fusão elevados.

Não metais são pobres condutores de calor e eletricidade, quebradiças, sólidos e fracos refletores de luz. Os metalóides são elementos que exibem propriedades intermediárias entre os metais e os não metais, por exemplo, eles são usados como semicondutores de eletricidade.

As filas horizontais da tabela periódica se chamam períodos; são em total, um período muito curto (que contém o hidrogênio e o hélio), dois curtos de 8 elementos, dois grandes de 18, um muito grande de 32 e um incompleto. As propriedades dos elementos variam de maneira sistemática ao longo do período. As colunas verticais da tabela periódica se chamam grupos. Os elementos de um grupo têm propriedades químicas e físicas intimamente relacionadas. Por exemplo, os metais do primeiro grupo ( $1^A$ ) – lítio, sódio, potássio, rubídio e césio – são metais de grande atividade em química.

É óbvio que deve haver um relacionamento entre as propriedades físicas e químicas semelhantes e a análoga estrutura eletrônica desses elementos de um mesmo grupo. Em geral, a configuração eletrônica dos elementos varia gradual e regularmente ao longo de cada série periódica, com cada elétron adicionado entrando no orbital de energia mais baixa que esteja disponível de acordo com o princípio da construção, a regra de Hund e o princípio de exclusão de Pauli. Essa mudança gradual na configuração eletrônica deve ser responsável pela mudança gradual que se observa nas propriedades físicas e químicas dos elementos de uma série periódica.

### Parte Experimental

*“...A lei periódica e a organização da tabela periódica são consequências da configuração eletrônica dos elementos, resultante da hierarquia mecânico – quântica dos orbitais, subcamadas e camadas. A periodicidade eletrônica é a*

*“causa fundamental das periodicidade observadas nas propriedades atômicas, físicas e químicas.”*

*(QUÍMICA GERAL (I) – John B. Russel)*

### Materiais

Bico de Bunsen  
Béquers  
Tubo de ensaio  
Tripé  
Suporte e garras  
Tubo de vidro  
Rolha  
Colher de deflagração  
Pinça metálica  
Papel aluminizado

### Reagentes

Sódio, potássio, magnésio  
Enxofre em pó  
Óxido de cálcio  
Ácido clorídrico 1N  
Solução de NaOH 1M e 0,1N  
Cloreto de alumínio 0,1M  
Fenolftaleína(solução alcóolica)  
Bicarbonato de sódio

### Metais ativos(coluna 1A e 2A) com água

**OBS.:** O professor deve demonstrar a parte a) e b).

Adicione um pequeno pedaço de sódio(Na) a um béquer de 250mL contendo três quartos de sua capacidade de água. Observe. Quando a reação terminar, adicione algumas gotas de fenolftaleína. Verifique o que acontece.

Repita o procedimento anterior usando potássio(K) metálico.

Lixe uma fita de magnésio (+/-3cm) até que a superfície da mesma fique brilhante. Em um béquer contendo 25mL de água adicione a fita. Depois, aqueça a água até ebulação e adicione algumas gotas de fenolftaleína. Observe.

### 1ª Experiência: Óxidos metálicos(coluna 2A) e água

Prepare o óxido de magnésio(MgO) pelo aquecimento de uma fita de magnésio, recolhendo o óxido formado em um béquer. Depois, adicione água e algumas gotas de fenolftaleína. Agite e observe o resultado.

Repita o procedimento acima usando o óxido de cálcio(CaO)

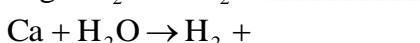
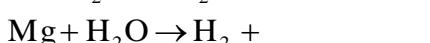
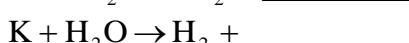
**2ª Experiência: Óxidos não metálicos (coluna 4A e 6A)**

Em um erlenmeyer de 125 mL, coloque uma pequena quantidade de solução de hidróxido de sódio 0,1M e três gotas de fenolftaleína. Observe a cor. Depois, prepare o gás de dióxido de enxofre( $\text{SO}_2$ ), colocando uma pequena quantidade de enxofre(S) em pó em uma colher de deflagração e aquecendo em um bico de Bunsen até o aparecimento de uma chama azul. Coloque a colher dentro do erlenmeyer, sem encostar na solução. Tampe o erlenmeyer com papel aluminizado para evitar a saída do gás. Então verifique a formação do gás dentro do erlenmeyer, retire a colher e agite a solução para permitir a dissolução do gás. Observe o ocorrido.

Repita a experiência anterior usando  $\text{CO}_2$  (dióxido de carbono) como fonte de gás. Observe e compare com a experiência anterior.

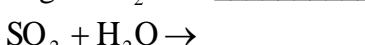
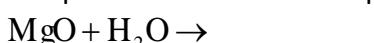
**Questionário**

Completar e balancear as equações:



Qual a diferença do comportamento do sódio e do magnésio em água? Explique.

Completar e balancear as equações:



Que produtos poderíamos prever que se formariam pela adição de lítio em água?

Que produtos poderíamos prever que se formariam pela adição de óxido de bário em água?

**REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICA:**

- ADAD J. M. T. Controle químico de qualidade. Rio de Janeiro: EDITORA GUANABARA DOIS S.A. 1982. 204p.
- ALCÂNTARA, F. Catadores de lixo 'garimpam' no aterro sanitário Delta 1, em Campinas. Folha de Campinas, p. 3-5 9/11157, Edição: Nacional . 23 set, 1997. (Cotidiano, editorial)
- ALEXEYEV, V., Quantitative Analysis. Moscow: Mir Publishers, 2<sup>d</sup> printing 524p.
- ALLEN, H.E.; PERDUE, E.M; BROWN D.S. Metals in groundwater. Chelsea : Lewis Publishers, 1993.
- ALLINGER, L. A .; et al. Química orgânica. Río de Janeiro: Guanabara Dois. 1978. 960p.
- ALVES, C. Tubulação equivale a meia volta na Terra. Folha de São Paulo, São Paulo, Editoria: COTIDIANO, p. 3-4, Edição: Nacional, 14 jun., 1997. (Cotidiano, editorial)
- ANTUNES, V.L.C. Problemas ambientais, Folha de São Paulo, São Paulo, 16 out., 1997. (Cotidiano, editorial)
- ASTM - "Standard Methods for Examination of Water and Wastewater 12<sup>th</sup> Edition 1965.
- BAES, C. F.; SHARP, R.D. A proposal for estimation of soil leaching and leaching constants for use in assessment models. J. Environ. Qual., v. 12, n.1, 1983.
- BEVINGTON, P. R. Data reduction and error analysis for physical sciences. New York: McGRAW-HILL BOOK Company. 1969. 336p.
- CARRITT, D. E., and CARPENTER, J. H., 1966. Comparison ad evoluation of currently employed modifications of the Winkler method for determining dissolved oxygen in seawater; a NASCO report, J. Marine Res., 24: 286-318. THOMPSON, T.G., and ROBINSON, R.J., 1939. Notes on the determination of dissolved oxygen in sea water. J. Marine Res., 2: 1-8.WHEATLAND, A. B., and SMITH, L. J., 1955. Gasometric determination of dissolved oxygen in pure and saline water as a check of titrimetric methods. J. Appl. Chem. (London), 5: 144-148.
- CHUNG, J.Y.; LEE, K.J. Analysis of colloid transport and colloidal size effect using filtration theory. Ann. Nucl. Energy, v. 19, n.3, p. 145-153, 1992.
- CPRM. Serviço Geológico do Brasil. Hidrogeologia : Conceitos e aplicações. Fortaleza : CPRM, LABHID-UFPE, 1997.
- DREESEN, D.; WILLAMS, J.M. Mobility and bioavailability of uranium mill tailings contaminants. Environ. Sci. Technol., v. 16, n.10, p. 702-709, 1982.
- DUBININ, M.M.; RADUSHKEVICH, L.V. Equation of characteristic curve of activated charcoal. Proc. Acad. Sci. USSR. Phys. Chem. Sect., v.55, p. 331-333, 1947.
- FERNANDES J. Química orgânica experimental. Porto Alegre: editora SULINA. 1987. 215p.
- FETTER, C.W. Contaminant hidrogeology, New York : Macmillan Publishing Company, 1992.
- FOLHA DE SÃO PAULO, disponível em : <http://www.uol.com.br>, busca : Folha de São Paulo, 1997.
- FRANZINI, L. Water-resources engineering. New York : McGraw-Hill Book Company, 1964.

Fundação Estadual de Engenharia do Meio Ambiente – FEEMA. Análises físicas e químicas da água. Rio de Janeiro : Serviço de treinamento, v I e II, 1976.

Globo Ciência, Editora Globo, Nº 50 - set/1995.

HARLEMAN, D.R.F. Transport processes in water quality control, Massachusetts Institute of Technology, 1970, (Lectures 1.77).

[http://planeta\\_de\\_agua.vila.bol.com.br/index.html](http://planeta_de_agua.vila.bol.com.br/index.html)

<http://www.meioambiente.pro.br/aguasubterranea.htm>

Kolthoff, Sandell, Meehan e Buckenstein, "Quantitative Chemical Analysis", 4ª Ed., The MacMillan Co., Londres. 1969.

LA LAINA; PORTO, R. (Org.), Hidrologia Ambiental, São paulo : Editora da Universidade de São Paulo, 1991.

LANG, H.; WOLFRUM, C. Nuclide sorption on heterogeneous natural surfaces. SIXTH INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON WATER-ROCK INTERACTION, August 3-12, 1989, Malvern. Proceeding. Neuherberg : International Association of Geochemistry and Cosmochemistry, 1990.

João Neto. URL:

[http://www.profjoaoneto.com/quimicag/densidade\\_exerc/densidade\\_exae.htm](http://www.profjoaoneto.com/quimicag/densidade_exerc/densidade_exae.htm)

LOH WATSON - Departamento de Físico-Química Instituto de Química - Universidade Estadual de Campinas. Disponível em <http://pcserver.iqm.unicamp.br/%7Ewloh/exp/index.html>. Pesquisado em 1/12/2002.

MARQUARDT, D.W. An algorithm for least-square estimation of nonlinear parameters. J. Soc. Indust. Appl. Math., v. 11, n.2, 1963.

MCGRAW-HILL SERIES. Water resources and environmental engineering. Highstown : McGraw-Hill Book Company, 1991.

MELO, F. Espuma branca bóia nas águas poluídas do rio Melchior, em Brasília. Folha de São Paulo. São Paulo, p. 3-5, 6 out., 1997. (Cotidiano, editorial)

NAZARETH, R.; MUGGIATTI, A. Peixes e aves são mortos no Jaraguá, Folha de São Paulo. São Paulo, p. 3-5, 14 out., 1997. (Cotidiano, editorial)

NETO, R.B. Bactérias do inferno, Folha de São Paulo, São Paulo, p. 5-16, 9 nov. , 1997. (Cotidiano, editorial)

NEVES, W. Secretaria precisa explicar o milagre do morango. Folha de São Paulo, São Paulo, Editoria: AGROFOLHA. p. 5-4, set. 2, 1997. (Cotidiano, editorial)

NYFFELLER, U.P.; YUAN-HUI, L.; SANTSCHI, H. A kinetic approach to describe trace-element distribution between particles and solution in natural aquatic systems., Geokimica et Cosmokimica Acta, v. 48, p. 1513-1522, 1984.

O'CONNOR, D.J.; CONNOLLY, J.P. The effect of concentration of adsorbing solids on the partition coefficient. Water Research, v. 14, p. 1517-1523, 1981.

OLIVEIRA, W. Lixo hospitalar é encontrado em área rural no interior de SP, Folha de São Paulo, São Paulo, p. 3-3, 28 out., 1997. (Cotidiano, editorial)

OLIVEIRA, W. Pesticida é encontrado em loteamento, Folha de São Paulo, São Paulo, p. 3-6, Edição: São Paulo, 27 agos., 1997. (Cotidiano, editorial)

PALMER, M.P. Principles of contaminant Hydrogeology. Michigan : Lewis Publishing, Inc. 1991.

PORTO, R.L. Hidrologia Ambiental. São Paulo : Edusp. - Editora da Universidade de São Paulo, 1991.

- ROMERO, L.; MORENO, L.; NERETNIEKS, I. A compartment model for solute transport in the near field of a repository for radioactive waste. Stockholm : Department of Chemical Engineering, 1991, KAT-91/13).
- RUSSEL, J. B. Química geral. São Paulo: Makron Books. v 1 e 2. 1994.
- SANTOS, M.V. Editoria: BRASIL, Folha de São Paulo, p. 1-6, 11/11004, Seção: OMBUDSMAN, Edição: Nacional. nov. 23, 1997.
- SIMON, A.,L. Practical Hydraulics. London : John Wiley & Sons, Inc. 1976.
- SIQUEIRA, F. Cubatão pode ter deslizamentos, São Paulo, Editoria: COTIDIANO, p. 3-6, 26 agost., 1997. (Cotidiano, editorial)
- SKEEN, R.S.; COTE, S.M.; TRUEX, M.T.; PETERSON, J.N. Kinetics of in situ bioremediation of Hanford groundwater. Boise : Department of Energy, 1992, (RNL-SA-20623).
- SKOOG, D. A.; LEARY, J. J. *Principles of Instrumental Analysis*. Fourth Edition. Saunders College Publishing. 1992. 800p.
- SPOSITO, G. Derivation of Freundlich equation for ion exchange reactions in solids. Soil Sci. Am. J. , v. 44, p. 652-654, 1980.
- TAGLIAFERRI, M.; AVANCINI, M.; BRAGA, P.H. Restrição a veículos é fenômeno mundial, Folha de São Paulo, São Paulo, p. 3-9, 27 jun., 1997. (Cotidiano, editorial)
- TOON, E. R.; ELLIS G. E. Foundations of chemistry. New York: Holt, Rinerhart and Winston, Inc. 1973. 292p.
- U.S. Department of the Interior. Water and Power Resources Service. Ground water Manual. Denver : United States Government Printing Office, 1981. 480 p.
- Vogel, A. I., "Textbook of Quantitative Inorganic Analysis", Longmanns, Green & Co., Londres, 1959.
- ZHENG, C.; BENNETT, G.D. Applied contaminant transport modeling. New York : Van Nostrand Reinhold. 1995.

# TABELA PERIÓDICA DOS ELEMENTOS

( B A S E A D A N O C A R B O N O 1 2 )

		IA																VIIIA		
1º	1s	1 <b>H</b>	1,008	IIA															2 <b>He</b>	
2º	2s	3 <b>Li</b>	6,9	4 <b>Be</b>																5 <b>B</b>
3º	3s	11 <b>Na</b>	23,0	12 <b>Mg</b>																6 <b>C</b>
4º	4s	19 <b>K</b>	39,1	20 <b>Ca</b>																7 <b>N</b>
5º	4s	37 <b>Rb</b>	85,5	21 <b>Sc</b>																8 <b>O</b>
6º	4f	55 <b>Cs</b>	132,9	22 <b>Ti</b>																9 <b>F</b>
7º	5f	87 <b>Fr</b>	(223)	23 <b>V</b>																10 <b>Ne</b>
				IIIIB	IVB	VB	VIB	VIIIB	IB	IIB									12,0	
																			14,0	
																			16,0	
																			19,0	
																			20,2	
																			39,9	

<b>1</b> <b>H</b> 1,008	Número atômico 	Massa atômica 	58 <b>Ce</b> 140,1	59 <b>Pr</b> 140,9	60 <b>Nd</b> (147)	61 <b>Pm</b> 150,4	62 <b>Sm</b> 152,0	63 <b>Eu</b> 157,3	64 <b>Gd</b> 158,9	65 <b>Tb</b> 162,5	66 <b>Dy</b> 164,9	67 <b>Ho</b> 167,3	68 <b>Er</b> 168,9	69 <b>Tm</b> 173,0	71 <b>Lu</b> 	
			90 <b>Th</b> 232,0	91 <b>Pa</b> (231)	92 <b>U</b> 238,0	93 <b>Np</b> (237)	94 <b>Pu</b> (242)	95 <b>Am</b> (243)	96 <b>Cm</b> (247)	97 <b>Bk</b> (249)	98 <b>Cf</b> (254)	99 <b>Es</b> (254)	100 <b>Fm</b> (253)	101 <b>Md</b> (256)	102 <b>No</b> (254)	103 <b>Lr</b> (257)