

GUIA DE LABORATÓRIO

ANÁLISES QUALITATIVAS

Departamento de Química

Instituto de Ciências Exatas

Universidade Federal de Juiz de Fora

INSTRUÇÕES GERAIS

O trabalho que se realiza em um curso prático de química Analítica requer, além de grande dedicação e interesse, muito cuidado e atenção. Para facilitar esse trabalho, serão dadas algumas instruções que, devidamente observadas, auxiliarão na obtenção de bons resultados, fator muito importante no aprendizado dessa disciplina.

- a) O laboratório é um lugar de trabalho sério. Evite qualquer tipo de brincadeira.
- b) É indispensável o uso do avental e, os óculos de segurança nas situações indicadas pelo professor.
- c) O aluno deverá estudar as práticas antes de executá-las, registrando, no caderno de laboratório, as observações e conclusões que fez, após as execuções das mesmas.
- d) Trabalhar com pequenas quantidades de substâncias. As provas são realizadas em tubo de ensaio. O volume da solução problema deve ser de aproximadamente 5 gotas (0,25 mL), já o volume dos reagentes adicionados depende da estequiometria da reação e, da concentração da solução.
- e) Deve-se evitar o desperdício de soluções, reativos, reagentes sólidos, gás e água destilada.
- f) Deve-se sempre usar água destilada, ao se preparar uma solução ou ao se proceder a uma diluição.
- g) Deve-se tomar o máximo cuidado para não contaminar os reagentes sólidos e as soluções. Não introduzir conta-gotas nos frascos de solução-estoque.
- h) O material de vidro deve ser lavado logo após a sua utilização. Em geral, lava-se primeiro com água corrente, usar sabão ou detergente e, depois enxaguar com pequenos volumes de água destilada; em certos casos, pode-se usar pequenas quantidades de ácido (HCl, HNO₃, entre outros) na limpeza do material.
- i) Ao se aquecer um tubo de ensaio, deve-se fazê-lo de maneira adequada, caso contrário o conteúdo do tubo poderá ser projetado para fora, atingindo o operador ou outra pessoa.
- j) Todas as operações nas quais irá ocorrer desprendimento de gases tóxicos devem ser executados na capela, bem como as evaporações de soluções ácidas, amoniacaís, etc.
- k) É indispensável tomar o maior cuidado possível ao se trabalhar com ácidos concentrados, especialmente se for necessário aquecimento. Nunca se deve adicionar água ao ácido; deve-se sempre fazer a operação contrária, isto é, adicionar ácido na água.
- l) No estudo das reações de cátions, empregam-se, de preferência, soluções de seus cloretos ou nitratos; para o estudo dos ânions, usam-se soluções de seus sais de sódio ou potássio.
- m) Ácidos e bases concentradas atacam a pele e a roupa. Assim, devem ser utilizados com o maior cuidado, principalmente na neutralização de um pelo outro, pois a reação é altamente exotérmica.
- n) Informe o Professor de qualquer acidente que ocorra, mesmo que seja um dano de pequena importância.

BIBLIOGRAFIA

- 1 - A.I. Vogel, Textbook of Macro and Semimicro Qualitative Inorganic Analysis, 5a. edição, revista por G. Svehla, Longman, 1979.
- 2 - A.I. Vogel, Química Analítica Qualitativa, tradução da 5a. edição, Editora Mestre Jou, São Paulo, 1981.
- 3 - N. Baccan, O.E.S. Godinho, L.M. Aleixo, E. Stein, Introdução à Semimicroanálise Qualitativa, 6a. edição, Editora UNICAMP, 1995.

TESTES RECOMENDADOS PARA A IDENTIFICAÇÃO DOS ÍONS POTÁSSIO, AMÔNIO E MAGNÉSIO.
--

POTÁSSIO

a) Ácido tartárico em meio tamponado, etanol. Verificar interferentes.

AMÔNIO

a) Bases fortes, aquecer e identificar o gás desprendido utilizando o papel de tornassol vermelho.

MAGNÉSIO

a) Hidróxidos alcalinos (NaOH), na ausência e na presença de sais de amônio

b) Hidróxido de amônio, na ausência e na presença de sais de amônio

c) Íons fosfato na presença de sais de amônio e hidróxido de amônio.

d) Íons carbonato na ausência e na presença de sais de amônio.

TESTES RECOMENDADOS PARA A IDENTIFICAÇÃO DOS ÍONS SULFATO, CARBONATO, NITRATO, ACETATO, CLORETO, BROMETO E IODETO.
--

SULFATO

a) Íons bário. Verificar a solubilidade do precipitado em HCl diluído.

CARBONATO

a) Ácidos diluídos

b) Íons bário. Verificar a solubilidade do precipitado em HCl diluído.

NITRATO

a) Prova do anel pardo. Verificar interferentes.

b) redução em meio alcalino: redução a NH_3 com zinco em pó em meio alcalino. Verificar interferentes.

ACETATO

a) Hidrogenossulfato de potássio (triturar em almofariz: odor característico).

CLORETO

a) Sólido com ácido sulfúrico concentrado:

b) Íons prata na presença de HNO_3 . Verificar a solubilidade em NH_4OH e $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$.

BROMETO

a) Sólido com ácido sulfúrico concentrado:

b) Íons prata, em presença de ácido nítrico diluído. Verificar a solubilidade do precipitado em NH_4OH e em $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$.

c) Hipoclorito em meio ácido sulfúrico / particionar o produto em CCl_4 .

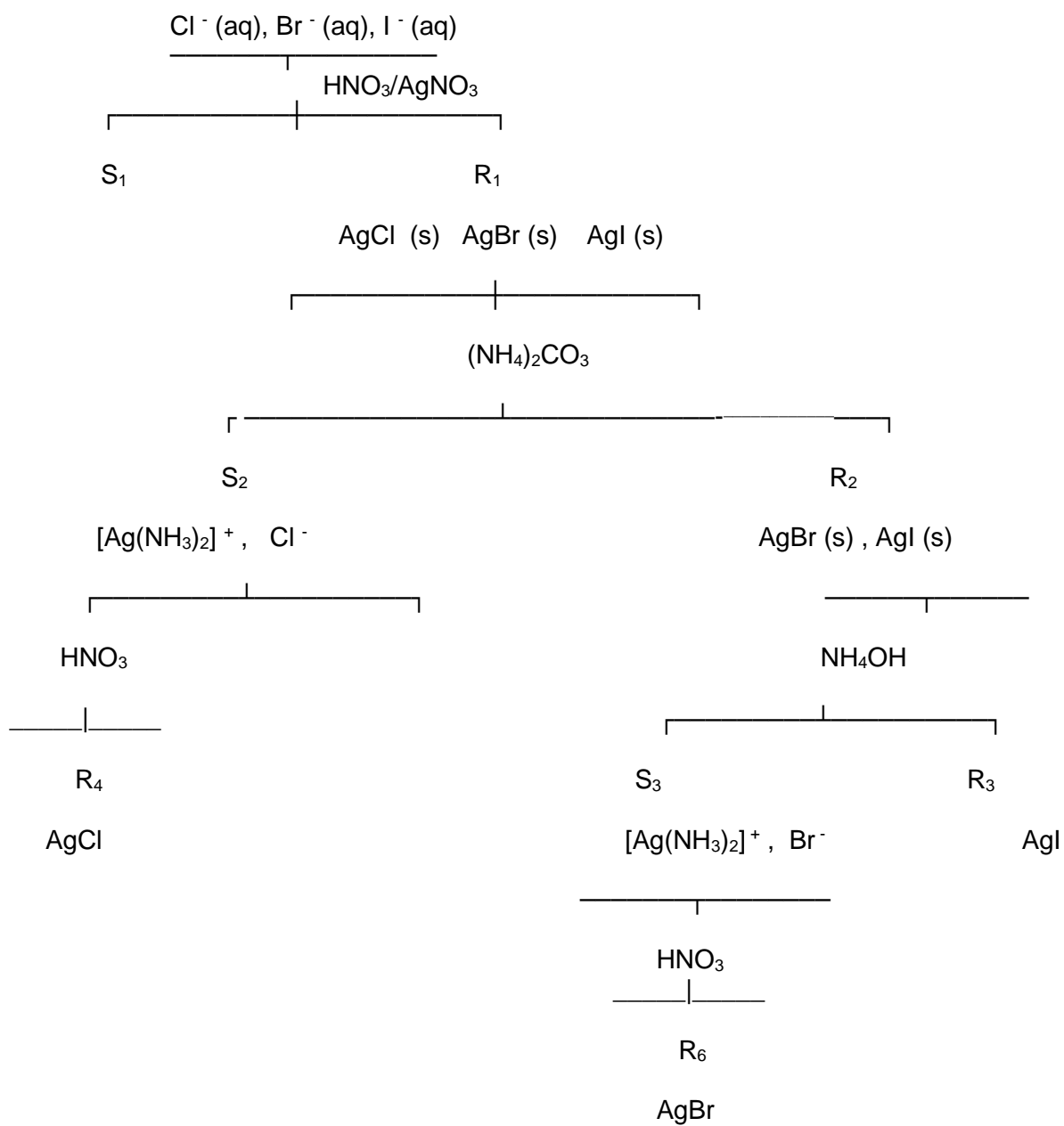
IODETO

a) Sólido com ácido sulfúrico concentrado:

b) Íons prata, em presença de ácido nítrico diluído. Verificar a solubilidade do precipitado em NH_4OH e em $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$.

c) Hipoclorito em meio ácido sulfúrico / particionar o produto em CCl_4

ESQUEMA DE SEPARAÇÃO

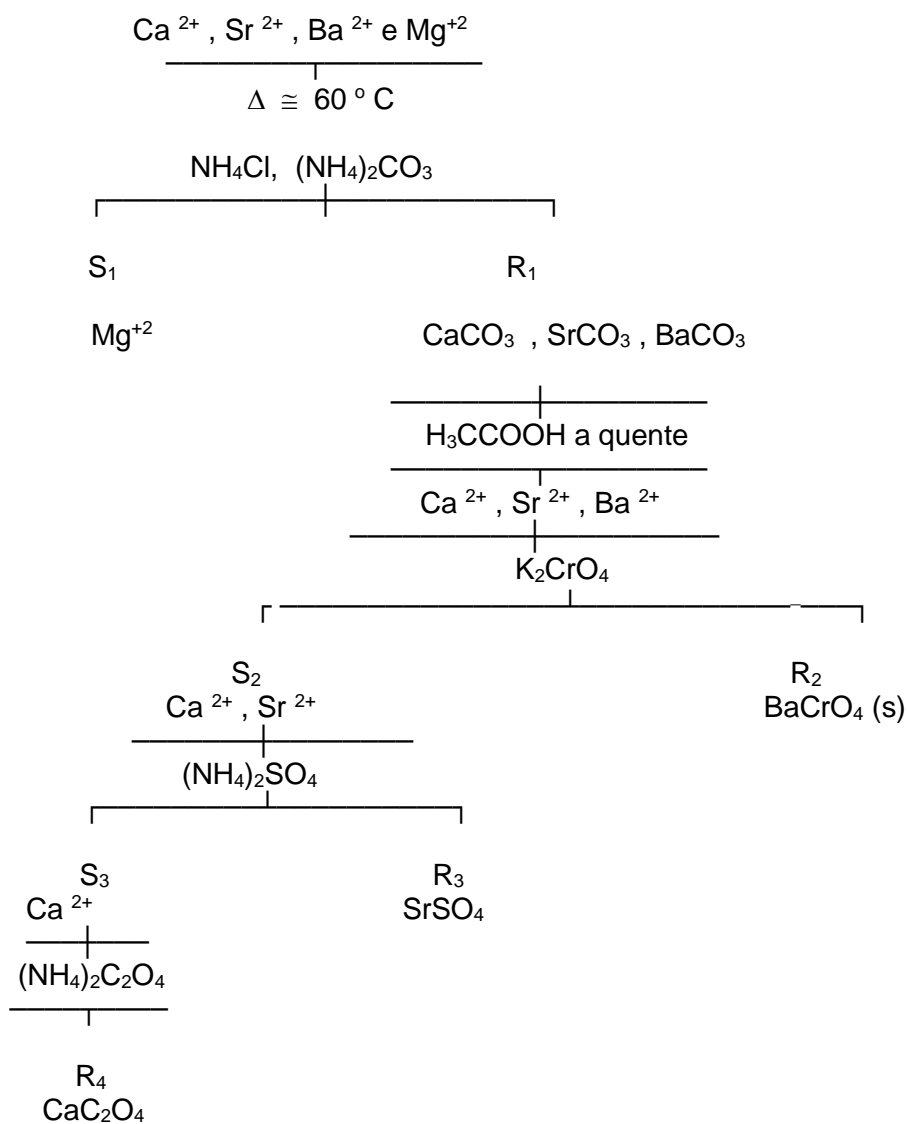


TESTES RECOMENDADOS PARA A IDENTIFICAÇÃO DOS ÍONS BÁRIO, CÁLCIO E ESTRÔNCIO

BÁRIO, ESTRÔNCIO e CÁLCIO

- Hidróxidos alcalinos
- Hidróxido de amônio
- Carbonato de amônio em ausência e em presença de sais de amônio.
- Íons sulfato. Verificar a solubilidade em ácido clorídrico diluído.
- Íons cromato. Verificar a solubilidade em ácido acético a quente.
- Íons oxalato. Verificar a solubilidade em ácido acético a quente.
- Íons fosfato na presença de sais de amônio e hidróxido de amônio.
- Ácido tartárico em meio tamponado, etanol.

ESQUEMA DE SEPARAÇÃO



TESTES RECOMENDADOS PARA O ESTUDO E IDENTIFICAÇÃO DOS ÍONS FERRO III, ALUMÍNIO, CRÔMIO, NÍQUEL, ZINCO, MANGANÊS E COBALTO

FERRO (III)

- a) Sulfeto de amônio (na capela). Verificar a solubilidade em HCl diluído
- b) Hidróxido de amônio
- c) Hidróxido de sódio
- d) Ferrocianeto de potássio
- e) Ferricianeto de potássio
- f) Tiocianato de amônio
- g) Carbonato de amônio

ALUMÍNIO (III)

- a) Sulfeto de amônio (na capela). Verificar a solubilidade em HCl diluído
- b) Hidróxido de amônio. Verificar o que ocorre com a adição de um excesso do reagente.
- c) Hidróxido de sódio. Verificar o que ocorre com a adição de um excesso do reagente.
- d) Ferrocianeto de potássio
- e) Ferricianeto de potássio
- f) Carbonato de amônio

CRÔMIO (III)

- a) Sulfeto de amônio (na capela). Verificar a solubilidade em HCl diluído
- b) Hidróxido de amônio. Verificar o que ocorre com a adição de um excesso do reagente.
- c) Hidróxido de sódio. Adição posterior de água oxigenada.
- d) Ferrocianeto de potássio
- e) Ferricianeto de potássio
- f) Carbonato de amônio

MANGANÊS (II)

- a) Sulfeto de amônio (na capela). Verificar a solubilidade em HCl diluído
- b) Hidróxido de amônio.
- c) Hidróxido de sódio. Adição posterior de água oxigenada.
- d) Ferrocianeto de potássio
- e) Ferricianeto de potássio
- f) Carbonato de amônio

ZINCO (II)

- a) Sulfeto de amônio (na capela). Verificar a solubilidade em HCl diluído
- b) Hidróxido de amônio
- c) Hidróxido de sódio. Verificar o que ocorre com a adição de um excesso do reagente.
- d) Ferrocianeto de potássio
- e) Ferricianeto de potássio
- f) Carbonato de amônio

NÍQUEL (II)

- a) Sulfeto de amônio (na capela). Verificar a solubilidade em HCl diluído
- b) Hidróxido de amônio. Verificar o que ocorre com a adição de um excesso do reagente.
- c) Hidróxido de sódio
- d) Ferrocianeto de potássio
- e) Ferricianeto de potássio
- f) Carbonato de amônio
- g) Dimetilglioxima, meio básico.

COBALTO (II)

- a) Sulfeto de amônio (na capela). Verificar a solubilidade em HCl diluído
- b) Hidróxido de amônio. Verificar o que ocorre com a adição de um excesso do reagente.
- c) Hidróxido de sódio. Adição posterior de água oxigenada.
- d) Ferrocianeto de potássio
- e) Ferricianeto de potássio
- f) Carbonato de amônio
- g) Tiocianato de amônio (excesso de reagente em meio de ácido acético, adicionar acetona).