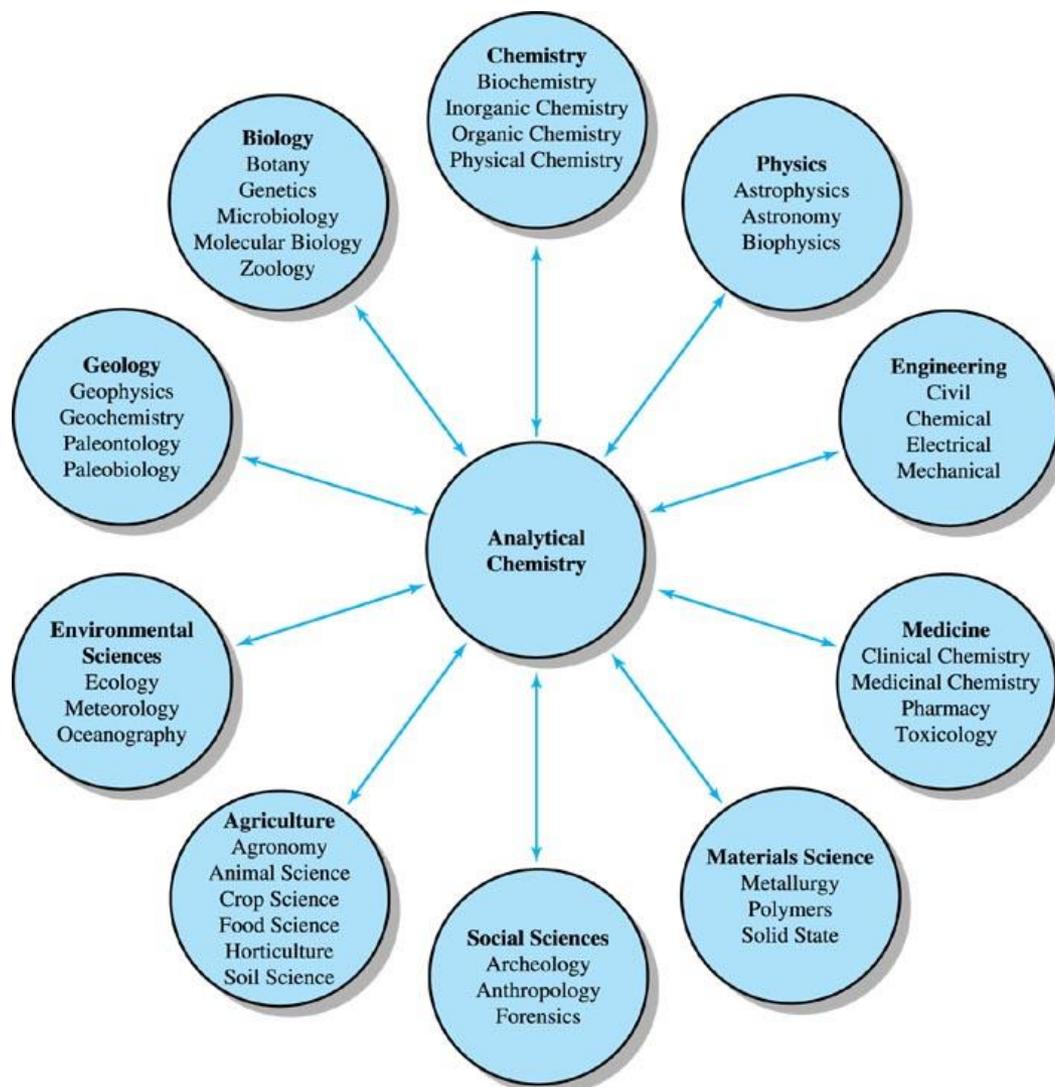


QUI219 – QUÍMICA ANALÍTICA (Farmácia)

Prof. Mauricio X. Coutrim
(mcoutrim@iceb.ufop.br)

Sala 29 – ICEB II inferior (em frente à
PROPP)

PORQUE ESTUDAR Q.A.?



PORQUE ESTUDAR Q.A.?

A química analítica é uma ciência com objetivos de medir e para isso se utiliza de estratégias (ferramentas = métodos instrumentais) que são úteis em todos os campos da ciência e da medicina.

A **análise qualitativa** estabelece a identidade química das espécies presentes em uma amostra.

A **análise quantitativa** determina as quantidades relativas das espécies, ou analitos (componentes de uma amostra a ser determinados), em termos numéricos.

ANÁLISE QUANTITATIVA

Etapas

- 1) Escolha do método – maior simplicidade para exatidão / tempo / recursos requeridos;
- 2) Amostragem – amostra representativa (composição / quantidade)
- 3) Análise – **a)** preparação da amostra; **b)** definição das réplicas; **c)** preparo das soluções; **d)** eliminação de interferências; **e)** calibração do equipamento; **f)** medida
- 4) Resultados – cálculos e avaliação (confiabilidade)

ANÁLISE QUANTITATIVA

Medida de massa (métodos gravimétricos)

- 1) Balança analítica** – capacidade (faixa de trabalho) = menos que 200 g até décimos de miligrama; erro (precisão) = eletrônicas ($\pm 0,1$ mg).
- 2) Balança semianalítica** – capacidade = alguns kg até centésimo de grama; erro (precisão) = eletrônicas ($\pm 0,01$ g).
- 3) Balança semimicroanalítica** – capacidade = menos que 50 g até centésimo de miligrama; erro (precisão) = eletrônicas ($\pm 0,01$ mg).

Cuidados nas pesagens: passagem do ar, diferenças de temperatura, resíduos nos frascos, etc.

ANÁLISE QUANTITATIVA

Medida de volume (métodos volumétricos)

Unidade de medida –

Litro (L), mL, cm³, etc.

Aparatos (vidraria) –

Pipetas, buretas, balões

volumétricos

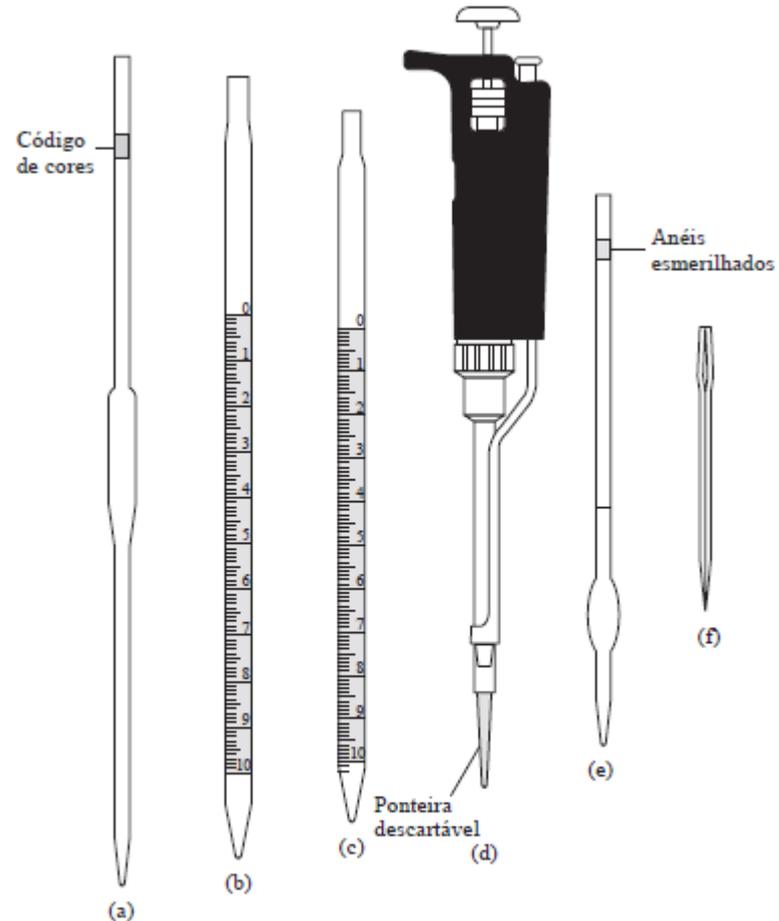


Figura 2-17 Pipetas típicas: (a) pipeta volumétrica, (b) pipeta de Mohr, (c) pipeta sorológica, (d) micropipeta Eppendorf, (e) pipeta de Ostwald-Folin e (f) pipeta lambda.

ANÁLISE QUANTITATIVA

Erros (tolerância) de aparatos volumétricos

Pipetas graduadas – A tolerância é igual à metade da menor escala de divisão. P. ex., bureta com divisões de 0,10 mL terá erro de $\pm 0,05$ mL.

Pipetas volumétricas (vidraria) – Conforme tabela.

Sempre vale o erro declarado pelo fabricante!

Capacidade, mL	Tolerâncias, mL
0,5	$\pm 0,006$
1	$\pm 0,006$
2	$\pm 0,006$
5	$\pm 0,01$
10	$\pm 0,02$
20	$\pm 0,03$
25	$\pm 0,03$
50	$\pm 0,05$
100	$\pm 0,08$

ANÁLISE QUANTITATIVA

Erros (tolerância) aparatos volumétricos)

Buretas

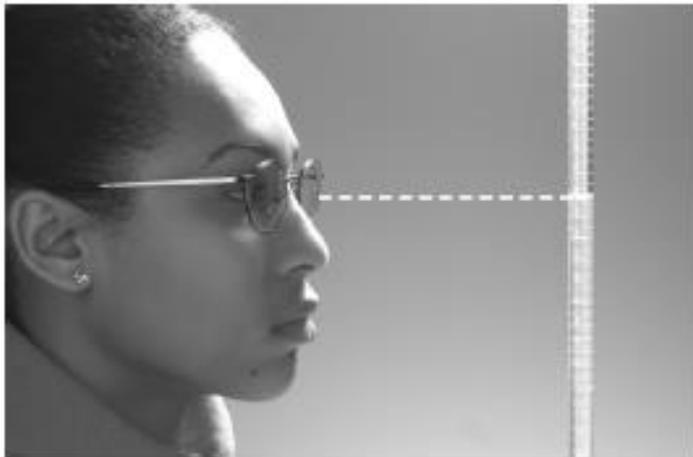
<u>Volume, mL</u>	<u>Tolerâncias, mL</u>
5	$\pm 0,01$
10	$\pm 0,02$
25	$\pm 0,03$
50	$\pm 0,05$
100	$\pm 0,20$

Balões volumétricos

<u>Capacidade, mL</u>	<u>Tolerâncias, mL</u>
5	$\pm 0,02$
10	$\pm 0,02$
25	$\pm 0,03$
50	$\pm 0,05$
100	$\pm 0,08$
250	$\pm 0,12$
500	$\pm 0,20$
1.000	$\pm 0,30$
2.000	$\pm 0,50$

ANÁLISE QUANTITATIVA

Erros nas leituras de volumes (paralaxe)



ANÁLISE QUANTITATIVA

Cálculos

Para realização de cálculos mais complexos em Q. A.
devem ser utilizados:

- 1) Calculadora científica
- 2) Planilha eletrônica (p. ex. Excel)

SISTEMA DE UNIDADES (PROPRIEDADES QUANTITATIVAS)

Sistema métrico (sistema internacional – SI).

Unidades básicas:

Grandeza física	Nome da unidade	Abreviatura
Massa	Quilograma	Kg
Comprimento	Metro	m
Tempo	Segundo	s
Temperatura	Kelvin	K
Quantidade de matéria	Mol	mol
Corrente elétrica	Ampère	A
Intensidade luminosa	Candela	cd

SISTEMA DE UNIDADES (PROPRIEDADES QUANTITATIVAS)

Múltiplos e submúltiplos de unidade.

	Prefijo	Símbolo	Factor	Equivalente
Múltiplos	Exa	E	10^{18}	1000000000000000000
	Peta	P	10^{15}	1000000000000000
	Tera	T	10^{12}	1000000000000
	Giga	G	10^9	1000000000
	Mega	M	10^6	1000000
	Kilo	k	10^3	1000
	Hecto	h	10^2	100
	Deca	da	10^1	10
Submúltiplos	Deci	d	10^{-1}	0.1
	Centi	c	10^{-2}	0.01
	Mili	m	10^{-3}	0.001
	Micro	μ	10^{-6}	0.000001
	Nano	n	10^{-9}	0.000000001
	Pico	p	10^{-12}	0.0000000000001
	Femto	f	10^{-15}	0.0000000000000001
	Atto	a	10^{-18}	0.0000000000000000001

Atenção! Unidade de comprimento: 1 ångstron = 1Å = 0,1 nm = 10^{-10} m

Expressão de resultados

Incerteza nas medidas

Precisão: mede a aproximação entre os valores das medidas individuais

Exatidão: indica a aproximação entre o valor medido e o valor “verdadeiro”.

exato e preciso



exato e pouco preciso



Preciso e pouco exato



Pouco preciso e pouco exato

Expressão de resultados

Algarismos significativos

Ex. A massa de uma moeda é expressa como 2,2405 g.

Para balança até 4^a casa após a virgula, em gramas (erro na 4^a casa decimal – 1 unidade se digital): **notação correta** (pode ser $2,2405 \pm 0,0001$) g.

Para balança até 2^a casa após a virgula, em gramas (erro na 2^a casa decimal): **notação incorreta**. Correto = $(2,24 \pm 0,01)$ g.

Os algarismos **zero** e **cinco** não tem significado (certeza só até a segunda casa após a vírgula) (não são significativos).

Sempre o **último algarismo** de uma notação com algarismos significativos será o algarismo **duvidoso** (incerto).

Note que sempre os algarismos zeros no início de qualquer notação (**à esquerda**) **não tem significado**.

Expressão de resultados

Operações matemáticas

Para arredondamento, quando o último algarismo a ser descartado for menor do que 5 o algarismo duvidoso fica inalterado e quando o último algarismo a ser descartado for maior ou igual a 5 o algarismo duvidoso será aumentado de um.

- 1) Com quantos algarismos significativos deve ser informado o valor de uma massa de 25g medida numa balança com precisão de $\pm 0,001\text{g}$?
- 2) Qual o volume, com todos os algarismos significativos, de uma caixa que possui as medidas de largura, altura e comprimento respectivamente iguais a 15,5 cm, 27,3 cm e 5,4 cm?
- 3) Sabendo que um recipiente com um volume igual a $1,05 \cdot 10^3 \text{ cm}^3$ tem uma massa igual a 836,2 g quando vazio e uma massa igual a 837,6 g quando com um gás a 25°C , determine a densidade desse gás.

Expressão de resultados

Operações matemáticas

Na divisão e/ou multiplicação o resultado deve conter tantos algarismos significativos quanto a parcela com a menor quantidade de algarismos significativos.

Exemplo:

1) A densidade da substância (massa de 6,221 g ocupa um volume de 5,2 cm³) será igual a 1,196 g/cm³. Somente dois desses algarismos são significativos. Devemos aproximar o segundo algarismo para 2 porque o algarismo primeiro algarismo a ser descartado (nove) é maior do que 5, então, o resultado expressado corretamente será **1,2** g/cm³.

Expressão de resultados

Operações matemáticas

Utilizando as parcelas com suas respectivas unidades nas operações matemáticas se obtém o resultado com a unidade correta.

Exemplo: Densidade (d ou ρ)

$$d = \text{massa} / \text{volume} = 6,221 \text{ g} / 5,2 \text{ cm}^3 = 1,196 \text{ g/cm}^3 \text{ (no SI = Kg.L}^{-1}\text{)}$$

Gravidade específica é a razão da massa de uma substância pela massa de um volume igual de água a 4°C, sendo adimensional.

Densidade e Gravidade específica são iguais numericamente.

Expressão de resultados

Operações matemáticas

Na soma e/ou subtração o resultado não deverá ter mais casas decimais do que a parcela com a menor quantidade de casas decimais.

Exemplo:

A soma de três parcelas iguais a $20,4 + 1,322 + 83$ será igual a $104,722$, no entanto, a parcela com menos algarismos decimais não tem algarismos decimais, assim, o resultado fica corretamente expresso como 105 (7 sendo maior que 5 implica em arredondar o 4 para 5).

Massa / Mol

Massa é uma medida invariável da quantidade de matéria contida em um objeto.

Peso é a força da atração entre um objeto e sua vizinhança (Terra).

Mol é uma quantidade definida (de matéria) = **$6,022 \cdot 10^{23}$** (Número de Avogadro).

Massa Molar é a massa, em g, de uma quantidade igual a 1 mol (**$6,022 \cdot 10^{23}$**) de matéria (molécula, íons, etc).

Massa / Mol

Questão: Qual a massa, em g, de $6,022 \cdot 10^{23}$ (1 mol) átomos do isótopo 12 do carbono (^{12}C)?

Resposta: Exatamente 12,000 g!

Questão: Qual a massa, em g, de 1 átomo do isótopo 12 do carbono (^{12}C)?

Resposta: Exatamente $12,000 \text{ g} / 6,022 \cdot 10^{23} = 1,9927 \cdot 10^{-23} \text{ g} = 12\text{u}$
(unidade de massa atômica).

Questão: Qual a massa, em g, de 1 u?

Resposta: Exatamente $12,000 \text{ g} / 12 = 1,6606 \cdot 10^{-24} \text{ g}$

CONCENTRAÇÃO DE SOLUÇÕES

Concentração Molar

CONCENTRAÇÃO DE SOLUÇÕES (meio tomado em volume)

Concentração Molar (molaridade): n° mols de soluto / volume de solução (L). Unidade = mol.L⁻¹.

Questão: Qual a concentração molar de 3,50 L de solução aquosa de etanol (C₂H₅OH, MM = 46,07 g.mol⁻¹) contendo 2,30 g de soluto?

Resposta: 0,0143 mol.L⁻¹ = 1,43.10⁻² mol.L⁻¹ (em notação científica).

Descreva a preparação de 2,00 L de BaCl₂ 0,108 mol L⁻¹, a partir do BaCl₂.2H₂O (MM = 244,3 g.mol⁻¹).

CONCENTRAÇÃO DE SOLUÇÕES

Concentração Percentual

$$\text{percentual em massa (m/m)} = \frac{\text{massa do soluto}}{\text{massa da solução}} \times 100\%$$

◀ Percentual em massa é às vezes chamado percentual em peso, e abreviado como p/p.

$$\text{percentual em volume (m/v)} = \frac{\text{volume do soluto}}{\text{volume da solução}} \times 100\%$$

$$\text{percentual em massa/volume (m/v)} = \frac{\text{massa do soluto, g}}{\text{volume de solução, mL}} \times 100\%$$

Partes por milhão (ppm) e Partes por bilhão (ppb)

$$C_{\text{ppm}} = [(\text{massa soluto} / \text{massa solução}) \times 10^6] \text{ ppm}$$

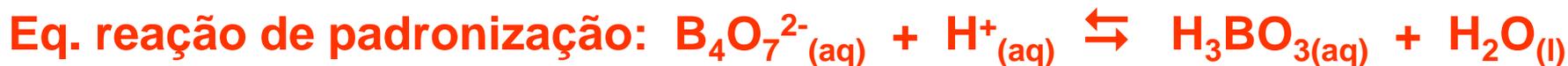
$$\text{Aproximação quando } \rho \sim 1,00 \text{ g.cm}^{-3}, \text{ então: } C_{\text{ppm}} = \frac{\text{massa do soluto (mg)}}{\text{volume da solução (L)}}$$

Questão: Qual é a molaridade do K em uma solução que contém 63,3 ppm de $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ (MM = 329,3 g.mol⁻¹)?

CONCENTRAÇÃO DE SOLUÇÕES

Exercícios envolvendo preparação de soluções

- 1) Qual o volume de ácido sulfúrico concentrado ($d = 1,84 \text{ g.cm}^{-3}$, $\tau = 98\%$) necessário para a preparação de 500 mL de uma solução $0,5 \text{ mol. L}^{-1}$?
- 2) Uma alíquota de 5,00 ml de vinagre de vinho foi titulada com NaOH $0,1104 \text{ mol/L}$, consumindo 32,88 mL para atingir o ponto final com fenolftaleína. Calcule a acidez em porcentagem p/v do vinagre?
- 3) Que massa de $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ deve ser pesada para se preparar 500 mL de solução que será utilizada na padronização de 25,00 mL de solução de HCl $0,1 \text{ mol/L}$?



CONCENTRAÇÃO DE SOLUÇÕES

Concentração em p-valor

O p-valor é o logaritmo negativo (na base 10) da concentração molar da espécie. Assim, para uma espécie X tem-se que $pX = -\log [X]$

Exemplo: Calcular o p-valor para cada íon presente em uma solução $2,00 \cdot 10^{-3}$ mol.L⁻¹ em NaCl e $5,4 \cdot 10^{-4}$ mol L⁻¹ em HCl.

$$\mathbf{pH} = -\log [H^+] = -\log (5,4 \cdot 10^{-4}) = \mathbf{3,27} \quad (\text{lembrando que } 10^{-3,27} = 5,4 \cdot 10^{-4})$$

$$\mathbf{pNa} = -\log [Na^+] = -\log (2,00 \cdot 10^{-3}) = -\log 2,00 \cdot 10^{-3} = \mathbf{2,699}$$

A concentração total de Cl é dada pela soma das concentrações dos dois solutos:

$$[Cl^-] = 2,00 \cdot 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1} + 5,4 \cdot 10^{-4} \text{ mol L}^{-1} = 2,54 \cdot 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}, \text{ então,}$$

$$\mathbf{pCl} = -\log [Cl^-] = -\log (2,54 \cdot 10^{-3}) = \mathbf{2,595}$$

CONCENTRAÇÃO DE SOLUÇÕES

Informações dos rótulos

2.5 L **9535-03**
Hydrochloric Acid,
36.5-38.0%
Acide Hydrochlorique
'BAKER ANALYZED'® A.C.S. Reagent
HCl **FW 36.46**
LOT

Meets A.C.S. Specifications
Meets Reagent Specifications for testing USP/NF monographs

Appearance	Passes Test
Assay (as HCl) (by acid-base titm)	36.5 - 38.0 %
Color (APHA)	10 max.
Extractable Organic Substances	5 ppm max.
Free Chlorine (as Cl)	1 ppm max.
Residue after Ignition	3 ppm max.
Specific Gravity at 60°/60°F	1.185 - 1.192
Bromide (Br)	0.005 % max.
Trace Impurities (in ppm):	
Phosphate (PO ₄)	1 max.
Sulfate (SO ₄)	0.5 max.
Sulfite (SO ₃)	0.8 max.
Ammonium (NH ₄)	3 max.
Trace Impurities (in ppb):	
Aluminum (Al)	100 max.
Arsenic and Antimony (as As)	5 max.
Boron (B)	50 max.
Calcium (Ca)	200 max.
Chromium (Cr)	100 max.
Copper (Cu)	100 max.
Gold (Au)	100 max.
Heavy Metals (as Pb)	100 max.
Iron (Fe)	100 max.
Lead (Pb)	50 max.
Magnesium (Mg)	300 max.
Manganese (Mn)	300 max.
Mercury (Hg)	5 max.
Nickel (Ni)	100 max.
Potassium (K)	300 max.
Sodium (Na)	300 max.
Tin (Sn)	300 max.
Titanium (Ti)	300 max.
Zinc (Zn)	100 max.

Water CAS No: 7732-18-5
Hydrogen Chloride CAS No: 7647-01-0

SAF-T-DATA™ System

HEALTH  3 SEVERE	FLAMMABILITY 0 NONE	REACTIVITY 2 MODERATE	CONTACT  3 SEVERE
LABORATORY PROTECTIVE EQUIPMENT			
 GOGGLES & SHIELD	 LAB COAT & APRON	 VENT HOOD	 PROPER GLOVES
STORAGE COLOR: WHITE			

**DOT Name: HYDROCHLORIC ACID
UN1789**

CAS NO: 7647-01-0

J. T. Baker NEUTRASORB® or TEAM® 'Low Na+' acid neutralizers are recommended for spills of this product.

MADE IN USA



011021691
G34

tyco
Specialty Products



© 2004 Thomson - Brooks/Cole

23/09/2016

Química Analítica
Prof. Mauricio Xavier Coutrim

25

CONCENTRAÇÃO DE SOLUÇÕES

ÁCIDOS E BASES COMERCIAIS

TABLE 4-3

Specific Gravities of Commercial Concentrated Acids and Bases

Reagent	Concentration, % (w/w)	Specific Gravity
Acetic acid	99.7	1.05
Ammonia	29.0	0.90
Hydrochloric acid	37.2	1.19
Hydrofluoric acid	49.5	1.15
Nitric acid	70.5	1.42
Perchloric acid	71.0	1.67
Phosphoric acid	86.0	1.71
Sulfuric acid	96.5	1.84

© 2004 Thomson - Brooks/Cole

Questão: Descreva a preparação de 100 mL de HCl 6,0 mol.L⁻¹ a partir da solução concentrada, com uma gravidade específica de 1,18 e 37% (m/m) em HCl (36,5 g/mol).

Q. A. QUANTITATIVA

SOLUÇÕES AQUOSAS

Qual o volume mínimo de titulante utilizado na padronização de uma solução para que não haja perda de algarismos significativos no resultado se a massa do padrão primário tiver sido obtida com quatro algarismos significativos?

Qual o volume de ácido clorídrico concentrado necessário para se preparar 250mL de uma solução aquosa de ácido clorídrico 0,500 mol/L?

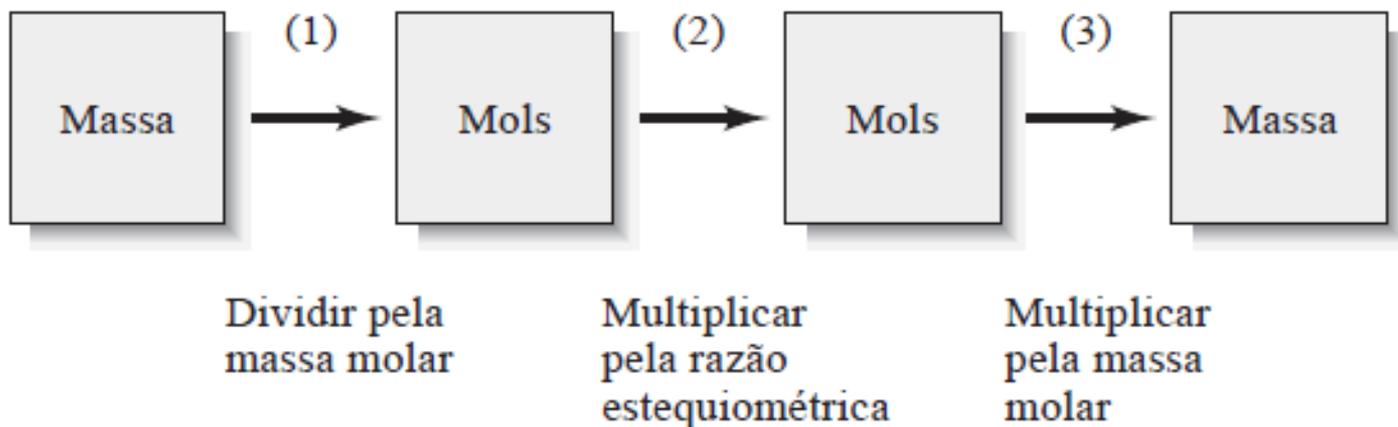
Descreva o procedimento dessa preparação.

Qual o volume de uma solução aquosa concentrada de amônia é necessário para se preparar 1L de uma solução aquosa de hidróxido de amônia com concentração igual a 0,0500 mol/L?

ESTEQUIOMETRIA

A **estequiometria** é a relação quantitativa existente entre as espécies químicas que reagem entre si.

Esquema para resolver cálculos estequiométricos



A solução de problemas envolvendo estequiometria dependem dos coeficientes estequiométricos da equação química corretamente balanceada

ESTEQUIOMETRIA

A **estequiometria** é a relação quantitativa existente entre as espécies químicas que reagem entre si.

- 1) Qual a massa de AgNO_3 (169,9 g/mol) necessária para converter 2,33 g de Na_2CO_3 (106,0 g/mol) para Ag_2CO_3 (275,7 g/mol)? Qual a massa de Ag_2CO_3 (275,7 g/mol) que se formará? (R. 6,06 g de Ag_2CO_3)



- 2) Qual a massa de Ag_2CO_3 (275,7 g/mol) formada quando 25,0 mL de AgNO_3 (169,9 g/mol) 0,200 mol.L⁻¹ são misturados com 50,0 mL de Na_2CO_3 (106,0 g/mol) 0,0800 mol.L⁻¹? (R. 0,689 g de Ag_2CO_3)

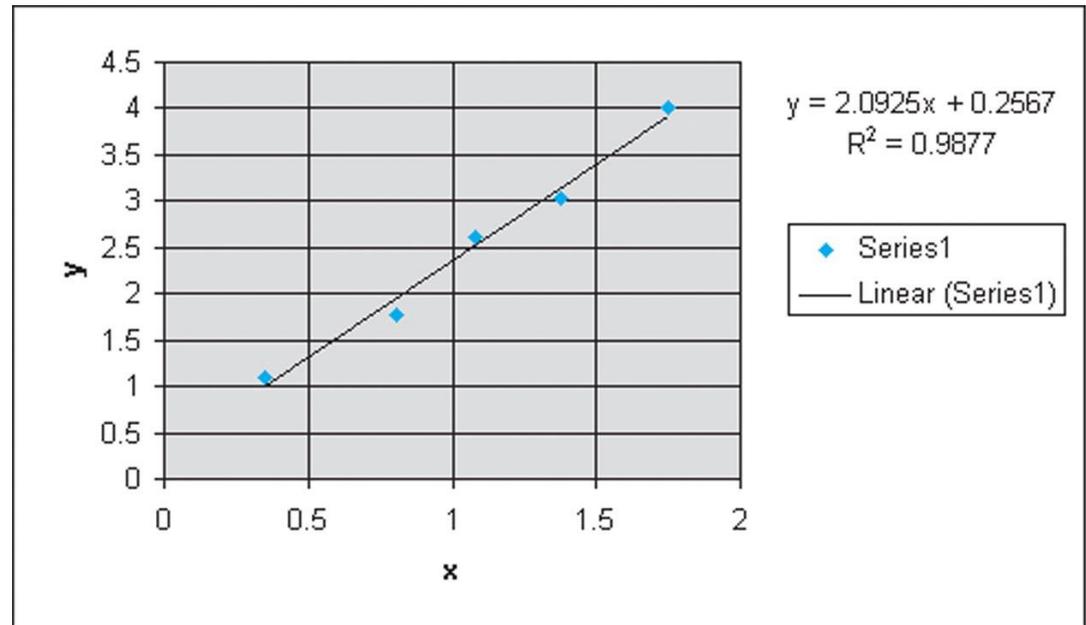


Q. A. QUANTITATIVA

CURVA ANALÍTICA

	A	B	C
1		x	y
2		0.352	1.09
3		0.803	1.78
4		1.08	2.6
5		1.38	3.03
6		1.75	4.01
7			
8	slope	2.092507	
9	intercept	0.256741	
10			

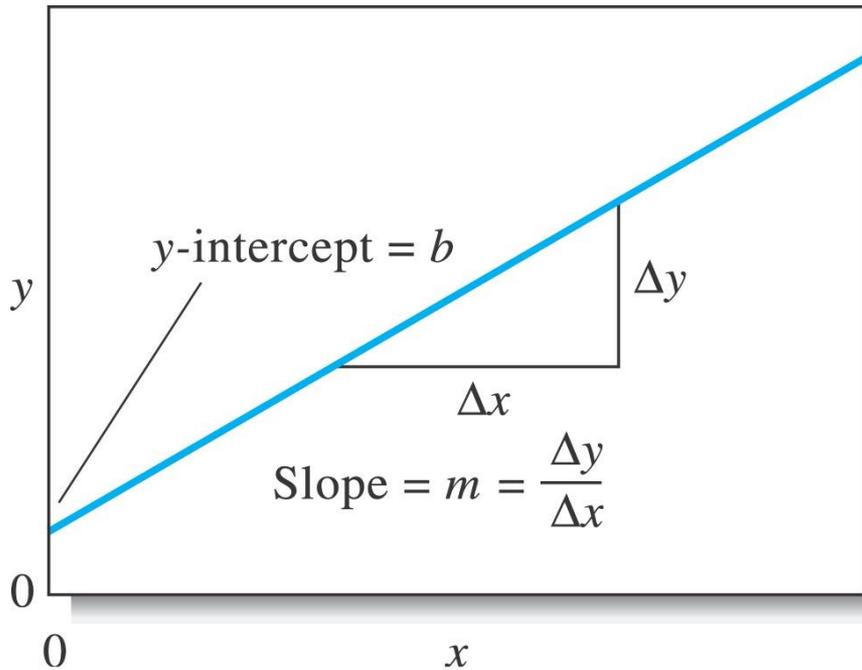
©2004 Thomson - Brooks/Cole



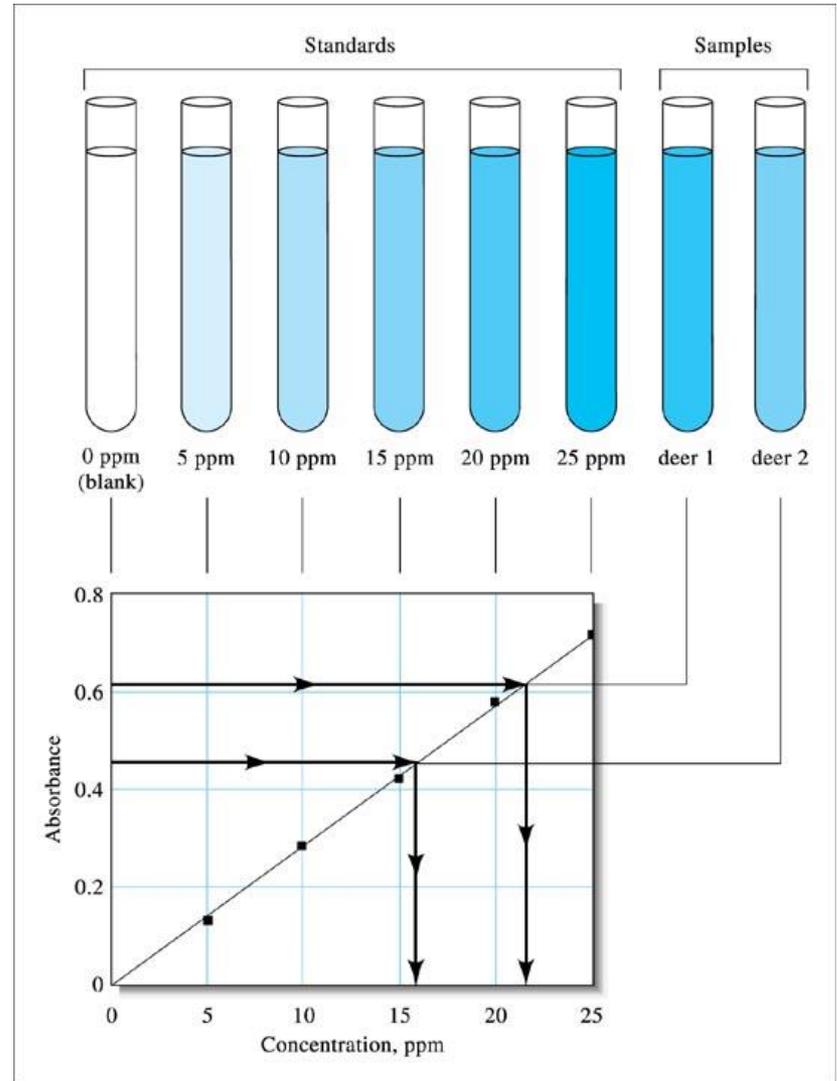
© 2004 Thomson - Brooks/Cole

Q. A. QUANTITATIVA

CURVA ANALÍTICA



© 2004 Thomson - Brooks/Cole



© 2004 Thomson - Brooks/Cole