

Análise gravimétrica

Os **métodos gravimétricos** são quantitativos e se baseiam na determinação da **massa** de um composto puro ao qual o analito está quimicamente relacionado.

Gravimetria por precipitação: o analito é separado de uma solução de uma amostra como um precipitado e é convertido a uma espécie de composição conhecida que pode ser pesada.

Gravimetria de volatilização: o analito é isolado dos outros constituintes da amostra pela conversão a um gás de composição química conhecida. O peso desse gás serve então como uma medida da concentração do analito.

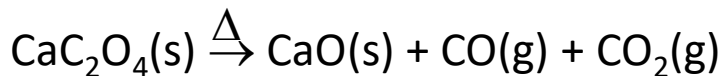
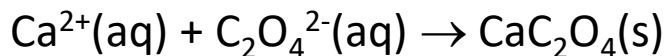
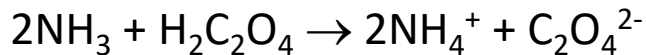
Eletrogravimetria: o analito é separado pela deposição em um eletrodo por meio do uso de uma corrente elétrica. A massa desse produto fornece então uma medida da concentração do analito.

Gravimetria por precipitação

- 1) O analito é convertido a um precipitado pouco solúvel;
- 2) Esse precipitado é filtrado, lavado para a remoção de impurezas, convertido a um produto de composição conhecida por meio de um tratamento térmico adequado e pesado.

Ordem geral: precipitação > filtração > lavagem > aquecimento > pesagem

Ex: determinação de cálcio em águas naturais



Propriedades dos Precipitados

Para obter bons resultados, você deve ser capaz de obter um precipitado “puro” e que possa ser recuperado com alta eficiência.

Características de um bom precipitado:

- ter baixa solubilidade;
- ser fácil de recuperar por filtração;
- não ser reativo com os constituintes da atmosfera;
- de composição química conhecida após sua secagem ou, se necessário, calcinação;
- ser produto de uma reação completa.

Cálculos na análise gravimétrica

- Os resultados de uma análise gravimétrica são geralmente calculados a partir de medidas experimentais: massa da amostra e a massa de um produto de composição conhecida.
- A porcentagem em peso de um constituinte ou analito na amostra é dada por:

$$\% m / m = m_c \text{ (massa do constituinte)} / m_a \text{ (massa da amostra)}$$

- Quando o constituinte não é pesado na forma química em que o resultado será expresso, é necessário utilizar o **fator gravimétrico** ou o **fator de conversão** para a forma química desejada:

$$F = MM_{\text{analito}} / MM_{\text{substância pesada}}$$

*Massa molecular ou atômica

Cálculos na análise gravimétrica

Substância investigada	Substância pesada	F
Ca	CaO	MM_{Ca}/MM_{CaO}
Fe	Fe_2O_3	$2MM_{Fe}/MM_{Fe_2O_3}$
$NaCl$	$AgCl$	MM_{NaCl}/MM_{AgCl}
Mg	$Mg_2P_2O_7$	$2MM_{Mg}/MM_{Mg_2P_2O_7}$

Exemplo

O cálcio presente em uma amostra de 200,0 mL de água natural foi determinado pela precipitação do cátion como CaC_2O_4 . O precipitado foi filtrado, lavado e calcinado em um cadinho com uma massa de 26,6002 g quando vazio. A massa do cadinho mais CaO ($56,077 \text{ g mol}^{-1}$) foi de 26,7134 g. Calcule a concentração de Ca ($40,078 \text{ g mol}^{-1}$) em água em unidades de gramas por 100 mL de água.

$$m_{\text{CaO}} = 26,7134 - 26,6002 = 0,1132 \text{ g}$$

$$n_{\text{Ca}} = n_{\text{CaO}} = 2,0186 \text{ mmol}$$

$$[\text{Ca}] = (2,0186 \times 40,078) / 200,0 = 0,4045 \text{ g L}^{-1} \text{ ou } 0,04045 \text{ g / 100 mL}$$

Exercícios

Um minério de ferro foi analisado pela dissolução de uma amostra de 1,1324 g em HCl concentrado. A solução resultante foi diluída em água e o ferro(III) foi precipitado na forma de óxido de ferro hidratado $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$. Após a filtração e a lavagem, o resíduo foi calcinado a alta temperatura para gerar 0,5394 g de Fe_2O_3 puro ($159,69 \text{ g mol}^{-1}$). Calcule a % de Fe presente ($55,847 \text{ g mol}^{-1}$) na amostra.

Uma amostra de 0,2356 g contendo apenas NaCl ($58,44 \text{ g mol}^{-1}$) e BaCl_2 ($208,23 \text{ g mol}^{-1}$) gerou 0,4637 g de AgCl seco ($143,32 \text{ g mol}^{-1}$). Calcule o percentual de cada composto de halogênio presente na amostra.

Análise gravimétrica

VANTAGENS:

- O método é absoluto e não depende de padrões;
- O método permite exatidão elevada;
- Instrumentação simples e barata.

DESVANTAGENS:

- Procedimentos laboratoriais demorados;
- Não é aplicável a análise de traços;
- Erros no processo de precipitação;
- Perdas de precipitados nas etapas de transferência, filtração, lavagem e secagem.

Gravimetria por volatilização

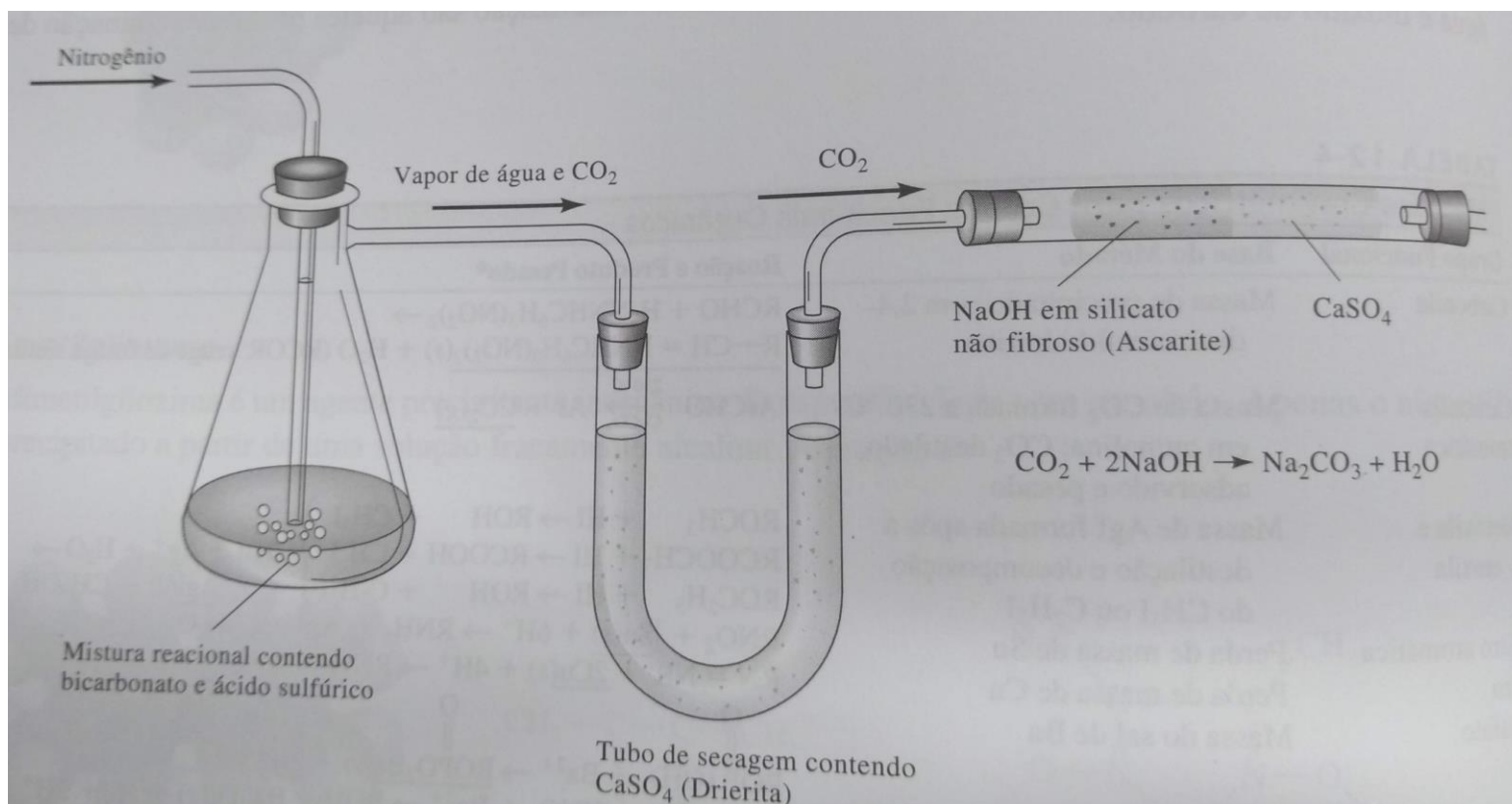
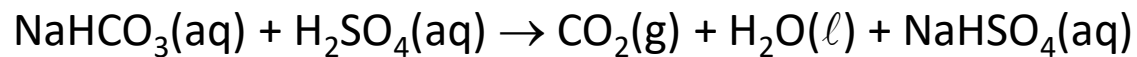
Os dois métodos gravimétricos mais comuns baseados na volatilização são aqueles para a determinação de água e dióxido de carbono.

A água é quantitativamente destilada a partir de muitos materiais por aquecimento.

Determinação direta: o vapor de água é coletado em qualquer um dos vários sólidos dessecantes e sua massa é estipulada a partir da massa ganha pelo dessecante.

Determinação indireta: a quantidade de água é estabelecida pela perda de massa da amostra durante o aquecimento.

Determinação da quantidade de bicarbonato de sódio presente em comprimidos antiácidos.



Eletrogravimetria

O analito é quantitativamente depositado sobre um eletrodo por meio de uma eletrólise.

Como podemos saber quando a eletrólise terminou?

Eletrodeposição completa:

- desaparecimento de cor (remoção de Co^{2+} do meio);
- deposição em uma superfície do eletrodo recém-exposta ao analito (depósito de cobre);
- teste qualitativo da presença do analito em solução.