

ESCOLA SECUNDÁRIA Dr. ANTÓNIO CARVALHO FIGUEIREDO

ACÇÃO DE FORMAÇÃO

UTILIZAÇÃO DOS NOVOS LABORATÓRIOS ESCOLARES

ACTIVIDADE EXPERIMENTAL

(Guião da actividade)

FORMANDA: Maria José Caetano Ferreira

FORMADOR: Professor Vítor Duarte Teodoro

Julho 2010

CURSO	Profissional de Técnico de Análise Laboratorial	ANO	2º PAL
Disciplina: Análises Químicas	Módulo 11 C: Análise Gravimétrica		
Ano lectivo: 2009 / 2010			
TRABALHO LABORATORIAL Nº 1	Doseamento da água de cristalização de um sal hidratado		

Doseamento da água de cristalização do cloreto de bário dihidratado

OBJECTIVOS

- Executar uma análise gravimétrica por destilação.
- Adquirir conhecimentos teóricos e práticos em análise gravimétrica, seguindo um protocolo experimental, manipulando correctamente o material e adquirindo técnicas de trabalho adequadas.
- Determinar a % (m/m) da água de cristalização do sal hidratado.
- Calcular a quantidade de moles de água de cristalização por mole de sal.

INFORMAÇÃO

Em regra, o teor do elemento (ião) que se quer determinar, na substância em estudo, obtém-se em análise gravimétrica pela massa de precipitado depositado após precipitação desse elemento (ião) sob a forma de um composto dificilmente solúvel. Trata-se do **método da precipitação**.

Mas, utiliza-se o **método da destilação** por aquecimento ou **calcinação** da substância para calcular os componentes voláteis (H_2O ; CO_2 , etc.); em que a quantidade do componente determina-se pela perda de massa da substância.

A **água de cristalização** é a água que faz parte integrante da estrutura cristalina de certas substâncias. O seu teor corresponde a fórmulas químicas fixas, como por exemplo: $BaCl_2 \cdot 2H_2O$; $CuSO_4 \cdot 5H_2O$; $Na_2SO_4 \cdot 10H_2O$, etc. Por isso também se chama de água estequiométrica.

Os cristais hidratados só perdem a sua água de cristalização por aquecimento.

Baseados nesta propriedade, podemos calcular o teor da água de cristalização, nestes compostos, pelo **método da destilação**. Assim, no caso considerado, aquece-se uma amostra de $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ colocada num cadinho com tampa, entre 105 – 110 °C, numa estufa, até que a sua massa se mantenha constante (secagem até massa constante).

Uma vez obtida a massa constante, há a certeza de que toda a água de cristalização foi eliminada. A sua massa é igual à perda de massa da amostra.

Para que o rigor do resultado possa ser verificado, confrontado com a fórmula química, é necessário que o sal seja quimicamente puro e que tenha sido obtido por recristalização.

MATERIAL	REAGENTES
Balança analítica ($\pm 0,0001$ g) Balança automática ($\pm 0,01$ g) Cadinho com tampa Estufa Excicador Pinça para cadinhos Vidro de relógio Espátula	Cloreto de Bário dihidratado sólido (p.a.)

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

- Durante esta experiência todas as determinações de massas deverão ser feitas na balança analítica e as massas anotadas com quatro casas depois da vírgula;
- Durante o trabalho não tocar no cadinho com as mãos. Quando das transferências estufa / excicador / balança e vice-versa, usar uma pinça para segurar o cadinho. Ao tocá-lo com as mãos o seu peso poderá alterar-se.

a) Recolha da amostra

- Lave cuidadosamente um cadinho com tampa e seque-o juntamente com esta, numa estufa durante uma hora, a $105 - 110$ °C ;
- Sem tapar o cadinho, coloque-o, juntamente com a tampa, num excicador durante 20 minutos *;
- Efectue a determinação rigorosa da massa do cadinho vazio (incluindo a tampa), numa balança analítica;
- Repita este procedimento de aquecimento, resfriamento e determinação de massas até haver uma concordância de 0,2 mg entre as massas;
- Introduza no cadinho cerca de 1,5g de $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ e, depois de colocada a tampa no cadinho efectue nova determinação de massa rigorosa. **;

*Não se deve tapar o cadinho quando aquecido se este vai arrefecer, porque será impossível depois, destapá-lo.

**É mais prático começar por pesar aproximadamente a quantidade necessária (1,4 a 1,5 g) da substância numa balança automática e só depois efectuar a determinação da massa na balança analítica.

b) Secagem

- Destape o cadinho e coloque-o juntamente com a tampa numa das prateleiras da estufa durante duas horas na estufa a 110 °C;
- Tape o cadinho e transfira-o para o excicador com a ajuda de pinças;
- Destape o cadinho e deixe-o com a tampa no excicador durante 20 minutos perto da balança;
- Retire o cadinho já fechado com a tampa e coloque-o na balança analítica, determinando a massa;
- Coloque o cadinho com a substância novamente na estufa e deixe-o em repouso (não esquecendo de retirar a tampa) durante uma hora;
- Arrefeça mais uma vez no excicador e repita a determinação da massa;
- Se esta segunda determinação conduzir ao mesmo resultado que a primeira, ou se a diferença entre as duas não for superior a 0,2 mg, podemos admitir que toda a água de cristalização foi praticamente toda eliminada. Caso contrário, repete-se a secagem com pesagens periódicas, até se obter massa constante.

Anotar sistematicamente os resultados de todas as determinações das massas repetidas no caderno de laboratório, mesmo que sejam idênticas. É preciso não esquecer que o que não for anotado no caderno se considera como não efectuado quando o professor fizer as verificações; ora a obtenção de peso constante é a mais importante condição para se chegar a resultados de análise rigorosos.

Se houver necessidade de interromper o trabalho, deixa-se o cadinho no excicador; este procedimento é cómodo porque assim continuará a secagem da substância, havendo absorção do vapor de água, agora pelo cloreto de cálcio ou pela sílica gel, excicante que existe no excicador.

EXPLORAÇÃO E DISCUSSÃO

Questões:

1. Diga o que entende por água de cristalização.
2. Como é que uma substância hidratada pode perder a sua água de cristalização?
3. Indique o nome dos equipamentos e material da seguinte figura:

4. Indique as operações unitárias que efectuou e relacione-as com o material utilizado.

Operações Unitárias	Material

5. Indique o tipo de balança onde são determinadas as massas das substâncias em análise gravimétrica. Justifique.

6. Faça a distinção entre gravimetria por destilação e gravimetria por precipitação. Qual o método utilizado nesta actividade?

7. Indique as normas de execução prática que considere fundamentais para se obterem resultados credíveis.

8. Escreva a equação de desidratação do sal utilizado.

Registo de medições:

- Registo de medições no caderno de laboratório durante a actividade prática.
- Registo de medições sob a forma de uma tabela.

1ª Determinação	2ª Determinação		1ª Determinação	2ª Determinação	3ª Determinação
Massa do cadinho (g)	Massa do cadinho (g)	Massa do cadinho + sal hidratado (g)	Massa do cadinho + sal anidro (g)	Massa do cadinho + sal anidro (g)	Massa do cadinho + sal anidro (g)

Tratamento de resultados:

- A) Determine a % (m/m) da água de cristalização.
 B) Determine a quantidade de moles em água perdida, por mole de sal durante o aquecimento.

A) Determinação da % (m/m) da água de cristalização.

1. Cálculo da massa da substância hidratada.
2. Cálculo da massa da água de cristalização
3. Cálculo da % (m/m) da água de cristalização

B) Determinação da quantidade de moles em água perdida, por mole de sal.

1. Conversão da massa de água em moles.
2. Determinação da massa do sal anidro e conversão em moles
3. Cálculo do número de moles de água por mol de sal

Conclusões:

- Indique os valores obtidos.
- Relacione o número de moles de água de cristalização com a fórmula do sal hidratado.

VERSÃO COM CORRECÇÃO

EXPLORAÇÃO E DISCUSSÃO

Questões:

1. Diga o que entende por água de cristalização.

R: A água de cristalização é a água que faz parte da estrutura cristalina de certas substâncias, em proporção estequiométrica.

2. Como é que uma substância hidratada pode perder a sua água de cristalização?

R: As substâncias hidratadas perdem a água de cristalização por aquecimento.

3. Indique o nome dos equipamentos e material da seguinte figura:

			
Balança automática	Balança analítica	Estufa de secagem	Cadinho com tampa
			
Excicador	Pinça para cadinhos	Vidro de relógio	Espátula

4. Indique as operações unitárias que efectuou e relacione-as com o material utilizado.

R:

Operações Unitárias	Material
Determinação de massas	Balança automática ($\pm 0,01$ g) Balança analítica ($\pm 0,0001$ g)
Secagem	Estufa
Secagem e arrefecimento	Excicador

5. Indique o tipo de balança onde são determinadas as massas das substâncias em análise gravimétrica. Justifique.

R: Balança analítica, porque a determinação da massa deve ser rigorosa, utilizando-se uma balança precisa e sensível.

6. Faça a distinção entre gravimetria por destilação e gravimetria por precipitação. Qual o método utilizado nesta actividade?

R: A gravimetria por destilação é um tipo de análise gravimétrica que se baseia na determinação de substâncias voláteis, como por exemplo a água de cristalização ou o dióxido de carbono. Estes componentes determinam-se pela perda de massa da substância.

Na gravimetria por precipitação, o componente a determinar é o resultado de uma reacção de precipitação entre a solução que contém o componente e a solução precipitante.

7. Indique as normas de execução prática que considere fundamentais para se obterem resultados credíveis.

R:

- As determinações das massas são feitas na balança analítica e os resultados anotados com quatro casas decimais;
- Pesas o sal hidratado aproximadamente na balança automática, transferi-lo para o cadinho e depois determinar a massa do conjunto na balança analítica;
- Não tocar no cadinho com as mãos Nas transferências estufa / excicador / balança, usar pinça para segurar o cadinho;
- Quando o cadinho arrefece no excicador deve estar destapado;
- Repetir a secagem do sal até obtenção de massas concordantes ($\pm 0,2$ mg);
- Se houver necessidade de interromper o trabalho deixa-se o cadinho no excicador.

8. Escreva a equação de desidratação do sal utilizado.

R: $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} (\text{s}) \rightarrow \text{BaCl}_2 (\text{s}) + 2\text{H}_2\text{O} (\text{g})$

Registo de medições:

- Registo de medições no caderno de laboratório durante a actividade prática.
- Registo de medições sob a forma de uma tabela.

R:

1ª Determinação	2ª Determinação		1ª Determinação	2ª Determinação	3ª Determinação
Massa do cadinho (g)	Massa do cadinho (g)	Massa do cadinho + sal hidratado (g)	Massa do cadinho + sal anidro (g)	Massa do cadinho + sal anidro (g)	Massa do cadinho + sal anidro (g)
33,3347	33,3340	34,8110	34,5944	34,5940	34,5940

Tratamento de resultados:

- A) Determine a % (m/m) da água de cristalização.
 B) Determine a quantidade de moles em água perdida, por mole de sal durante o aquecimento.

R:

A) Determinação da % (m/m) da água de cristalização

4. Cálculo da massa da substância hidratada.

$$m(\text{sal hidratado}) = m(\text{cadinho} + \text{sal hidratado}) - m(\text{cadinho})$$
$$m(\text{sal hidratado}) = 34,8110 - 33,3340 = 1,477 \text{ g}$$

5. Cálculo da massa da água de cristalização

$$m(\text{água de cristalização}) = m(\text{cadinho} + \text{sal hidratado}) - m(\text{cadinho} + \text{sal anidro})$$
$$m(\text{água de cristalização}) = 34,8110 - 34,5933 = 0,2177 \text{ g}$$

6. Cálculo da % (m/m) da água de cristalização

$$\frac{1,477 \text{ g sal hidratado contém } 0,2177 \text{ g de água de cristalização}}{100,00 \text{ g de sal hidratado}} \Rightarrow \mathbf{14,74 \% \text{ de água de cristalização}}$$

B) Determinação da quantidade de moles em água perdida, por mole de sal

4. Conversão da massa de água em moles.

$$M(\text{H}_2\text{O}) = 17,99 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$$
$$n = m / M = 0,2177 / 17,99 = 0,01210 \text{ mol H}_2\text{O}$$

5. Determinação da massa do sal anidro e conversão em moles

$$m(\text{sal anidro}) = m(\text{sal hidratado}) - m(\text{água de cristalização})$$
$$m(\text{sal anidro}) = 1,477 - 0,2177 = 1,2593 \text{ g}$$

$$M(\text{BaCl}_2) = 208,24 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$$
$$n = m / M = 1,2593 / 208,24 = 6,0473 \times 10^{-3} \text{ mol BaCl}_2$$

6. Cálculo do número de moles de água por mol de sal

$$\begin{array}{l} 6,0473 \times 10^{-3} \text{ mol BaCl}_2 \text{ -----} 0,01210 \text{ mol H}_2\text{O} \\ 1 \text{ mol -----} X \end{array}$$

$$X = 2,00 \text{ mol H}_2\text{O}$$

Conclusões:

- Indique os valores obtidos.
- Relacione o número de moles de água de cristalização com a fórmula do sal hidratado.

Em termos de percentagem a água de cristalização do cloreto de bário corresponde a 17,74% da massa total do sal.

A actividade experimental permite concluir que por cada mol de sal há perda de 2 moles de água de cristalização, o que está de acordo com a fórmula $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Conclui-se que o sal é dihidratado.

CURSO	Profissional de Técnico de Análise Laboratorial	ANO	2º PAL
Disciplina: Análises Químicas	Recuperação da água de cristalização de um sal hidratado		
Ano lectivo: 2009 / 2010			
TRABALHO LABORATORIAL Nº 2			

Recuperação da água de cristalização do sulfato de cobre pentahidratado

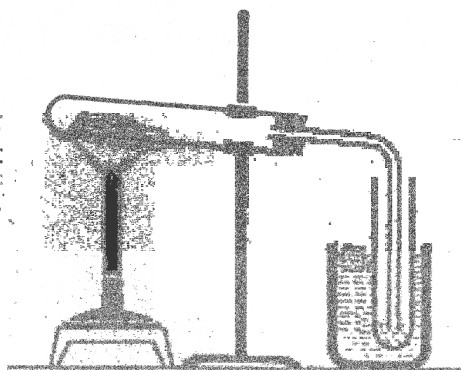
OBJECTIVOS

- Recuperar a água de cristalização do sulfato de cobre pentahidratado.
- Adquirir conhecimentos teóricos e práticos, manipulando correctamente o material e adquirindo técnicas de trabalho adequadas.
- Elaborar um protocolo experimental.

INFORMAÇÃO

A **água de cristalização** é a água que faz parte integrante da estrutura cristalina de certas substâncias. O seu teor corresponde a fórmulas químicas fixas, por exemplo: $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$; $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, etc. Por isso também se chama de água estequiométrica. Os cristais hidratados só perdem a sua água de cristalização por aquecimento.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL



- Utilizando a montagem representada na figura, execute um procedimento experimental para recuperar a água de cristalização do sulfato de cobre pentahidratado. Antes de executar a montagem triture num almofariz um pouco de sulfato de cobre pentahidratado e coloque-o no primeiro tubo de ensaio.
- Faça a listagem do material a utilizar.

EXPLORAÇÃO E DISCUSSÃO

Questões:

1. Diga o que entende por água de cristalização.

2. Como é que uma substância hidratada pode perder a sua água de cristalização?

3. Escreva a equação que representa a desidratação do sal.

4. Porque é que o primeiro tubo está inclinado?

5. Qual a função da água que se encontra no copo de precipitação?

6. Porque razão o tubo de vidro não toca o fundo do tubo de ensaio de recolha da água de cristalização?

Registo de observações:

- Indique as transformações observadas durante a actividade.

Conclusões:

- Retire conclusões da actividade.

VERSÃO COM CORRECÇÃO

Recuperação da água de cristalização do sulfato de cobre pentahidratado

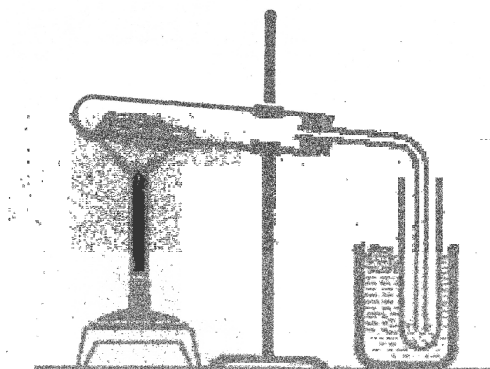
OBJECTIVOS

- Recuperar a água de cristalização do sulfato de cobre pentahidratado.
- Adquirir conhecimentos teóricos e práticos, manipulando correctamente o material e adquirindo técnicas de trabalho adequadas.
- Elaborar um protocolo experimental.

INFORMAÇÃO

A **água de cristalização** é a água que faz parte integrante da estrutura cristalina de certas substâncias. O seu teor corresponde a fórmulas químicas fixas, por exemplo: $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$; $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, etc. Por isso também se chama de água estequiométrica. Os cristais hidratados só perdem a sua água de cristalização por aquecimento.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL



- Utilizando a montagem representada na figura, execute um procedimento experimental para recuperar a água de cristalização do sulfato de cobre pentahidratado. Antes de executar a montagem triture num almofariz um pouco de sulfato de cobre pentahidratado e coloque-o no primeiro tubo de ensaio.

R:

1. Triturar até reduzir a pó um pouco de sulfato de cobre pentahidratado.
2. Espalhar o pó num tubo de ensaio em posição horizontal.
3. Nesta posição, prender o tubo de ensaio a um suporte universal e tapar o tubo com uma rolha com um tubo abductor dobrado em 90° .
4. A outra extremidade do tubo abductor deve ser colocada dentro de um segundo tubo de ensaio, o qual é colocado dentro de um copo de precipitação com água e gelo.
5. Aquecer com chama directa do bico de Bunsen o sulfato de cobre pentahidratado contido no primeiro tubo de ensaio.

- Faça a listagem do material a utilizar.

R:

1 almofariz com pilão, 2 tubos de ensaio, 1 tubo abductor; 1 copo de precipitação, 1 suporte universal, 1 noz, 1 garra, bico de Bunsen

EXPLORAÇÃO E DISCUSSÃO

Questões:

1. Diga o que entende por água de cristalização.

R: É a água que faz parte da composição química de alguns cristais e não se encontra simplesmente misturada com eles. Faz parte da estrutura cristalina em proporção estequiométrica.

2. Como é que uma substância hidratada pode perder a sua água de cristalização?

R: Por aquecimento.

3. Escreva a equação que representa a desidratação do sal.

R: $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} (\text{s}) \rightarrow \text{CuSO}_4 (\text{s}) + 5\text{H}_2\text{O} (\text{l})$

4. Porque é que o primeiro tubo está inclinado?

R: Para evitar que algum vapor condensado junto à rolha vá recair sobre os cristais aquecidos.

5. Qual a função da água que se encontra no copo de precipitação?

R: Para refrigerar o vapor de água, provocando a sua condensação.

6. Porque razão o tubo de vidro não toca o fundo do tubo de ensaio de recolha da água de cristalização.

R: Para evitar uma reabsorção de alguma água de cristalização para dentro do tubo quente.

Registo de observações:

- Indique as transformações observadas durante a actividade.

R: No primeiro tubo de ensaio, ao longo do aquecimento, os cristais azuis transformam-se num pó cinzento / branco amorfo, observa-se a libertação de gotas de água e de vapores. As gotas de água e os vapores passam através do tubo de vidro e são recolhidos no segundo tubo de ensaio, onde os vapores condensam.

Conclusões:

- Retire conclusões da actividade.

R: Os cristais de sulfato de cobre contêm água de cristalização, a qual faz parte da sua constituição e é responsável pela sua cor azul, já que quando anidro, o sulfato de cobre é branco.