

***MANUAL DE PROCEDIMENTOS PARA
ANÁLISE E IDENTIFICAÇÃO DE PASSIVOS
GERADOS EM LABORATÓRIOS DE ENSINO
DE QUÍMICA ANALÍTICA E FÍSICO-QUÍMICA
DA UFC***

Elaborado por:

Ana Clara Correia Aragão

Ana Gabrielle do Nascimento Camara

Damodara Barbosa Vieira Teixeira

Luiza Maria Gomes de Sena

Luiza Vitória Silva de Sousa

Maria Luiza Borges Morais

Robson Moreira Martins

Willyane Jesca Dutra Jacob de Oliveira

Telefones de emergência

- SAMU: 192
- Bombeiros: 193
- CEATOX (Centro de Informação e Assistência Toxicológica de Fortaleza) – Instituto Dr. José Frota, rua Barão do Rio Branco, 1816, Centro.: 32555050/ 32555012
- Hospital Universitário Walter Cantídio – Rua Capitão Francisco Pedro, 1290, Rodolfo Teófilo: 33668167
- Divisão de Engenharia de Segurança e Medicina do Trabalho (DESMT) - rua Paulino Nogueira, 315, Bloco II, Benfica: 33667393
- Segurança UFC: 33669190

1. Noções básicas de segurança do laboratório

Laboratórios químicos são locais potencialmente perigosos, pois neles se encontram líquidos inflamáveis, vidrarias frágeis, substâncias tóxicas e equipamentos que podem estar sob vácuo ou altas pressões que podem causar acidentes. Por isso é necessário estar atento às normas do laboratório.

Em primeiro lugar, é necessário conhecer as saídas, a localização dos extintores e os cobertores para combate em incêndio, lava-olhos, chuveiro de segurança, estojo de primeiros socorros e telefone juntamente com os números de emergência.

Sempre verificar se as vidrarias do laboratório possuem algum tipo de imperfeição, como rachaduras ou trincas, que poderiam causar acidentes. As vidrarias inadequadas devem ser descartadas corretamente em um recipiente devidamente rotulado para vidrarias quebradas.

1.1. Hábitos individuais

Alguns hábitos devem ser incorporados à rotina do laboratório. São medidas simples que podem prevenir muitos acidentes.

- Lavar as mãos antes de sair do laboratório, pois pode haver alguma contaminação por algum reagente que pode ser transferido para alimento, ou ao rosto. Se for alérgico a algum reagente, evitar manuseá-lo, ou manuseá-lo com cuidado.
- Nunca fumar no laboratório, pois existem substâncias inflamáveis.
- Não comer ou beber no laboratório, pois pode haver contaminação do alimento.
- Nunca sentar ou debruçar sobre a bancada, pois caso haja reagentes derramados que poderão contaminar ou danificar a vestimenta.
- Não usar cabelos soltos, pois além do contato com substâncias tóxicas podem atrapalhar a visão no momento que exija total concentração.
- Nunca jogar papel, fósforo ou qualquer outro material sólido na pia para evitar entupimentos.
- Sempre que terminar o experimento, desligar os aparelhos, lavar todo o material, guardar todos os equipamentos, reagentes e vidrarias nos locais apropriados, deixando a bancada limpa.

1.2. Manipulação e armazenamento de reagentes

O manuseio de frascos de reagente requer alguns cuidados para que não ocorram acidentes. A seguir são mostradas algumas recomendações importantes sobre a manipulação dos reagentes.

- Ler cuidadosamente o rótulo do frasco antes de utilizá-lo. É comum existir muitos reagentes diferentes com frascos semelhantes, fato este que pode levar a utilização de um reagente errado em um experimento.
- Ao utilizar uma substância sólida ou líquida dos frascos de reagente, pegar de forma que a mão proteja o rótulo e inclinar de modo que o fluxo escoe do lado oposto ao mesmo. Se o reagente escorrer pela parede externa do frasco, haverá deterioração do rótulo, tornando desconhecido o conteúdo dentro do frasco com o passar do tempo. É aconselhado que os rótulos deteriorados sejam trocados.
- Conhecer as propriedades das substâncias utilizadas nos experimentos. O conhecimento das propriedades ajudará a tomar devidas precauções ao manuseá-las. Propriedades físicas e químicas, informações toxicológicas e ecológicas, periculosidade, entre outras informações são encontradas em fichas de segurança de materiais que podem ser facilmente localizadas na internet, como por exemplo, buscando por “Material Safety Data Sheets”.

- Não transportar soluções em recipientes com boca larga, se tiver que fazê-lo, deve-se triplicar a atenção durante o percurso.
- Não levar à boca qualquer reagente químico, principalmente ao pipetar. Cerca de 80% das soluções químicas concentradas são nocivas aos organismos vivos, principalmente se ministradas via oral. Por isso, ao pipetar deve-se usar uma pera.
- Volumes de soluções padronizadas, tiradas dos recipientes de origem e não utilizadas, devem ser descartadas.
- Sempre que for diluir um ácido, adicionar o ácido sobre a água, nunca o inverso.
- Ter cuidado com tampas e batoques dos frascos, não permitir que eles sejam contaminados ou que contaminem os reagentes. Se necessário usar o auxílio de vidro de relógio ou placas de Petri para depositá-los enquanto utiliza o frasco.
- Ao acondicionar um reagente, certificar-se da compatibilidade com o frasco. Por exemplo, substâncias sensíveis a luz podem ser acondicionadas em frascos escuros, sendo eles, de vidro ou poliestireno.
- Não cheirar frascos de nenhum produto químico diretamente. Quando houver a necessidade de sentir o odor de alguma substância, deve-se arrastar o ar sobre as substâncias com a mão na direção do nariz.
- A estocagem dos frascos de reagentes deve ser feita de acordo com a sua compatibilidade química. Os reagentes podem ser agrupados em oito classes diferentes de compatibilidade.

Classe 1 – Produtos inflamáveis ou combustíveis compatíveis com água e não tóxicos.

Classe 2 – Produtos inflamáveis e incompatíveis com água e não tóxicos.

Classe 3 – Oxidantes não inflamáveis compatíveis com água.

Classe 4 – Oxidantes não inflamáveis incompatíveis com água.

Classe 5 – Sensíveis ao ar.

Classe 6 – Produtos químicos que exigem refrigeração.

Classe 7 – Cilindros contendo gases comprimidos separados como oxidantes, redutores, corrosivos ou tóxicos.

Classe 8 – Produtos químicos instáveis (explosivos).

A classe a que pertence um determinado reagente às vezes vem especificada no rótulo, portanto é preciso verificar o rótulo dos reagentes que são adquiridos.

Figura 1. Sinalização de reagentes



Fonte: Disponível em <<http://servoslog.com.br/blog/a-sinalizacao-dos-veiculos-enquanto-transportam-cargas-perigosas>> Acesso em 13 de julho de 2017.

A estocagem de líquidos inflamáveis deve ser feita em armários que não permitam a propagação de chamas em caso de incêndio. Alguns exemplos de estocagem inadequada são: produtos químicos estocados por nome ou ordem alfabética, dentro de capela, em prateleiras muito altas e/ou superlotadas, e produtos químicos deixados no laboratório por longos períodos.

Os frascos de solventes vazios devem ser lavados com etanol e depois com água. Os frascos limpos podem ser reutilizados ou descartados em um recipiente específico para tal finalidade. Lembrar-se que os frascos vazios no laboratório não podem ser descartados como vidro comum.

1.3. Normas de segurança

Em um laboratório, é necessário o uso de:

- **Calçados fechados** para evitar que líquidos corrosivos entrem em contato com o pé.
- **Jaleco de mangas compridas** para proteger a pele contra as substâncias químicas danosas.
- **Óculos de segurança** para proteger os olhos de respingos de substâncias químicas ou vapores.
- **Luvax de látex** quando estiver manipulando substâncias perigosas e corrosivas.

O uso de EPIs é obrigatório no laboratório.

Figura 2. Sinalização de EPIs.



Fonte: Disponível em <<http://slideplayer.com.br/slide/1590718/>> <<http://higiene-seguranca.blogspot.com.br/2012/06/sinais-de-obrigacao.html>> Acesso em 13 de julho de 2017.

EPCs são localizados adequadamente por placas de sinalização.

Figura 3. Sinalização de EPCs.



Fonte: Disponível em: <<https://pt.slideshare.net/CristinaSantos103/manual-de-treinamento-da-cip1>>. Acesso em 14 de julho de 2017.

1.4. Condutas de Prevenção e Primeiros Socorros

Mesmo tendo seguido todas as medidas de segurança e obtido todas as informações necessárias para a boa realização do trabalho proposto, podem acontecer acidentes ou incidentes. Portanto deve-se definir:

Acidentes: é todo aquele que é causado no laboratório, causando lesões físicas, permanentes ou não, causando perda ou redução da capacidade de trabalho.

Incidentes: acontecimento não planejado que pode levar a um acidente.

Para cada tipo de acidente existe um tratamento de primeiros socorros específico. Alguns tratamentos são encontrados na tabela 1

Tabela 1: Acidentes que podem ocorrer no laboratório e procedimentos a seguir.

Acidente	Procedimento
<i>Golpes Ligeiros</i>	<i>Deixar o corte sangrar um pouco, remover estilhaços, lavar com água corrente, desinfetar e proteger com um curativo. Quando se tratar de cortes mais extensos, o médico deverá ser consultado. Se for hemorragia deve-se pressionar o local com compressas e fazer um torniquete. Deve ser aplicado por pessoas que tenham treinamento em primeiros socorros.</i>
<i>Salpicos e queimaduras químicas superficiais</i>	<i>A área da pele com as quais a substância teve contato deve ser imediatamente lavada com sabão e água morna, se a queimadura for pequena aplicar uma pomada para queimadura. Para tratamento de queimaduras mais sérias, procurar um médico. Queimaduras com Bromo podem ser particularmente sérias. Estas devem ser lavadas com sabão e então completamente umedecidas com solução de Tiosulfato de sódio 0,6 mol/L durante 3 horas, a seguir procurar um médico. As queimaduras com ácidos concentrados devem ser limpas, para retirar o excesso de reagente e posteriormente devem ser lavadas com solução de carbonato de sódio 5%. As queimaduras com base devem ser lavadas com ácido acético 5%. Deve-se cobrir a área afetada com gaze esterilizada sem apertar. E logo em seguida procurar um médico.</i>
<i>Salpicos de reagentes químicos nos olhos</i>	<i>Lavar com soro fisiológico ou água, mantendo as pálpebras afastadas com a ajuda dos dedos para que o jato de água seja tangencial ao globo ocular. Um lavador de olhos apropriado é muito útil se tiver disponível no laboratório. Em todos os casos onde o tecido sensitivo do olho estiver envolvido em um acidente, consultar um oftalmologista o mais rápido possível.</i>
<i>Inalação de substâncias tóxicas</i>	<i>Afastar o acidentado do local contaminado, aliviando-lhe o vestuário no pescoço e no peito. Se ocorrer inconsciência, deitar o acidentado de face para baixo, mantendo-o aquecido e eventualmente tentar reanimação boca a boca (exceção para contaminação por veneno). Transportá-lo para a UTI.</i>
<i>Ingestão de reagentes (sólidos ou líquidos)</i>	<i>Se a contaminação for apenas bucal, bochechar com água, sem ingerir. Caso tenha havido ingestão, beber água ou leite em abundância e deslocar rapidamente para o hospital.</i>
<i>Queimaduras térmicas ou com fogo</i>	<i>Usar água ou gelo (apenas se a queimadura for superficial). Para queimaduras térmicas aplicar uma pomada própria e proteger com gaze esterilizada. Para queimaduras com fogo é necessário abafar a chama fazendo o acidentado rolar no chão, e usar o chuveiro de emergência quando possível.</i>
<i>Choques elétricos</i>	<i>Desligar o quadro de eletricidade antes de socorrer o acidentado. Se não for possível, colocar debaixo dos pés material isolante e afastar a vítima da fonte com um objeto que não seja um condutor elétrico, como por exemplo a madeira.</i>
<i>Estado de choque</i>	<i>O estado de choque pode resultar de um acidente físico ou de um distúrbio emocional e os sintomas podem ser: palidez, pele úmida e fria, tonturas, ansiedade, problemas de visão. A vítima deve ser colocada em posição horizontal com os pés em um plano ligeiramente superior ao mesmo tempo em que se tenta tranquilizar e diminuir a ansiedade. Deve ser deslocada até o centro de emergência.</i>

Adaptado: GRUPO DE ECOFISIOLOGIA E MELHORAMENTO FLORESTAL. **Prevenção de Acidentes e Primeiros Socorros**. Disponível em: <<http://encurtador.com.br/knvzN>> Acesso em 14 de julho de 2017.

2. Análise de Passivos

Pode ser considerado um resíduo passivo aquele que não é mais gerado sistematicamente, não foi aplicado tratamento e ainda não possui destinação final definida. A caracterização e identificação deste tem, por finalidade, reaproveitar o que for possível e descartar de acordo com a legislação.

ATENÇÃO: Para o preparo da amostra a ser analisada, consultar técnicas de análise semimicro contidos no anexo I.

2.1. Análise da cor e aspectos da amostra

Ao entrar em contato com a amostra, faz-se necessário a observação de duas características básicas: forma dos cristais e a cor. Muitos sais podem ser facilmente identificados quando essas duas características são distinguidas primeiramente, ocasionando a produção de menos resíduo e diminuindo o tempo de análise. Para tal, pode-se usar uma tabela de cores de sais inorgânicos. Assim como outros testes de separação, a observação somente da cor, não fornecerá 100% de certeza, visto que inúmeros sais possuem as mesmas cores. A identificação deve ser exata, pois na maioria das vezes trata-se de metais que podem causar danos a saúde. (VOGUEL, 1981)

Tabela 2: Cores dos Sólidos Inorgânicos

Cor	Substâncias
Vermelho	Pb ₃ O ₄ , As ₂ S ₂ , HgO, HgI, HgS, Sb ₂ S ₃ , CrO ₃ , Cu ₂ O, K ₃ [Fe(CN) ₆]; os outros dicromatos tem cor vermelha alaranjada; os permanganatos e o alumen de cromo e potássio têm cor púrpura avermelhada
Rosa	Sais hidratados de manganês e de cobalto
Amarelo	CdS, AsS ₃ , SnS ₂ , PbI ₂ , HgO, cromatos, cloretos e Fe(NO ₃) ₃
Verde	Cr ₂ O ₃ , Hg ₂ I ₂ , Cr(OH) ₃ , sais de ferro(II), sais de níquel, CrCl ₃ .6H ₂ O, CuCl ₂ .2H ₂ O, K ₂ MnO ₄
Azul	Said de cobalto anidros, sais de cobre (II) hidratados, azul da prússia
Marrom	PbO ₂ , CdO, Fe ₂ O ₃ , Fe ₃ O ₄ , SnS e Fe(OH) ₃
Preto	Sulfetos de Pb(II), Cu(II), Fe(II), Hg(II), Ni(II)

Adaptado: VOGUEL, A. I., 1981. **Química Analítica Qualitativa**. 5^o ed. Revisado por G. Swehla. São Paulo: Mestre Jou, 1981.

Obs.: A cor das soluções obtidas na dissolução com água ou ácidos diluídos também podem trazer informações importantes para a determinação inicial da amostra. Por exemplo, soluções de cobre (II) são azuis; níquel, ferro (II) e cromo (III) são verdes; cromatos, hexacianoferratos (II) são amarelas. (VOGUEL, 1981)

2.2 Teste de Solubilidade

Testar a solubilidade da amostra sólida usando uma pequena quantidade (mg) da mesma, com um volume aproximado de 5 mL do solvente escolhido, agitando com um bastão, na seguinte sequência, para escolher o solvente adequado:

- Água - Se não dissolver à frio, aquecer por alguns minutos, agitando ocasionalmente.
- HCl 6 mol L⁻¹ - Se não dissolver à frio, aquecer por alguns minutos, agitando ocasionalmente.

(c) HNO_3 6 mol L^{-1} - Se não dissolver à frio, aquecer por alguns minutos, agitando ocasionalmente.

(d) HCl 12 mol L^{-1} - Se não dissolver à frio, aquecer por alguns minutos, agitando ocasionalmente.

(e) HNO_3 16 mol L^{-1} - Se não dissolver à frio, aquecer por alguns minutos, agitando ocasionalmente.

(f) Água régia ($\text{HCl}:\text{HNO}_3$ na proporção de 3 para 1) - Se não dissolver à frio, aquecer por alguns minutos, agitando ocasionalmente.

ATENÇÃO: As solubilidades das amostras podem encurtar o curso da análise tendo em vista que sais apresentam-se com solubilidades diferenciadas, determinadas pelos seus componentes. Consultar anexo II.

Caso a substância não se dissolva em nenhum dos testes anteriores, adicionar esta na ordem: etanol, acetona e éter; baseado na polaridade destes solventes. Aquela que não dissolver em nenhum dos testes anteriores deve apresentar caráter orgânico. Para realizar a determinação do grupo funcional, testes distintos deverão ser realizados segundo o roteiro abaixo.

Testes de grupos funcionais

- **Alcenos e Alcinos**

1. Teste de Bayer

Testar uma pequena porção da amostra a ser analisada, sob agitação, com uma solução de permanganato de potássio até que a coloração violácea persista. Uma vez que o permanganato não é miscível em compostos orgânicos poderá ser adicionado 0,5 ml de 1,2-dimetoxi-etano ou uma pequena quantidade de um catalizador de transferência de fase.

2. Teste com solução de bromo em tetracloreto de carbono

Dissolver uma pequena porção da amostra a ser analisada em 2 ml de tetracloreto de carbono e adicionar a solução de bromo em tetracloreto de carbono, gota a gota, até que a coloração vermelha da solução de bromo persista.

OBS.: ligações múltiplas conjugadas com grupos carbonílicos ($\text{C}=\text{C}-\text{C}=\text{O}$) nas condições de realização do teste de adição de bromo, geralmente manifestam resultado negativo.

- **Halogenetos de Alquila**

1. Solução Alcoólica de Nitrato de Prata

Colocar em um tubo de ensaio 2 ml da solução alcoólica de nitrato de prata e 1 gota da substância halogenada. Se não houver precipitação à temperatura ambiente, em 5 minutos, aquecer o tubo em banho-maria. A formação de um precipitado é resultado positivo para halogênio. Adicionar ao precipitado algumas gotas de ácido nítrico a 5% e observar possíveis mudanças.

OBS.: os brometos e iodetos de alquila são mais reativos que os cloretos, que podem exigir aquecimento. Os halogenetos de arila, vinila e/ou alquinila não reagem. Os halogenetos de prata tem colorações distintas: cloreto de prata é branco, brometo de prata é amarelo-pálido, iodeto de prata é amarelo.

2. Solução de iodeto de sódio em acetona

Colocar em um tubo de ensaio 1 ml da solução de iodeto de sódio e 2 gotas do halogeneto de alquila (em caso de sólidos dissolver cerca de 50 mg em um pequeno volume de acetona). Agitar e deixar em repouso durante 3 minutos, à temperatura ambiente. Se não houver formação de precipitado, aquecer em banho-maria por 6 minutos a 50 graus Celsius. Depois resfriar até temperatura ambiente e observar formação de precipitado.

OBS.: este teste é limitado a cloretos e brometos de alquila. Os brometos primários precipitam como brometo de sódio em cerca de 3 minutos à temperatura ambiente. Os brometos secundários e terciários reagem quando aquecido a 50 graus Celsius. Os cloretos primários e secundários só reagem quando aquecido a 50 graus Celsius. Os cloretos terciários não reagem.

3. Teste de Beilstein

Faz-se um pequeno anel na extremidade de um fio de cobre e aquece-se na chama de um combustor Bunsen até que não apareça mais a coloração verde. O fio é então arrefecido naturalmente. Depois mergulha-se o anel no composto original e aquece-se na borda da chama de Bunsen. A chama verde indica a presença de halogênio.

• Fenóis

1. Teste com hidróxido de sódio

Colocar em um tubo de ensaio 1 ml de solução aquosa de hidróxido de sódio a 10% e uma pequena quantidade do fenol a ser analisado. Agitar bem e observar a cor. Caso isto não ocorra, deixar a solução em repouso por 30 minutos. Se ocorrer precipitação, diluir a solução com 20 ml de água e agitar.

OBS.: alguns fenolatos, resultado da reação com NaOH, são coloridos ou tornam-se marrons, alguns precipitam em solução de NaOH 10% mas se dissolvem em água.

2. Teste em cloreto férrico

Dissolver 10 a 20 mg da amostra em 1 ml de água. Adicionar 5 gotas da solução de cloreto férrico a 3% e observar o desenvolvimento de cor (caso a amostra seja insolúvel em água, dissolver em etanol).

OBS.: os fenóis formam complexos coloridos com o íon férrico. A coloração varia do azul ao vermelho. O teste pode ser efetuado em água, metanol ou em diclorometano.

• Alcoois

1. Teste de Jones

Dissolver 2 gotas da amostra (ou 15mg se for sólida) em 10 gotas de acetona pura. Adicionar, agitando a amostra, 5 a 6 gotas da solução de ácido crômico. O aparecimento, em 5 segundos, de um precipitado verde confirma a presença de álcool primário e secundário. Testar a acetona que será utilizada como solvente. No caso positivo, adicionar uma pequena quantidade de permanganato de potássio, refluxar* e destilar.

*Refluxar consiste em aquecer um sistema em um balão, ligado a um condensador para que se consiga extrair a solução que se deseja através da condensação.

OBS.: O Teste também dá positivo para fenóis e aldeídos.

2. Teste de Lucas

Misturar em um tubo de ensaio, 2 a 3 mL do reagente de Lucas e 4 a 5 gotas da amostra e observar o tempo gasto para a turvação da solução ou formação de duas camadas. Os álcoois alifáticos, benzílicos e terciários reagem imediatamente. Os álcoois secundários demoram cerca de 5 minutos para reagir. Se não ocorrer em 5 minutos, aquecer em banho-maria durante 3 minutos. Os álcoois primários não reagem.

OBS: É indicado apenas para álcoois solúveis em água.

• **Aldeídos e cetonas**

1. Teste com 2,4- dinitrofenilidrazina

Dissolver 1 ou 2 gotas da amostra (ou cerca de 100mg do sólido) em 2 mL de etanol e adicionar 2 mL da solução de 2,4-dinitrofenilidrazina. Agitar fortemente. Caso não haja precipitação imediata, deixar em repouso por 15 minutos e se ainda assim não ocorrer a precipitação, aquecer ligeiramente e deixar em repouso por mais 15 minutos. Um precipitado amarelo-avermelhado é resultado positivo.

2. Ensaio de Tollens

Dissolver uma pequena quantidade de amostra em algumas gotas de água ou etanol. Gotejar esta solução, com agitação constante, sobre cerca de 0,5mL do reagente de Tollens. Caso a reação não ocorra imediatamente, aquecer o tubo levemente, em banho-maria. A formação de um precipitado escuro de prata ou a formação do espelho de prata são resultados indicativos da presença de aldeído ou outro grupo redutor.

OBS: Este ensaio permite a distinção entre aldeídos e cetonas. As cetonas não reagem.

3. Teste do Iodofórmio

Dissolver uma pequena quantidade da amostra em algumas gotas de dioxano (se amostra não for solúvel em água), em um tubo de ensaio. Adicione 1mL da solução de hidróxido de sódio a 10% e depois uma pequena quantidade de uma solução de iodo em iodeto de potássio, agitando sempre até que tenha um ligeiro excesso evidenciando a coloração típica do iodo. Colocar o tubo de ensaio em um banho de água a 60 °C. Quando o ligeiro excesso de iodo for descorado, deve-se continuar a adição da solução de iodo, mantendo o aquecimento e a agitação, até que se manifeste novamente o excesso de iodo. A adição deve continuar até que a coloração escura não desapareça depois de 2 minutos de aquecimento no banho de água. Ao final dessa etapa, o excesso de iodo é removido pela adição de algumas gotas de hidróxido de sódio a 10%. Enche-se o tubo de água e deixa em repouso por 15 minutos. O resultado positivo é indicado através da formação de um sólido amarelo de odor característico (iodofórmio).

4. Teste de Fehling ou Benedict

Colocar cerca de 4mL do reagente de Benedict ou de Fehling recentemente preparado (através da mistura de volumes iguais da solução A (solução de sulfato de cobre) e da solução B (solução alcalina de citrato ou tartarato), em um tubo de ensaio. Adicionar 2 a 3 gotas da

amostra e ferver a solução. A formação de um precipitado vermelho de óxido cuproso é um resultado positivo.

- **Ésteres**

1. Teste com Cloreto de Hidroxilamônio

Teste preliminar: dissolver cerca de 50 mg da substância a ser analisada em 1 ml de etanol e adicionar 1 ml de ácido clorídrico 1 mol/L. Adicionar 1 gota de solução aquosa de cloreto férrico 5% e observar o aparecimento de cor laranja, vermelha ou violeta. Se isso acontecer, o teste não poderá ser realizado.

Colocar em um tubo de ensaio cerca de 50 mg da substância a ser analisada, 1 ml de solução etanólica de cloreto de hidroxilamônio 0,5 mol/L e 0,2 ml de hidróxido de sódio a 20%. Aquecer a mistura até ebulição, esfriar um pouco e adicionar 2 ml de ácido clorídrico 1 mol/L. se houver turvação, adicionar cerca de 2 ml de etanol. Adicionar 1 a 2 gotas de solução aquosa de cloreto férrico a 5% e observar o aparecimento de cor. Comparar com a do teste preliminar. A cor vinho ou violeta, comparada com a coloração amarelada do teste preliminar confirma a presença do grupo éster.

- **Ácidos Carboxílicos**

1. Teste de pH:

Deve-se dissolver uma pequena porção da amostra em 1 mL de água e testar o pH da solução com um papel indicador. Os ácidos carboxílicos solúveis em água são ionizados, assim, apresentam pH menor que 7.

- **Nitrocompostos**

1. Teste com sulfato ferroso amoniacal:

Deve-se misturar, em um tubo de ensaio, uma pequena porção da amostra e 1,5 mL da solução 5% de sulfato ferroso amoniacal. Adicionar, também, uma gota de ácido sulfúrico 3 mol/L e 1 mL de solução metanólica de hidróxido de potássio 2 mol/L. O tubo deve ser arrolhado, em seguida agitado. O teste é positivo quando há a mudança da coloração azul para marrom.

- **Aminas**

1. Teste de pH:

Dissolve-se uma pequena quantidade da amostra em água e pH deve ser medido com papel indicador de pH. Aminas são substâncias que em meio aquoso apresentam caráter básico. O pH da solução deve ser maior que 7.

2. Teste do ácido nitroso:

Deve-se dissolver a amostra, em tubo de ensaio, utilizando 2 mL de ácido clorídrico 2 mol/L e resfriar a solução até temperatura entre 0 e 5 °C em banho de gelo. Adiciona-se, também, cinco gotas de solução fria de nitrito de sódio a 20 %.

- i) Se houver a liberação imediata de gás incolor, nitrogênio, a amina é primária e alifática;

- ii) Caso ocorra a liberação de nitrogênio, adicionar algumas gotas de uma solução fria contendo 50 mg de 2-naftol em 2 mL de hidróxido de sódio 2 mol/L. A formação de coloração vermelha ou laranja indica a presença de amina aromática;
- iii) Caso ocorra a separação de um líquido amarelo pouco solúvel, sem liberação de gás, a substância pode ser uma amina secundária alifática ou aromática;
- iv) Se não ocorrer reação, a amostra é uma amina terciária alifática;

3. Teste com p-N,N-dimetilaminobenzaldeído:

Adiciona-se, em um cadinho de porcelana, uma pequena porção da amostra a ser analisada e algumas gotas solução saturada de p-N,N-dimetilaminobenzaldeído em ácido acético glacial. A formação de coloração laranja avermelhada indica a presença de aminas primárias aromáticas.

• **Aminoácidos**

1. Teste com ninidrina:

Adiciona-se, em tubo de ensaio, 2 mg da amostra a ser analisada e 1 mL de solução aquosa de ninidrina. A mistura deve ser aquecida até a ebulição por trinta segundos e observar o aparecimento de cor. O teste é positivo quando há o aparecimento de cor azul-violácea que determina a presença de aminoácidos α -amino livres. Qualquer outra cor que porventura apareça constituem resultado negativo.

2.3 pH

A solução amostra pode ter seu pH determinado utilizando um milivoltímetro que converte o potencial medido em unidades de pH. Ou em medidas menos rigorosas, pode-se utilizar os papéis de pH. Como é resíduo, não se aconselha mergulhar o eletrodo nesta solução antes de medir com o papel. Papel de pH vai de 1 em uma unidade e sim é mais do que suficiente.

2.4 Preparo da Solução

Colocar $\frac{1}{4}$ do sólido em um tubo de ensaio

- Se a água for o solvente escolhido, adicionar aproximadamente 5 mL, dissolver o sólido com o auxílio de um bastão de vidro e completar com água até aproximadamente a capacidade do tubo.
- Se o solvente escolhido for diferente de água (ácido), adicionar gota a gota e agitar com o auxílio de um bastão até o sólido ser solubilizado. Completar com água até aproximadamente a capacidade do tubo.
- Lembrar que um solvente diferente de água pode adicionar um novo ânion na amostra.

3. Provas Diretas

Algumas reações de identificação de íons pode ser realizada diretamente na amostra, por isso são chamadas de provas diretas. Podem ser realizados testes diretos nos ânions acetato, carbonato, borato, fluoreto (H_3COO^- , CO_3^{2-} , BO_3^{3-} , F^- , respectivamente). Assim como o íon amônio NH_3^+ .

3.1 Teste do íon amônio

O íon amônio é identificado convertendo este em amônia por meio da adição da amostra em um excesso de base forte.

- Testar a presença do íon amônio seguindo o roteiro do quinto grupo de cátions. Caso o teste seja positivo, o cátion já será determinado.

3.2 Teste do íon carbonato

Sais que contém íons carbonato são tratados com ácidos nota-se a formação de gás carbônico da amostra.

- Adicionar uma pequena quantidade da amostra sólida em um vidro de relógio e gotejar HCl 6 mol L⁻¹. A ocorrência forte efervescência indica a presença do ânion carbonato. Teste positivo indica a determinação direta de carbonato.

3.3 Teste do íon acetato

Sais com íon acetato são tratados com ácido sulfúrico concentrado há a formação de ácido acético que pode ser identificado pelo seu odor característico de vinagre.

- Adicionar uma pequena quantidade do sal a ser analisado em um tubo de ensaio e adicionar 3 ou 4 gotas de ácido sulfúrico concentrado. Ao aquecer o tubo cuidadosamente deverá se notar um odor de vinagre no vapor formado.

3.4 Teste do íon borato

Os boratos são derivados de três ácidos bóricos: ácido ortobórico (H₃BO₃), ácido tetrabórico (H₂B₄O₇) e ácido metabórico (HBO₂). Compostos voláteis de boro produzem uma chama de cor verde ao serem inflamados.

- Colocar a amostra a um tubo de ensaio e adicionar 10 gotas de etanol e 3 gotas de ácido sulfúrico concentrado. Deve-se agitar o tubo de ensaio e aquecer este, com bastante cuidado, diretamente na chama do Bico de Bunsen até ferver. Logo depois deve-se levar a boca do tubo próximo da chama a fim de que os gases se inflamem. A formação de uma chama verde indica a presença de borato.

Vale ressaltar que a chama de cor verde deve aparecer imediatamente, a sua ausência logo de imediato é um indicativo do teste negativo. (BACCAN, 1991)

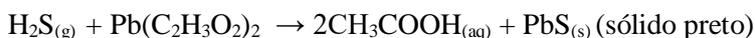
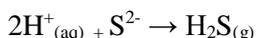
3.5 Teste do íon fluoreto

Este teste é baseado na propriedade do ácido fluorídrico que é a possibilidade de atacar o vidro, mais precisamente os silicatos em geral.

- Colocar uma pequena quantidade da amostra em um cadinho e 10 gotas de ácido sulfúrico concentrado. Deve-se, então, tampar o cadinho com uma lâmina de vidro. O cadinho deve ser aquecido numa tela de amianto, aquecer e observar se está ocorrendo a corrosão do vidro.

3.6 Presença de sulfetos

Os sulfetos podem ser identificados pelo seu odor característico e pela coloração negra de um papel de filtro umedecido com acetato de chumbo.



Obs.: Outra forma possível poderia ser observada pela colocação amarela de um papel de filtro de uma solução de acetato de Cadmio (CdS – Amarelo).

ATENÇÃO: Se metais e ânions interferentes estiverem ausentes. Preparar a solução e usar diretamente para análise dos cátions e dos ânions.

4. Determinação do ânion

Não há na determinação de ânions métodos sistemáticos, como na determinação de cátions. É possível dividir os processos empregados em duas classes: Classe A - identificação por meio da formação de produtos voláteis obtidos por tratamento com ácidos; Classe B - os que dependem de reações em solução. A Classe A é subdividida em: I – gases desprendidos com HCl ou H₂SO₄ diluídos; II – gases desprendidos com H₂SO₄ concentrado. A Classe B é subdividida, também, em duas subdivisões: I – reações de precipitação; II – oxidação e redução em solução.

- Classe A

Ânions da subdivisão I: carbonato, bicarbonato, sulfito, tiosulfato, sulfeto, nitrito, hipoclorito, cianeto e cianato.

Ânions da subdivisão II: ânions da subdivisão I, fluoreto, hexafluorsilicato, cloreto, brometo, iodeto, nitrato, clorato (PERIGO), perclorato, permanganato (PERIGO), bromato, borato, hexacianoferrato (II), hexacianoferrato (III), tiocianato, formiato, acetato, oxalato, tartarato e citrato.

- Classe B

Ânions da subdivisão I: sulfato, persulfato, fosfato, fosfito, hipofosfito, arseniato, arsenito, cromato, dicromato, silicato, hexafluorsilicato, salicilato, benzoato e succinato.

Ânions da subdivisão II: manganato, permanganato, cromato e dicromato.

Ferro e estanho, bem como outros metais interferem em alguns testes de eliminação e de identificação de ânions (como apresentado pelo manual de práticas – DQAFQ 2017). A presença de metais deve ser testada com o ENSAIO, descrito abaixo, porque eles interferem, formando precipitados ou reações coloridas, nos testes de eliminação; caso o ensaio dê positivo, proceder então a eliminação do metal, como transcrito na TRANSPOSIÇÃO e, como a solução resultante, proceder então a análise dos ânions através dos TE's (testes de eliminação) e TI's (Testes de Identificação).

ATENÇÃO: em caso de dúvida sobre nomenclatura de ânions, consultar anexo III.

5. Determinação do Cátion

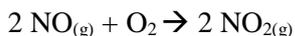
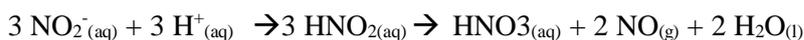
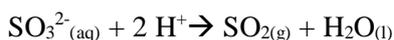
A fim de classificar os diferentes tipos de cátions, dividem-se estes em 5 grupos na análise qualitativa sistemática. As divisões são feitas tomando por base as reações que ocorrem num grupo de cátions com um reagente específico. São os chamados reagentes de grupo e a partir destes pode-se chegar a conclusões quanto a presença ou ausência de grupos de cátions, assim como separar tais conjuntos para uma análise posterior.

Os reagentes utilizados na classificação dos cátions são o ácido clorídrico, sulfeto de hidrogênio, sulfeto de amônio e carbonato de amônio. A classificação é baseada na maneira como os cátions reagem formando ou não precipitados.

Agentes redutores tais como os íons sulfito, sulfeto, nitrito e iodeto podem interferir na determinação de alguns cátions, como o Ni e K, entre outros e devem ser eliminados. Proceder como descrito abaixo para eliminação dos mesmos, e usar a solução para os testes de cátions.

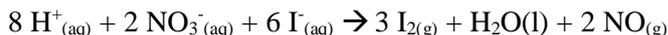
Remoção do SO₃²⁻ e NO₂⁻

Colocar 10 mL da solução amostra em cadinho, acidificar com HCl 2 mol L⁻¹ e ferver por alguns minutos.



Remoção do I^-

Colocar 10 mL da solução amostra em cadinho e acidificar com HNO_3 16 mol L^{-1} . Evaporar próximo à secura. A liberação de uma fumaça violeta e uma cor marrom da solução indicam a remoção do íon iodeto. Repor o volume perdido com água destilada, transferir para tubo de ensaio e centrifugar, se necessário. Abandonar o precipitado, se houver.



ATENÇÃO: Se for feita a eliminação do ânion, lembrar de preparar solução suficiente para utilizar na identificação do cátion.

OBSERVAÇÕES

- Caso tenha obtido metal interferente, seguir, rigorosamente a ordem dos grupos.
- Observar a cor do precipitado, principalmente na precipitação do segundo e terceiro grupo, pois etapas poderão ser omitidas e até mesmo o cátion identificado, somente na etapa inicial de precipitação do grupo.

ATENÇÃO: Consultar anexo IV, para a realização dos testes diretos.

- Caso não haja metais interferentes, e o íon amônio também estiver ausente, o cátion é o Na ou o K.
- Lembrar que, se o íon amônio está ausente, a evaporação prévia com HNO_3 antes da identificação de sódio e potássio não precisa ser efetuada. Os dois testes podem ser feitos diretamente com a adição dos respectivos agentes precipitantes.
- Potássio em grande quantidade (>50 mg/mL) também precipita com o acetato de urânio e magnésio, assim, deve-se fazer primeiro o teste de identificação para o K. Se o teste der positivo o POTÁSSIO está presente. Se o teste para potássio der negativo, fazer o teste do sódio. Se este der positivo, o SÓDIO está presente.
- Lembrar também que Na e K tem tendência a supersaturar. Não diluir muito a amostra, colocar bastante reagente de precipitação, agitar bastante e, se necessário, colocar alguns cristais da própria amostra para induzir a precipitação.

6. O QUE FAZER COM O PASSIVO?

Adotar, inicialmente, os procedimentos:

- Selecionar um local do laboratório que permita isolar todos os passivos, evitando, com esta medida, que misturas de frascos de natureza desconhecida sirva de ponto de gerador de mais passivo.

Para os PASSIVOS IDENTIFICADOS

- Procurar esgotar as possibilidades de aplicação dos 3Rs (recuperar, reutilizar, reciclar).
- Colocar à disposição para outros laboratórios, dentro e fora da instituição.
- Colocar à disposição em bolsas de resíduos para doação, permuta etc.
- Submeter a tratamento químico para a eliminação da periculosidade ou encaminhar para descarte (incineração, aterro industrial, etc).
- Rotular conforme tópico 7. Consultar anexo VI em caso de maiores dúvidas.

Para os passivos NÃO IDENTIFICADOS

- Tentar identificá-los

- Após identificação, seguir as recomendações fornecida aos passivos identificados, caso seja viável, em função da quantidade, aparência, estado de conservação, tipo de embalagem etc.
- Se for impossível qualquer tipo de ação, agregá-los como NÃO IDENTIFICADOS.
- Encaminhar para descarte (incineração, aterro industrial etc).

Para os PASSIVOS MISTURADOS/CONTAMINADOS

Separá-los nos dois grupos propostos e aplicar as ações que forem mais convenientes:

7. ROTULAGEM

A rotulagem é indispensável, pois minimiza o risco de contaminação e acidentes químicos, facilita a destinação final ou a reutilização do passivo, além de fornecer informações sobre a composição química do resíduo e a unidade geradora do mesmo.

Portanto, o rótulo deve conter informações claras, sem generalização ou abreviações, a respeito da composição química e alertas dos perigos do composto químico que contém no frasco, o departamento gerador, o responsável pela análise de identificação e a data a qual o rótulo foi afixado.

A partir da metodologia aplicada podem-se classificar os passivos de três formas:

1. Totalmente identificados
2. Parcialmente identificados
3. Não identificados

Para os passivos totalmente identificados a rotulagem é de acordo com a Rotulagem da Norma Brasileira 14725 da Associação Brasileira de Normas técnicas que tem como título “Produtos químicos –Informações sobre segurança, saúde e meio ambiente” com algumas modificações que serão descritas a seguir e ilustrada na tabela 3.

- a) O rótulo levará a identificação do PET Química que analisou e identificou o passivo, pois os rótulos dos fabricantes não estão legíveis em muitos resíduos.
- b) Na seção “Outras informações” estarão contidas as informações do rótulo original, se legível, caso esse passivo ainda o possua.
- c) Adição do Diagrama de Hommel nesse rótulo, por se tratar de uma forma rápida na identificação das informações dos passivos.

Tabela 3: Correlação entre as informações da FISPQ - Ficha de Informação de Segurança para Produtos Químicos e da rotulagem de produto químico analisado pelo PET Química

Elementos do rótulo	Correlação com as seções da FISPQ
Identificação do PET Química	-
Composição química	Seção 3 – Composição e informação sobre os ingredientes
Pictograma de perigo (GHS) e Diagrama de Hommel	Seção 2 – Identificação dos perigos Seção 14 – Informações sobre transporte
Palavra de advertência	Seção 2 – Identificação dos perigos
Frase de perigo	Seção 2 – Identificação dos perigos
Frases de precaução	Seção 2 – Identificação dos perigos
Outras informações	Informações adicional contidas no rótulo original (caso possua)

Para os passivos parcialmente identificados o rótulo deve seguir as orientações citadas acima, contendo a observação a respeito da identificação parcial e as informações a respeito da espécie química encontrada. Já o rótulo para os passivos não identificados conterá a metodologia aplicada, o departamento gerador, o responsável pela conclusão da “não identificação” e a data a qual o rótulo foi afixado ao frasco.

ATENÇÃO: em caso de dúvida sobre rotulagem, consultar anexo V.

8. Referências Bibliográficas

BACCAN, N; GODINHO, O. E. S.; STEIN, E, ALEIXO, L.M. Introdução à Semimicroanálise Qualitativa; 4º ed. Campinas: Editora da Unicamp, 1988.

Extrato **de** **Soda:**
Disponível em: <http://www2.fc.unesp.br/lvq/LVQ_experimentos/analitica_qualitativa/apostila%20de%202012.pdf> Acesso em: 01 de Agosto de 2017.

VOGUEL, A. I., 1905. **Química Analítica Quantitativa**. 5º ed. Revisado por G. Swehla. São Paulo: Mestre Jou, 1981.

Manual de práticas do laboratório de Química Analítica I.

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA. Experimentos 7, 8 e 9 – Análise orgânica qualitativa: Estudo da reatividade relativa de grupos funcionais por meio de reações orgânicas clássicas. Brasília. 27 p.

UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ – DQAFQ. Química Analítica Qualifica – Manual laboratório. 2017.

ANEXO I

TÉCNICAS EM ANÁLISE SEMI MICRO

T-1. AMOSTRAGEM

É essencial que a amostra tomada para análise de uma grande quantidade de material seja representativa, ou seja, ela deve conter todos os constituintes da amostra. No caso de uma solução basta somente misturar bem antes de a amostra ser retirada. Se ele contiver material em suspensão, agitar vigorosamente e remover a amostra rapidamente antes dos sólidos sedimentarem. Materiais sólidos podem não ser homogêneos. Mesmo após cuidadosamente misturados, os constituintes podem voltar a se separar, se as suas densidades forem muito diferentes. Examinar o material com uma lente manual para verificar a não homogeneidade e misturar antes de tomar uma amostra.

T-2. DISSOLVENDO A AMOSTRA

Serão consideradas aqui apenas as situações mais simples. Maiores detalhes serão fornecidos em capítulos posteriores. O solvente mais desejável é a água. Testar a solubilidade de uma pequena quantidade (menos de 20 mg) em várias gotas de água. Se a dissolução não se efetuar prontamente, à temperatura ambiente, após agitada com um bastão, acrescentar mais água e agitar. Se não der resultado, tentar aquecê-la durante alguns minutos em banho-maria. Se ficar algum resíduo insolúvel na água, testar a solubilidade em ácido nítrico ou clorídrico 6 mol.L⁻¹. Dar tempo suficiente para a dissolução se processar. Alguns sais hidrolisam-se em água formando precipitados. Dissolver esses sais diretamente em ácidos.

T-3. MEDINDO QUANTIDADES

A quantidade de soluções é medida em gotas ou mL. Uma gota padrão corresponde a 0,05 mL, dessa forma, 20 gotas correspondem a 1 mL.

A quantidade de sólidos é tomada com uma espátula e “a grosso modo”, podemos considerar que o equivalente a uma pitada é suficiente para a análise semi micro.

T-4. ADICIONANDO REAGENTES

É imperiosa a preservação dos reagentes contra perigos de contaminação. Os gotejadores dos frascos de reagentes devem ser mantidos acima dos demais frascos e não se deve deixar tocá-los. Manter o bulbo do conta gotas descomprimindo e remover qualquer fração de gota, primeiro para um bastão limpo e, em seguida, para a solução

T-5. MISTURANDO

Em análise química os resultados satisfatórios podem, muitas vezes, depender do simples ato de agitar. Quando se misturam duas soluções, elas não difundem rapidamente, por isso, a menos que seja dito o contrário, TODAS as soluções devem ser agitadas com bastão de vidro quando ocorrer adição de reagente. NÃO UTILIZAR O DEDO PARA TAMPAR O TUBO E AGITAR, pois pode contaminar a solução e a você. As seguintes regras são mais adequadas:

Se a solução ocupar menos da metade do tubo de ensaio, você pode golpear a base do tubo com o dedo indicador, usar um bastão de vidro ou usar uma pipeta capilar, sugando a solução e expelindo-a no fundo do tubo, pelo menos duas vezes.

Se a solução ocupar mais da metade do tubo de ensaio, transferir o líquido para o outro tubo, e vice-versa, pelo menos duas vezes.

T-6. AQUECENDO SOLUÇÕES:

Soluções contidas em caçarolas ou cadinhos podem ser colocadas, diretamente sobre uma chama ou chapa de aquecimento. Uma solução contida em um pequeno tubo de ensaio não pode ser aquecida, com segurança, diretamente na chama ou chapa de aquecimento. Soluções em

tubo devem ser aquecidas em banho-maria, devido à uniformidade do aquecimento e evitar a formação de bolhas de vapor na parte inferior do tubo, as quais tendem a projetar o material quando elas sobem e vão crescendo e, conseqüentemente, perda de parte ou de todo o líquido. Manusear os recipientes quentes com uma pinça.

T-7. EVAPORANDO SOLUÇÕES

Os recipientes mais adequados para evaporações são os cadinhos ou caçarolas de porcelana. As evaporações devem ser efetuadas sem projeções do material (salpicos), para evitar perdas ou acidentes. Um superaquecimento deve ser evitado, pois pode haver volatilização do analito de interesse ou ele mudar para uma forma menos solúvel durante a calcinação. À medida que a evaporação vai prosseguindo, a parte central contida no centro do cadinho ou caçarola tende a secar primeiro, assim sendo, fazer movimentos giratórios e inclinados para uniformizar o conteúdo do recipiente. ANTES DE SER COMPLETADA A SECURA, retire o recipiente da fonte de aquecimento e deixe o calor absorvido completar a evaporação.

T-8. CENTRIFUGAÇÃO

Quando se deseja separar um sólido de um líquido comumente pode-se filtrar ou centrifugar. Para pequenas quantidades a centrifugação é uma operação mais rápida do que a filtração. Quando uma solução que contém o sólido é centrifugada, o sólido é forçado para o fundo do tubo de centrífuga em uma forma compacta. O líquido é denominado de solução sobrenadante e o sólido é o precipitado. Uma centrífuga submete um objeto a uma força superior a da gravidade. Fazendo com que o precipitado sedimente mais rápido. Ao se usar uma centrífuga, obedecer rigorosamente os seguintes pontos:

(a) Contrabalancear o tubo que contém a amostra com outro contendo igual volume de água, colocando-o no lado oposto da centrífuga, para que o cabeçote da centrífuga fique equilibrado, pois uma centrífuga desbalanceada trepidará “passeará” na bancada, podendo até “voar”, o que poderá danificá-la e por em perigo a segurança das pessoas.

(b) Centrifugar só durante alguns segundos para dar chances a outras pessoas.

T-9. SEPARANDO A SOLUÇÃO SOBRENADANTE DO PRECIPITADO

A solução sobrenadante pode ser separada do precipitado através do uso de uma pipeta capilar, a qual deve ser comprimida ANTES da introdução no tubo contendo a solução sobrenadante para expelir o ar e não dispensar o precipitado; é melhor fazer várias retiradas de solução do que drenar uma só vez e a ponta da pipeta deve penetrar o mais possível a cada vez. Se o precipitado estiver bem sedimentado, você pode simplesmente verter o líquido para outro tubo. Precipitados aderidos à parede não sedimentarão e não tem problema, podendo ser descartados. Alguns precipitados são leves e flutuam, devendo-se então retirá-los com um bastão ou tentar deixá-los aderidos a parede do tubo ou usar um pouco de algodão na ponta da pipeta.

T-10. LAVANDO PRECIPITADOS

Após a remoção da solução sobrenadante, a separação nunca é perfeita, pois o precipitado remanescente no tubo está “molhado” com a solução original e, conseqüentemente, está contaminado com os íons da solução remanescente. Tais íons podem causar interferências na análise do precipitado e são comumente removidos por lavagem. A lavagem é efetuada adicionando-se a quantidade requerida de solução de lavagem e agitando-se o sólido e a solução com um bastão de vidro. A mistura é, então, centrifugada e o líquido de lavagem é removido com uma micropipeta. Como regra geral é mais eficaz fazer a lavagem com duas pequenas porções da solução de lavagem do que uma com o mesmo volume total. Duas lavagens de 10 gotas removem três vezes mais contaminantes do que uma com 20 gotas, uma vez que a lavagem é simplesmente uma questão de diluição.

T-11. TRANSFERINDO PRECIPITADOS

Se for necessário transferir o precipitado para outro tubo, como, por exemplo, na reunião de dois ou mais precipitados, adicionar água ao precipitado, dispersar com uma pipeta, sugar várias vezes, levando para outro tubo, a cada vez.

T-12. VERIFICANDO A ACIDEZ

Muitas vezes o pH da solução é de vital importância para o êxito de determinada etapa da análise sistemática. A técnica em escala semi micro utiliza o papel de tornassol para acerto de acidez ou basicidade. O papel de tornassol é um papel de filtro impregnado com uma mistura de indicadores e exibem coloração diferente, dependendo do pH da solução testada. Soluções aquosas ácidas tornam VERMELHO o papel de tornassol. As soluções aquosas alcalinas tornam AZUL o papel de tornassol. Quando a solução estiver em um tubo de ensaio ou em outro pequeno recipiente não é conveniente mergulhar o papel na solução, porque a mesma ou o precipitado podem mudar de cor e interferir na análise. Para tanto recomenda-se colocar pequenos pedaços de papel tornassol azul e vermelho sobre um vidro relógio e testar o pH da solução da seguinte maneira: AGITAR a solução com um bastão de vidro e encostar o bastão no papel, umedecendo-o, e observar se há mudança de coloração. Tomar cuidado para não encostar o bastão nas paredes internas do tubo.

T-13. PRECIPITAÇÃO COMPLETA

Se duas soluções forem misturadas e houver formação de um sólido, o processo é denominado precipitação. Em escala semimicro as precipitações são efetuadas em tubo de centrífuga. Os reagentes devem ser adicionados lentamente (gota a gota) e a solução resultante deve ser homogeneizada, sob agitação, com bastão de vidro. Nas reações de precipitação devemos executar testes para verificar se as precipitações foram completas. O sucesso de análises sistemáticas depende da precipitação completa. Isso é obtido adicionando-se o reagente precipitante gota a gota observando-se se há turvação da solução após cada adição. No caso de ocorrer turvação é necessário centrifugar e, logo após, adicionar mais uma gota de reagente. Quando a adição dessa gota não provocar mais precipitação (solução sobrenadante límpida) diz-se que a precipitação está completa.

Fonte: KING, E. J., Análise Qualitativa, Reações, Separações e Experiências. Rio de Janeiro: Interamericana, 1981.

ANEXO II: SUMÁRIO DE SOLUBILIDADE DOS SAIS EM ÁGUA À 25°C

Regra	Exceções
1.Os nitratos e acetatos são geralmente solúveis.	Não existe exceção comum. O acetato de prata é moderadamente insolúvel.
2.Os compostos dos metais alcalinos e do íon amônio são geralmente solúveis.	Não existe exceção comum. Alguns que são moderadamente insolúveis são formados no 5º grupo.
3.Os fluoretos são geralmente insolúveis.	Fluoretos dos metais alcalinos, íon amônio, Ag, Al, Sn e Hg.
4.Os cloretos, brometos e iodetos são geralmente solúveis.	Os haletos de Ag(I), Hg(I), Pb(II), HgI ₂ , BiOCl e SbOCl.
5.Os sulfatos são geralmente solúveis.	PbSO ₄ , SbSO ₄ , BaSO ₄ , CaSO ₄ e Hg ₂ SO ₄ são moderadamente insolúveis.
6.Os carbonatos e os sulfitos são geralmente pouco solúveis.	Os de metais alcalinos e amônio.
7.Os sulfetos são geralmente pouco solúveis.	Os de metais alcalinos e de amônio. Os sulfetos dos metais alcalinos terrosos e Cr ₂ S ₃ e Al ₂ S ₃ são decompostos pela água.
8.Os hidróxidos são geralmente pouco solúveis.	Os de metais alcalinos. Os hidróxidos de Ba, Ca e Sr são moderadamente solúveis.

ANEXO III: RELAÇÃO DE ÂNIONS MAIS COMUNS

Carbonato, CO_3^{2-}	Cloreto, Cl^-	Persulfato, $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$	Perclorato, ClO_4^-
Bicarbonato, HCO_3^-	Brometo, Br^-	Silicato, SiO_3^{2-}	Oxalato, $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ ou $(\text{COO})_2^{2-}$
Cianato, OCN^-	Bromato, BrO_3^-	Ortoborato, BO_3^{3-}	Silicofluoreto, $[\text{SiF}_6]^{2-}$
Cianeto, CN^-	Clorato, ClO_3^-	Metafosfato, PO_3^-	Salicilato, $\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})\text{COO}^-$ ou $\text{C}_7\text{H}_5\text{O}_3^-$
Cromato, CrO_4^{2-}	Sulfato, SO_4^{2-}	Ditionito, $\text{S}_2\text{O}_4^{2-}$	Benzoato, $\text{C}_6\text{H}_5\text{COO}^-$ ou $\text{C}_7\text{H}_5\text{CO}_2^-$
Dicromato, $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$	Arsenito, AsO_3^{3-}	Tetraborato, $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$	Citrato, $\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7^{3-}$
Hipoclorito, OCl^-	Arseniato, AsO_4^{3-}	Metaborato, BO_2^-	Acetato, CH_3COO^- ou OAc^- ou $\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2^-$
Permanganto, MnO_4^-	Nitrito, NO_2^-	Pirofosfato, $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$	Succinato, $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4^{2-}$
Sulfeto, S^{2-}	Nitrato, NO_3^-	Ortofosfato, PO_4^{3-}	Ferrocianato, $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$
Sulfito, SO_3^{2-}	Iodeto, I^-	Fosfito, HPO_3^{2-}	Ferricianato, $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$
Tiocianato, SCN^-	Iodato, IO_3^-	Hipofosfito, H_2PO_2^-	Formiato, HCOO^-
Tiosulfato, $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	Fluoreto, F^-	Tartarato, $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6^{2-}$	

ANEXO IV: TESTE DE IDENTIFICAÇÃO DE CÁTIONS

O tempo destinado a avaliar os resultados do exame inicial dos testes de solubilidade e dos testes preliminares é mais bem gasto que o tempo despendido nas tentativas aleatórias dos testes de identificação que se seguem. Em alguns casos, uma identificação posterior pode se tornar tão desnecessária ou supérflua quanto, por exemplo, usar suspensórios e cinto, ao mesmo tempo, para segurar as calças.

Os íons são listados alfabeticamente pelo nome e não pelo símbolo. Por exemplo, o antimônio (Sb) vem antes do arsênio (As). Para cada íon, apresenta-se um sumário das indicações preliminares de sua ocorrência, descreve-se um teste de identificação e são mencionados alguns possíveis problemas ou confusões que podem conduzir a uma falsa identificação. Se um teste de identificação der resultados dúbios, faça-o com uma solução verdadeira do íon para efeito de comparação. Procure fazer testes decisivos e não cores débeis ou precipitados quase imperceptíveis.

ÍON ALUMÍNIO (III)

- (a) *Indicações preliminares:* Os sais de alumínio são incolores a menos que o ânion seja colorido. O precipitado branco gelatinoso $\text{Al}(\text{OH})_3$ forma-se em presença de uma base e é redissolvido em NaOH 6M (mas não em NH_3) na forma do íon aluminato $\text{Al}(\text{OH})_4^-$.
- (b) *Teste de identificação:* A algumas gotas de uma solução de sal, adicione algumas gotas do reagente Aluminon (um corante) e cinco gotas de solução de NH_4OAc . Teste o pH com um papel de faixa larga – ele deve situar-se entre 5 e 7. Se estiver baixo demais, acrescente mais acetato de amônio. Uma cor vermelha denota a presença de alumínio. Em seguida, torne a mistura ligeiramente alcalina com NH_3 6M e centrifugue para sedimentar o precipitado de hidróxido de alumínio que adsorveu o corante (formando uma “laca”).
- $$\text{Al}^{3+} + 3\text{NH}_3 + 3\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Al}(\text{OH})_3(\text{s}) + 3\text{NH}_4^+$$
- (c) *Possíveis causas de confusão:* Outros íons metálicos como Fe^{2+} , Cr^{3+} e Pb^{2+} dão hidróxidos insolúveis em solução amoniacal e podem também formar uma laca. Observe bem as indicações destes íons nos testes preliminares.

ÍON AMÔNIO

- (a) *Indicações preliminares:* Os sais de amônio são incolores e solúveis em água. Se o íon amônio estivesse presente, notaríamos a liberação do pungente gás amoniacal (NH_3) quando NaOH 6M fosse adicionado à amostra:
- $$\text{NH}_4^+ + \text{OH}^- \rightarrow \text{NH}_3(\text{g}) + \text{H}_2\text{O}$$
- (b) *Teste de identificação:* Coloque uma pequena quantidade de amostra sólida em um béquer de 5 ml. Corte um pedaço de papel de tornassol, menor que o diâmetro do béquer, umedeça-o e fixe-o no lado convexo do vidro de relógio. Adicione várias gotas de NaOH 6M ao béquer, tomando cuidado para que nenhuma delas escorra pelas paredes superiores e, imediatamente cubra com o vidro de relógio. Se o papel de tornassol ficar azul, dentro de dois minutos, registre presença de amônio. A reação no béquer, ele poderá fluir para o vidro de relógio. Se o papel de tornassol fica azul dentro de dois minutos registre a presença de amônio. A reação no béquer é a mesma de (a). No papel de tornassol úmido, ocorre a reação inversa.
- (c) *Possíveis causas de confusão:* Se o NaOH for adicionado sem cuidado nas paredes superiores do béquer, ele poderá fluir para o vidro de relógio e azular o papel de tornassol. O ar do laboratório pode conter amônia suficiente para, vagarosamente, tornar o papel de tornassol azul – o que limitaria o tempo de teste.

ÍON ANTIMÔNIO (III)

- (a) *Indicações preliminares:* Teste de chama branco-azulada. O óxido de antimônio (II) ou o oxiclreto (SbOCl) é branco e solúvel em NaOH em excesso. O alaranjado Sb_2S_3 é solúvel em KOH 0,5M em HCl diluído.
- (b) *Teste de identificação:* Nenhum teste adicional é necessário.
- (c) *Causa de confusão:* O sulfeto de cádmio pode, algumas vezes, apresentar-se mais alaranjado que amarelo, mas não é solúvel em KOH 0,5M.

ÍON ARSÊNICO

- (a) *Indicações preliminares:* Teste de chama branco-azulada. As_2S_3 , amarelo, solúvel em KOH 0,5M e em NH_3 6M, mas não em HCl diluído.
- (b) *Teste de identificação:* Em geral, não é necessário qualquer teste adicional. Caso se deseje, o As_2S_3 pode ser dissolvido em NH_3 e H_2O_2 , formando o íon arsenato que, a princípio, é um precipitado branco, cristalino – o $\text{MgNH}_4\text{AsO}_4$ e, em seguida, passa a Ag_3AsO_4 , que é castanho-avermelhado (veja o Esquema 4 no Cap. 8).
- (c) *Causas de confusão:* O CdS , amarelo, não é solúvel em KOH 0,5M; o amarelo SnS_2 é solúvel em HCl diluído.

ÍON BÁRIO (II)

- (a) *Indicações preliminares:* Teste de chama verde. Precipitado branco, BaSO_4 com H_2SO_4 .
- (b) *Teste de identificação:* Nenhum teste adicional é necessário, mas veja (c).
- (c) *Causas de confusão:* Os outros sulfatos insolúveis são prontamente confundidos com o BaSO_4 , é solúvel em NH_4OAc ou em NaOH . O teste da chama diferencia bário do estrôncio e do cálcio.

ÍON BISMUTO (III)

- (a) *Indicações preliminares:* Bi(OH)_3 branco gelatinoso, insolúvel em NaOH ou em NH_3 , em excesso. Obtêm-se, em solução ácida, o marrom-escuro Bi_2S_3 .
- (b) *Teste de identificação:* Prepare o reagente estanito de sódio pela adição de NaOH gota a gota, a uma gota de reagente SnCl_2 . Misture cuidadosamente, após cada gota, e prossiga com a adição até o Sn(OH)_2 redissolver-se:
$$\text{Sn}^{2+} + 2\text{OH}^- \rightarrow \text{Sn(OH)}_{2(s)}$$
$$\text{Sn(OH)}_{2(s)} + \text{OH}^- \rightarrow \text{Sn(OH)}_3^-$$
Deveriam ser necessárias, pelo menos, duas gotas de NaOH . Acrescente, em seguida, solução de estanito, recentemente preparada, a um precipitado de Bi(OH)_3 . Uma imediata mudança de cor preto-azeviche indica a presença de Bi(III) :
$$3\text{OH}^- + 3\text{Sn(OH)}_3^- + 2\text{Bi(OH)}_{3(s)} \rightarrow 2\text{Bi}_{(s)} + 3\text{Sn(OH)}_6^{2-}$$
- (c) *Causas de confusão:* Assegure-se primeiro de que o mercúrio (II) está ausente porque ele também é reduzido a um metal preto.

ÍON CÁDMIO

- (a) *Indicações preliminares:* O branco Cd(OH)_2 , insolúvel em NaOH , solúvel em NH_3 . O amarela a laranja CdS , insolúvel em KOH 0,5M, solúvel em HCl diluído.
- (b) *Teste de identificação:* Nenhum teste adicional deveria ser necessário, mas veja (c). um teste microscópico é dado na Seção 6.6.
- (c) *Causas de confusão:* O sulfeto de cádmio é o mais solúvel dos que precipitam em solução ácida e se a solução ácida não for ajustada adequadamente pode ser que ela não apareça até que a solução seja alcalinizada. Os amarelos As_2S_3 e SnS_2 e o alaranjado Sb_2S_3 são solúveis em KOH 0,5M.

ÍON CÁLCIO (II)

- (a) *Indicações preliminares:* Teste de chama vermelho-alaranjado. O $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, moderadamente solúvel.
- (b) *Teste de identificação:* Em geral, não se faz necessário nenhum teste adicional.
- (c) *Causas de confusão:* O sulfato de chumbo é também branco mas se dissolve em NH_4OAc ou em NaOH . Os sulfatos de estrôncio e de bário formam cristais granulares distintos dos de $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ que crescem em forma de agulha.

ÍON CHUMBO (II)

- (a) *Indicações preliminares:* Teste de chama azul pálida. Hidróxido branco, solúvel em excesso de NaOH , não em NH_3 . PbSO_4 branco insolúvel. PbCl_2 , branco e moderadamente solúvel. PbS , preto, obtido em soluções ácidas.
- (b) *Teste de identificação:* O sulfato de chumbo pode ser dissolvido em acetato de amônio ou em hidróxido de sódio. O cloreto de chumbo é solúvel em água quente. A adição de cromato de potássio a qualquer uma das soluções precipita o cromato de chumbo amarelo:
- $$\text{PbSO}_{4(s)} + 3\text{OAc}^- \rightarrow \text{Pb}(\text{OAc})_3^- + \text{SO}_4^{2-}$$
- $$\text{PbSO}_{4(s)} + 3\text{OH}^- \rightarrow \text{Pb}(\text{OH})_3^- + \text{SO}_4^{2-}$$
- $$\text{Pb}(\text{OAc})_3^- + \text{CrO}_4^{2-} \rightarrow \text{PbCrO}_{4(s)} + 3\text{OAc}^-$$
- (c) *Causas de confusão:* Bário, estrôncio e cálcio também formam sulfatos insolúveis, mas eles também não são solúveis em NH_4OAc e em NaOH . Os cloretos de prata e de mercúrio (I), que também são brancos e insolúveis, não se dissolvem em água quente. Alumínio, estanho e zinco também formam hidróxidos brancos e solúveis em excesso de NaOH , mas os sulfetos não são pretos.

ÍON COBALTO (II)

- (a) *Indicações preliminares:* Sais hidratados com coloração variando de vermelha e laranja-avermelhado escuro, soluções vermelhas, ou algumas vezes azuis. Hidróxidos róseos ou azuis, algumas vezes, solúveis em excesso de NaOH , solúveis em NH_3 , dando solução amarelo castanho. O hidróxido e a solução amoniacal escurecem com o tempo, devido à oxidação a Co (III) pelo oxigênio do ar. Forma-se CoS , de coloração preta, em soluções básicas ou fracamente ácidas.
- (b) *Teste de Identificação:* A uma gota de solução do sal, adicione algumas gotas de água e vários cristais de NH_4SCN . Em seguida, coloque diversas gotas de NH_4SCN dissolvido em uma mistura álcool-éter e agite. Uma camada superior azul, contendo $\text{Co}(\text{SCN})_4^{2-}$, indica a presença de cobalto
- (c) *Causas de confusão:* Os sais de manganês (II) são róseos mas muito pálidos. O $\text{Mn}(\text{OH})_2$ é insolúvel em NaOH e NH_3 e o MnS é preto. No teste de extração, traços de Fe^{3+} , uma impureza comum, podem dar uma cor vermelha intensa com o tiocianato, que poderia obscurecer o azul do complexo de cobalto. Uma pequena quantidade de NaF sólido pode ser adicionada à solução para mascarar o ferro na forma de complexo incolor, FeF_6^{3-} , fracamente dissociado.

ÍON COBRE (II)

- (a) *Indicações preliminares:* As soluções e os sais hidratados são azuis devido ao $\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_4^{2+}$. Teste de chama verde. Hidróxido azul, um pouco solúvel em NaOH , solúvel em NH_3 , formando uma solução azul forte de $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$. O sulfeto preto pode ser precipitado de uma solução ácida.
- (b) *Teste de identificação:* Em geral, as identificações preliminares são suficientes. Um teste microscópico é dado na Seção 6.6.

- (c) *Causas de confusão:* Os sais anídras variam do branco CuSO_4 , aos pretos CuBr_2 e CuS . Suas soluções são azuis. O níquel forma um complexo azul, $\text{Ni}(\text{NH}_3)_6^{2+}$, cuja cor não é tão intensa quanto a do complexo de cobre. Além disso, o hidróxido de níquel é verde.

ÍON CRÔMIO (II)

- (a) *Indicações preliminares:* Cristais cuja coloração varia de verde a violeta-escuro (quase preto) e soluções que variam de verde a violeta. O Cr_2O_3 hidratado varia de verde a verde-cinza, insolúvel em NH_3 e solúvel em NaOH , formando íon cromita $\text{Cr}(\text{OH})_4^-$.
- (b) *Teste de identificação:* A algumas gotas de solução-problema, numa caçarola, adicione várias gotas de HNO_3 16 M e aqueça até a ebulição (T-6). Acrescente alguns cristais de KClO_3 . Uma coloração alaranjada, devido ao íon dicromato, indica a presença de crômio:
- $$\text{H}_2\text{O} + 6\text{ClO}_3^- + 2\text{Cr}^{3+} \rightarrow \text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + 6\text{ClO}_2(\text{g}) + 2\text{H}^+$$
- Faça a solução ficar alcalina com NaOH 6 M (T-12). A cor laranja deveria mudar para um amarelo brilhante, devido ao cromato:
- $$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + 2\text{OH}^- \rightarrow 2\text{CrO}_4^{2-} + \text{H}_2\text{O}$$
- (c) *Causa de confusão:* Os sais sólidos são fortemente coloridos que se torna fácil confundir com um composto preto como, por exemplo, um sulfeto. A cor violeta do $\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6^{3+}$ é inconfundível em solução. Os sais verdes de crômio (II) costumam conter íons tais como $\text{CrCl}_2(\text{H}_2\text{O})_4^{4+}$.

ÍON ESTANHO (II) E ESTANHO (IV)

- (a) *Indicações preliminares:* O hidróxido branco, $\text{Sn}(\text{OH})_2$, e o óxido SnO_2 são solúveis em NaOH mas não em NH_3 :
- $$\text{Sn}(\text{OH})_{2(\text{s})} + \text{OH}^- \rightarrow \text{Sn}(\text{OH})_3^-$$
- $$\text{SnO}_{2(\text{s})} + 2\text{H}_2\text{O} + \text{OH}^- \rightarrow \text{Sn}(\text{OH})_6^-$$

SnS marrom e SnS_2 amarelo, precipitados em soluções ácidas, solúveis em HCl e em KOH diluídos (o SnS menos do que o SnS_2).

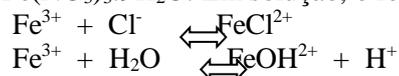
- (a) *Teste de identificação:* As indicações preliminares serão suficientes. O seguinte teste de chama, embora não seja muito sensível, pode ajudar na confirmação. Misture num cadinho ou num pequeno béquer, uma gota de solução-problema com 10 gotas de HCl 12 M. Adicione alguns grãos de zinco metálico. Introduza o fundo de um tubo de ensaio, cheio de água fria, na mistura e, em seguida, coloque-o no cone interno de uma chama a gás (zona redutora). Uma luminescência azul na parede externa do tubo indica presença de estanho.
- (b) *Causas de confusão:* O amarelo SnS_2 , ao contrário do CdS , é solúvel em KOH 0,5 M. Diferentemente do amarelo As_2S_3 , o SnS_3 , é solúvel em HCl 6 M mas não em NH_3 .
- * SnS

ÍON ESTRÔNCIO (II)

- (a) *Indicações preliminares:* Chama carmim. Sulfato branco, insolúvel em água, NH_4OAc ou NaOH .
- (b) *Teste de identificação:* Nenhum teste adicional seria necessário. Uma diferenciação microscópica entre sulfatos de estrôncio e de cálcio é dada na Seção 6.6.
- (c) *Causas de confusão:* Os íons chumbo, bário e cálcio também dão sulfatos brancos, insolúveis. O sulfato de chumbo é solúvel em NH_4OAc ou em NaOH . Os testes de chama ajudam a distinguir os outros dois cátions do Sr^{2+} . Tente com amostras conhecidas de sais de cálcio e de estrôncio e compare, então, com o resultado da amostra desconhecida.

ÍON FERRO (II) E FERRO (III)

- (a) *Indicações preliminares:* As soluções de Fe^{2+} e seus sais hidratados são, comumente, verdes. Os sais sólidos de ferro (III) variam de amarelo $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ao violeta $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$. Em solução, o ferro (III) forma complexos amarelos ou marrons:

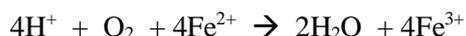


O castanho-avermelhado $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ou o óxido hidratado, insolúvel em NaOH ou em NH_3 . O hidróxido de ferro (II) varia de branco a preto, dependendo do grau de contaminação com ferro (II). Ambos os íons dão FeS no tratamento com tiocetamida.

- (b) *Teste de Identificação:* (1) Teste para Fe^{2+} . Dissolva um pequeno cristal de $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ em cerca de 20 gotas de água. Adicione uma gota desta solução problema. Uma cor azul ou precipitado de $\text{KFe}[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ indica a presença de ferro (II). Se a cor é verde, pode ser que o reagente esteja demasiadamente concentrado. Dilua-o e repita o teste.

(2) Teste para Fe^{3+} . Dissolva alguns cristais de NH_4SCN num pouco d'água e acrescente algumas gotas deste reagente à solução-problema. Uma cor vermelho densa, não um precipitado, devido ao FeSCN^{2+} , indica a presença de ferro (III).

(c) *Causas de confusão:* No teste para ferro (II), outros íons darão precipitados coloridos com ferrocianeto, mas só o Fe^{2+} forma cor azul. No teste para o Fe^{3+} , bastam quantidades-traço de ferro (III), uma impureza comum em reagentes, para formar coloração rósea discernível. Além disso, todas as soluções envelhecidas de sais de ferro (II) dão um teste para ferro (III) porque este é lentamente oxidado pelo oxigênio do ar:



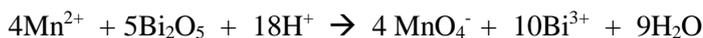
Não registre traços. Havendo dúvida se a cor é suficientemente forte, faça o teste com algumas gotas de uma solução preparada com uma gota de solução-padrão de Fe^{3+} dilua em 5 ml de água (agite bem).

ÍON MAGNÉSIO

- (a) *Indicações preliminares:* $\text{Mg}(\text{OH})_2$, branco, gelatinoso, insolúvel em excesso de base.
- (b) *Teste de identificação:* A uma gota de solução-problema, adicione uma gota de solução NH_4Cl , e em seguida, NH_3 6 M, até ela se tornar alcalina. Não deveria se formar precipitado, uma vez que a concentração de íon hidróxido é mantida baixa pela presença de sal de amônio (Seção 2.7). Em seguida, acrescente algumas gotas de solução de Na_2HPO_4 . Agite e friccione as paredes internas do tubo. O precipitado branco cristalino $\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, muitas vezes, forma-se lentamente. Se for necessária uma confirmação adicional, veja o Esquema 7, Cap.11.
- (c) *Causas de confusão:* O hidróxido de magnésio pode ser confundido com os hidróxidos brancos gelatinosos de chumbo, cádmio, estanho, alumínio e zinco. Contrariamente a estes, ele não se dissolve em NaOH ou em NH_3 e a sua precipitação fica inibida pelo cloreto de amônio.

ÍON MANGANÊS (II)

- (a) *Indicações Preliminares:* Sais hidratados róseo-pálido. Soluções aquosas diluídas praticamente incolores. Compostos anidros brancos. $\text{Mn}(\text{OH})_2$, branco, insolúvel em NaOH e NH_3 , escurece com o tempo [Seção 6.4(a)]. MnS branco-rosado a laranja-claro precipita só em soluções básicas.
- (b) *Teste de identificação:* Teste uma gota de solução da amostra com relação a cloreto, pela acidificação com HNO_3 e adicionando solução de nitrato de prata. Se não tiver presente cloreto, acrescente uma gota de HNO_3 16 M e bismuto de sódio (uma quarta parte de espátula). Centrifugue para assentar o excesso de bismuto e deixar à mostra a cor púrpura do MnO_4^- :

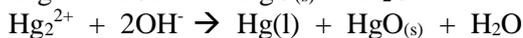


Se um precipitado branco tiver sido obtido no teste de cloreto, coloque solução de AgNO_3 até não se formar mais AgCl . Retire o precipitado; acidifique a solução com ácido nítrico e adicione o bismutato.

- (c) *Causas de confusão:* Se a cor púrpura do permanganato não se formar ou desaparecer tão rapidamente quanto aparece, o cloreto provavelmente está presente

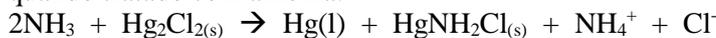
ÍONS MERCÚRIO (I) E MERCÚRIO (II)

- (a) *Indicações preliminares:* O cloreto de mercúrio (I) é insolúvel em água; o cloreto de mercúrio (II) é razoavelmente solúvel. O óxido amarelo ou laranja, HgO , é insolúvel em água e em álcalis.

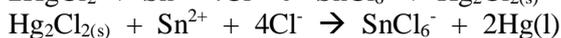
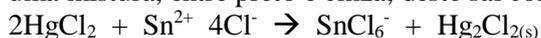


O sulfeto HgS ocorre nas formas branca e preta.

- (b) *Teste de identificação:* O cloreto de mercúrio (I) precipita quando HCl é adicionado a uma solução de um sal de mercúrio (I). É insolúvel em água quente e torna-se preto quando tratado com amônia.



O cloreto de mercúrio (II) é reduzido por cloreto de estanho (II) ao branco Hg_2Cl_2 ou a uma mistura, entre preto e cinza, deste sal com o mercúrio:

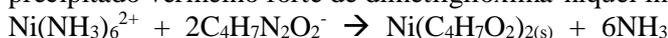


- (c) *Causas de confusão:* Dos outros dois cloretos brancos insolúveis, comuns, o PbCl_2 dissolve-se em água quente e o AgCl dissolve-se em amônia. A redução de Hg(II) a estanho(II) fica inibida se a concentração de cloreto for elevada demais.

ÍON NÍQUEL (II)

- (a) *Indicações preliminares:* Sais hidratados e soluções, ambos verdes. Sais anidros, normalmente amarelos, excetuando-se NiBr_2 , que é marrom-escuro, e o NiI_2 e o NiS , que são pretos. Hidróxido verde-claro, insolúvel em NaOH , solúvel em NH_3 , formando o íon-complexo $\text{Ni}(\text{NH}_3)_6^{2+}$. O seu sulfeto é precipitado em soluções básicas ou muito fracamente ácidas.

- (b) *Teste de identificação:* A uma gota de solução-problema, adicione algumas gotas de água e NH_3 15 M. A solução deveria ficar alcalina e azul, sem precipitado em suspensão. Coloque algumas gotas de solução de dimetilglioxima (Seção 9.5). Um precipitado vermelho forte de dimetilglioxima-níquel indica a presença de níquel:

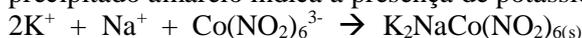


- (c) *Causas de confusão:* Outros íons metálicos podem formar hidróxidos insolúveis ou íons complexos estáveis com amônia, mas só o Ni(II) dá o complexo escarlate característico

ÍON POTÁSSIO

- (a) *Indicações Preliminares:* Teste de chama violeta a olho nu, ou vermelha quando vista através de vidro azul de cobalto. Nenhum precipitado com NH_3 , NaOH , HCl , H_2SO_4 ou tioacetamida.

- (b) *Teste de identificação:* A uma gota de solução-problema neutra ou fracamente ácida, adicione uma gota de HOAc 6 M e algumas gotas de solução $\text{Na}_3\text{Co}(\text{NO}_2)_6$. Um precipitado amarelo indica a presença de potássio:



Para um teste com microscópio, veja a Seção 6.6.

- (c) *Causa de confusão:* A cor da chama não é duradoura e é facilmente obscurecida pelo amarelo intenso do sódio até mesmo quando presente em quantidades-traço. O vidro de cobalto bloqueia o amarelo. O reagente cobaltonitrito é instável, podendo apresentar-se

numa coloração vermelho-âmbar intensa. Despreze qualquer coloração amarelo-pálido ou rósea. O reagente é, também, decomposto por ácidos ou bases fortes. Os sais de amônio dão precipitados amarelos com cobalto nitrito. Prove que o íon amônio está ausente antes de fazer o teste com potássio. O composto de amônio, $(\text{NH}_4)_2\text{NaCo}(\text{NO}_2)_6$, é decomposto quando o tubo que o contém é aquecido em água fervente: é visível a liberação de gás e a cor da solução esmaece para amarelo ou róseo.

ÍON PRATA (I)

- (a) *Indicações preliminares:* Cloreto branco, insolúvel em água, solúvel em amônia, na forma de $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2$. O óxido marrom, precipitado por NaOH.
$$2\text{Ag}^+ + 2\text{OH}^- \rightarrow \text{Ag}_2\text{O}_{(s)} + \text{H}_2\text{O}$$
É insolúvel em excesso de base, solúvel em NH_3 . Sulfeto de prata, Ag_2S , precipitado em solução ácida.
- (b) *Teste de identificação:* Faça o cloreto e verifique se ele é solúvel em NH_3 6 M. Quando a solução do complexo é acidificada com HNO_3 , o AgCl deveria reprecipitar:
$$\text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+ + \text{Cl}^- + 2\text{H}^+ \rightarrow \text{AgCl}_{(s)} + 2\text{NH}_4^+$$
- (c) *Causas de confusão:* O cloreto de chumbo (II) é solúvel em água quente e o cloreto de mercúrio (I) é enegrecido pela amônia, mas não dissolvido. O insucesso em se obter novamente o AgCl , quando a solução do complexo é acidificada, é muitas vezes decorrência da utilização de uma quantidade insuficiente de ácido. Teste com tornassol (T-12)

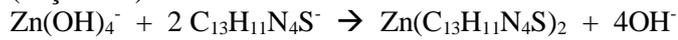
ÍON SÓDIO (i)

- (a) *Indicações preliminares:* Chama de um amarelo persistente e forte. Nenhum precipitado com NH_3 , NaOH, H_2SO_4 , HCl ou tioacetamida.
- (b) *Teste de identificação:* A uma gota da solução-problema, que não deve estar muito ácida, adicione seis gotas do reagente acetato de magnésio e uranila. Friccione as paredes internas do tubo com o bastão. Deixe o tubo em repouso durante cinco minutos, mexendo ocasionalmente para destruir a supersaturação. A formação de um precipitado amarelo-esverdeado pálido, $\text{NaMg}(\text{UO}_2)_3(\text{OAc})_9 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, indica a presença de sódio. Um teste com microscópio é dado na Seção 6.6.
- (c) *Causas de confusão:* O teste de chama é extremamente sensível: quantidades-traço de sódio darão à chama uma coloração amarela intensa, embora momentânea. A chama do teste deveria ser mais duradoura. Para comparação, dilua uma gota de solução-padrão de Na^+ com 1 ml de HCl 6 M e 4 ml de água num pequeno béquer ou frasco e faça o teste com esta amostra. O precipitado acetato de sódio, magnésio e uranila são ligeiramente solúveis. Se não consegue obtê-lo, a despeito do teste positivo da chama, tente evaporar a solução da amostra até o volume ficar reduzido à metade ou a sua quarta parte. Elevadas concentrações do íon K^+ produzem um precipitado amarelo com o reagente, que é mais pálido que o precipitado de sódio. Isso requer 50 mg de K^+ por ml, teor que está muito distante do da solução que você preparou. Outros íons: Ag^+ , Hg^{2+} , Sr^{2+} , $\text{Sb}(\text{III})$, $\text{Sn}(\text{IV})$ e Bi^{3+} reagem também com o reagente acetato de magnésio e uranila.

ÍON ZINCO (II)

- (a) *Indicações preliminares:* O branco $\text{Zn}(\text{OH})_2$, solúvel tanto em NH_3 quanto em NaOH:
$$\text{Zn}(\text{OH})_{2(s)} + 2\text{OH}^- \rightarrow \text{Zn}(\text{OH})_4^{2-}$$
$$\text{Zn}(\text{OH})_{2(s)} + 4\text{NH}_3 \rightarrow \text{Zn}(\text{NH}_3)_4^{2+} + 2\text{OH}^-$$
O branco ZnS , precipitado em soluções básicas ou fracamente ácidas.
- (b) *Teste de identificação:* A uma gota de solução-problema, adiciona NaOH 6 M até a solução tornar-se básica (T-12); acrescente, então, uma ou duas gotas em excesso. Encoste a ponta da pipeta nesta mistura, sem comprimir o bulbo. Parte da solução subirá

através da ponta por efeito de capilaridade. Retire a pipeta e encoste sua ponta no centro de um papel de ditizona. Uma mancha vermelho-púrpura indica a presença de zinco (Seção 9.5):



(c) Não tem “causas de confusão”

Fonte: VOGUEL, A. I., 1905. **Química Analítica Quantitativa**. 5° ed. Revisado por G. Swehla. São Paulo: Mestre Jou, 1981.

ANEXO V: REGRAS DE ROTULAGEM

Normas da rotulagem da ABNT NBR 7500, Identificação para o transporte terrestre, manuseio, movimentação e armazenamento de produtos e as outras partes da ABNT NBR 14725:

ABNT NBR 14725-1, Produtos químicos – Informações sobre segurança, saúde e meio ambiente – Parte 1: Terminologia

ABNT NBR 14725-2, Produtos químicos – Informações sobre segurança, saúde e meio ambiente – Parte 2: Sistema de classificação de perigo

ABNT NBR 14725-4, Produtos químicos – Informações sobre segurança, saúde e meio ambiente – Parte 4: Ficha de informações de segurança de produtos químicos.

Sobre a rotulagem, a ABNT NBR 14725-1, Produtos químicos – Informações sobre segurança, saúde e meio ambiente – Parte 3: Rotulagem, diz:

“5) Informações de segurança para a rotulagem de produto químico perigoso

5.1) Rotulagem de produto químico classificado como perigoso de acordo com a ABNT NBR 14725-2

A rotulagem de produto químico classificado como perigoso deve conter as seguintes informações que contém obrigatoriamente na FISPQ (Ficha de informações de segurança de produtos químicos) de um

- a) identificação do produto e telefone de emergência do fornecedor;
- b) composição química;
- c) pictograma(s) de perigo;
- d) palavra de advertência;
- e) frase(s) de perigo;
- f) frase(s) de precaução;
- g) outras informações.

Os tópicos acima podem ser usados como títulos no rótulo, porém isso não é obrigatório.”

Tabela: Correlação entre as informações da FISPQ e da rotulagem de produto químico

Elementos do rótulo	Correlação com as seções da FISPQ
Identificação do produto e telefone de emergência do fornecedor	Seção 1 – Identificação do produto e da empresa
Composição química	Seção 3 – Composição e informação sobre os ingredientes
Pictograma de perigo (GHS)	Seção 2 – Identificação dos perigos Seção 14 – Informações sobre transporte
Palavra de advertência	Seção 2 – Identificação dos perigos
Frase de perigo	Seção 2 – Identificação dos perigos
Frases de precaução	Seção 2 – Identificação dos perigos
Outras informações	Quaisquer outras informações disponíveis na FISPQ não citadas anteriormente

