



EDUCAÇÃO A DISTÂNCIA

ANÁLISE QUALITATIVA

ANÁLISE QUALITATIVA



UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

Reitor: Ronaldo Tadêu Pena

Vice-Reitora: Heloisa Maria Murgel Starling

Pró-Reitoria de Graduação

Pró-Reitor: Mauro Braga

Pró-Reitora Adjunta: Carmela Maria Pólito Braga

Coordenadora do Centro de Apoio à Educação a Distância:

Maria do Carmo Vila

EDITORA UFMG

Diretor: Wander Melo Miranda

Vice-Diretora: Silvana Cóser

Conselho Editorial

Wander Melo Miranda (presidente)

Carlos Antônio Leite Brandão

José Francisco Soares

Juarez Rocha Guimarães

Maria das Graças Santa Bárbara

Maria Helena Damasceno e Silva Megale

Paulo Sérgio Lacerda Beirão

Silvana Cóser

IONE MARIA FERREIRA DE OLIVEIRA
CLÉSIA CRISTINA NASCENTE
ISABEL CRISTINA PEREIRA FORTES
MARIA JOSÉ DE SOUSA FERREIRA DA SILVA
SIMONE DE FÁTIMA BARBOSA TÓFANI

ANÁLISE QUALITATIVA

Belo Horizonte
Editora UFMG
2006

© 2006, OS AUTORES

© 2006, Editora UFMG

Este livro ou parte dele não pode ser reproduzido por qualquer meio sem autorização escrita do Editor.

A532

Análise qualitativa / Ione Maria de Oliveira et al.
- Belo Horizonte : Editora UFMG, 2006.

128 p. – il(Educação a Distância)

Inclui referências.

ISBN: 85-7041-544-3

ISBN: 854-7041-542-7 (Série)

1. Química analítica qualitativa. I. Nascentes, Clésia Cristina.
II. Série

CDD: 544

CDU: 543

Ficha catalográfica elaborada pela CCQC - Central de Controle de Qualidade da Catalogação da Biblioteca
Universitária da UFMG

Este livro recebeu o apoio financeiro da Secretaria de Educação a Distância do MEC.

Coordenação de Produção de Textos de Química: Amary César Ferreira

EDITORAÇÃO DE TEXTOS: Ana Maria de Moraes

REVISÃO E NORMALIZAÇÃO: Maria do Rosário Alves Pereira

REVISÃO DE PROVAS: Eduardo Martins, Maria do Rosário Alves Pereira, Priscilla I. Felipe

PRODUÇÃO GRÁFICA: Warren M. Santos

PROJETO GRÁFICO e CAPA: Eduardo Ferreira

FORMATAÇÃO: Warren M. Santos

EDITORA UFMG

Av. Antônio Carlos, 6.627 - Ala direita da Biblioteca Central - Térreo

Campus Pampulha - 31270-901 - Belo Horizonte - MG

Tel.: (31) 3499-4650 - Fax: (31) 3499-4768

www.editora.ufmg.br - editora@ufmg.br

PRÓ-REITORIA DE GRADUAÇÃO

Av. Antônio Carlos, 6.627 - Reitoria - 6º andar

Campus Pampulha - 31270-901 - Belo Horizonte - MG

Tel.: (31) 3499-4654 - Fax: (31) 3499-4060

www.ufmg.br - info@prograd.ufmg.br - educacaoadistancia@ufmg.br

O Curso de Licenciatura em Química da UFMG, modalidade a distância, foi concebido tendo em vista dois princípios fundamentais. O primeiro deles se refere à democratização do acesso à educação superior; o segundo consiste na formação de professores de alto nível, comprometidos com a qualidade da educação no país.

A coletânea da qual este volume faz parte visa dar suporte aos estudantes do Curso. Cada volume está relacionado com um tema, eleito como estruturante na matriz curricular. Ele apresenta os conhecimentos mínimos que são considerados essenciais no estudo do tema. Isto não significa que o estudante deva se limitar somente ao estudo do volume. Ao contrário, ele é o ponto de partida na busca de um conhecimento mais amplo e aprofundado sobre o assunto. Nessa direção, cada volume apresenta uma bibliografia, com indicação de obras impressas e obras virtuais, que deverá ser consultada à medida que se fizer necessário.

Cada volume da coletânea está dividido em aulas, que consistem em unidades de estudo do tema tratado. Os objetivos, apresentados em cada início de aula, indicam as competências e habilidades que o estudante deve adquirir ao término de seu estudo. As aulas podem se constituir em apresenta, reflexões e indagações teóricas, em experimentos ou em orientações para atividades a serem realizadas pelos estudantes.

Para cada aula ou conjunto de aula, foi elaborada uma auto-avaliação, com o objetivo de levar o estudante a avaliar o seu progresso e a desenvolver estratégias de metacognição ao se conscientizar dos diversos aspectos envolvidos em seus processos cognitivos. A auto-avaliação auxiliará o estudante a tornar-se mais autônomo, responsável, crítico, capaz de desenvolver sua independência intelectual. Caso ela mostre que as competências e habilidades indicadas nos objetivos não foram alcançadas, ele deverá estudar com mais afinco e atenção o tema proposto, reorientar seus estudos ou buscar ajuda dos tutores, professores especialistas e colegas.

Agradecemos a todas as instituições que colaboraram na produção desta coletânea. Em particular, agradecemos às pessoas (autores, coordenador da produção gráfica, coordenadores de redação, desenhistas, diagramadores, revisores) que dedicaram seu tempo e esforço na preparação desta obra que, temos certeza, em muito contribuirá para a educação brasileira.

Maria do Carmo Vila
Coordenadora do Centro de Apoio à Educação a Distância

UFMG

	INTRODUÇÃO À ANÁLISE QUALITATIVA	13
	1. Introdução	13
	1.1 Princípios da Análise Qualitativa Inorgânica.	15
	1.2 Reagentes na Análise Qualitativa	16
	1.3 Procedimentos para efetuar reações analíticas	17
	1.4 Condições para realização das reações: especificidade, sensibilidade e seletividade.	19
	1.5 Escala de análise	21
	2. Classificação analítica de cátions e ânions	22
	3. Cuidados na execução da aula prática	24
Aula 1	IDENTIFICAÇÃO E SEPARAÇÃO DOS CÁTIOS DO GRUPO I	27
	Objetivos	27
	1. Introdução	27
	2. Aspectos gerais do Grupo I.	28
	2.1 Reagente de grupo	28
	2.2 Reação de grupo	29
	2.3 Características do grupo.	29
	3. Procedimento para os testes de identificação dos cátions do Grupo I.	30
	3.1 Chumbo (Pb^{2+})	30
	3.2 Prata (Ag^+)	31
	3.3 Mercúrio (Hg_2^{2+})	32
	4. Procedimento para separação e identificação dos cátions do Grupo I.	35
	Objetivos	35
	4.1 Esquema de separação do Grupo I	36
	4.2 Observações relativas ao esquema de separação	37
	4.3 Resumo explicativo da separação e identificação dos cátions do Grupo I.	37
Aula 2	IDENTIFICAÇÃO E SEPARAÇÃO DOS CÁTIOS DO GRUPO II	41
	Objetivos	41
	1. Introdução	41
	2. Aspectos gerais do Grupo II	43

	2.1 Reagente de grupo	43
	2.2 Reação de grupo	44
	2.3 Características do grupo	45
	3. Procedimento para os testes de identificação dos cátions do Grupo IIA.	46
	3.1 Mercúrio (Hg^{2+})	46
	3.2 Cobre (Cu^{2+})	48
	3.3 Cádmio (Cd^{2+})	49
	3.4 Bismuto (Bi^{3+})	51
	4. Procedimento para os testes de identificação dos cátions do Grupo IIB.	53
	4.1 Arsênio(III) (As^{3+})	53
	4.2 Arsênio(V) (As^{5+})	55
	4.3 Antimônio(III) (Sb^{3+})	56
	4.4 Antimônio(V) (Sb^{5+})	58
	4.5 Estanho(II) (Sn^{2+})	59
	5. Procedimento para separação e identificação dos cátions do Grupo II.	62
	Objetivos	62
	5.1 Esquema de separação do Grupo II	62
	5.2 Observações relativas ao esquema de separação	64
Aula 3	IDENTIFICAÇÃO E SEPARAÇÃO DOS CÁTIONS DO GRUPO III	67
	Objetivos	67
	1. Introdução	67
	2. Aspectos gerais do Grupo III.	69
	2.1 Reagente de grupo	69
	2.2 Reação de grupo	69
	2.3 Características do grupo	69
	3. Procedimento para os testes de identificação dos cátions do Grupo IIIA	71
	3.1 Ferro (Fe^{3+})	71
	3.2 Alumínio (Al^{3+})	73
	3.3 Crômio (Cr^{3+})	74
	4. Procedimento para os testes de identificação dos cátions do Grupo IIIB	76
	4.1 Cobalto (Co^{2+})	76

	4.2 Níquel (Ni^{2+})	78
	4.3 Manganês (Mn^{2+})	79
	4.4 Zinco (Zn^{2+})	80
	5 Procedimento para separação e identificação dos cátions do grupo III	82
	Objetivos	82
	5.1 Esquema de separação do Grupo III	83
	5.2 Observações relativas ao esquema de separação	84
Aula 4	IDENTIFICAÇÃO E SEPARAÇÃO DOS CÁTIOS DO GRUPO IV	87
	Objetivos	87
	1. Introdução	87
	2. Aspectos gerais do grupo IV	88
	2.1 Reagente de grupo:	88
	2.2 Reação de grupo	88
	2.3 Características do grupo	88
	3 Procedimento para os testes de identificação dos cátions do Grupo IV	89
	3.1 Bário (Ba^{2+})	89
	3.2 Cálcio (Ca^{2+})	91
	3.3 Estrôncio (Sr^{2+})	92
	4. Procedimento Para Separação e Identificação dos Cátions do Grupo IV	95
	Objetivos	95
	4.1 Esquema de separação do Grupo IV	96
	4.2 Observações relativas ao esquema de separação	97
Aula 5	IDENTIFICAÇÃO E SEPARAÇÃO DOS CÁTIOS DO GRUPO V	99
	Objetivos	99
	1. Introdução	99
	2. Aspectos gerais do Grupo V	100
	2.1 Reagente de grupo:	100
	2.2 Reação de grupo	100
	2.3 Características do grupo	100
	3. Procedimento para os testes de identificação dos cátions do Grupo V	100

	3.1 Magnésio (Mg^{2+})	101
	3.2 Sódio (Na^{+})	102
	3.3 Potássio (K^{+})	102
	3.4 Amônio (NH_4^{+})	102
	4. Procedimento para separação e identificação dos cátions do Grupo V	104
	Objetivos	104
	4.1 Esquema de separação do Grupo V	104
Aula 6	ANÁLISE GLOBAL OU ANÁLISE SISTEMÁTICA - SEPARAÇÃO DOS CÁTIONS EM GRUPOS.	107
	Objetivos	107
	1. Introdução	107
	2. Esquema geral de separação e identificação dos cátions dos Grupos I ao V	108
	3. Observações relativas ao esquema de separação	113
Aula 7	IDENTIFICAÇÃO DE ÂNIONS.	115
	Objetivos	115
	1. Introdução	115
	2. Procedimento para os testes de identificação dos ânions	118
	2.1 Carbonato (CO_3^{2-})	118
	2.2 nitrato (NO_3^{-})	119
	2.3 fosfato (PO_4^{3-})	120
	2.4 cloreto (Cl^{-})	121
	2.5 brometo (Br^{-})	122
	2.6 sulfato (SO_4^{2-})	123
	3. Procedimento para a identificação dos ânions em uma análise sistemática	124
	REFERÊNCIAS	129

Caro aluno,

Estamos iniciando uma outra etapa do curso e, agora, vamos orientá-lo na disciplina Análise Qualitativa.

Nessa disciplina as 30 (trinta) horas estão voltadas para aulas de laboratório ou aulas práticas.

Você será acompanhado pelo seu tutor local. Busque sempre orientação para superar suas dificuldades. Lembre-se de que você não está só e de que o Curso de Licenciatura em Química – modalidade a distância procura criar as condições necessárias para o seu sucesso.

Nesta disciplina vamos centrar todas as atividades em reações envolvendo ácidos e bases, reações com formação de precipitados e complexos e reações de oxirredução. Estas reações acontecerão até que o equilíbrio seja alcançado. Para um bom aproveitamento do curso é necessário saber escrever as equações que descrevem estas reações, assim como entender como e por que o equilíbrio foi perturbado.

Este fascículo é composto dos seguintes tópicos:

- Introdução à Análise Qualitativa
- Classificação analítica de cátions e ânions
- Parte prática:
 1. Identificação de cátions
 2. Identificação de ânions
 3. Separação de cátions

Esperamos que, ao final desta disciplina, você seja capaz de:

- Escrever as equações de reações químicas;
- Identificar as características físicas dos produtos formados nas reações;
- Entender os equilíbrios envolvidos em cada reação;
- Identificar os fatores que afetam os equilíbrios químicos.

Bom Trabalho! Sucesso!

As autoras

INTRODUÇÃO À ANÁLISE QUALITATIVA

Objetivo:

Conhecer os princípios básicos da análise qualitativa e a classificação analítica de cátions e ânions.

LEMBRETE:

- Leia com atenção o texto “Introdução à Análise Qualitativa” antes de começar a sua primeira aula de laboratório.
- Em caso de dúvida, consulte o tutor responsável pela disciplina.
- Complemente a sua leitura, consultando outras bibliografias.

1- INTRODUÇÃO

A Química Analítica é a ciência que estuda o conjunto de princípios, leis e técnicas cuja finalidade é a determinação da composição química de uma amostra natural ou artificial. O conjunto de técnicas de operação para atingir este objetivo constitui a Análise Química.

Assim, enquanto a Análise Química é técnica, a Química Analítica é ciência criadora e elaboradora dessa técnica, para a qual estabelece leis e princípios que justificam o porquê e o como dos processos e permitem discernir se as etapas do processo são corretas e adequadas ao problema que se apresenta e, ainda, propor novos métodos de análise e elaborar processos analíticos convenientes à contínua evolução e variedade de amostras objeto de análise.

Os objetivos práticos da Química Analítica consistem na determinação da composição química das substâncias ou de suas misturas. Primeiro, determina-se a composição qualitativa da substância, isto é, quais são os elementos, grupos de elementos ou íons que a constituem, para depois determinar a sua composição quantitativa, ou seja, qual é a relação quantitativa dos componentes identificados em uma dada substância.

A identificação ou o “reconhecimento” dos diversos elementos e íons que entram na composição das substâncias é o objetivo da Química Analítica Qualitativa.

A tarefa da Química Analítica Quantitativa consiste na determinação do conteúdo quantitativo de cada uma das partes componentes da substância estudada.

A Análise Qualitativa comumente precede a Análise Quantitativa. Também se recorre à análise qualitativa quando se quer determinar quantitativamente um componente cuja presença na substância analisada é conhecida ou quando se quer determinar componentes que possam interferir na análise quantitativa. Isto se explica pelo fato de que somente conhecendo quais os elementos ou íons presentes na amostra é que se pode escolher o método mais adequado para a determinação quantitativa do elemento de interesse. Por outro lado, uma reação qualitativa pode dar uma idéia da quantidade de tal componente: se é predominante ou não na amostra, ou se está presente apenas em nível de traços.

A Análise Qualitativa surgiu há cerca de 2000 anos. Caius Plinius Secundus (23-79 d.C.) fez o primeiro registro de um teste químico de análise qualitativa, visando detectar a contaminação de sulfato de ferro (II) em acetato de cobre (II). Este teste consistia em tratar uma tira de papiro embebida em extrato de noz de galha (ácido tânico) com a solução sob exame. Se a tira adquirisse a cor preta, indicava presença do sulfato de ferro (II).

Na segunda metade do século XVII, Robert Boyle (1627-1691) muito contribuiu para o desenvolvimento da análise química estudando o uso de reações químicas para identificar várias substâncias e introduzindo novos reagentes analíticos. Até essa época os métodos de análise por via úmida eram principalmente qualitativos e baseados nas propriedades químicas dos elementos.

Outros pesquisadores, como Otto Tachenius (início do século XVII) e Sigismund Andreas Marggraf (1709-1782), também contribuíram para que grande parte das reações químicas conhecidas e usadas em análise qualitativa inorgânica já tivesse sido descoberta até o fim do século XVIII. Entretanto, somente no século XIX, a análise sistemática dos elementos foi introduzida através dos trabalhos de Heinrich Rose e de Carl Remigius Fresenius. A análise qualitativa apresentou avanços significativos no final do século XIX e no início do século XX, respectivamente, com os trabalhos de Theodor Heinrich Behrens sobre técnicas microscópicas de análise e de Fritz Feigl e colaboradores, sobre os testes de toque (*spot tests*). Até cerca da metade do século XX a análise qualitativa compreendia, principalmente, estudos e aplicações de novos reagentes (geralmente orgânicos), novos testes para detecção de cátions e ânions usando técnicas microanalíticas, e vários estudos sobre métodos de separação de íons em uma análise sistemática.

Atualmente, a Química Analítica e, em particular a Análise Qualitativa, tem grande importância tanto teórica como prática, apresentando um conjunto de métodos de investigação das substâncias e de suas transformações. É também de grande valor para os campos afins da química como a mineralogia, a geologia, a fisiologia, a microbiologia, assim como os ramos da medicina e da

agronomia. Em qualquer pesquisa científica, ligada de uma ou outra maneira a fenômenos químicos, necessariamente se empregam os métodos da Química Analítica.

A Química Analítica Qualitativa, portanto, estuda os meios para identificar os componentes químicos de uma amostra.

O tipo de Análise Qualitativa empregada depende das características do material a ser analisado. Por exemplo, a Análise Qualitativa Orgânica é usada para “descobrir” quais compostos orgânicos estão presentes em uma amostra. Por outro lado, como a maioria dos compostos inorgânicos são iônicos, a Análise Qualitativa Inorgânica é usada para identificar os íons presentes em uma amostra.

1.1- Princípios da Análise Qualitativa Inorgânica

O conhecimento da Análise Qualitativa Inorgânica é de grande importância para o químico pois:

- a) fornece uma oportunidade para rever e aplicar conceitos previamente estudados. Em Análise Qualitativa Inorgânica, reações ácido-base, de precipitação, de oxirredução e de formação de complexos são usadas para **separar e identificar** íons;
- b) ajuda a compreender como resolver um problema analítico através de técnicas de **separação, detecção e confirmação**;
- c) permite adquirir prática em trabalhos cuidadosos de laboratório e em observação acurada.

A Análise Qualitativa inclui, de modo geral, um grande número de diferentes procedimentos dentre os métodos modernos, tais como espectrográficos, cromatográficos e nucleares. No entanto, o método mais comumente usado envolve a dissolução da amostra e a análise da solução através de reações químicas. Assim, em muitos casos, o primeiro passo na análise é colocar a amostra em solução aquosa. Isso pode ser tão simples como adicionar água ou pode requerer um tratamento mais complexo de amostras sólidas, tal como reação com ácidos. A partir daí, a análise se processa por separações, detecções e confirmações.

Quando vários íons diferentes estão presentes em uma mesma solução aquosa, qualquer teste feito para identificar um deles, provavelmente, sofrerá interferência dos outros.

Exemplos:

- ⇒ O íon Ag^+ forma um precipitado branco quando tratado com Cl^- , mas Pb^{2+} e Hg_2^{2+} também formam precipitados brancos.
- ⇒ O íon Co^{2+} reage com os íons SCN^- produzindo uma coloração azul na solução, em presença de acetona, mas o íon Fe^{3+} também

reage com o SCN^- produzindo uma coloração vermelha na solução. Portanto, o $\text{Fe}(\text{SCN})_6^{3-}$ mascara a cor do $\text{Co}(\text{SCN})_4^{2-}$ e o íon Fe^{3+} é um interferente na identificação do íon Co^{2+} .

As **separações** são usadas para isolar o íon de interesse de outros íons que possam interferir nos testes de identificação. Em Análise Qualitativa Inorgânica as **separações** são feitas por precipitação de um ou vários cátions, enquanto outros permanecem em solução.

A **detecção** é uma identificação preliminar, mas não conclusiva, de um íon. Isso pode ocorrer tão logo a amostra é recebida, baseado nas observações visuais, como a cor, ou na história da amostra.

Exemplo:

⇒ Pode-se esperar que uma amostra da vizinhança de uma mina de cobre contenha o íon Cu^{2+} . Essa expectativa pode ser aumentada se a solução da amostra apresentar a cor azul característica dos íons Cu^{2+} hidratados. Por outro lado, não pode ser descartada a possibilidade da presença destes íons pela simples ausência da cor azul, uma vez que pode haver interferências de outros íons.

A observação repetida do comportamento característico de um dado íon com vários reagentes diferentes torna a sua **identificação** próxima da certeza. A **identificação** dos íons é feita através de reações químicas que levam à produção de precipitados, reações coloridas ou liberação de gás.

Ainda assim, o **teste confirmatório ou confirmação** é necessário. Este teste é, normalmente, feito em uma solução contendo somente um tipo de cátion (ou ânion). O comportamento característico com dados reagentes prova a presença do íon em questão.

1.2- Reagentes na Análise Qualitativa

Os reagentes usados para a Análise Qualitativa Inorgânica que permitem a identificação ou a confirmação de um íon são chamados de **reagentes de identificação**. Os reagentes usados para separações prévias, fenômenos de mascaramento, ajuste de pH, etc. são chamados de **reagentes auxiliares**.

Os **reagentes de identificação** podem classificar-se em **gerais** e **especiais**. Os **reagentes gerais** são comuns a um grande número de substâncias e, geralmente, se empregam para separação de grupos de substâncias ou íons. Por exemplo, carbonato de sódio, hidróxidos alcalinos, ácido sulfúrico, entre outros. Os **reagentes especiais** atuam sobre muito poucos íons e se utilizam para as reações de identificação ou confirmação. Estes reagentes podem ser **seletivos** ou **específicos** conforme atuem sobre um grupo pequeno de substâncias ou sobre apenas uma.

Exemplo:

- ⇒ A dimetilglioxima (DMG) produz, em meio amoniacal, um precipitado vermelho com os íons Ni^{2+} , um precipitado amarelo com os íons Bi^{3+} , uma coloração vermelha com os íons Fe^{2+} e uma cor marrom com os íons Co^{2+} . Portanto, a DMG é um **reagente seletivo** a essas substâncias.
- ⇒ A ortofenantrolina origina, em meio neutro, uma cor vermelha com os íons Fe^{2+} e nenhum outro íon produz reação semelhante, nem perturba a observação do ensaio. Portanto, se trata de um **reagente específico**.

Os **reagentes específicos** são muito escassos, porém um reagente com uma seletividade definida pode tornar-se específico variando, convenientemente, as condições do ensaio.

Essa classificação dos reagentes tem certa flexibilidade. Assim, segundo as condições do ensaio, uma reação seletiva pode tornar-se específica, e outra geral pode ser seletiva e até específica.

Exemplo:

- ⇒ O NH_4OH é um reagente geral porque precipita numerosos hidróxidos e sais básicos; porém, é seletivo aos íons Cu^{2+} e Ni^{2+} , com os quais forma complexos de cor azul intensa e pode constituir uma reação específica para o Cu^{2+} na ausência do Ni^{2+} .

1.3- Procedimentos para efetuar reações analíticas

Para que uma reação química seja usada na Análise Qualitativa é necessário que a reação possa ser observada com clareza e que corresponda ao elemento ou grupo químico que se pesquisa de uma maneira inequívoca.

Atualmente, o químico dispõe de meios e recursos suficientes para alterar as condições e possibilidades das reações, chegando a utilizar muitas reações que antes foram consideradas totalmente inaplicáveis à análise química. Prova disso são as conseqüências que se derivam de conhecimentos tais como sensibilidade e seletividade das reações, mascaramento, indução e catálise, troca de solventes, variação do pH, entre outros.

As reações analíticas se classificam em **reações por via seca e reações por via úmida**. Nas reações por via seca tanto as amostras como os reagentes se encontram no estado sólido e, geralmente, a reação se realiza a altas temperaturas.

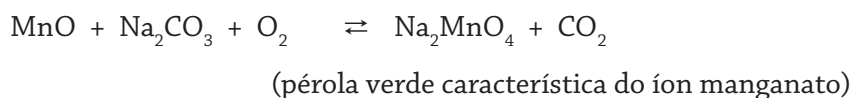
Tipos de reação por via seca:

- 1) Teste de chama: sais de alguns metais são expostos à ação de uma chama, introduzidos na mesma através de um fio de Pt ou Ni-Cr. De acordo com a coloração característica da chama pode-se, em condições convenientes, detectar a presença de determinados elementos na substância analisada.

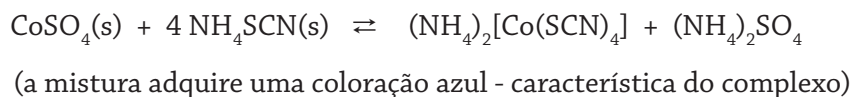
Exemplos:

- ⇒ Sais de sódio → chama alaranjada viva
⇒ Sais de potássio → chama violeta
⇒ Sais de estrôncio → chama vermelho-carmim

- 2) Reações de formação de pérolas coloridas: são formadas pérolas de bórax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), de fosfato ácido ($\text{NaNH}_4\text{HPO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) ou de carbonato (Na_2CO_3) em uma alça de platina. A alça é, então, umedecida e mergulhada no sólido a ser analisado e posteriormente aquecida. A pérola se colore de acordo com o produto formado nessa “fusão”.

Exemplo:

- 3) Método de trituração: a amostra é triturada com o reagente e o produto da reação é um composto colorido.

Exemplo:

Nas reações por via úmida as interações ocorrem entre as espécies em solução. Os ensaios de identificação se realizam quase sempre com gotas de solução problema às quais se adicionam gotas do reagente apropriado. Essa ordem não deve ser invertida, salvo indicação contrária. Estes ensaios se verificam em tubos de ensaio, em placas de gotas ou sobre papel de filtro. No caso dos dois últimos o ensaio é conhecido como análise de toque.

1.4- Condições para realização das reações: especificidade, sensibilidade e seletividade

Ao se realizar uma reação química é necessário criar determinadas condições para o seu desenvolvimento, pois, do contrário, o resultado pode não ser fidedigno.

1) Meio da reação

Os precipitados solúveis em ácido não podem se formar em solução se o ácido livre se encontra em excesso. Por exemplo, o sulfeto de ferro(II) é solúvel em HCl diluído, portanto, para a sua precipitação é necessário que o meio esteja básico. Por outro lado, os precipitados solúveis em álcalis não se formam em meio alcalino. E, se um precipitado se dissolve tanto em ácido como em álcalis, este só poderá formar-se se o meio estiver neutro.

Da mesma forma, algumas reações de oxirredução só ocorrem se o meio estiver ácido, por exemplo, a oxidação de Mn^{2+} a MnO_4^- , assim também alguns complexos só se formam se o meio estiver básico, por exemplo, a formação do dimetilglioximato de níquel só acontece em meio amoniacal.

Estes casos mostram que uma das condições mais importantes para realizar as reações é a presença de um meio adequado, o qual deve ser criado de acordo com a necessidade, adicionando ácido ou base à solução.

2) Temperatura

Outra condição importante é a temperatura da solução. Os precipitados cuja solubilidade aumenta com o aumento da temperatura não podem ser obtidos em uma solução aquecida; as reações correspondentes devem ser feitas a frio, ou seja, à temperatura ambiente e, às vezes, até sob resfriamento. Por exemplo, o PbCl_2 só se forma a frio, uma vez que em água quente o precipitado se dissolve.

Por outro lado, algumas reações só acontecem com aquecimento, como a formação de alguns sulfetos.

3) Concentração

Uma condição importante para o desenvolvimento das reações é a presença de uma concentração suficientemente elevada do íon de interesse na solução; se a sua concentração for muito pequena não teremos nenhum resultado. Isso se deve ao fato de que cada composto somente pode precipitar quando sua concentração em solução supera a sua solubilidade nas condições dadas. Se um composto é pouco solúvel ocorre a precipitação, mesmo sendo muito pequena a concentração do íon a identificar; essas reações são denominadas **sensíveis**. Ao contrário, sendo bastante elevada a solubilidade do produto formado, a reação é **pouco sensível** e pode ser positiva, somente, se a concentração do íon de interesse for relativamente alta.

A **sensibilidade** das reações também pode ser verificada em outros tipos de reação diferentes da precipitação. Por exemplo, a reação de coloração da chama pelos sais voláteis de sódio é bastante sensível pois é positiva para quantidades extremamente baixas destes sais. O mesmo já não acontece com os sais de bário, onde são necessárias grandes quantidades para se perceber a cor característica da chama.

A **sensibilidade das reações** se define, quantitativamente, por dois índices interdependentes: o limite de identificação e o limite de diluição ou concentração mínima.

O **limite de identificação** é a quantidade mínima da substância ou do íon que pode ser identificada por uma dada reação nas condições ideais de execução. Como essa quantidade é muito pequena se expressa, normalmente, em μg ($1 \mu\text{g} = 10^{-6}\text{g}$). Este parâmetro não caracteriza inteiramente a sensibilidade das reações, pois tem importância não somente a quantidade absoluta, mas também a concentração da substância ou do íon na solução.

Portanto, se define a **concentração limite** como a menor concentração da substância ou do íon na solução que dá sempre uma reação positiva. É expressa pela proporção 1:g, onde g é a quantidade, em peso, do solvente correspondente a uma unidade de peso da substância ou do íon a identificar.

A **sensibilidade** das reações que servem para identificar um mesmo íon pode ser muito variada, como mostrado no exemplo para o íon cobre:

Reagente	Composto formado	Efeito da reação	Limite de identificação, μg	Limite de diluição (g/mL)
HCl	$\text{H}[\text{CuCl}_3]$	solução verde	1	1 : 50.000
NH_3	$[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$	solução azul	0,2	1 : 250.000
$\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	$\text{Cu}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	ppt marrom	0,02	1 : 2.500.000

Deve ser lembrado que durante o uso de um teste de alta sensibilidade a possibilidade de erro é muito grande, pois as próprias impurezas dos reagentes podem mascarar os resultados. Isso, porém, pode ser contornado quando se faz um teste em branco. Daí pode-se, também, deduzir a importância da natureza dos reagentes usados.

A **sensibilidade** de uma reação pode ser aumentada por vários fatores, entre eles:

- ⇒ a variação na concentração dos reagentes;
- ⇒ a variação no pH do meio;
- ⇒ a adição de solventes orgânicos miscíveis em água, que provocam um decréscimo na constante dielétrica do meio e no grau de dissociação do complexo ou do precipitado;

⇒ a extração por um solvente imiscível em água. Neste caso, o aumento na sensibilidade ocorre tanto pelo aumento na concentração da substância de interesse (pré-concentração) como pelo efeito do próprio solvente, que ocasiona uma mudança na intensidade da cor e algumas vezes na própria cor do composto que está sendo extraído.

Além da **sensibilidade** pode-se considerar a **seletividade** das reações nos testes analíticos. Diz-se que uma reação é **seletiva** quando ocorre somente com um número restrito de íons em determinadas condições. A **seletividade** de uma reação é tanto maior quanto menor for o número de íons que dá teste positivo. Um caso especial de **seletividade** ocorre quando a reação dá teste positivo para um só íon e fala-se em **especificidade** e em **reação específica** para o íon considerado.

1.5- Escala de análise

Quando os métodos analíticos são comparados de acordo com a quantidade de substância que está sendo analisada, a seguinte classificação pode ser feita:

Escala	Peso da Amostra	Volume empregado	Material usado
Macroanálise	> 0,10 g	> 10,0 mL	trabalho clássico béquer, erlenmeyer, etc.
Semimicroanálise	de 0,01 a 0,10 g	de 1,0 a 10,0 mL	microfiltros, centrífugas, microtubos, reações de toque
Microanálise	de 0,10 a 10,0 mg	de 0,01 a 1,0 mL	microscópio, microequipamentos, microvidraria
Ultramicroanálise	de 0,10 a 100,0 µg	de 10 ⁻³ a 0,01 mL	microscópio e capilares
Subultramicroanálise	< 0,10 µg	< 0,001 mL	métodos especiais

O mais comumente usado em cursos de Análise Qualitativa é a escala de semimicroanálise, cujas vantagens são:

- ⇒ o consumo reduzido de reagentes;
- ⇒ a maior rapidez na análise. Quanto menor a quantidade de material tanto mais rápida cada uma das etapas da análise, como por exemplo, precipitação, lavagem, filtração, entre outros;
- ⇒ a maior eficiência na separação.

2- CLASSIFICAÇÃO ANALÍTICA DE CÁTIOS E ÂNIOS

Como não existe um esquema ideal para a Análise Qualitativa, de acordo com o qual cada íon seria caracterizado quando estivesse sozinho ou mesmo na presença de um grande número de outros íons, torna-se, então, necessário classificá-los em grupos, baseando-se em algumas propriedades comuns a todos os íons de um determinado grupo em relação a alguns reagentes que se denominam **reagentes de grupo**.

Os **reagentes de grupo** devem responder a determinadas exigências como:

- ⇒ precipitar os cátions do grupo quase quantitativamente (a concentração do cátion em solução após precipitação não deve ser superior a 10^{-6} g/L);
- ⇒ podem precipitar os cátions dos grupos anteriores, mas não os dos grupos posteriores;
- ⇒ o precipitado formado deve dissolver-se facilmente em ácidos, para que seja possível continuar a análise;
- ⇒ o excesso de reagente adicionado não deve impedir a identificação dos íons em solução.

Os grupos de cátions podem ser identificados por números, pelo reagente de grupo ou por um dos cátions. A identificação e, também, o número do grupo variam de acordo com os autores. Segundo A. Vogel, autor do livro *Química Analítica Quantitativa*, os cátions são divididos como:

• Grupo I

- **Reagente de grupo:** ácido clorídrico diluído.
- **Característica do grupo:** os cátions formam precipitados com o reagente de grupo.
- **Cátions do grupo:** Pb(II); Hg(I) e Ag(I).

• Grupo II

- **Reagente de grupo:** sulfeto de hidrogênio, em meio ácido mineral diluído.
- **Característica do grupo:** os cátions não reagem com o reagente de grupo anterior, Grupo I, mas formam precipitados com o reagente deste grupo.
- **Cátions do grupo:** Hg(II); Cu(II); Bi(III); Cd(II); As(III); As(V); Sb(III); Sb(V); Sn(II) e Sn(IV).

O Grupo II é dividido em dois subgrupos em função da solubilidade de seus sulfetos em KOH.

* Grupo IIA: Hg(II); Cu(II); Bi(III) e Cd(II) $\Rightarrow$ sulfetos insolúveis em KOH.

* Grupo IIB: As(III); As(V); Sb(III); Sb(V); Sn(II) e Sn(IV) $\Rightarrow$ sulfetos solúveis em KOH.

• Grupo III

- **Reagente de grupo:** sulfeto de hidrogênio, em meio amoniacal.
- **Característica do grupo:** os cátions não reagem com os reagentes de grupo dos Grupos I e II, mas formam precipitados com o reagente de grupo.
- **Cátions do grupo:** Fe(II); Fe(III); Cr(III); Al(III); Co(II); Ni(II); Mn(II) e Zn(II).

O Grupo III também é dividido em dois subgrupos em função da precipitação de seus íons em solução de amônia / cloreto de amônio.

* Grupo IIIA: Fe(II); Fe(III); Cr(III) e Al(III) $\Rightarrow$ os cátions formam precipitados com $\text{NH}_3 / \text{NH}_4\text{Cl}$.

* Grupo IIIB: Co(II); Ni(II); Mn(II) e Zn(II) $\Rightarrow$ os cátions não formam precipitados com $\text{NH}_3 / \text{NH}_4\text{Cl}$.

• Grupo IV

- **Reagente de grupo:** carbonato de sódio em meio amoniacal.
- **Característica do grupo:** os cátions não reagem com os reagentes de grupo dos grupos anteriores, mas formam precipitados com carbonato de amônio, em meio neutro ou levemente básico, ou com carbonato de sódio, em meio amoniacal.
- **Cátions do grupo:** Ba(II); Ca(II) e Sr(II).

• Grupo V

- **Reagente de grupo:** não tem reagente específico.
- **Característica do grupo:** os cátions têm algumas reações em comum e não reagem com nenhum dos reagentes de grupo dos grupos anteriores.
- **Cátions do grupo:** Na(I); K(I); NH_4^+ e Mg(II).

Os métodos utilizados para a detecção de ânions não são tão sistemáticos como para os cátions. Não há um esquema satisfatório que permita a separação dos ânions comuns em grupos e a subsequente separação inequívoca, em cada grupo, de seus componentes independentes.

Deve-se ressaltar que há muito mais na Análise Qualitativa do que formação e dissolução de precipitados, estudo de reações de oxirredução e considerações das propriedades ácido-base das soluções. Muitas das reações da Análise Qualitativa são reações características

de vários materiais e são utilizadas com diferentes finalidades. Os cátions e ânions fazem parte da composição de matrizes diversas, tais como minérios, ligas metálicas, tintas, alimentos, águas, plantas, medicamentos, cosméticos, etc. Muitas vezes a utilização destes materiais requer a identificação dos seus constituintes e a separação de alguns deles.

Neste contexto, pode-se citar como exemplo: purificação de minério de ferro, determinação da pureza de metais nobres (ouro, prata) ou de metais supercondutores, determinação da qualidade de matéria-prima utilizada para a fabricação de medicamentos e cosméticos, identificação de produtos/resíduos químicos desconhecidos, etc.

Talvez mais importante que isso seja o conhecimento que a Química Analítica Qualitativa nos dá sobre as reações que podem ocorrer entre determinados materiais e o ambiente no qual os mesmos serão empregados. Por exemplo, quando se observa carbonatos insolúveis em água se dissolverem na presença de ácidos, não se tem dificuldade em entender como a chuva ácida destrói obras de arte em mármore e construções em pedra calcária.

Para facilitar a visualização das aplicações da Análise Qualitativa, vários exemplos de utilização dos cátions e ânions serão apresentados durante a discussão das reações dos cátions dos Grupos I, II, III, IV e V e dos ânions.

No entanto, não se gosta e não se entende realmente a Análise Qualitativa quando se segue rigidamente os seus procedimentos sem pensar na química que está sendo usada em cada experimento.

3- CUIDADOS NA EXECUÇÃO DA AULA PRÁTICA

Para se evitar muitos enganos e possíveis resultados falsos, alguns fatos devem ser levados em consideração antes de se iniciar o processo de separação e/ou identificação dos cátions:

- 1) A análise não deve ser efetuada com grandes quantidades da substância; caso contrário, haverá dificuldade na lavagem e na dissolução dos precipitados. Com um pouco de experiência o analista habilita-se a julgar, pelos tamanhos relativos dos precipitados, a quantidade relativa dos componentes presentes na mistura;
- 2) Os ensaios devem ser desenvolvidos na ordem em que aparecem nos roteiros. Um reagente do grupo irá separar seu grupo especial apenas daqueles que o seguem e não daqueles que o precedem. Assim, o sulfeto de hidrogênio, na presença de ácido clorídrico, irá separar o Grupo II dos Grupos III, IV e V, mas não separa o Grupo II do Grupo I. Por isso, é muito importante que um grupo seja completamente precipitado antes que a precipitação do grupo seguinte seja tentada; caso

contrário, os precipitados de um grupo serão contaminados por metais de grupos precedentes, obtendo-se resultados enganosos;

- 3) As condições para precipitação e para dissolução devem ser rigorosamente seguidas;
- 4) Todos os precipitados devem ser lavados para que as substâncias aderentes sejam removidas, a fim de evitar contaminação pelos metais remanescentes no resíduo. As primeiras lavagens devem ser adicionadas à solução da qual o precipitado foi separado, e as últimas podem ser desprezadas;
- 5) Se o volume da solução, em qualquer estágio da análise, tornar-se muito grande deverá ser reduzido por evaporação;
- 6) A vidraria empregada na análise deve ser rigorosamente limpa, pois pode introduzir impurezas na solução a ser testada;
- 7) Consultar o livro texto da disciplina (VOGEL, A. I. *Química Analítica Qualitativa*. 5ª. ed. São Paulo: Editora Mestre Jou, 1981) durante a realização das aulas práticas;
- 8) No final de cada prática, faça sempre o relatório. Em caso de dúvida, procure o tutor para orientação.

AUTO-AVALIAÇÃO

Ao final dessa leitura você deverá ser capaz de:

- 1- Definir:
Química Analítica
Análise Química
Química Analítica Qualitativa
Química Analítica Quantitativa
- 2- Distinguir as técnicas de separação, detecção e confirmação usadas na análise qualitativa.
- 3- Diferenciar reagentes de identificação e auxiliar gerais e especiais.
- 4- Distinguir reações por via seca e por via úmida.
- 5- Definir especificidade, sensibilidade e seletividade.
- 6- Saber classificar os grupos de cátions e o reagente de grupo de cada grupo.
- 7- Conhecer os cuidados para a execução das aulas práticas.

IDENTIFICAÇÃO E SEPARAÇÃO DOS CÁTIONS DO GRUPO I

Objetivos

- Escrever as equações que descrevem as reações químicas de cada cátion com os reagentes utilizados nos testes;
- Identificar os equilíbrios envolvidos em cada reação, isto é, equilíbrio ácido-base, solubilidade, complexação e oxirredução;
- Identificar os reagentes seletivos a cada cátion;
- Identificar as características físicas dos produtos formados nas reações;
- Observar atentamente os cátions envolvidos em cada grupo e o respectivo reagente de grupo.

1- INTRODUÇÃO

- ❖ **Prata:** Na natureza encontra-se prata nativa, embora seja mais frequente encontrá-la combinada com enxofre, arsênio e antimônio. Os minérios de Ag de maior interesse são: argentita (Ag_2S), pirargirita (Ag_3SbS_3), prata córnea (AgCl) e proustita (Ag_3AsS_3). Encontra-se também associada à galena (PbS) e à tetraedrita (CuO).

Utiliza-se a prata em jóias, aparelhos elétricos (relais) e em moedas de alguns países. Seus sais são usados para banhos galvânicos e fabricação de espelhos. O AgNO_3 , seu sal mais comum, tem vasto uso como reagente analítico; também se utiliza em preparações farmacológicas por suas propriedades anti-sépticas e cáusticas, assim como em preparados de prata coloidal. São também objeto de pesquisa da prata os resíduos da calcinação de piritas (FeS_2), do refinamento do chumbo, da eletrólise do cobre (lodos anódicos) e alguns produtos da indústria fotográfica (placas, papel, filmes, etc.), onde são consumidas grandes quantidades de prata.

- ❖ **Mercúrio:** O mercúrio metálico tem grande uso na construção de instrumentos de física. Utiliza-se também em algumas ligas como a sua amálgama com metais preciosos, e com o cádmio que se usa em odontologia. Às vezes adiciona-se como componente dos

metais antifricção. Emprega-se na metalurgia do ouro e a prata, na fabricação de espelhos, em lâmpadas de luz ultravioleta e em tubos fluorescentes.

Muitos de seus sais (cloreto de mercúrio(II) ou sublimado corrosivo, cloreto mercúrio(I) ou calomelano, óxidos vermelho e amarelo de Hg e certos sais orgânicos) têm aplicação farmacológica; outros entram na constituição de anticriptogâmicos e inseticidas, na preparação de líquidos para conservação de madeiras, etc. O fulminato de Hg, $[\text{Hg}(\text{CNO})_2]$, é empregado como detonante e o óxido (HgO), para tintas submarinas. Os compostos de Hg(I) são tóxicos, embora menos que os do Hg(II). Assim, o HgCl_2 tem elevada toxicidade, enquanto o Hg_2Cl_2 é utilizado como laxativo, não sendo neste caso tóxico, devido a sua insolubilidade nos ácidos do sistema digestivo.

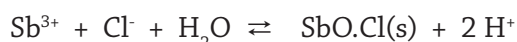
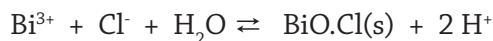
❖ **Chumbo:** O chumbo e seus compostos têm largo uso industrial. O metal é usado em tubulações, baterias e na fabricação de H_2SO_4 (câmaras de Pb), sendo necessário o controle deste cátion como impureza no ácido. O chumbo está presente na composição de importantes ligas: metal antifricção (constituído principalmente por Sn, Sb, Pb e Cu), metal de solda (Pb e Sn), caracteres gráficos, litografia, munições, ligas de baixo ponto de fusão, Pb duro para projéteis (que pode conter também Na, Ca ou Ba). Alguns compostos de chumbo tais como PbO , Pb_3O_4 , PbO_2 , $(\text{Pb}(\text{OH})_2 \cdot 2\text{PbCO}_3)$ e PbCrO_4 têm grande importância na fabricação de tintas.

O acetato de chumbo $((\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb})$ é largamente usado em laboratórios analíticos como reagente e também tem aplicações farmacológicas. O arseniato e arsenito de chumbo são usados como inseticidas; o resinato, estearato e borato, como secantes de tintas e vernizes.

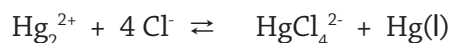
2- ASPECTOS GERAIS DO GRUPO I

2.1 - Reagente de grupo: ácido clorídrico diluído (1 mol/L).

O ácido clorídrico é utilizado como reagente de grupo, pois fornece simultaneamente os íons Cl^- e os íons H^+ , uma vez que o meio deve estar suficientemente ácido para evitar a precipitação dos oxidocloretos de bismuto(III) (Grupo IIA) e de antimônio(III) (Grupo IIB):



No entanto, um grande excesso de ácido deve ser evitado para impedir a formação dos clorocomplexos dos cátions do Grupo I, fracamente dissociados:



2.2 - Reação de grupo: formação de precipitados brancos de cloreto de chumbo (PbCl_2), de cloreto de prata (AgCl) e de cloreto de mercúrio(I) (Hg_2Cl_2).

2.3 - Características do grupo: os cátions do Grupo I formam cloretos insolúveis em água:

$$K_{\text{ps}}(\text{PbCl}_2) = 2,4 \times 10^{-4};$$

$$K_{\text{ps}}(\text{AgCl}) = 1,8 \times 10^{-10};$$

$$K_{\text{ps}}(\text{Hg}_2\text{Cl}_2) = 1,3 \times 10^{-18}$$

O cloreto de chumbo, porém, é ligeiramente solúvel em água e, por esta razão, o chumbo nunca é completamente precipitado quando se adiciona ácido clorídrico diluído à amostra. Os íons chumbo restantes são, quantitativamente, precipitados com sulfeto de hidrogênio em meio ácido, junto com os cátions do Grupo II.

Os *nitratos* destes cátions são muito solúveis.

Entre os *sulfatos*, o de chumbo é praticamente insolúvel, enquanto o de prata se dissolve muito mais facilmente. A solubilidade do sulfato de mercúrio(I) situa-se entre os dois anteriores.

Os *brometos* e *iodetos* são também insolúveis, embora a precipitação dos halogenetos de chumbo seja incompleta e os precipitados se dissolvam lentamente em água quente.

Os *sulfetos* são insolúveis.

Os *acetatos* são mais solúveis, embora o acetato de prata possa ser precipitado a partir de soluções mais concentradas.

Os *hidróxidos* e os *carbonatos* são precipitados com uma quantidade equivalente de reagente, porém o excesso pode funcionar de várias maneiras. Também há diferenças quanto ao seu comportamento em relação à amônia.

Os íons prata e chumbo aparecem em soluções aquosas na forma de seus respectivos cátions, Ag^+ e Pb^{2+} , enquanto o íon mercúrio(I) se apresenta na sua forma dímera, Hg_2^{2+} .

3- PROCEDIMENTO PARA OS TESTES DE IDENTIFICAÇÃO DOS CÁTIOS DO GRUPO I

Para a realização desta tarefa você vai precisar de tubos de ensaio, conta-gotas ou pipetas Pasteur, centrífuga, chapa de aquecimento e os reagentes listados na Tabela 1. Após a realização de cada teste, anote suas observações nessa tabela.

3.1 - Chumbo (Pb^{2+})

• Reagente 1

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de HCl 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de NH_3 5 mol/L;
7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
8. Repetir as etapas de 1 a 5;
9. Adicionar ao precipitado cerca de 1 mL de água destilada e aquecer em banho-maria;
10. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 2

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_3 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NH_3 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 3

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NaOH 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;

4. Adicionar excesso de solução de NaOH 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 4**

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de KI 0,5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de KI 0,5 mol/L no mesmo tubo de ensaio e aquecer em banho-maria;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 5**

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de K_2CrO_4 0,1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 6 - Não realizar este teste**

3.2 - Prata (Ag^+)

• **Reagente 1**

1. Colocar 3 gotas de solução de AgNO_3 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de HCl 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de NH_3 5 mol/L;
7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
8. Repetir as etapas de 1 a 5;
9. Adicionar ao precipitado cerca de 1 mL de água destilada e aquecer em banho-maria;
10. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 2

1. Colocar 3 gotas de solução de AgNO_3 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_3 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NH_3 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 3

1. Colocar 3 gotas de solução de AgNO_3 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NaOH 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NaOH 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 4

1. Colocar 3 gotas de solução de AgNO_3 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de KI 0,5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de KI 0,5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 5

1. Colocar 3 gotas de solução de AgNO_3 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de K_2CrO_4 0,1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 6 - Não realizar este teste**3.3- Mercúrio (Hg^{2+})****• Reagente 1**

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;

2. Adicionar 3 gotas de solução de HCl 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de NH_3 5 mol/L;
7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
8. Repetir as etapas de 1 a 5;
9. Adicionar ao precipitado cerca de 1 mL de água destilada e aquecer em banho-maria;
10. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 2**

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_3 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NH_3 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 3**

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NaOH 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NaOH 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 4**

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de KI 0,5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de KI 0,5 mol/L no mesmo tubo de ensaio e aquecer em banho-maria;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 5

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de K_2CrO_4 0,1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 6

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de SnCl_2 0,25 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de SnCl_2 0,25 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

TABELA 1

Testes de identificação dos cátions do Grupo I

Reagente	Cátion		
	Pb^{2+}	Ag^+	Hg_2^{2+}
1) HCl (1 mol/L)			
ppt + NH_3 (5 mol/L)			
ppt + água + Δ			
2) NH_3 (1 mol/L)			
ppt + NH_3 (5 mol/L) em excesso			
3) NaOH (1 mol/L)			
ppt + NaOH (5 mol/L) em excesso			
4) KI (0,5 mol/L)			
ppt + KI (0,5 mol/L) em excesso	com aquecimento		com aquecimento
5) K_2CrO_4 (0,1 mol/L)			com aquecimento
6) SnCl_2 (0,25 mol/L)	Não realizar este teste	Não realizar este teste	
7) ppt + SnCl_2 em excesso	Não realizar este teste	Não realizar este teste	

Você sabia que:
Os íons Ag^+ são utilizados em métodos analíticos para a quantificação de haletos (Cl^- , Br^- e I^-) em amostras diversas, por meio da reação de precipitação.

MODELO DE RELATÓRIO PARA AS PRÁTICAS DE IDENTIFICAÇÃO DE CÁTIOS

Cátions do Grupo I

TABELA A

Reações do íon Pb^{2+}

Reagentes	Pb^{2+}	
	Observação	Reações
HCl (1 mol/L)	ppt branco	$\text{Pb}^{2+} + 2 \text{Cl}^- \rightleftharpoons \text{PbCl}_2(\text{s})$
ppt + NH_3 (5 mol/L)	insolúvel	$\text{PbCl}_2(\text{s}) + 2 \text{NH}_3 + 2 \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{Pb}(\text{OH})_2(\text{s}) + 2 \text{NH}_4^+ + 2 \text{Cl}^-$ (troca de precipitados)
ppt + água + Δ	solúvel	$\text{PbCl}_2(\text{s}) + \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{Pb}^{2+}(\text{aq}) + 2 \text{Cl}^-(\text{aq})$
NH_3 (1 mol/L)	ppt branco	$\text{Pb}^{2+} + 2 \text{NH}_3 + 2 \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{Pb}(\text{OH})_2(\text{s}) + 2 \text{NH}_4^+$
NH_3 (5 mol/L) em excesso	insolúvel	
NaOH (1 mol/L)	ppt branco	$\text{Pb}^{2+} + 2 \text{OH}^- \rightleftharpoons \text{Pb}(\text{OH})_2(\text{s})$
NaOH (5 mol/L) em excesso	solúvel	$\text{Pb}(\text{OH})_2(\text{s}) + 2 \text{OH}^- \rightleftharpoons [\text{Pb}(\text{OH})_4]^{2-}$
KI (0,5 mol/L)	ppt amarelo	$\text{Pb}^{2+} + 2 \text{I}^- \rightleftharpoons \text{PbI}_2(\text{s})$
KI (0,5 mol/L) em excesso + Δ	insolúvel	$\text{PbI}_2(\text{s}) + 2 \text{I}^- \rightleftharpoons [\text{PbI}_4]^{2-}$, em altas concentrações de I^-
K_2CrO_4 (0,1 mol/L)	ppt amarelo	$\text{Pb}^{2+} + \text{CrO}_4^{2-} \rightleftharpoons \text{PbCrO}_4(\text{s})$

ATENÇÃO: A partir dos dados da Tabela 1, você deverá fazer um relatório conforme o modelo a seguir para cada cátion estudado. Entregue este relatório ao tutor da disciplina para correção.

4- PROCEDIMENTO PARA SEPARAÇÃO E IDENTIFICAÇÃO DOS CÁTIOS DO GRUPO I

Objetivos

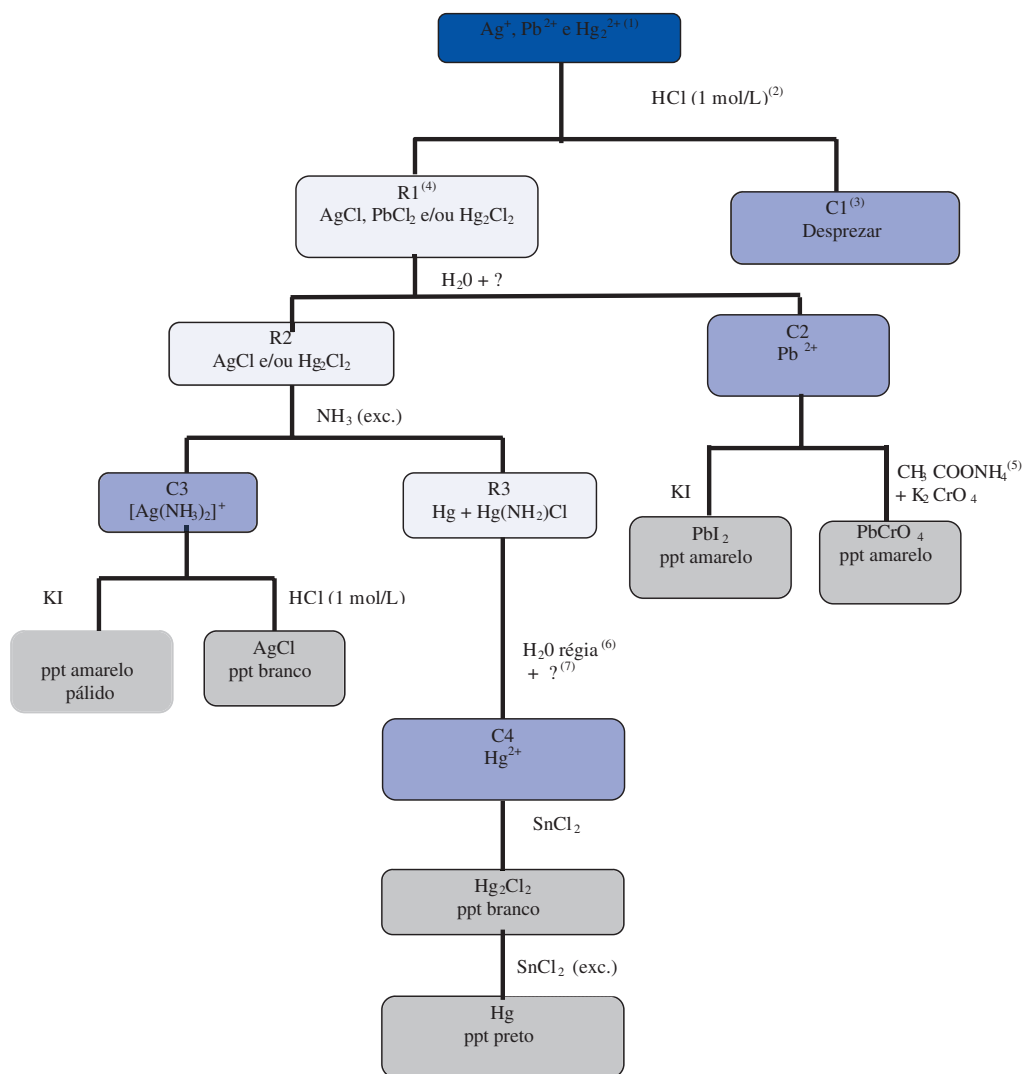
- Escrever as equações que descrevem as reações químicas de cada cátion com os reagentes utilizados em cada etapa do processo;
- Identificar os equilíbrios envolvidos em cada etapa da separação;
- Observar o uso dos reagentes seletivos para identificar cada cátion separado;
- Identificar as características físicas dos produtos formados nas reações.

Para executar o esquema de separação e identificação dos cátions do Grupo I você deve usar o mesmo material (tubos de ensaio, centrífuga, conta-gotas, etc.) e as mesmas quantidades dos reagentes e

da solução problema (3 gotas de cada ou a quantidade indicada no esquema) dos procedimentos de identificação dos cátions.

4.1- Esquema de separação do Grupo I

Antes de dar início ao processo de separação e identificação você deve ler atentamente o esquema para realização da separação, as observações relativas a este esquema (item 4.2) e o modelo de relatório para a separação e a identificação dos cátions do Grupo I.



4.2- Observações relativas ao esquema de separação

- (1) - Antes de dar início à análise, verificar e anotar o aspecto da solução problema (SP) quanto à cor, presença de depósito, turbidez e pH.
- (2) - O HCl não pode ser adicionado em excesso para evitar a formação dos clorocomplexos dos cátions do Grupo I.
- (3) - As fases R (resíduo) e C (centrifugado) são obtidas por meio de centrifugação e posterior separação com ajuda de uma pipeta tipo Pasteur ou conta-gotas.

Devido à alta solubilidade do PbCl_2 , C1 pode conter os íons Pb^{2+} , caso estejam presentes na SP, e, portanto, antes de desprezá-lo deve-se fazer um teste para o íon Pb^{2+} . Qualquer traço de Pb^{2+} que passa inadvertido neste grupo será precipitado com o H_2S no Grupo II.

- (4) - Todos os resíduos devem ser lavados antes de continuar os testes. Este procedimento é necessário para eliminar reagentes anteriormente adicionados, que podem interferir nos testes futuros. No caso específico de R1, a lavagem não deve ser feita para evitar o efeito da solubilização do precipitado.

Lavar o precipitado significa: centrifugar, retirar o sobrenadante com o auxílio da pipeta ou do conta-gotas, adicionar água destilada, agitar, centrifugar novamente, desprezar o sobrenadante e continuar os testes.

- (5) - O pH das soluções deve ser testado, com papel de tornassol, sempre que em uma etapa do esquema de separação o meio passar de ácido para básico ou vice-versa. Nesta etapa, a adição de $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ só é necessária se a solução estiver muito ácida.
- (6) - A água-régia deve ser preparada no momento do uso e é obtida pela mistura de 3 partes de HCl concentrado e uma parte de HNO_3 concentrado.
- (7) - O aquecimento é necessário para eliminar o excesso de água-régia e, assim, evitar a oxidação do Sn^{2+} , o que mascara o teste para o mercúrio.

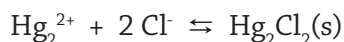
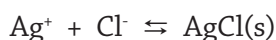
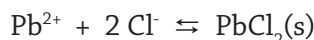
4.3- Resumo explicativo da separação e identificação dos cátions do Grupo I

1ª Etapa: Solução problema + HCl (1 mol/L) → Resíduo 1 (R1) + Centrifugado 1 (C1)

A solução problema pode conter um, dois ou todos os três cátions. O HCl é o reagente de grupo e precipitará todos os cátions desse grupo na forma de cloretos.

R1: precipitado branco que pode conter PbCl_2 , AgCl e/ou Hg_2Cl_2

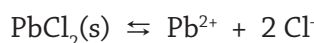
C1: líquido incolor, límpido. Não estarão presentes cátions dos grupos posteriores, podendo ser desprezado.



2ª Etapa: R(1) + H_2O + Aquecimento $\rightarrow$ Resíduo 2 (R2) + Centrifugado 2 (C2)

C2: trata-se de uma solução incolor, límpida e ácida. Pode conter cátions Pb^{2+} .

R2: precipitado branco que pode conter AgCl e/ou Hg_2Cl_2 .



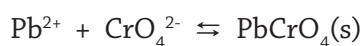
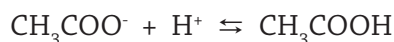
Como o PbCl_2 é o sólido mais solúvel dos precipitados, com a adição da água e o aquecimento apenas ele se dissolve liberando íons Pb^{2+} e Cl^- para solução.

A prata e o mercúrio permanecem na forma sólida. Observe que a solubilidade do PbCl_2 é aumentada pelo efeito da temperatura.

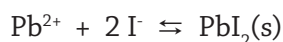
3ª Etapa: Teste do centrifugado C2 para identificação de chumbo (Pb^{2+})

O centrifugado 2 foi testado em dois tubos, um deles com cromato de potássio (em presença de acetato de amônio para reduzir a acidez) e outro com iodeto de potássio.

- Teste do cromato de potássio: o teste positivo origina precipitado amarelo



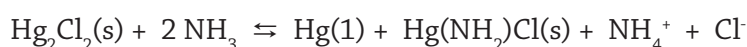
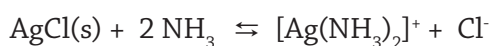
- Teste do iodeto de potássio: o teste positivo origina precipitado amarelo



4ª Etapa: Resíduo 2 (R2) + NH_3 (5 mol/L) em excesso $\rightarrow$ Resíduo 3 (R3) + Centrifugado 3 (C3)

C3: solução límpida e básica, que pode conter $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$.

R3: precipitado branco ou cinza claro, que pode conter Hg e/ou $\text{Hg}(\text{NH}_2)\text{Cl}$

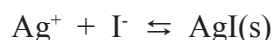


Ao adicionar solução de amônia no resíduo contendo AgCl e Hg_2Cl_2 ocorrerá a solubilização do AgCl devido à formação do complexo solúvel diaminoprata. No caso do Hg_2Cl_2 ocorrerá uma reação com formação de novos precipitados de mercúrio.

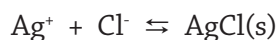
5ª Etapa: Teste do centrifugado C3 para identificação de prata (Ag^+)

O centrifugado 3 foi testado em dois tubos, um deles com iodeto de potássio e outro com ácido clorídrico (HCl 1 mol/L).

- Teste do iodeto: o teste positivo origina precipitado amarelo claro



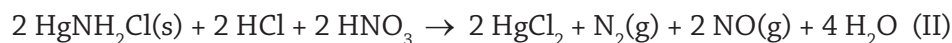
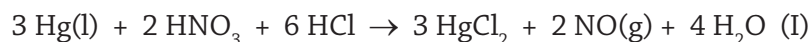
- Teste do HCl (1 mol/L): o teste positivo origina precipitado branco



6ª Etapa: Resíduo 3 (R3) + Água-Régia + Aquecimento → Centrifugado 4 (C4)

O objetivo da adição de água-régia (três partes de HCl [conc.] para uma parte de HNO [conc.]) é solubilizar o mercúrio metálico (Hg).

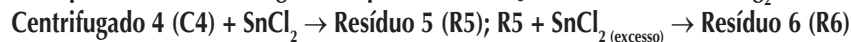
C4: solução amarelada e límpida.



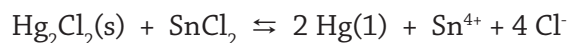
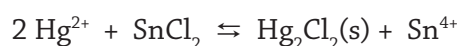
A solubilização do resíduo é devido à:

- (I) oxidação do mercúrio elementar pela água-régia
- (II) oxidação do nitrogênio do HgNH_2Cl pela água-régia

7ª Etapa: Teste do centrifugado C4 para identificação de mercúrio(I) - (Hg_2^{2+})



Na primeira etapa, ocorre redução do Hg^{2+} a Hg_2^{2+} , originando um precipitado branco (R5). Na segunda etapa, o Hg_2^{2+} é reduzido a Hg , precipitado preto (R6).



AUTO-AVALIAÇÃO

Ao final dessa leitura você deverá ser capaz de:

- 1- Saber quais são os cátions pertencentes ao Grupo I.
- 2- Saber qual é o reagente de grupo para estes cátions.
- 3- Distinguir as reações mais seletivas para cada cátion.
- 4- Reconhecer os reagentes usados para caracterizar os cátions após a separação.

IDENTIFICAÇÃO E SEPARAÇÃO DOS CÁTIONS DO GRUPO II

Objetivos

- Escrever as equações que descrevem as reações químicas de cada cátion com os reagentes utilizados nos testes;
- Identificar os equilíbrios envolvidos em cada reação, isto é, equilíbrio ácido-base, solubilidade, complexação e oxirredução;
- Identificar os reagentes seletivos a cada cátion;
- Identificar as características físicas dos produtos formados nas reações;
- Observar atentamente os cátions envolvidos em cada grupo e o respectivo reagente de grupo.

1- INTRODUÇÃO

- ❖ **Bismuto:** Metal cristalino branco com tons de rosa. Os seus minérios mais importantes são bismutinita (Bi_2S_3) e bismita (Bi_2O_3). Também ocorre naturalmente na forma nativa. O bismuto é o mais diamagnético de todos os metais, e sua condutividade térmica é mais baixa do que a de qualquer outro metal, exceto o mercúrio.

É usado em ligas para solda de baixa temperatura de fusão, com estanho e cádmio. Também é usado em dispositivos de segurança termicamente estimulados para detecção de incêndios. Aplicações mais recentes incluem o uso de bismuto como catalisador na produção de fibras acrílicas, em termopares, etc. Os compostos de bismuto, quando livres de chumbo, são usados em medicamentos e cosméticos. É atacado por ácidos oxidantes, vapor d'água a alta temperatura e halogênios.

- ❖ **Cobre:** Elemento de transição metálico marrom avermelhado. O metal é maleável, dúctil e um excelente condutor de calor e eletricidade. Os minerais que contêm cobre são cuprita (Cu_2O), azurita ($2\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2$), calcopirita (CuFeS_2) e malaquita ($\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2$). O cobre nativo aparece em manchas isoladas em algumas partes do mundo. Os compostos de cobre contêm o elemento nos estados de oxidação +1 e +2. Os compostos de cobre(I) são, na maioria, brancos (o óxido é vermelho). As soluções dos sais de

cobre(II) são azuis. O metal também forma um grande número de compostos de coordenação.

O cobre metálico é usado na produção de cabos elétricos. São comuns suas ligas de cobre-zinco (latão) e cobre-estanho (bronze). A água não ataca o cobre, mas nas atmosferas úmidas forma-se lentamente uma película superficial verde (zinabre). O metal não reage com os ácidos clorídrico e sulfúrico diluído, mas forma, com o ácido nítrico, óxidos de nitrogênio.

❖ **Cádmio:** Elemento metálico de transição, de cor azul claro, macio, maleável e dúctil. Geralmente é encontrado associado a minérios de zinco como a esfarelita, ZnS , mas também ocorre com grinokita, CdS . Suas propriedades químicas são similares às do zinco, mas apresenta maior tendência à formação de complexos.

O cádmio é usado em ligas de baixa temperatura de fusão para fazer soldas, em baterias de Ni-Cd, em ligas especiais e em processos de eletrodeposição. Os compostos de cádmio são usados como materiais de telas fosforescentes de tubos de TV. O cádmio e seus compostos são extremamente tóxicos em baixas concentrações. É essencial que se tomem cuidados especiais em processos de soldagem e quando há emissão de vapores e fumaças.

❖ **Arsênio:** Elemento semimetálico, com três formas alotrópicas: amarela, preta e cinza. A forma metálica cinza é a forma estável e a mais comum. Mais de 150 minerais contêm arsênio, mas as principais fontes são impurezas em minérios contendo sulfeto e nos minerais orpimento (As_2S_3) e realgar (As_4S_4).

Compostos de arsênio são usados em inseticidas e como agente dopante em semicondutores. O elemento é incluído em ligas à base de chumbo para promover o seu endurecimento. Os compostos de arsênio são venenos acumulativos. Na forma elementar reage com halogênios, ácidos oxidantes concentrados e álcalis quentes.

❖ **Antimônio:** Elemento metálico que tem várias formas alotrópicas. A mais estável tem aspecto de metal esbranquiçado. O antimônio amarelo e o preto são formas não metálicas, instáveis, obtidas a baixa temperatura. A principal fonte é a estibinita, Sb_2S_3 , da qual é extraído por redução com ferro metálico ou por queima (para dar o óxido) seguida de redução com carbono e carbonato de sódio.

O principal uso do metal é como elemento de liga em placas de baterias de chumbo, em soldas, em estruturas metálicas e em latas. Seus compostos são usados em tintas à prova de fogo, cerâmicas, esmaltes, vidros e borrachas. O elemento queima no ar, mas não é afetado pela água nem por ácidos diluídos. É atacado por agentes ácidos oxidantes e por halogênios.

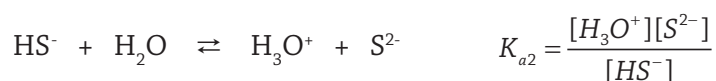
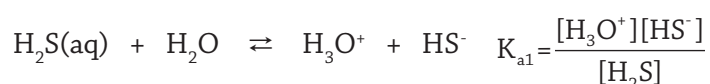
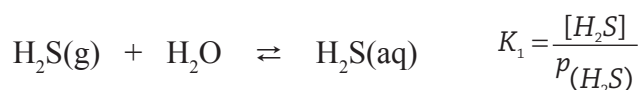
- ❖ **Estanho:** Elemento metálico maleável e prateado. É encontrado como óxido de estanho(IV) nos minérios como a cassiterita (SnO_2) e é extraído por redução com carbono. O metal (chamado estanho branco) passa para outra forma alotrópica a 18 °C, o estanho cinza. A formação deste alótropo é um problema e pode ser revertida por aquecimento a 100 °C. Há duas séries de compostos de estanho, respectivamente nos estados de oxidação +2 e +4.

O metal é usado em camadas de proteção em chapas de aço e constitui importante elemento de ligas. Por exemplo: bronze fosforado (liga à base de cobre e estanho contendo até 1% de fósforo), liga metálica para armas de fogo, solda, metal de Babbitt e latas, que têm geralmente 63% de estanho, para embalagens de alimentos. Quimicamente, é reativo: combina diretamente com cloro e oxigênio, desloca o hidrogênio de ácidos diluídos e dissolve-se em álcalis para formar estanhatos.

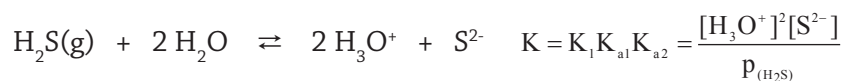
2- ASPECTOS GERAIS DO GRUPO II

2.1 - Reagente de grupo: sulfeto de hidrogênio, H_2S , em meio ácido.

Em uma solução aquosa saturada do gás H_2S estão envolvidos os seguintes equilíbrios:



A reação global pode ser escrita como:



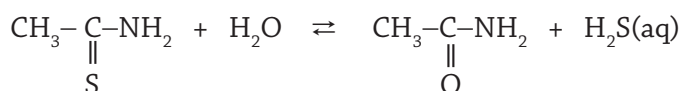
para $p(\text{H}_2\text{S}) = 1 \text{ atm}$, tem-se: $K = [\text{H}_3\text{O}^+]^2 [\text{S}^{2-}]$

Portanto, a concentração do íon S^{2-} em solução depende do pH do meio, ou seja, da concentração de íons H_3O^+ (H^+) presentes. Em soluções de ácidos fortes a concentração do íon sulfeto é baixa, já em soluções alcalinas, onde a concentração hidrogeniônica é baixa, a concentração do íon sulfeto é elevada. Assim, pode-se controlar a

concentração dos íons S^{2-} pelo controle do pH do meio, e consequentemente, a precipitação de alguns sulfetos.

O controle cuidadoso da concentração dos íons sulfeto é importante, uma vez que vários cátions do Grupo III precipitam como sulfetos a partir de soluções altamente concentradas deste íon, enquanto os cátions do Grupo II precipitam mesmo com concentrações muito baixas do reagente.

Uma solução de *tioacetamida* é usada para precipitar os sulfetos ao invés de borbulhar o gás H_2S diretamente na solução amostra. Este procedimento elimina, em parte, os odores desagradáveis e as características perigosas deste gás. Além disso, os precipitados obtidos dessa maneira são mais finos e cristalinos, mais fáceis de sedimentar por centrifugação e menos contaminados por íons co-precipitados. O H_2S é produzido pela hidrólise da tioacetamida, tanto em meio ácido como em meio básico:



Em soluções ácidas diluídas a velocidade de formação do H_2S é dada pela expressão:

$v(H_2S) = K[H^+][CH_3CSNH_2]$, onde K = constante da reação e é função da temperatura.

Para: $t = 60\text{ }^\circ\text{C} \Rightarrow K = 0,019\text{ mol}^{-1}\text{min}^{-1}$

$t = 90\text{ }^\circ\text{C} \Rightarrow K = 0,21\text{ mol}^{-1}\text{min}^{-1}$

Logo, é mais vantajoso efetuar as reações de precipitação com a tioacetamida em temperaturas o mais próximas possível do ponto de ebulição da água. A expressão da velocidade mostra também que a reação é favorecida por uma elevada concentração de tioacetamida.

2.2 - Reação do grupo: formação de precipitados de cores diferentes.

Preto: HgS , PbS e CuS

Amarelo: CdS , As_2S_3 e SnS_2

Laranja: Sb_2S_3 e Sb_2S_5

Marrom: Bi_2S_3 e SnS

2.3 - Características do grupo: os cátions do Grupo II formam sulfetos pouco

solúveis que são precipitados quando a solução moderadamente ácida é saturada com H_2S .

$$K_{ps}(HgS) = 1,6 \times 10^{-52}$$

$$K_{ps}(As_2S_3) = 2,1 \times 10^{-22}$$

$$K_{ps}(PbS) = 2,5 \times 10^{-27}$$

$$K_{ps}(Sb_2S_3) = 1,6 \times 10^{-93}$$

$$K_{ps}(CuS) = 6,3 \times 10^{-36}$$

$$K_{ps}(SnS) = 1,0 \times 10^{-25}$$

$$K_{ps}(CdS) = 7,9 \times 10^{-27}$$

$$K_{ps}(SnS_2) = 10^{-60}$$

$$K_{ps}(Bi_2S_3) = 1,0 \times 10^{-97}$$

Em razão da solubilidade moderada do cloreto de chumbo (Grupo I) e da pequena solubilidade do sulfeto de chumbo, o íon $Pb(II)$ participa dos Grupos I e II. Portanto, durante uma análise sistemática os íons chumbo ainda estarão presentes quando se fizer a precipitação do Grupo II. Outros elementos não considerados aqui, cujos sulfetos são insolúveis em soluções ácidas, são o molibdênio, o ouro e outros metais nobres.

Os cátions do Grupo II são, tradicionalmente, divididos em 2 subgrupos: Grupo IIA ou subgrupo do cobre e o Grupo IIB ou subgrupo do arsênio. Esta divisão é baseada na solubilidade dos precipitados de sulfeto em polissulfeto de amônio ou hidróxido de potássio.

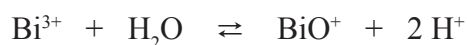
* Grupo IIA: os cátions deste grupo formam *sulfetos insolúveis* em polissulfeto de amônio e KOH. Fazem parte deste grupo os cátions $Hg(II)$, $Pb(II)$, $Cu(II)$, $Bi(III)$ e $Cd(II)$.

Os *nitratos*, *cloretos* e *sulfatos* destes cátions são bastante solúveis em água.

Os *sulfetos*, *hidróxidos* e *carbonatos* são insolúveis.

Alguns cátions como o $Hg(II)$, $Cu(II)$ e $Cd(II)$ tendem a formar complexos com a amônia, o cianeto, entre outros.

Os sais do bismuto hidrolisam-se rapidamente, de acordo com a reação:



O íon bismutílica, BiO^+ , forma sais insolúveis com a maioria dos íons, portanto, para manter o bismuto em solução, a mesma deve estar ácida, quando o equilíbrio acima é deslocado para a esquerda.

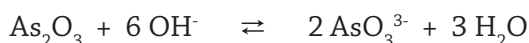
Em soluções aquosas, o íon cobre(II) está sempre presente como o aquocomplexo $[Cu(H_2O)_4]^{2+}$, o que confere às suas soluções a cor azul característica. No entanto, para maior simplicidade os íons cobre(II) serão representados por Cu^{2+} .

* Grupo IIB: os cátions deste grupo formam *sulfetos solúveis* em polissulfeto de amônio e KOH. Fazem parte deste grupo os cátions $As(III)$, $As(V)$, $Sb(III)$, $Sb(V)$, $Sn(II)$ e $Sn(IV)$.

Estes íons apresentam caráter anfótero: seus óxidos formam sais, tanto com ácidos como com bases. Dessa forma, o óxido de arsênio(III) pode ser dissolvido em ácido clorídrico formando cátions As^{3+} :

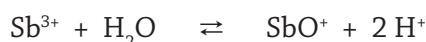


Ao mesmo tempo, o óxido de arsênio(III) dissolve-se em hidróxido de sódio formando ânions arsenito:



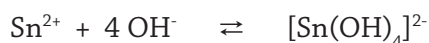
O arsênio(V) existe em solução, predominantemente, como íons arseniato, AsO_4^{3-} .

Os compostos de Sb(III) são facilmente dissolvidos em ácido, quando os íons Sb^{3+} formados são estáveis. Se a solução for alcalinizada ou a concentração de íons H^+ diminuir por diluição, ocorrerá a hidrólise e, nessa ocasião, formam-se os íons antimonila, SbO^+ :

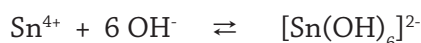


Os compostos de antimônio(V) contêm o íon antimoniato, SbO_4^{3-} .

Os compostos de estanho(II) são dissolvidos em ácidos dando origem aos íons Sn^{2+} , ao passo que em soluções alcalinas se encontram os íons tetraidroxiestanoato(II) ou estanito, $[\text{Sn}(\text{OH})_4]^{2-}$. Estes dois são facilmente reversíveis:



Os íons estanho(IV) estão presentes em solução aquosa como íons Sn^{4+} , ou como íons hexaidroxiestanoato(IV), ou estanato, $[\text{Sn}(\text{OH})_6]^{2-}$. Novamente se forma um sistema em equilíbrio:



3- PROCEDIMENTO PARA OS TESTES DE IDENTIFICAÇÃO DOS CÁTIOS DO GRUPO IIA

Para a realização desta tarefa você vai precisar de tubos de ensaios, conta-gotas ou pipetas Pasteur, centrífuga, chapa de aquecimento e os reagentes listados na Tabela 2. Após a realização de cada teste, anote suas observações nessa tabela.

3.1- Mercúrio (Hg^{2+})

• Reagente 1

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de tioacetamida 10% m/v, 3 gotas de solução de HCl 1 mol/L e aquecer em banho-maria;

3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de KOH 2 mol/L;
7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
8. Repetir as etapas de 1 a 5;
9. Adicionar ao precipitado cerca de 4 gotas de HNO_3 concentrado e aquecer em banho-maria;
10. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 2**

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_3 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NH_3 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 3**

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NaOH 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NaOH 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 4**

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de KI 0,5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de KI 0,5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 5 – Não realizar este teste**

• Reagente 6

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de SnCl_2 0,25 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de SnCl_2 0,25 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 7 – Não realizar este teste**3.2 – Cobre (Cu^{2+})****• Reagente 1**

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de tioacetamida 10% m/v, 3 gotas de solução de HCl 1 mol/L e aquecer em banho-maria;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de KOH 2 mol/L;
7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
8. Repetir as etapas de 1 a 5;
9. Adicionar ao precipitado cerca de 4 gotas de HNO_3 concentrado e aquecer em banho-maria;
10. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 2

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_3 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NH_3 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 3

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NaOH 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NaOH 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 4**

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de KI 0,5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de KI 0,5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 5**

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 0,025 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 6 – Não realizar este teste**

• **Reagente 7 – Não realizar este teste**

3.3 - Cádmio (Cd^{2+})

• **Reagente 1**

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de tioacetamida 10% m/v, 3 gotas de solução de HCl 1 mol/L e aquecer em banho-maria;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de KOH 2 mol/L;

7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
8. Repetir as etapas de 1 a 5;
9. Adicionar ao precipitado cerca de 4 gotas de HNO_3 concentrado e aquecer em banho-maria;
10. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 2

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_3 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NH_3 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 3

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NaOH 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NaOH 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 4

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de KI 0,5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de KI 0,5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 5 – Não realizar este teste

• Reagente 6 – Não realizar este teste

• Reagente 7 – Não realizar este teste

3.4 - Bismuto (Bi^{3+})

• Reagente 1

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ 0,2 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de tioacetamida 10% m/v, 3 gotas de solução de HCl 1 mol/L e aquecer em banho-maria;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de KOH 2 mol/L;
7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
8. Repetir as etapas de 1 a 5;
9. Adicionar ao precipitado cerca de 4 gotas de HNO_3 concentrado e aquecer em banho-maria;
10. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 2

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ 0,2 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_3 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NH_3 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 3

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ 0,2 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NaOH 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NaOH 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 4

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ 0,2 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de KI 0,5 mol/L;

3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de KI 0,5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 5 – Não realizar este teste

• Reagente 6 – Não realizar este teste

• Reagente 7

1. Colocar uma gota de solução de NaOH 1 mol/L e uma gota de solução de SnCl_2 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ 0,2 mol/L;
3. Adicionar excesso de solução de NaOH 1 mol/L;
4. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

TABELA 2

Testes de identificação para os cátions do Grupo IIA

Reagente	Cátion			
	Hg^{2+}	Cu^{2+}	Cd^{2+}	Bi^{3+}
1) $\text{H}_2\text{S} + \text{HCl}$ (1 mol/L) + Δ				
ppt + KOH (2 mol/L)				
ppt + HNO_3 (conc.) + Δ				
2) NH_3 (1 mol/L)				
ppt + NH_3 (5 mol/L) em excesso				
3) NaOH (1 mol/L)				
ppt + NaOH (5 mol/L) em excesso				
4) KI (0,5 mol/L)				
ppt + KI (0,5 mol/L) em excesso				
5) $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ (0,025 mol/L)	Não realizar este teste		Não realizar este teste	Não realizar este teste
6) SnCl_2 (0,25 mol/L)		Não realizar este teste	Não realizar este teste	Não realizar este teste
ppt + SnCl_2 (0,25 mol/L) em excesso		Não realizar este teste	Não realizar este teste	Não realizar este teste
7) $[\text{Sn}(\text{OH})_4]^{2-}$ (SnCl_2 (0,25 mol/L) + NaOH (1 mol/L) em excesso	Não realizar este teste	Não realizar este teste	Não realizar este teste	

Você sabia que:

A espécie mais tóxica do mercúrio, o metilmercúrio, surge a partir da biotransformação do Hg despejado na natureza durante a garimpagem do ouro ou proveniente de outras fontes, sendo incorporado à cadeia alimentar por meio de peixes.

4- PROCEDIMENTO PARA OS TESTES DE IDENTIFICAÇÃO DOS CÁTIOS DO GRUPO IIB

Para a realização desta tarefa você vai precisar de tubos de ensaio, conta-gotas ou pipetas Pasteur, centrífuga, chapa de aquecimento e os reagentes listados na Tabela 3. Após a realização de cada teste, anote suas observações nessa tabela.

4.1 - Arsênio(III) (As^{3+})

• Reagente 1

1. Colocar 3 gotas de solução de Na_3AsO_3 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de tioacetamida 10% m/v, 3 gotas de solução de HCl 1 mol/L e aquecer em banho-maria;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de KOH 2 mol/L;
7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
8. Repetir as etapas de 1 a 5;
9. Adicionar ao precipitado cerca de 4 gotas de HCl concentrado e aquecer em banho-maria;
10. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 2

1. Colocar 3 gotas de solução de Na_3AsO_3 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_3 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NH_3 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 3

1. Colocar 3 gotas de solução de Na_3AsO_3 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NaOH 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;

4. Adicionar excesso de solução de NaOH 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 4

1. Colocar 3 gotas de solução de Na_3AsO_3 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de AgNO_3 0,1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 5

1. Colocar 3 gotas de solução de Na_3AsO_3 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de mistura magnesiânica;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 6

1. Colocar 3 gotas de solução de Na_3AsO_3 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de CuSO_4 0,25 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 7

1. Colocar 3 gotas de solução de Na_3AsO_3 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de triiodeto 0,05 mol/L e 3 gotas de solução de HCl 5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 8

1. Colocar 3 gotas de solução de Na_3AsO_3 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de KI 0,5 mol/L e 3 gotas de solução de HCl 5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 9 – Não realizar este teste

• Reagente 10 – Não realizar este teste

4.2 - Arsênio(V) (As^{5+})

• Reagente 1

1. Colocar 3 gotas de solução de Na_3AsO_4 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de tioacetamida 10% m/v, 3 gotas de solução de HCl 1 mol/L e aquecer em banho-maria;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de KOH 2 mol/L;
7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
8. Repetir as etapas de 1 a 5;
9. Adicionar ao precipitado cerca de 4 gotas de HCl concentrado e aquecer em banho-maria;
10. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 2

1. Colocar 3 gotas de solução de Na_3AsO_4 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_3 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NH_3 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 3

1. Colocar 3 gotas de solução de Na_3AsO_4 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NaOH 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NaOH 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 4

1. Colocar 3 gotas de solução de Na_3AsO_4 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;

2. Adicionar 3 gotas de solução de AgNO_3 0,1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 5

1. Colocar 3 gotas de solução de Na_3AsO_4 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de mistura magnesiânica;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 6 – Não realizar este teste

• Reagente 7

1. Colocar 3 gotas de solução de Na_3AsO_4 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de triiodeto 0,05 mol/L e 3 gotas de solução de HCl 5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 8

1. Colocar 3 gotas de solução de Na_3AsO_4 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de KI 0,5 mol/L e 3 gotas de solução de HCl 5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 9 – Não realizar este teste

• Reagente 10 – Não realizar este teste

4.3 - Antimônio(III) (Sb^{3+})

• Reagente 1

1. Colocar 3 gotas de solução de SbCl_3 0,2 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de tioacetamida 10% m/v, 3 gotas de solução de HCl 1 mol/L e aquecer em banho-maria;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de KOH 2 mol/L;

7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
8. Repetir as etapas de 1 a 5;
9. Adicionar ao precipitado cerca de 4 gotas de HCl concentrado e aquecer em banho-maria;
10. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 2**

1. Colocar 3 gotas de solução de SbCl_3 0,2 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_3 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NH_3 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 3**

1. Colocar 3 gotas de solução de SbCl_3 0,2 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NaOH 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NaOH 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 4 – Não realizar este teste**

• **Reagente 5 – Não realizar este teste**

• **Reagente 6 – Não realizar este teste**

• **Reagente 7 – Não realizar este teste**

• **Reagente 8**

1. Colocar 3 gotas de solução de SbCl_3 0,2 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de KI 0,5 mol/L e 3 gotas de solução de HCl 5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 9 – Não realizar este teste

• Reagente 10 – Não realizar este teste

4.4 - Antimônio(V) (Sb^{5+})

• Reagente 1

1. Colocar 3 gotas de solução de KH_2SbO_4 0,2 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de tioacetamida 10% m/v, 3 gotas de solução de HCl 1 mol/L e aquecer em banho-maria;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de KOH 2 mol/L;
7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
8. Repetir as etapas de 1 a 5;
9. Adicionar ao precipitado cerca de 4 gotas de HCl concentrado e aquecer em banho-maria;
10. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 2

1. Colocar 3 gotas de solução de KH_2SbO_4 0,2 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_3 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NH_3 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 3

1. Colocar 3 gotas de solução de KH_2SbO_4 0,2 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NaOH 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NaOH 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

- Reagente 4 – Não realizar este teste
- Reagente 5 – Não realizar este teste
- Reagente 6 – Não realizar este teste
- Reagente 7 – Não realizar este teste
- Reagente 8
 1. Colocar 3 gotas de solução de KH_2SbO_4 0,2 mol/L em um tubo de ensaio;
 2. Adicionar 3 gotas de solução de KI 0,5 mol/L e 3 gotas de solução de HCl 5 mol/L;
 3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.
- Reagente 9 – Não realizar este teste
- Reagente 10 – Não realizar este teste

4.5 – Estanho(II) (Sn^{2+})

- Reagente 1
 1. Colocar 3 gotas de solução de SnCl_2 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
 2. Adicionar 3 gotas de solução de tioacetamida 10% m/v, 3 gotas de solução de HCl 1 mol/L e aquecer em banho-maria;
 3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
 4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
 5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
 6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de KOH 2 mol/L;
 7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
 8. Repetir as etapas de 1 a 5;
 9. Adicionar ao precipitado cerca de 4 gotas de HCl concentrado e aquecer em banho-maria;
 10. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.
- Reagente 2
 1. Colocar 3 gotas de solução de SnCl_2 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
 2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_3 1 mol/L;

3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NH_3 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 3**

1. Colocar 3 gotas de solução de SnCl_2 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NaOH 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NaOH 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 4 – Não realizar este teste**

• **Reagente 5 – Não realizar este teste**

• **Reagente 6 – Não realizar este teste**

• **Reagente 7 – Não realizar este teste**

• **Reagente 8 – Não realizar este teste**

• **Reagente 9**

1. Colocar 3 gotas de solução de SnCl_2 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de HgCl_2 0,25 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 10**

1. Colocar 3 gotas de solução de SnCl_2 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ 0,2 mol/L e 3 gotas de solução de NaOH 5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

TABELA 3

Testes para identificação dos cátions do Grupo IIB

Reagente	Cátion				
	As ³⁺	As ⁵⁺	Sb ³⁺	Sb ⁵⁺	Sn ²⁺
1) H ₂ S + HCl(1mol/L)+Δ					
ppt + KOH (2 mol/L)					
ppt + HCl (conc.) + Δ					
2) NH ₃ (1 mol/L)					
ppt + NH ₃ (5 mol/ L) em excesso					
3) NaOH (1 mol/L)					
ppt + NaOH (5 mol/L) em excesso					
4) AgNO ₃ (0,1 mol/L)			Não realizar este teste	Não realizar este teste	Não realizar este teste
5) Mistura magne- siana			Não realizar este teste	Não realizar este teste	Não realizar este teste
6) CuSO ₄ (0,25 mol/L)		Não realizar este teste	Não realizar este teste	Não realizar este teste	Não realizar este teste
7) I ₃ ⁻ (0,05 mol/L) + HCl (5 mol/L)			Não realizar este teste	Não realizar este teste	Não realizar este teste
8) KI (0,5 mol/L) + HCl (5 mol/L)					Não realizar este teste
9) HgCl ₂ (0,25 mol/L)	Não realizar este teste	Não realizar este teste	Não realizar este teste	Não realizar este teste	
10) Bi(NO ₃) ₃ (0,2 mol/L) + NaOH (5mol/L)	Não realizar este teste	Não realizar este teste	Não realizar este teste	Não realizar este teste	

Você sabia que:

O arsênio é utilizado na fabricação de inseticidas e rodenticidas. O envenenamento agudo por As leva ao coma e à morte. As intoxicações crônicas resultam em distúrbios neurológicos, fraqueza muscular, perda de apetite, náuseas, hiperpigmentação e queratoses.

5- PROCEDIMENTO PARA SEPARAÇÃO E IDENTIFICAÇÃO DOS CÁTIOS DO GRUPO II

Objetivos

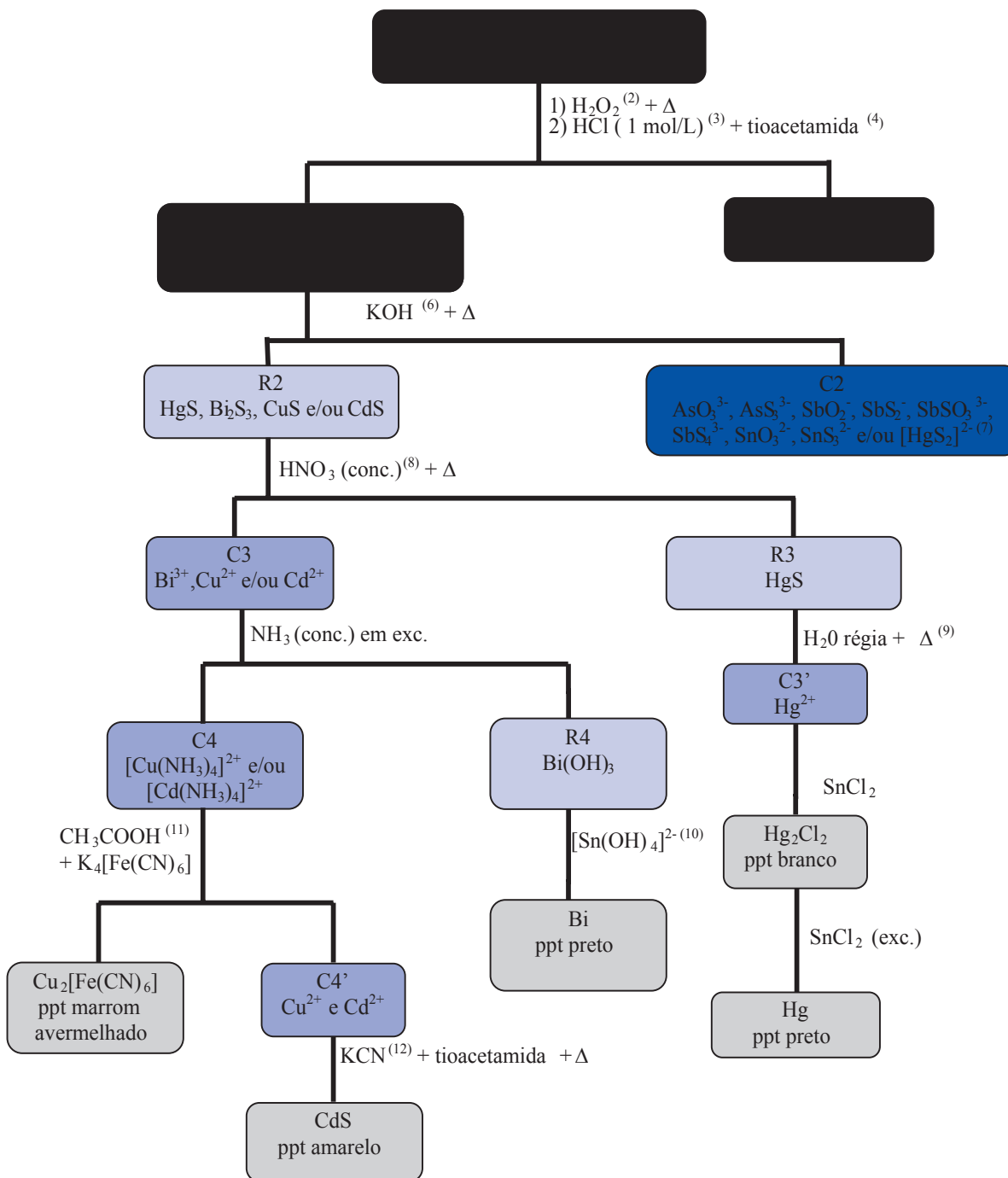
- Escrever as equações que descrevem as reações químicas de cada cátion com os reagentes utilizados em cada etapa do processo;
- Identificar os equilíbrios envolvidos em cada etapa da separação;
- Observar o uso dos reagentes seletivos para identificar cada cátion separado;
- Identificar as características físicas dos produtos formados nas reações.

Para executar o esquema de separação e identificação dos cátions do Grupo I você deve usar o mesmo material (tubos de ensaio, centrífuga, conta-gotas, etc.) e as mesmas quantidades dos reagentes e da solução problema (3 gotas de cada ou a quantidade indicada no esquema) dos procedimentos de identificação dos cátions.

5.1- Esquema de separação do Grupo II

Antes de dar início ao processo de separação e identificação você deve ler atentamente o esquema para realização da separação, as observações relativas a este esquema (item 5.2).

Esquema de separação do Grupo II



— Essa separação pode ser opcional

— Solúvel

— Insolúvel

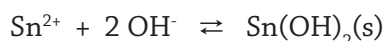
— Cátions Identificados

5.2 - Observações relativas ao esquema de separação

- (1) - Antes de dar início à análise, verificar e anotar o aspecto da solução problema (SP) quanto à cor, presença de depósito, turbidez e pH.
- (2) - A solução de H_2O_2 é adicionada para oxidar Sn^{2+} a Sn^{4+} , levando à precipitação apenas de SnS_2 . O excesso de H_2O_2 deverá ser decomposto por ebulição, antes da adição da tioacetamida, pois uma quantidade de enxofre (precipitado amarelo) pode ser precipitada, devido à oxidação dos íons S^{2-} . A subsequente separação dos Grupos IIA e IIB, por meio do KOH, pode ser mais completa dessa forma, já que o SnS_2 se dissolve completamente, enquanto o SnS só se dissolve parcialmente neste reagente.
- (3) - É importante que a concentração de HCl seja próxima de 1 mol/L. Em concentrações mais altas de ácido, o Pb(II) , Cd(II) e Sn(II) não serão completamente precipitados. Se a acidez for muito baixa, os sulfetos do Grupo III podem ser precipitados.
- (4) - A solução de tioacetamida é usada para gerar o H_2S , ao invés de borbulhar diretamente o gás na solução. A reação do $\text{H}_2\text{S(aq)}$ com os íons As^{5+} leva a uma mistura de sulfeto de arsênio(III) (As_2S_3) e enxofre (S).



- (5) - Como na separação dos cátions do Grupo I, aqui também todos os resíduos devem ser lavados antes de prosseguir com os testes.
- (6) - O KOH é preferível ao NaOH, visto que o antimonato de sódio, Na_3SbO_4 , é pouco solúvel.
- (7) - Na presença de H_2S , alguma quantidade do HgS se dissolve. Portanto, caso o íon mercúrio(II) esteja presente na solução problema poderá ser detectado tanto no Grupo IIA como no Grupo IIB.
- (8) - O HNO_3 concentrado a quente dissolve os sulfetos de cobre, cádmio e bismuto pelo seu poder oxidante; o mesmo não acontece com o ácido clorídrico.
- (9) - O aquecimento tem como objetivo eliminar o excesso da água-régia e evitar a interferência no teste do mercúrio.
- (10) - A solução de estanito de sódio tem que ser preparada no momento do uso. Em um tubo de ensaio, colocar algumas gotas de solução de cloreto de estanho(II) e adicionar solução de hidróxido de sódio 5 mol/L até formação de precipitado. Adicionar excesso de solução de hidróxido até dissolução do precipitado formado.



- (11) - O ácido acético decompõe o complexo azul de $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ em Cu^{2+} , que, por sua vez, é precipitado pelo $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$.
- (12) - Se os íons Cu^{2+} estiverem ausentes não há necessidade da adição do KCN, caso contrário, o KCN tem que ser adicionado para haver a formação do complexo tetracianocuprato(I), $[\text{Cu}(\text{CN})_4]^{3-}$, altamente estável, de modo que o H_2S adicionado, posteriormente, não produzirá nenhum precipitado com o cobre. O complexo formado com os íons Cd^{2+} e os íons CN^- é menos estável do que o respectivo sulfeto; assim, caso o cádmio esteja presente, será formado um precipitado amarelo de sulfeto de cádmio, mesmo na presença dos íons cobre.
- (13) - A adição do peróxido tem como finalidade a oxidação do As(III) a As(V) para permitir o teste com a mistura magnésiana.
- (14) - Quando se adiciona o $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$, na presença de amônia, forma-se um complexo altamente estável de trioxalatoestano(IV), com o qual o H_2S não produz precipitado. Assim, o antimônio pode ser precipitado sem a interferência do estanho.
- (15) - O ferro é adicionado, na forma de limalha, para reduzir Sn^{4+} a Sn^{2+} e, assim, permitir o teste com o HgCl_2 .

AUTO-AVALIAÇÃO

Ao final dessa aula você deverá ser capaz de:

- 1- Saber quais são os cátions pertencentes ao Grupo II.
- 2- Saber qual é o reagente de grupo para estes cátions.
- 3- Saber como separar o Grupo IIA do Grupo IIB.
- 4- Distinguir as reações mais seletivas para cada cátion.
- 5- Reconhecer os reagentes usados para caracterizar os cátions após a separação.
- 6- Fazer um resumo explicativo da separação e identificação dos cátions do Grupo II seguindo o modelo do Grupo I.

AULA 3

IDENTIFICAÇÃO E SEPARAÇÃO DOS CÁTIONS DO GRUPO III

Objetivos

- Escrever as equações que descrevem as reações químicas de cada cátion com os reagentes utilizados nos testes;
- Identificar os equilíbrios envolvidos em cada reação, isto é, equilíbrio ácido-base, solubilidade, complexação e oxirredução;
- Identificar os reagentes seletivos a cada cátion;
- Identificar as características físicas dos produtos formados nas reações;
- Observar atentamente os cátions envolvidos em cada grupo e o respectivo reagente de grupo.

1- INTRODUÇÃO

- ❖ **Ferro:** Elemento metálico de transição, prateado, maleável e dúctil. As principais fontes são os minérios hematita (Fe_2O_3), magnetita (Fe_3O_4), limonita ($\text{FeO}(\text{OH})_n \cdot \text{H}_2\text{O}$), ilmenita (FeTiO_3), siderita (FeCO_3) e pirita (FeS_2). O metal é fundido em ambiente redutor em forno e depois é processado para obtenção de ferro e de vários tipos de aço. O elemento é o quarto mais abundante na crosta terrestre. O ferro é muito reativo sendo oxidado pelo ar úmido, deslocando o hidrogênio de ácidos diluídos e se combinando com elementos não metálicos. Forma sais iônicos e numerosos complexos nos estados de oxidação +2 e +3.

Nos organismos vivos é essencial como elemento em nível de traços. Nos vertebrados aparece como íon ferro(II) na molécula de hemoglobina do sangue que faz o transporte de oxigênio dos pulmões para o tecido e do dióxido de carbono das células para os pulmões. O corpo de uma pessoa adulta normal contém cerca de 3 gramas de ferro, a maior parte dele na hemoglobina.

- ❖ **Alumínio:** Elemento metálico, prateado, claro e brilhante. O metal é muito reativo, mas é protegido por uma fina camada transparente de óxido que se forma rapidamente no ar. O alumínio e seus óxidos são anfóteros. O metal é extraído da bauxita purificada ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) por eletrólise. É o terceiro elemento mais abundante na crosta terrestre (8,1% em massa). O alumínio puro

é mole e dúctil, mas sua resistência pode ser aumentada por tratamento adequado. São produzidas muitas ligas de alumínio contendo vários elementos, inclusive cobre, manganês, silício, zinco e magnésio. Sua leveza, resistência mecânica (em ligas), resistência à corrosão e condutividade elétrica (62% da condutividade do cobre) o tornam adequado para muitas finalidades, inclusive na construção de veículos, aeronaves, construção civil (estruturas, portas, janelas e esquadrias) e cabos condutores.

- ❖ **Crômio:** Elemento de transição metálico, duro e prateado. O principal minério é a cromita (FeCr_2O_4). O metal é extraído por aquecimento de cromita com cromato de sódio, a partir do qual o cromo pode ser obtido por eletrólise. A cromita também pode ser aquecida com carbono em forno elétrico para dar ferrocromo que é usado em ligas de aço. O metal também é usado em camadas de revestimento metálico eletrodepositadas, como efeito decorativo e brilhante, e na produção de certos compostos de cromo. À temperatura ambiente, o metal é resistente à corrosão. Reage com ácidos clorídrico e sulfúrico diluídos para dar sais de cromo(II).
- ❖ **Níquel:** Elemento de transição metálico, prateado, maleável e dúctil. É encontrado nos minerais nicolita (NiAs), pentlandita ($(\text{Fe,Ni})_9\text{S}_8$), pirrotita ($(\text{Fe,Ni})\text{S}$) e garnierita ($(\text{Ni,Mg})_6(\text{OH})_6\text{Si}_4\text{O}_{10}\cdot\text{H}_2\text{O}$). O níquel também está presente em alguns meteoritos de ferro (até 20%). Os principais compostos são formados com níquel no estado de oxidação +2. O níquel metálico é usado em aços especiais e Invar e, sendo magnético, em ligas metálicas como Mumetal. Também é eficiente catalisador particularmente de reações de hidrogenação.
- ❖ **Cobalto:** Elemento metálico de transição cinza claro. Pequenas quantidades de cobalto metálico estão presentes em meteoritos, mas sua principal fonte são os minerais cobaltita (CoAsS), esmalta (CoAs_3) e eritrita ou flores de cobalto ($\text{Co}_3(\text{AsO}_4)_2\cdot 8\text{H}_2\text{O}$), e também ocorre associado a cobre e níquel nos sulfetos e arsenetos. O cobalto é importante componente de ligas metálicas. É usado em aços inoxidáveis e em ligas resistentes à oxidação em altas temperaturas, para hélices de turbinas e ferramentas de corte. O metal é oxidado por ar quente e também reage com carbono, fósforo, enxofre e ácidos minerais diluídos. Sais de cobalto, geralmente nos estados de oxidação II e III, dão cor azul brilhante aos vidros e cerâmicas. Papel impregnado com cloreto de cobalto(II) anidro é um teste qualitativo para água e tinta sensível à temperatura. Pequenas quantidades de sais de cobalto são essenciais para a dieta equilibrada de mamíferos. O ^{60}Co produzido artificialmente é um traçador radioativo e agente de tratamento de câncer (radioterapia).
- ❖ **Manganês:** Elemento metálico de transição, de cor cinza e maleável. As principais fontes são pirolusita ou manganês

mole (MnO_2), psilomelana ou manganês duro ($\text{MnO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) e rodocrosita (MnCO_3). O elemento é bastante eletropositivo e reage com água e ácidos diluídos dando hidrogênio. Quando aquecido combina com oxigênio, nitrogênio e com outros metais. Sais de manganês contêm o elemento nos estados de oxidação +2 e +3. Os sais de manganês(II) são mais estáveis. Também forma compostos em estados de oxidação mais altos, como óxido de manganês(V) e sais de manganato(VI) e permanganato(VII).

- ❖ **Zinco:** Elemento metálico de transição branco azulado. Ocorre na esfarelita (ou blenda de zinco, ZnS) que é encontrada associada ao sulfeto de chumbo e à smithsonita (ZnCO_3). O metal é usado na galvanização e em várias ligas. Quimicamente é um metal reativo que combina com oxigênio e com outros não metais. Reage com ácidos diluídos liberando hidrogênio. Também dissolve em álcalis dando os zincatos. Na maioria dos seus compostos ocorre como o íon Zn^{2+} .

2- ASPECTOS GERAIS DO GRUPO III

2.1 - Reagente de grupo: sulfeto de hidrogênio, H_2S , na presença de amônia e cloreto de amônio ou solução de sulfeto de amônio.

O meio para a precipitação tem que ser tamponado, em pH 9, pois os cátions Al^{3+} , Cr^{3+} e Fe^{3+} , cujos sulfetos se hidrolisam e formam hidróxidos, consomem íons OH^- , e assim o meio poderá se tornar muito ácido e impedir a precipitação completa dos cátions do Grupo III. Por outro lado, os íons cloreto introduzidos no meio evitam a formação de colóides, nos casos em que isso possa acontecer; como, por exemplo, o S coloidal azul proveniente da reação: $\text{Fe}^{3+} + \text{H}_2\text{S} \rightleftharpoons \text{Fe}^{2+} + 2\text{H}^+ + \text{S(s)}$

Neste grupo, também, a solução de *tioacetamida* é usada para precipitar os sulfetos ao invés de borbulhar o gás H_2S diretamente na solução amostra, pelos mesmos motivos expostos no Grupo II.

2.2 - Reação do grupo: formação de precipitados de cores diferentes.

Preto: FeS , Fe_2S_3 , NiS e CoS

Verde: Cr(OH)_3

Branco: Al(OH)_3 e ZnS

Marrom avermelhado: Fe(OH)_3

Rosa: MnS

2.3 - Características do grupo: os cátions do Grupo III formam sulfetos pouco solúveis com o H_2S . Os valores de seus K_{ps} são bem maiores do que os sulfetos do Grupo

II e, portanto, só são precipitados quando a solução for mantida básica.

$$\begin{aligned} K_{ps}(\text{FeS}) &= 5,0 \times 10^{-18} \\ K_{ps}(\text{MnS}) &= 2,5 \times 10^{-13} \\ K_{ps}(\text{ZnS}) &= 1,0 \times 10^{-21} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} K_{ps}(\text{NiS}) &= 3,2 \times 10^{-19} \\ K_{ps}(\text{CoS}) &= 4,0 \times 10^{-21} \end{aligned}$$

Os cátions Al(III) e Cr(III) formam sulfetos que sofrem hidrólise completa em solução aquosa e, portanto, são precipitados como hidróxidos e não como sulfetos. Os respectivos sulfetos só podem ser preparados em estado seco.

$$K_{ps}(\text{Al}(\text{OH})_3) = 1,0 \times 10^{-32} \text{ e } K_{ps}(\text{Cr}(\text{OH})_3) = 6,3 \times 10^{-31}.$$

Por outro lado, o H_2S é capaz de reduzir Fe^{3+} a Fe^{2+} , e o FeS úmido, quando exposto ao ar, é oxidado a hidróxido de ferro(III) marrom ($K_{ps} = 3,2 \times 10^{-38}$).

Outros íons que também formam sulfetos ou hidróxidos em soluções alcalinas incluem o Be(II), os cátions dos lantanídeos e dos actínídeos e os cátions trivalentes de gálio, índio, tálio, escândio e ítrio.

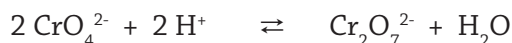
Os cátions do Grupo III são, tradicionalmente, divididos em 2 sub-grupos: Grupo IIIA ou subgrupo do ferro e o Grupo IIIB ou subgrupo do zinco. Esta divisão é baseada na formação de hidróxidos pela solução de amônia, na presença de um excesso de cloreto de amônio.

* Grupo IIIA: os cátions deste grupo formam hidróxidos em solução de amônia, na presença de um excesso de cloreto de amônio. Fazem parte deste grupo os cátions Fe(II), Fe(III), Cr(III) e Al(III).

Os sais de Fe(II) em solução contêm o íon Fe^{2+} e, normalmente, apresentam uma coloração verde clara. Os íons Fe^{2+} são facilmente oxidados a Fe^{3+} , principalmente em soluções básicas, quando até mesmo o oxigênio atmosférico oxidará estes íons. Os sais de ferro(III) são mais estáveis, e em suas soluções estão presentes os cátions Fe^{3+} , de coloração amarelo clara.

Os íons Al^{3+} formam sais incolores com ânions incolores. Os seus *halogenetos*, *nitrato* e *sulfato* são solúveis em água. Os *hidróxidos* apresentam caráter anfótero, isto é, se solubilizam tanto em ácidos como em bases.

Em soluções aquosas, o cromo forma 3 tipos de íons: os cátions crômio(II) e (III) e o ânion cromato (e dicromato), no qual o cromo tem o estado de oxidação +6. Os íons Cr^{2+} formam soluções de cor azul, mas são altamente instáveis e, por isso, não serão considerados. Os íons Cr(III) são estáveis, e aparecem em solução nas formas de complexo tetraaquaclorocromio(II), $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_4\text{Cl}]^+$, ou pentaquaclorocromio(III), $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_5\text{Cl}]^{2+}$, de cor verde, ou como íon hexaaquacromio(III), $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$, de cor violeta. Os íons cromato são amarelos, enquanto os dicromatos têm uma cor laranja. Os cromatos são facilmente transformados em dicromato pela adição de ácidos:



Os *hidróxidos* de crômio(III) também apresentam caráter anfótero.

* Grupo IIIB: os cátions deste grupo não formam precipitados com solução de amônia e excesso de cloreto de amônio. Fazem parte deste grupo os cátions Co(II), Ni(II), Mn(II) e Zn(II). A presença de grande quantidade de NH_4Cl desloca o equilíbrio da amônia para a esquerda, pelo efeito do íon comum, diminuindo, assim, a concentração de íons OH^- no meio e, portanto, os K_{ps} dos respectivos hidróxidos não são alcançados.

Em soluções aquosas de compostos de cobalto (II), os íons vermelhos de Co^{2+} estão presentes. Os compostos anidros ou não dissociados de Co(II) são azuis.

Os sais dissolvidos de Ni(II) são verdes devido à cor do complexo hexaaquaníquel(II), $[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$.

Os íons manganês apresentam 5 estados de oxidação: +2, +3, +4, +6 e +7. No entanto, apenas os compostos de manganês(II) e (VIII) e o MnO_2 são estáveis. Os sais de Mn(II) são incolores; contudo, se o composto contiver água de cristalização, e em soluções, são ligeiramente rosa, devido à presença do íon hexaaquamanganês(II), $[\text{Mn}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$. Os compostos de manganês(VII) contêm o íon permanganato, MnO_4^- . Os permanganatos alcalinos são estáveis, produzindo soluções de cor violeta.

Os íons zinco se apresentam em solução na forma de Zn^{2+} , incolores. Seus *hidróxidos* apresentam caráter anfótero como os hidróxidos de alumínio e crômio.

3- PROCEDIMENTO PARA OS TESTES DE IDENTIFICAÇÃO DOS CÁTIOS DO GRUPO IIIA

Para a realização desta tarefa você vai precisar de tubos de ensaio, conta-gotas ou pipetas Pasteur, centrífuga, chapa de aquecimento e os reagentes listados na Tabela 4. Após a realização de cada teste, anote suas observações nessa tabela.

3.1 - Ferro (Fe^{3+})

• Reagente 1

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de tioacetamida 10% m/v, 3 gotas de solução de NH_3 5 mol/L, 3 gotas de solução de NH_4Cl 5 mol/L e aquecer em banho-maria;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;

6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de HCl 1 mol/L;
7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 2

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_3 5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NH_3 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 3

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_3 5 mol/L e excesso de solução de NH_4Cl 5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 4

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NaOH 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NaOH 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 5

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_4SCN 0,1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 6

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 0,025 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 7 – Não realizar este teste

• Reagente 8 – Não realizar este teste

3.2 - Alumínio (Al^{3+})

• Reagente 1

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de tioacetamida 10% m/v, 3 gotas de solução de NH_3 5 mol/L, 3 gotas de solução de NH_4Cl 5 mol/L e aquecer em banho-maria;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de HCl 1 mol/L;
7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 2

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_3 5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NH_3 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 3

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_3 5 mol/L e excesso de solução de NH_4Cl 5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 4

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NaOH 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;

4. Adicionar excesso de solução de NaOH 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 5 – Não realizar este teste

• Reagente 6 – Não realizar este teste

• Reagente 7

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NaOH 5 mol/L e 3 gotas de solução de aluminon 0,1% m/v;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 8 – Não realizar este teste

3.3 - Crômio (Cr^{3+})

• Reagente 1

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3$ 0,2 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de tioacetamida 10% m/v, 3 gotas de solução de NH_3 5 mol/L, 3 gotas de solução de NH_4Cl 5 mol/L e aquecer em banho-maria;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de HCl 1 mol/L;
7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 2

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3$ 0,2 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_3 5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NH_3 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 3

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3$ 0,2 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_3 5 mol/L e excesso de solução de NH_4Cl 5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 4

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3$ 0,2 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NaOH 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NaOH 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 5 – Não realizar este teste**• Reagente 6 – Não realizar este teste****• Reagente 7 – Não realizar este teste****• Reagente 8**

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3$ 0,2 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar excesso de solução de NaOH 5 mol/L e 3 gotas de H_2O_2 20 volumes;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

Você sabia que:

Nas estações de tratamento da água, a coagulação envolve a adição do alúmen de potássio, $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2$, visando à precipitação do hidróxido de alumínio $[\text{Al}(\text{OH})_3]$ e o conseqüente arraste das pequenas partículas em suspensão. Por outro lado, uma elevada concentração de alumínio na água pode ser nociva à saúde humana. Assim, eleva-se o pH da água tratada, para assegurar sua precipitação como $\text{Al}(\text{OH})_3$.

TABELA 4

Testes para a identificação dos cátions do Grupo IIIA

Reagente	Cátion		
	Fe^{3+}	Al^{3+}	Cr^{3+}
1) $\text{H}_2\text{S} + \text{NH}_3$ (5 mol/L) + NH_4Cl (5 mol/L)			
ppt + HCl (1mol/L)			
2) NH_3 (5 mol/L)			
ppt + NH_3 (5 mol/L) em excesso			
3) NH_3 (5mol/L) + NH_4Cl (5 mol/L) em excesso			
4) NaOH (1 mol/L)			
ppt + NaOH (5 mol/L) em excesso			
5) NH_4SCN (0,1 mol/L)		Não realizar este teste	Não realizar este teste
6) $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ (0,1 mol/L)		Não realizar este teste	Não realizar este teste
7) NaOH (5 mol/L) + Aluminon (0,1% m/v)	Não realizar este teste		Não realizar este teste
8) NaOH (5 mol/L) em excesso + H_2O_2 (20 volumes)	Não realizar este teste	Não realizar este teste	

4- PROCEDIMENTO PARA OS TESTES DE IDENTIFICAÇÃO DOS CÁTIONS DO GRUPO IIIB

Para a realização desta tarefa você vai precisar de tubos de ensaio, conta-gotas ou pipetas Pasteur, centrífuga, chapa de aquecimento e os reagentes listados na Tabela 5. Após a realização de cada teste, anote suas observações nessa tabela.

4.1 - Cobalto (Co^{2+})

• Reagente 1

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;

2. Adicionar 3 gotas de solução de tioacetamida 10% m/v, 3 gotas de solução de NH_3 5 mol/L, 3 gotas de solução de NH_4Cl 5 mol/L e aquecer em banho-maria;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de HCl 1 mol/L;
7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 2**

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_3 5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NH_3 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 3**

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_3 5 mol/L e excesso de solução de NH_4Cl 5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 4**

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NaOH 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NaOH 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 5**

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar uma pitada de NH_4SCN sólido;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 6 – Não realizar este teste

• Reagente 7 – Não realizar este teste

• Reagente 8 – Não realizar este teste

4.2 - Níquel (Ni^{2+})

• Reagente 1

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de tioacetamida 10% m/v, 3 gotas de solução de NH_3 5 mol/L, 3 gotas de solução de NH_4Cl 5 mol/L e aquecer em banho-maria;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de HCl 1 mol/L;
7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 2

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_3 5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NH_3 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 3

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_3 5 mol/L e excesso de solução de NH_4Cl 5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 4

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NaOH 1 mol/L;

3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NaOH 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 5 – Não realizar este teste

• Reagente 6

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de dimetilglioxima 1% m/v e 3 gotas de solução de NH_3 5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 7 – Não realizar este teste

• Reagente 8 – Não realizar este teste

4.3 - Manganês (Mn^{2+})

• Reagente 1

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de tioacetamida 10% m/v, 3 gotas de solução de NH_3 5 mol/L, 3 gotas de solução de NH_4Cl 5 mol/L e aquecer em banho-maria;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de HCl 1 mol/L;
7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 2

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_3 5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NH_3 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 3

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_3 5 mol/L e excesso de solução de NH_4Cl 5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 4

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NaOH 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NaOH 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 5 – Não realizar este teste**• Reagente 6 – Não realizar este teste****• Reagente 7**

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar uma gota de HNO_3 concentrado;
3. Adicionar uma pitada de NaBiO_3 sólido;
4. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 8 – Não realizar este teste**4.4 - Zinco (Zn^{2+})****• Reagente 1**

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de tioacetamida 10% m/v, 3 gotas de solução de NH_3 5 mol/L, 3 gotas de solução de NH_4Cl 5 mol/L e aquecer em banho-maria;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;

5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de HCl 1 mol/L;
7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 2**

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_3 5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NH_3 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 3**

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_3 5 mol/L e excesso de solução de NH_4Cl 5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 4**

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NaOH 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NaOH 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 5 – Não realizar este teste**

• **Reagente 6 – Não realizar este teste**

• **Reagente 7 – Não realizar este teste**

• **Reagente 8**

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 0,025 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

TABELA 5

Testes para a identificação dos cátions do Grupo IIIB

Reagente	Cátion			
	Co ²⁺	Ni ²⁺	Mn ²⁺	Zn ²⁺
1) H ₂ S + NH ₃ (5 mol/L) + NH ₄ Cl (5mol/L) + Δ				
ppt + HCl (1 mol/L)				
2) NH ₃ (5 mol/L)				
ppt + NH ₃ (5 mol/L) em excesso				
3) NH ₃ (5 mol/L) + NH ₄ Cl (5 mol/L) em excesso				
4) NaOH(1 mol/L)				
ppt + NaOH (5 mol/L) em excesso				
5) NH ₄ SCN sólido		Não realizar este teste	Não realizar este teste	Não realizar este teste
6) Dimetilglioxima (1% m/v) + NH ₃ (5 mol/L)	Não realizar este teste		Não realizar este teste	Não realizar este teste
7) HNO ₃ (conc.) + NaBiO ₃ sólido	Não realizar este teste	Não realizar este teste		Não realizar este teste
8) K ₄ [Fe(CN) ₆] (0,025 mol/L)	Não realizar este teste	Não realizar este teste	Não realizar este teste	

Você sabia que:

Para tratamento de efluentes contendo metais pesados (Pb, Cd, Zn, Cu, Hg, Sn, etc.), a precipitação na forma de sulfetos é um dos métodos mais utilizados, pois apresenta boa eficiência de remoção.

5- PROCEDIMENTO PARA SEPARAÇÃO E IDENTIFICAÇÃO DOS CÁTIOS DO GRUPO III

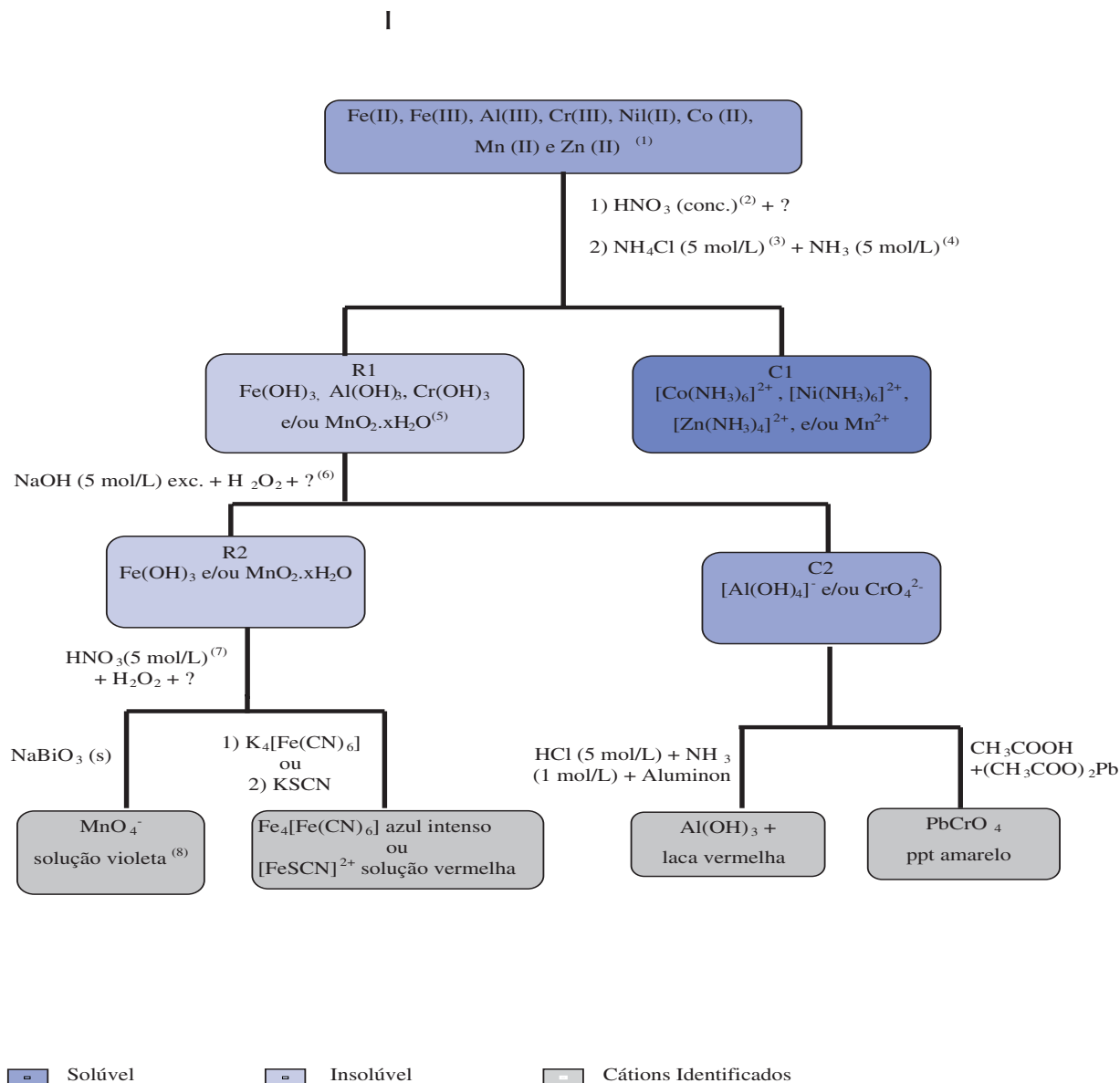
Objetivos

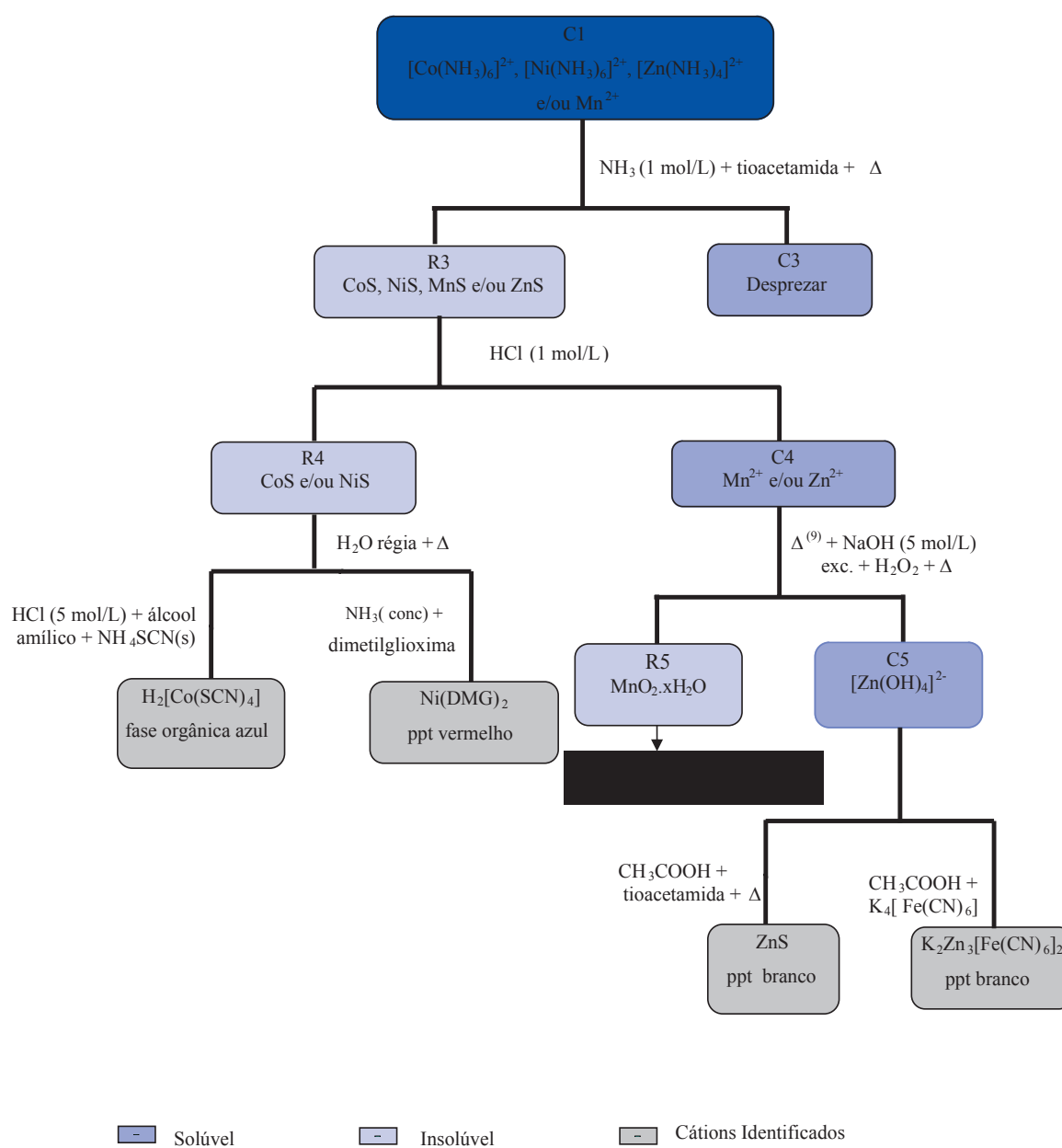
- Escrever as equações que descrevem as reações químicas de cada cátion com os reagentes utilizados em cada etapa do processo;
- Identificar os equilíbrios envolvidos em cada etapa da separação;
- Observar o uso dos reagentes seletivos para identificar cada cátion separado;
- Identificar as características físicas dos produtos formados nas reações.

Para executar o esquema de separação e identificação dos cátions do Grupo I você deve usar o mesmo material (tubos de ensaio, centrífuga, conta-gotas, etc.) e as mesmas quantidades dos reagentes e da solução problema (3 gotas de cada ou a quantidade indicada no esquema) dos procedimentos de identificação dos cátions.

5.1- Esquema de separação do Grupo III

Antes de dar início ao processo de separação e identificação você deve ler atentamente o esquema para realização da separação, as observações relativas a este esquema (item 5.2) e o modelo de relatório para a separação e a identificação dos cátions do Grupo I.

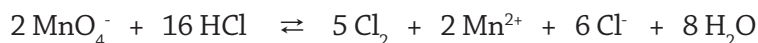




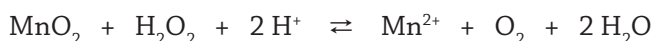
5.2- Observações relativas ao esquema de separação

- (1) - Antes de dar início à análise, verificar e anotar o aspecto da solução problema (SP) quanto à cor, presença de depósito, turbidez e pH.
- (2) - O ácido nítrico é adicionado para oxidar ferro(II) a ferro(III). A precipitação do ferro(II) pela solução de amônia não é completa na presença de cloreto de amônia. Além disso, a solução deve ser aquecida até a ebulição, para expelir a maior parte do oxigênio dissolvido. Com este procedimento muito pouco manganês será precipitado.

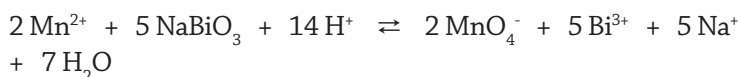
- (3) - Na precipitação de ferro, alumínio e cromo a solução deve conter um grande excesso de NH_4Cl em relação à NH_3 , para que os hidróxidos do Grupo IIIB sejam totalmente solubilizados.
- (4) - Não colocar excesso de amônia para não solubilizar os hidróxidos de cromo e alumínio.
- (5) - A formação do $\text{MnO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ é devido à oxidação do Mn(OH)_2 (que é mantido em solução pelo NH_4Cl) pelo ar, e também, em parte, ao tratamento feito com o HNO_3 para oxidar Fe(II) a Fe(III) .
- (6) - Aqui vale a mesma observação do item 2, ou seja, a solução deve ser aquecida para eliminar o O_2 dissolvido.
- (7) - Nesta etapa deve ser evitada a presença dos íons cloreto, para não interferir no teste do manganês, já que estes íons decompõem os íons MnO_4^- :



- (8) - As reações envolvidas nesta etapa são:



e posterior oxidação dos íons Mn^{2+} a MnO_4^- :



- (9) - O aquecimento é importante para eliminar todo o H_2S presente na solução. Para certificar que todo o H_2S foi eliminado faça o teste com papel de filtro umedecido com acetato de chumbo seguindo o procedimento a seguir:
- Transferir o centrifugado C4 para um béquer de 10 mL;
 - Aquecer em banho-maria até o início da liberação dos vapores de H_2S ;
 - Umedecer uma tira de papel de filtro com solução de acetato de chumbo;
 - Aproximar essa tira dos vapores liberados e verificar a sua coloração. O escurecimento do papel indica a formação de PbS e, portanto, a presença, ainda, de vapores de H_2S . Repetir a etapa (d) com novas tiras de papel umedecido até não haver escurecimento.

AUTO-AVALIAÇÃO

Ao final dessa leitura você deverá ser capaz de:

- 1- Saber quais são os cátions pertencentes ao Grupo III.
- 2- Saber qual é o reagente de grupo para estes cátions.
- 3- Saber como separar o Grupo IIIA do Grupo IIIB.
- 4- Distinguir as reações mais seletivas para cada cátion.
- 5- Reconhecer os reagentes usados para caracterizar os cátions após a separação.
- 6- Fazer um resumo explicativo da separação e identificação dos cátions do Grupo III seguindo o modelo do Grupo I.

IDENTIFICAÇÃO E SEPARAÇÃO DOS CÁTIONS DO GRUPO IV

Objetivos

- Escrever as equações que descrevem as reações químicas de cada cátion com os reagentes utilizados nos testes;
- Identificar os equilíbrios envolvidos em cada reação, isto é, equilíbrio ácido-base, solubilidade, complexação e oxirredução;
- Identificar os reagentes seletivos a cada cátion;
- Identificar as características físicas dos produtos formados nas reações;
- Observar atentamente os cátions envolvidos em cada grupo e o respectivo reagente de grupo.

1- INTRODUÇÃO

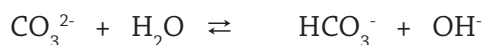
- ❖ **Bário:** Elemento reativo branco prateado pertencente ao grupo dos metais alcalinoterrosos. Ocorre na natureza nos minerais barita (BaSO_4) e witherita (BaCO_3). A extração é feita por redução a alta temperatura do óxido de bário com alumínio ou silício a vácuo ou por eletrólise do cloreto de bário fundido. Por ser altamente reativo, o metal é usado em sistemas de vácuo para se combinar quimicamente com gases residuais e aumentar o vácuo. Ele se oxida rapidamente no ar e reage com etanol e água. Compostos solúveis de bário são extremamente venenosos.
- ❖ **Cálcio:** Elemento metálico cinza, macio e maleável. Os compostos de cálcio são comuns na crosta terrestre, por exemplo, no calcário, mármore (CaCO_3), gipsita ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) e fluorita (CaF_2). O elemento é extraído por eletrólise de cloreto de cálcio fundido e é usado em sistemas a vácuo e como desoxidante em ligas metálicas não ferrosas. É usado como agente redutor na extração de metais como tório, zircônio e urânio. O cálcio é um elemento essencial para os organismos vivos sendo necessário para o crescimento e desenvolvimento.
- ❖ **Estrôncio:** Elemento metálico amarelado. O elemento foi encontrado nos minerais estroncianita (SrCO_3) e celestina (SrSO_4). O

elemento, que é muito reativo, é usado em algumas ligas. O isótopo ^{90}Sr está presente na poeira radioativa (meia vida de 28 anos) e pode ser metabolizado com o cálcio na formação dos ossos.

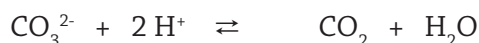
2- ASPECTOS GERAIS DO GRUPO IV

2.1 - Reagente de grupo: solução de carbonato de amônio (1 mol/L) na presença de quantidades moderadas de amônia ou íons amônio ou carbonato de sódio (1 mol/L) na presença de um sal de amônio (cloreto ou nitrato de amônio).

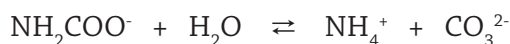
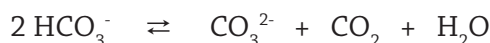
O reagente é incolor e apresenta uma reação alcalina devido à hidrólise:



O reagente é decomposto por ácidos, até mesmo por ácido acético, formando dióxido de carbono; portanto, deve ser usado em meio neutro ou ligeiramente alcalino:

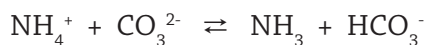


Os carbonatos comerciais contêm sempre hidrogenocarbonato (bicarbonato) e carbamato que devem ser removidos antes de se iniciar as reações do grupo, fervendo a solução reagente por algum tempo. Deste modo, tanto o bicarbonato como o carbamato são convertidos em carbonatos:



2.2 - Reação do grupo: os cátions do Grupo IV não reagem nem com ácido clorídrico, nem com sulfeto de hidrogênio, mas com o carbonato, na presença de quantidades moderadas de amônia ou íons amônio, formam precipitados brancos.

2.3 - Características do grupo: os cátions do Grupo IV formam carbonatos insolúveis em água: carbonato de bário ($K_{ps} = 8,0 \times 10^{-9}$), carbonato de cálcio ($K_{ps} = 4,8 \times 10^{-9}$) e carbonato de estrôncio ($K_{ps} = 1,6 \times 10^{-9}$). Na ausência de amônia ou íons amônio, o magnésio também será precipitado como carbonato de magnésio ($K_{ps} = 1,0 \times 10^{-5}$). Na presença de um dos reagentes acima, o equilíbrio:



diminui a concentração de íons carbonato no meio, de forma que o K_{ps} do carbonato de magnésio não é alcançado.

Seus *hidróxidos* são bases fortes, embora com diferentes solubilidades: o hidróxido de bário é o mais solúvel, enquanto que o hidróxido de cálcio é o menos solúvel dos três.

Os *cloretos* e *nitratos* dos alcalino-terrosos são muito solúveis.

Os *carbonatos*, *sulfatos*, *fosfatos* e *oxalatos* são insolúveis.

Os *sulfetos* podem ser preparados somente a seco; todos eles se hidrolisam em água formando hidrogenossulfetos e hidróxidos.

A menos que o ânion seja colorido, os sais formam soluções incolores e os cátions aparecem em solução como o íon divalente, Ba^{2+} , Ca^{2+} e Sr^{2+} .

Devido ao comportamento muito semelhante destes cátions em solução aquosa, é muito difícil distingui-los e especialmente separá-los.

3- PROCEDIMENTO PARA OS TESTES DE IDENTIFICAÇÃO DOS CÁTIOS DO GRUPO IV

Para a realização desta tarefa você vai precisar de tubos de ensaio, conta-gotas ou pipetas Pasteur, centrífuga, chapa de aquecimento e os reagentes listados na Tabela 6. Após a realização de cada teste, anote suas observações nessa tabela.

3.1 - Bário (Ba^{2+})

• Reagente 1

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de Na_2CO_3 0,5 mol/L e 3 gotas de solução de NH_4Cl 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de CH_3COOH 2 mol/L;
7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 2

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_3 5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 3

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de H_2SO_4 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de CH_3COOH 2 mol/L;
7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 4

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de K_2CrO_4 0,1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 5

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 2,5% m/v;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de HCl 5 mol/L;
7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 6 – Teste de chama (observar a Fig. 1)**• Reagente 7**

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de rodizonato de sódio 0,5% m/v;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de HCl 1 mol/L;
7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

- Reagente 8 – Não realizar este teste

3.2 - Cálcio (Ca^{2+})

- Reagente 1

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de Na_2CO_3 0,5 mol/L e 3 gotas de solução de NH_4Cl 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de CH_3COOH 2 mol/L;
7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

- Reagente 2

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_3 5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

- Reagente 3

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de H_2SO_4 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de CH_3COOH 2 mol/L;
7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

- Reagente 4

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de K_2CrO_4 0,1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 5

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 2,5% m/v;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de HCl 5 mol/L;
7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 6 - Teste de chama (observar a Fig. 1)**• Reagente 7 – Não realizar este teste****• Reagente 8**

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 0,025 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

3.3 - Estrôncio (Sr^{2+})**• Reagente 1**

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de Na_2CO_3 0,5 mol/L e 3 gotas de solução de NH_4Cl 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de CH_3COOH 2 mol/L;
7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 2

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_3 5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 3

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de H_2SO_4 1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de CH_3COOH 2 mol/L;
7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 4

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de K_2CrO_4 0,1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 5

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 2,5% m/v;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de HCl 5 mol/L;
7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 6 – Teste de chama (observar a Fig. 1)**• Reagente 7**

1. Colocar 3 gotas de solução de $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de rodizonato de sódio 0,5% m/v;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de HCl 1 mol/L;
7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 8 – Não realizar este teste

Você sabia que:

O BaSO_4 é utilizado em medicamentos que são ingeridos para contraste em exames radiológicos. Entretanto, os compostos solúveis de bário são extremamente tóxicos. Em 2003 ocorreu um erro na produção do CELOBAR (BaSO_4), e esse medicamento foi contaminado com BaCO_3 . Esse erro causou a morte de 21 pessoas.

TABELA 6

Testes para a identificação dos cátions do Grupo IV

Reagente	Cátion		
	Ba^{2+}	Ca^{2+}	Sr^{2+}
1) Na_2CO_3 (0,5 mol/L) + NH_4Cl (1 mol/L)			
ppt + CH_3COOH (2 mol/L)			
2) NH_3 (5 mol/L)			
3) H_2SO_4 (1 mol/L)			
ppt + CH_3COOH (2 mol/L)			
4) K_2CrO_4 (0,1 mol/L)			
5) $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ (2,5% m/v)			
ppt + HCl (5 mol/L)			
6) teste de chama	Ver Fig. 1	Ver Fig. 1	Ver Fig. 1
7) rodizonato de sódio (0,5% m/v)		Não realizar este teste	
ppt + HCl (1 mol/L)		Não realizar este teste	
8) $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ (0,025 mol/L)	Não realizar este teste		Não realizar este teste

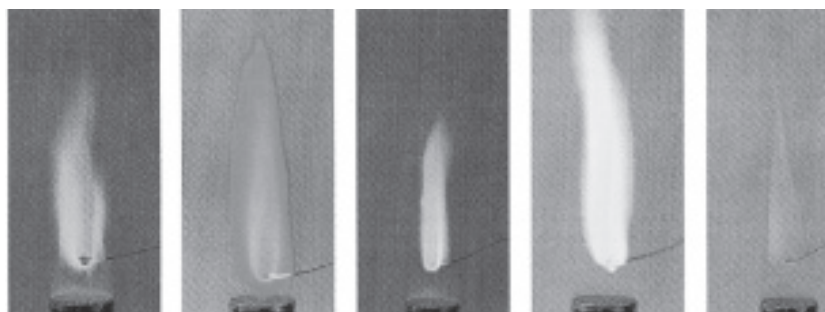


FIGURA 1- Teste de chama para cátions. Da esquerda para direita: Bário(verde), Estrôncio(carmim), Cálcio(laranja), Sódio(amarelo) e Potássio(violeta)Fonte: WHITTEN, 1996.

4- PROCEDIMENTO PARA SEPARAÇÃO E IDENTIFICAÇÃO DOS CÁTIOS DO GRUPO IV

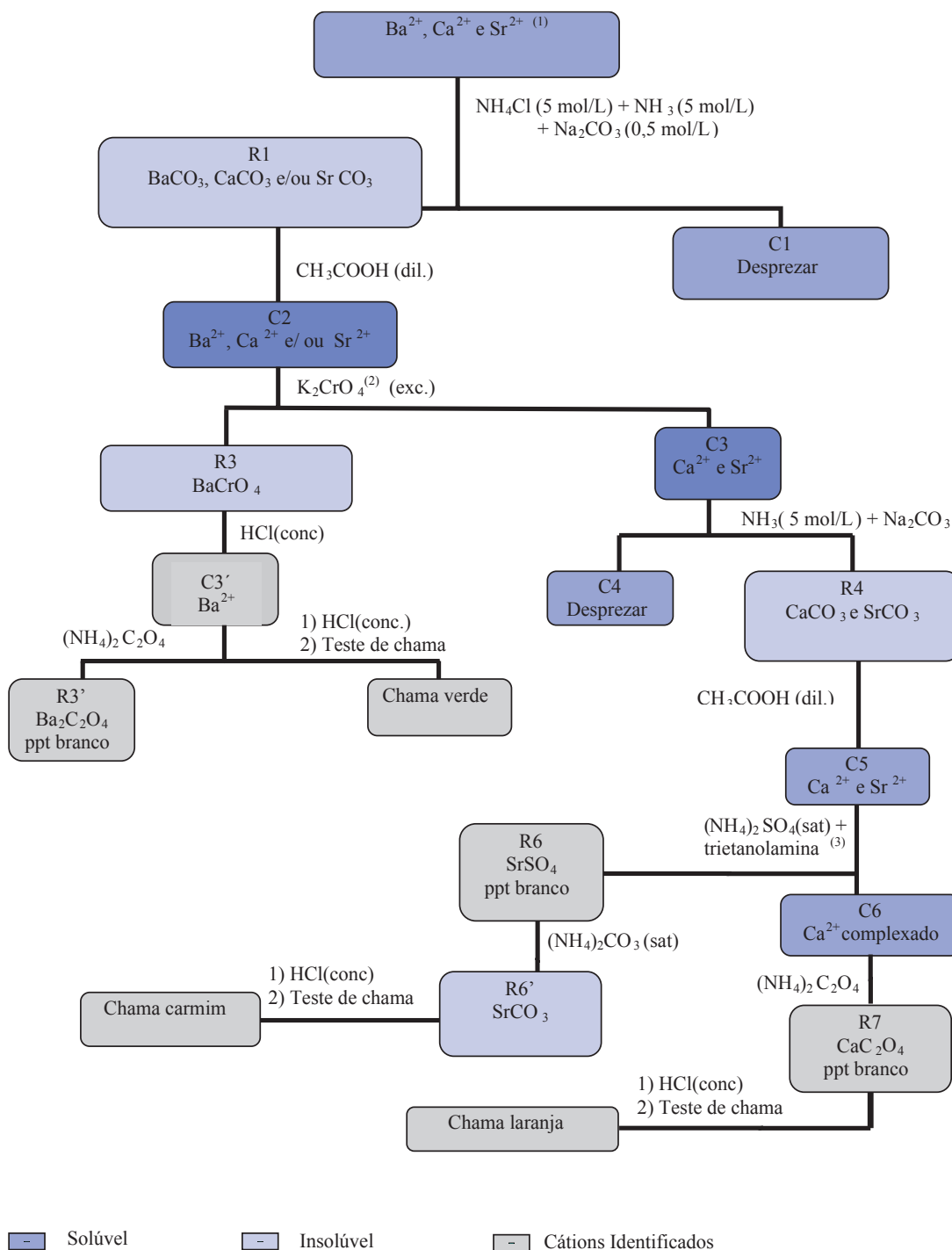
Objetivos

- Escrever as equações que descrevem as reações químicas de cada cátion com os reagentes utilizados em cada etapa do processo;
- Identificar os equilíbrios envolvidos em cada etapa da separação;
- Observar o uso dos reagentes seletivos para identificar cada cátion separado;
- Identificar as características físicas dos produtos formados nas reações.

Para executar o esquema de separação e identificação dos cátions do Grupo I você deve usar o mesmo material (tubos de ensaio, centrífuga, conta-gotas, etc.) e as mesmas quantidades dos reagentes e da solução problema (3 gotas de cada ou a quantidade indicada no esquema) dos procedimentos de identificação dos cátions.

4.1- Esquema de separação do Grupo IV

Antes de dar início ao processo de separação e identificação você deve ler atentamente o esquema para realização da separação e as observações relativas a este esquema (item 4.2).



4.2- Observações relativas ao esquema de separação

- (1) - Antes de dar início à análise, verificar e anotar o aspecto da solução problema (SP) quanto à cor, presença de depósito, turbidez e pH.
- (2) - O BaCrO_4 ($K_{\text{ps}} = 1,6 \times 10^{-10}$) é quase insolúvel em ácido acético diluído, enquanto SrCrO_4 ($K_{\text{ps}} = 3,6 \times 10^{-5}$) e CaCrO_4 ($K_{\text{ps}} = 2,3 \times 10^{-2}$) são solúveis e, portanto, não precipitados em meio de ácido acético diluído. A função do ácido é converter alguns dos íons CrO_4^{2-} em íons $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, diminuindo, assim, a concentração do íon CrO_4^{2-} , de modo que os produtos de solubilidade do SrCrO_4 e do CaCrO_4 não sejam alcançados e, em consequência, permaneçam em solução. Na presença de uma grande concentração do íon H^+ (diferentemente da concentração limitada devido ao ácido acético ser fraco) o CrO_4^{2-} pode ser tal que o produto de solubilidade do BaCrO_4 não é alcançado, e sob tais condições, não será precipitado. Isso se explica pela solubilidade deste sal em ácidos minerais diluídos.
- (3) - Com a presença da trietanolamina é provável que o íon complexo hexatrietanolaminocálcio(II), $[\text{Ca}\{\text{N}(\text{C}_2\text{H}_4\text{OH})_3\}_6]^{2+}$, seja formado, e, em consequência, muito pouco CaSO_4 é precipitado. No entanto, a concentração de íons Ca^{2+} , devido à dissociação do íon complexo, é tal que o produto de solubilidade do CaC_2O_4 ($K_{\text{ps}} = 2,6 \times 10^{-9}$) é excedido por adição da solução de $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$.

AUTO-AVALIAÇÃO

Ao final dessa leitura você deverá ser capaz de:

- 1- Saber quais são os cátions pertencentes ao Grupo IV.
- 2- Saber qual é o reagente de grupo para estes cátions.
- 3- Distinguir as reações mais seletivas para cada cátion.
- 4- Reconhecer os reagentes usados para caracterizar os cátions após a separação.

IDENTIFICAÇÃO E SEPARAÇÃO DOS CÁTIONS DO GRUPO V

Objetivos

- Escrever as equações que descrevem as reações químicas de cada cátion com os reagentes utilizados nos testes;
- Identificar os equilíbrios envolvidos em cada reação, isto é, equilíbrio ácido-base, solubilidade, complexação e oxirredução;
- Identificar os reagentes seletivos a cada cátion;
- Identificar as características físicas dos produtos formados nas reações;
- Observar atentamente os cátions envolvidos em cada grupo e o respectivo reagente de grupo.

1 - INTRODUÇÃO

- ❖ **Magnésio:** Elemento metálico encontrado em vários minerais incluindo a magnesita (MgCO_3), dolomita ($\text{MgCO}_3 \cdot \text{CaCO}_3$) e carnalita ($\text{MgCl}_2 \cdot \text{KCl} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). Também está presente na água do mar e é um elemento essencial aos organismos vivos. A extração é feita por eletrólise do cloreto fundido. O elemento é usado em várias ligas metálicas leves, por exemplo, para construção de aviões. Quimicamente é muito reativo. No ar forma uma camada protetora de óxido, mas queima por ignição, formando chama intensa e branca. Também reage com halogênios, enxofre e nitrogênio.
- ❖ **Sódio:** Elemento metálico, prateado, macio, maleável e reativo. O sódio ocorre como cloreto na água do mar e no mineral halita ou sal gema. O metal é usado como agente redutor em certas reações e o sódio líquido é usado na refrigeração de reatores nucleares. Quimicamente é altamente reativo, oxidando no ar e reagindo violentamente com água (deve ser mantido guardado em querosene). Dissolve em amônia líquida para formar soluções azuis contendo elétrons solvatados. O sódio é um dos mais importantes elementos essenciais constituintes dos seres vivos.

- ❖ **Potássio:** Elemento metálico prateado, macio e maleável. O elemento ocorre na água do mar e em vários minerais como a silvita (KCl), carnalita ($\text{KCl} \cdot \text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) e carnita ($\text{MgSO}_4 \cdot \text{KCl} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$). O metal é pouco usado, mas os sais de potássio têm muitas aplicações. O potássio é um elemento essencial nos organismos vivos. Quimicamente é muito reativo lembrando o sódio no seu comportamento e em seus compostos. Também forma o superóxido KO_2 de coloração laranja que contém o íon O_2^- .

2- ASPECTOS GERAIS DO GRUPO V

2.1 - Reagente de grupo: não existe um reagente comum para os cátions deste grupo.

2.2 - Reação do grupo: os cátions do Grupo V não reagem nem com ácido clorídrico, nem com sulfeto de hidrogênio e nem com o carbonato de amônio. Reações especiais ou ensaios de chama podem ser usados para as suas identificações.

2.3 - Características do grupo: dos cátions do Grupo V, o magnésio apresenta reações análogas às dos cátions do Grupo IV. Entretanto, na presença de sais de amônio, o carbonato de magnésio é solúvel; portanto, no decorrer da análise sistemática (quando consideráveis quantidades de sais de amônio são formados na solução), o magnésio não precipitará com os cátions do Grupo IV.

As reações do íon amônio são bastante semelhantes às do íon potássio, pois o raio iônico dos dois íons é quase idêntico.

O magnésio forma, em solução, o cátion divalente Mg^{2+} . Seu *óxido*, *hidróxido*, *carbonato* e *fosfato* são solúveis.

Os sais de potássio contêm o cátion monovalente K^+ . Estes sais são, geralmente, solúveis e formam soluções incolores, a menos que o ânion seja colorido.

Em seus sais, o sódio aparece como cátion monovalente Na^+ . Estes sais formam soluções incolores, a menos que o ânion seja colorido. Quase todos os sais de sódio são solúveis em água.

Os sais de amônio são, geralmente, compostos solúveis em água, formando soluções incolores. Por aquecimento, todos os sais de amônio se decompõem em amônia e no ácido correspondente. As reações dos íons amônio são, em geral, semelhantes às do potássio, devido ao tamanho dos dois íons ser quase idêntico.

3- PROCEDIMENTO PARA OS TESTES DE IDENTIFICAÇÃO DOS CÁTIONS DO GRUPO IV

Para a realização desta tarefa você vai precisar de tubos de ensaio, conta-gotas ou pipetas Pasteur, centrífuga, chapa de aquecimento e os reagentes listados na Tabela 7. Após a realização de cada teste, anote suas observações nessa tabela.

3.1 - Magnésio (Mg^{2+})

• Reagente 1

1. Colocar 3 gotas de solução de MgCl_2 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NH_3 5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de NH_4Cl 5 mol/L;
7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 2

1. Colocar 3 gotas de solução de MgCl_2 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NaOH 5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Adicionar excesso de solução de NaOH 5 mol/L no mesmo tubo de ensaio;
5. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 3

1. Colocar 3 gotas de solução de MgCl_2 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de Na_2CO_3 0,5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido;
4. Centrifugar a solução do tubo de ensaio;
5. Eliminar o sobrenadante utilizando o conta-gotas;
6. Adicionar ao precipitado 3 gotas de solução de NH_3 5 mol/L e 3 gotas de solução de NH_4Cl 5 mol/L;
7. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 4

1. Colocar 3 gotas de solução de MgCl_2 0,5 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NaOH 5 mol/L e 3 gotas de solução de magneson I 0,5% m/v;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

3.2 - Sódio (Na^+)

- Reagente 1 - Teste de chama (observar as Fig. 1 e 2)

3.3 - Potássio (K^+)

- Reagente 1

1. Colocar 3 gotas de solução de KCl 1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ 0,17 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

- Reagente 2 – Teste de chama (observar as Fig. 1 e 2)

3.4 - Amônio (NH_4^+)

- Reagente 1

1. Colocar 3 gotas de solução de NH_4Cl 1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NaOH 5 mol/L e aquecer em banho-maria;
3. Colocar papel de tornassol vermelho em contato com o vapor liberado na reação do tubo;
4. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

- Reagente 2

1. Colocar 3 gotas de solução de NH_4Cl 1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ 0,17 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

TABELA 7

Testes para a identificação dos cátions do Grupo V

Mg^{2+}	Na^+	K^+	NH_4^+
1) NH_3 (5 mol/L)	1) teste de chama Ver Fig. 1 e 2	1) $Na_3[Co(NO_2)_6]$ (0,17 mol/L)	1) NaOH(5 mol/L) + Δ
ppt + NH_4Cl (5 mol/L)		2) teste de chama Ver Fig. 1 e 3	2) $Na_3[Co(NO_2)_6]$ (0,17 mol/L)
2) NaOH (5 mol/L)			
ppt + NaOH (5 mol/L) em excesso			
3) Na_2CO_3 (0,5 mol/L)			
ppt + NH_3 (5 mol/L) + NH_4Cl (5 mol/L)			
4) NaOH (5 mol/L) + magneson I (0,5% m/v)			

Você sabia que:

O sulfato de amônio é muito utilizado em fertilizantes nitrogenados, pois é uma fonte de nitrogênio mais assimilável, além de não ser volátil.

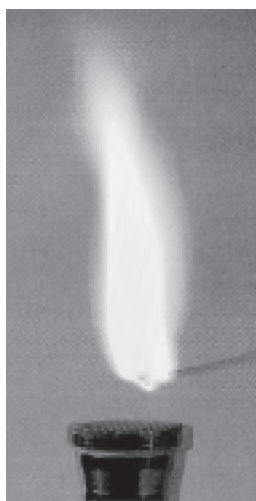


FIGURA 2 - Teste de chama para sódio (amarelo) Fonte: WHITTEN, 1996.

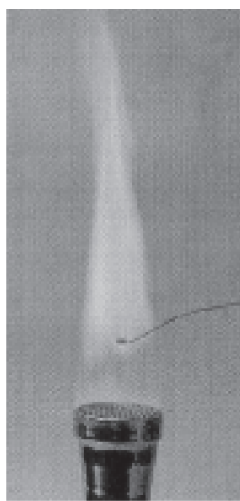


FIGURA 3 - Teste de chama para potássio (violeta) Fonte: WHITTEN, 1996.

4- PROCEDIMENTO PARA SEPARAÇÃO E IDENTIFICAÇÃO DOS CÁTIOS DO GRUPO V

Objetivos

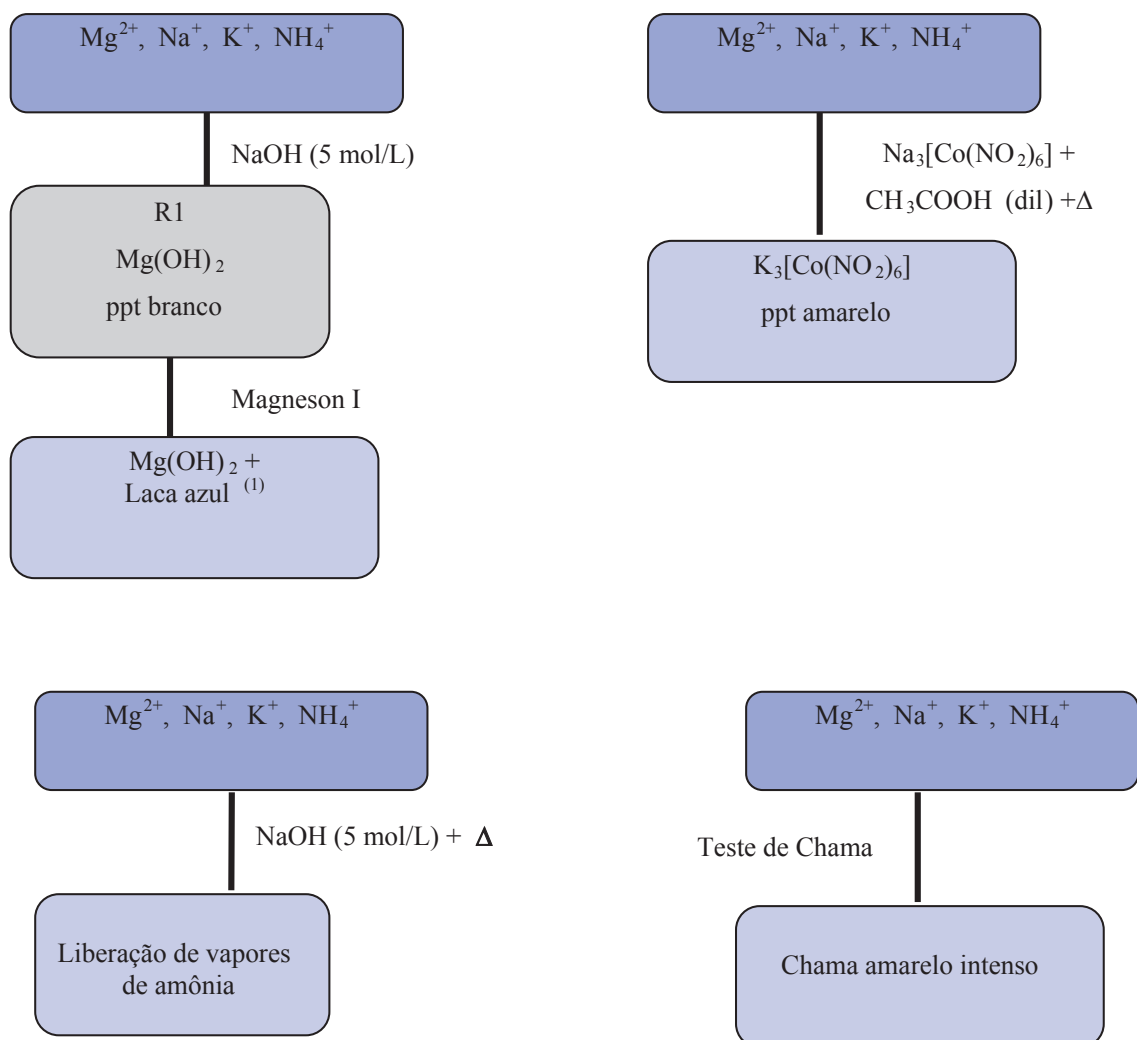
- Escrever as equações que descrevem as reações químicas de cada cátion com os reagentes utilizados em cada etapa do processo;
- Identificar os equilíbrios envolvidos em cada etapa da separação;
- Observar o uso dos reagentes seletivos para identificar cada cátion separado;
- Identificar as características físicas dos produtos formados nas reações.

Para executar o esquema de separação e identificação dos cátions do Grupo I você deve usar o mesmo material (tubos de ensaio, centrífuga, conta-gotas, etc.) e as mesmas quantidades dos reagentes e da solução problema (3 gotas de cada ou a quantidade indicada no esquema) dos procedimentos de identificação dos cátions.

4.1 - Esquema de separação do Grupo V

Antes de dar início ao processo de separação e identificação você deve ler atentamente o esquema para realização da separação e as observações relativas a este esquema (item 4.2).

Esquema de Separação do Grupo V



(1) - A laca azul proveniente do teste do magneson I é difícil de ser visualizada, portanto, deve-se centrifugar a solução para melhor observar a cor da laca.

AUTO-AVALIAÇÃO

Ao final dessa leitura você deverá ser capaz de:

- 1- Saber quais são os cátions pertencentes ao Grupo V.
- 2- Distinguir as reações mais seletivas para cada cátion.

AULA 6

ANÁLISE GLOBAL OU ANÁLISE SISTEMÁTICA – SEPARAÇÃO DOS CÁTIOS EM GRUPOS

Objetivos

- Escrever as equações que descrevem as reações químicas de cada cátion com os reagentes utilizados em cada etapa do processo;
- Identificar os equilíbrios envolvidos em cada reação, isto é, equilíbrio ácido-base, solubilidade, complexação e oxirredução;
- Observar o uso dos reagentes seletivos para identificar cada cátion;
- Identificar as características físicas dos produtos formados nas reações.

1 - INTRODUÇÃO

Desde que o esquema total para a análise de cátions depende da reação de íons, torna-se necessário, em primeiro lugar, transformar a substância a ser analisada em solução. Para isso, deve-se tentar, na ordem, os seguintes reagentes:

- 1) água fria / aquecimento
- 2) ácido clorídrico diluído / ácido clorídrico concentrado
- 3) ácido nítrico diluído / ácido nítrico concentrado
- 4) água-régia

Quando se usa ácido clorídrico concentrado, a solução deve ser consideravelmente diluída antes de prosseguir a análise, pois, do contrário, alguns cátions não serão precipitados pelo H_2S e outros formarão precipitados com os íons cloreto.

Quando se usa ácido nítrico concentrado, ou água régia, a solução deve ser evaporada quase à secura e adicionado um pouco de HCl para retomar a solução; a solução deve ser evaporada novamente e reduzida a um volume pequeno e, então, diluída com água destilada para dissolver os nitratos solúveis (ou cloretos). A evaporação é necessária, porque o HNO_3 pode reagir com o H_2S , subseqüentemente empregado na análise.

Uma vez conseguida a dissolução da amostra, a busca sistemática dos cátions pode ser iniciada. Como primeiro passo, os cátions devem ser separados em grupos e devem ser feitas separações posteriores dentro dos grupos individuais.

É importante saber que certos ânions podem interferir na separação e identificação dos cátions dos Grupos III ao V. Estes ânions são: fosfato (PO_4^{3-}); silicato ($\text{Si}_x\text{O}_y^{2-}$); borato (BO_3^{3-} , $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$ e BO_2^-); fluoreto (F^-) e ânions de ácidos orgânicos. Do ponto de vista de sua ação interferente, podem ser divididos em 2 grupos principais:

- 1) Aqueles que, quando presentes em solução, se combinam com vários metais para formar íons complexos estáveis; isto pode resultar na não precipitação destes metais com o reagente de grupo. A esta classe pertencem os íons de ácidos orgânicos, tais como o ácido oxálico, cítrico e tartárico, e também hidrocompostos como açúcares e amidos. Na presença deles, o ferro, o cromo e o alumínio podem ser incompletamente precipitados ou não pela amônia, na presença de cloreto de amônio.
- 2) Aqueles que, sob certas condições, formam compostos insolúveis com alguns dos metais dos grupos seguintes. É admissível, portanto, que sob as condições nas quais resulta a precipitação dos metais do Grupo IIIA, os metais dos grupos subsequentes também serão precipitados, em consequência da formação de compostos que são insolúveis ou pouco solúveis na presença de amônia e cloreto de amônio. Os mais importantes destes ânions são os oxalatos, tartaratos, citratos, boratos, fluoretos e fosfatos. Os silicatos estão, também, incluídos devido à precipitação do ácido silícico gelatinoso pela solução de amônia na presença de cloreto de amônio.

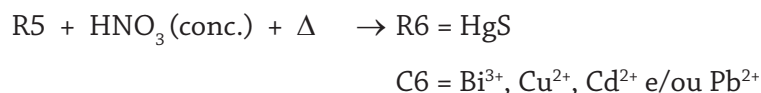
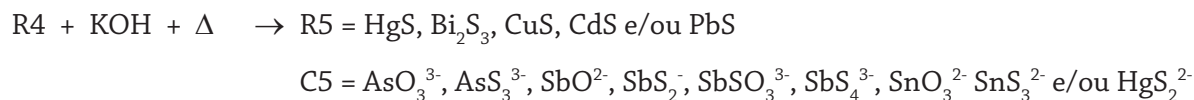
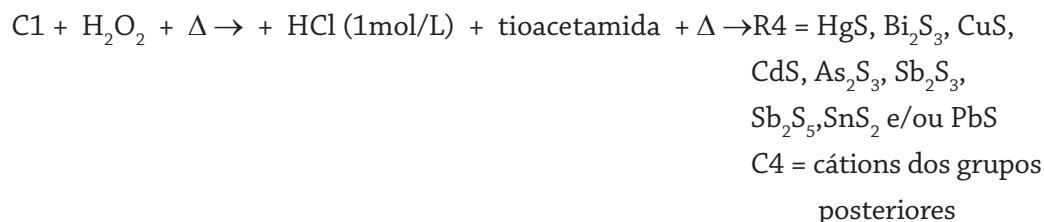
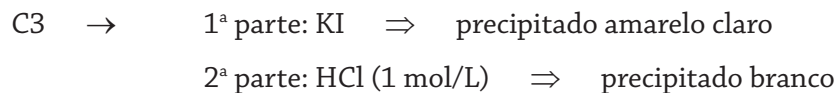
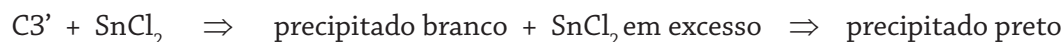
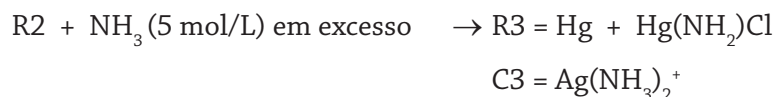
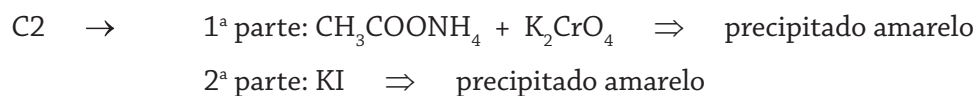
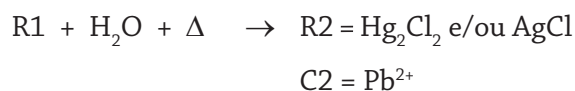
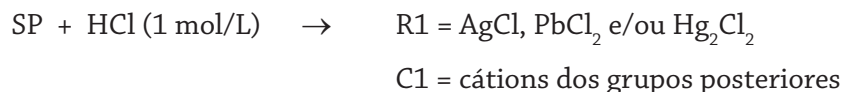
É evidente que, na presença de tais ânions, os metais do Grupo IIIA não podem ser separados daqueles dos grupos remanescentes pela adição do reagente $\text{NH}_3/\text{NH}_4\text{Cl}$. O esquema normal da análise sistemática é, portanto, modificado, quando quaisquer destes ânions ou todos eles estão presentes, antes de iniciar a precipitação do Grupo IIIA. A presença de alguns destes ânions será indicada nos ensaios preliminares, e de outros, em ensaios durante a separação.

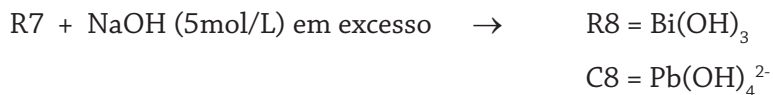
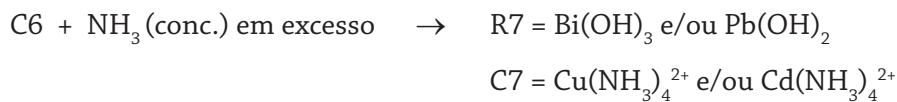
A separação em *escala semimicro* será feita na **ausência** de tais ânions.

2- ESQUEMA GERAL DE SEPARAÇÃO E IDENTIFICAÇÃO DOS CÁTIONS DOS GRUPOS I AO V

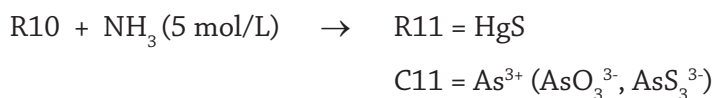
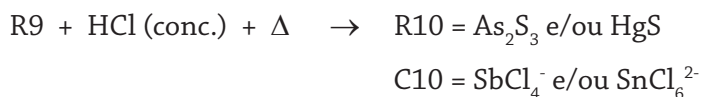
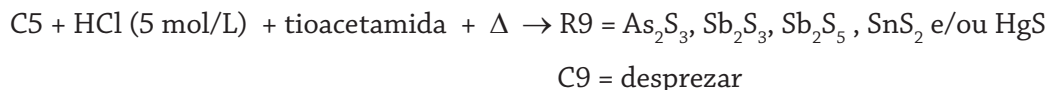
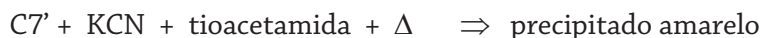
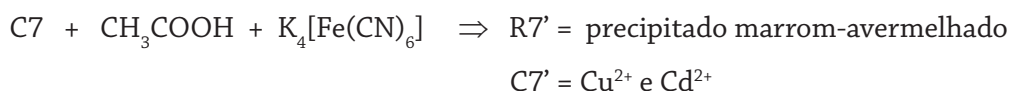
Para executar o esquema de separação e identificação dos cátions dos Grupos I ao V você deve usar o mesmo material (tubo de ensaio, centrífuga, conta-gotas, etc.) e as mesmas quantidades dos reagentes e da solução problema (3 gotas de cada ou a quantidade indicada no esquema) dos procedimentos de identificação dos cátions.

Antes de dar início ao processo de separação e identificação você deve ler atentamente o esquema para a realização da separação, assim como as observações relativas a este esquema (item 4).

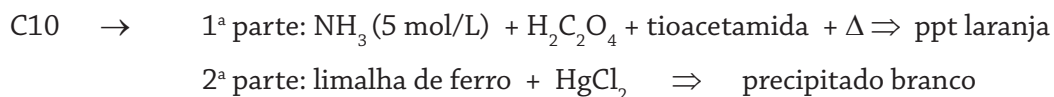
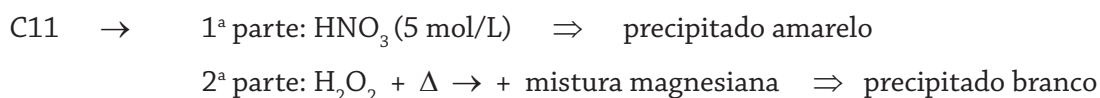


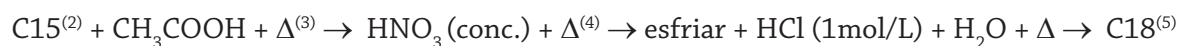
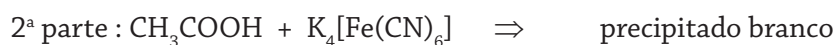
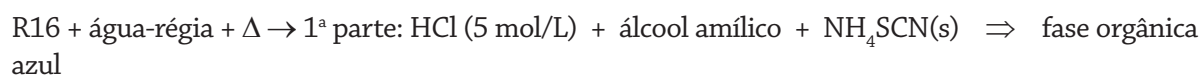
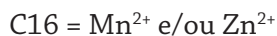
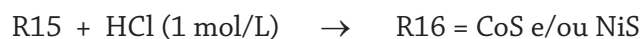
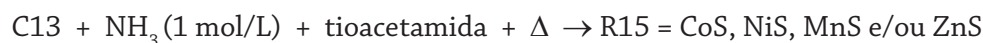
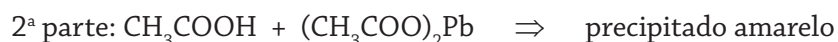
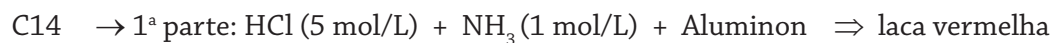
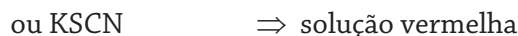
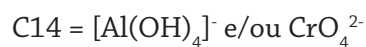
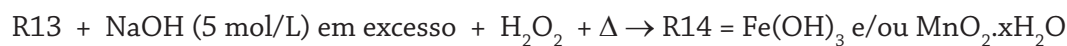
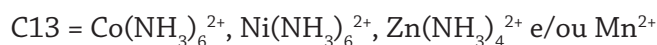
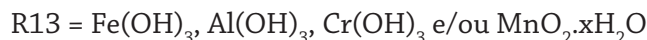
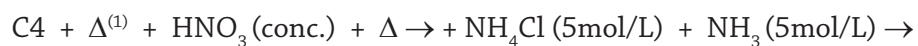


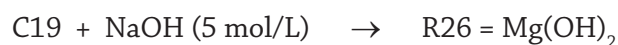
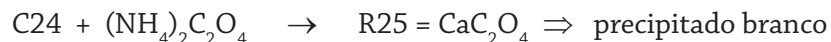
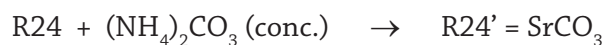
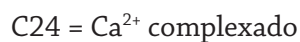
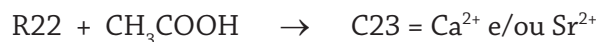
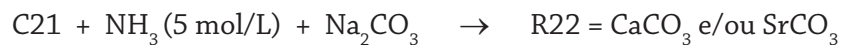
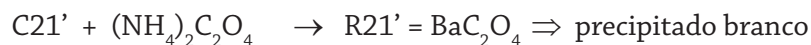
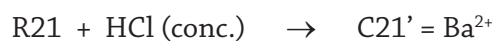
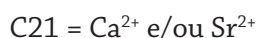
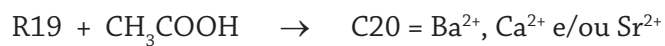
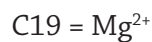
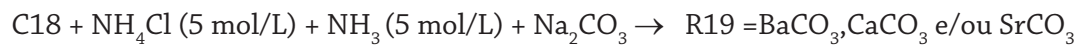
C8 $\rightarrow$ teste para Pb como no Grupo I



R11 $\rightarrow$ teste para Hg como em R6







SP⁽⁶⁾ → dividir em 3 partes

1ª parte: teste de chama ⇒ chama amarelo intenso

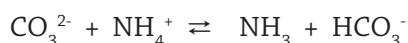
2ª parte: $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6] + \text{CH}_3\text{COOH (dil.)} + \Delta \Rightarrow$ precipitado amarelo

3ª parte: $\text{NaOH (5 mol/L)} + \Delta \Rightarrow$ liberação de vapores de amônia

3 - OBSERVAÇÕES RELATIVAS AO ESQUEMA DE SEPARAÇÃO

(1) - A eliminação do H_2S , nessa etapa, tem como objetivo evitar a reação de oxidação do S^{2-} a SO_4^{2-} pelo ácido nítrico, o que levaria à precipitação dos cátions do Grupo IV.

(2) - Os cátions do Grupo IV não podem ser precipitados diretamente do filtrado obtido após a precipitação do Grupo IIIB (C15), uma vez que este centrifugado contém uma concentração muito alta de sais de amônio. Essa alta concentração é proveniente da precipitação do Grupo IIIA (C4) e é necessária para evitar que haja, nessa etapa, a precipitação do $\text{Mg}(\text{OH})_2$. No entanto, a presença de uma grande quantidade de íons amônio impede a precipitação quantitativa dos carbonatos de cálcio, bário e estrôncio devido ao consumo dos íons CO_3^{2-} de acordo com o equilíbrio:



Obs.: Esta etapa deverá ser realizada em um béquer pequeno.

(3) - O aquecimento deve ser mantido até a obtenção de uma massa pastosa.

(4) - O aquecimento deve ser mantido até o desprendimento de fumos brancos de N_2O , indicando que a reação de remoção dos íons amônio se completou.

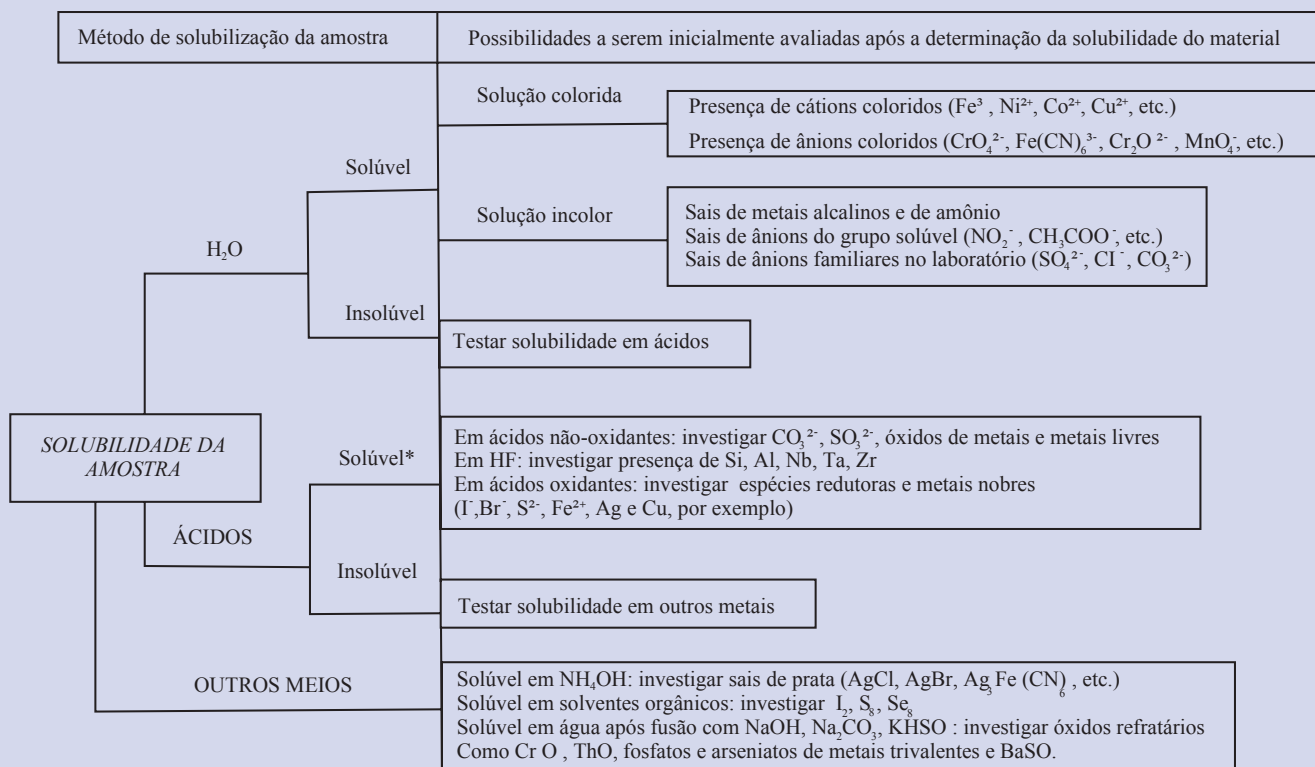


(5) - Se o C18 apresentar algum resíduo, transferir a solução do béquer para um tubo de ensaio, centrifugar e desprezar o precipitado.

(6) - Com exceção do Mg^{2+} , os outros cátions do Grupo V não serão separados, nem analisados, nos centrifugados dos grupos anteriores, uma vez que na análise sistemática destes grupos são adicionados reagentes contendo os íons K^+ , Na^+ e NH_4^+ . Assim, estes cátions devem ser analisados diretamente da solução problema.

Você sabia que:

A análise sistemática é utilizada para a identificação de reagentes e resíduos químicos desconhecidos. Esse foi o método utilizado para a caracterização dos resíduos do Departamento de Química da UFRJ: (Fonte: *Química Nova*, v. 28, n. 1, 2005.)



* Observar a coloração após a dissolução da amostra.

IDENTIFICAÇÃO DE ÂNIONS

Objetivos

- Escrever as equações que descrevem as reações químicas de cada ânion com os reagentes utilizados nos testes;
- Identificar os equilíbrios envolvidos em cada reação;
- Identificar os reagentes seletivos a cada ânion;
- Identificar as características físicas dos produtos formados nas reações.

1- INTRODUÇÃO

Os métodos utilizados para a detecção de ânions não são tão sistemáticos como os descritos para os cátions. Não existe, realmente, um esquema satisfatório que permita a separação dos ânions comuns em grupos principais, e a subsequente separação inequívoca, em cada grupo, de seus componentes independentes. Entretanto, é possível separar os ânions em grupos principais, dependendo das solubilidades dos seus sais de prata, de cálcio ou de bário e de zinco. Assim sendo, a solubilidade será a propriedade mais utilizada para a identificação dos ânions.

Solubilidade dos compostos de alguns ânions selecionados:

1) Carbonatos (CO_3^{2-}):

São insolúveis em água.

Exceção: carbonatos dos metais alcalinos e carbonato de amônio.

2) Bicarbonatos (HCO_3^-):

São insolúveis em água.

Exceção: bicarbonatos dos metais alcalinos, bicarbonato de cálcio, de bário, de estrôncio, de magnésio e possivelmente de ferro.

3) Nitritos (NO_2^-):

São solúveis em água.

Exceção: nitrito de prata.

4) Cloretos (Cl^-):

São solúveis em água.

Exceção: cloreto de mercúrio(I), de prata, de chumbo a frio e de cobre(I) e oxidocloreto de bismuto, de antimônio e de mercúrio(I).

5) Brometos (Br^-):

São solúveis em água.

Exceção: brometo de mercúrio(I), de prata, de chumbo a frio e de cobre(I).

6) Iodetos (I^-):

São solúveis em água.

Exceção: iodeto de mercúrio(I), de mercúrio(II), de prata, de chumbo e de cobre(I).

7) Fluoretos (F^-):

São solúveis em água: fluoretos dos metais alcalinos comuns e fluoreto de prata, de mercúrio(II), de alumínio e de níquel.

Ligeiramente solúveis: fluoreto de chumbo, de cobre(II), de ferro(III), de bário e de lítio.

Insolúveis: fluoretos dos demais alcalinoterrosos.

8) Nitratos (NO_3^-):

São todos solúveis em água.

9) Sulfatos (SO_4^{2-}):

A maioria dos sulfatos metálicos é solúvel.

Insolúveis: sulfato de bário, de estrôncio e de chumbo.

Ligeiramente solúveis: sulfato de cálcio e de mercúrio(II).

Solúveis em ácido nítrico ou clorídrico diluídos: sulfatos básicos de mercúrio(II), de bismuto e de cromo.

10) Fosfatos (PO_4^{3-}):

Solúveis: fosfato dos metais alcalinos com exceção do fosfato de lítio, fosfato de amônio e fosfato primário dos metais alcalino-terrosos.

Insolúveis: todos os fosfatos de outros metais e fosfatos secundários e terciários dos metais alcalinoterrosos.

Um outro esquema de classificação dos ânions também pode ser usado; embora não seja rígido, pois alguns dos ânions pertencem a mais de uma das subdivisões, e nem tenha bases teóricas, na prática é satisfatório. Estencialmente, os processos empregados, podem ser divididos em:

Classe A:

Os ânions que envolvem a identificação por produtos voláteis obtidos por tratamento com ácidos. A Classe A é subdividida em:

I- Gases desprendidos com ácido clorídrico ou ácido sulfúrico diluídos: carbonato, bicarbonato, sulfito, tiosulfato, sulfeto, nitrito, hipoclorito, cianeto e cianato.

II- Gases ou vapores ácidos desprendidos com ácido sulfúrico concentrado: todos os ânions de I e mais fluoreto, hexafluorsilicato, cloreto, brometo, iodeto, nitrato, clorato, perclorato, permanganato, bromato, borato, hexacianoferrato(II), hexacianoferrato(III), tiocianato, formiato, acetato, oxalato, tartarato e citrato.

Classe B:

Os ânions que dependem de reações em solução. A Classe B é subdividida em:

I- Reações de precipitação: sulfato, perssulfato, fosfato, fosfito, hipofosfito, arseniato, arsenito, cromato, dicromato, silicato, hexafluorsilicato, salicilato, benzoato e succinato.

II- Reações de oxirredução: manganato, permanganato, cromato e dicromato.

Com o conhecimento das solubilidades dos compostos, pode-se montar uma tabela indicando os cátions que poderão estar presentes em uma amostra, em função dos ânions identificados na mesma. Portanto, em uma análise global, deve-se começar pela identificação dos ânions e, então, partir para a separação e identificação dos possíveis cátions presentes na amostra.

TABELA 8

Seleção dos cátions em função dos ânions selecionados

	Ânions				
Cátions	CO ₃ ²⁻	HCO ₃ ⁻	NO ₂ ⁻	NO ₃ ⁻	PO ₄ ³⁻
	Na ⁺ , K ⁺ e NH ₄ ⁺	Na ⁺ , K ⁺ , Ca ²⁺ , Ba ²⁺ , Sr ²⁺ , Mg ²⁺ e Fe ³⁺	Todos os cátions exceto : Ag ⁺	Todos os cátions	Na ⁺ , K ⁺ , NH ₄ ⁺ , Ca ²⁺ , Ba ²⁺ , Sr ²⁺ e Mg ²⁺
	Cl ⁻	Br ⁻	I ⁻	F ⁻	SO ₄ ²⁻
	Todos os cátions exceto: Hg ₂ ²⁺ , Ag ⁺ , Cu ⁺ , Bi ³⁺ , Pb ²⁺ e Sb ³⁺	Todos os cátions exceto: Hg ₂ ²⁺ , Ag ⁺ , Cu ⁺ e Pb ²⁺	Todos os cátions exceto: Hg ₂ ²⁺ , Ag ⁺ , Cu ⁺ , Pb ²⁺ e Hg ²⁺	Na ⁺ , K ⁺ , Ag ⁺ , Hg ²⁺ , Al ³⁺ e Ni ³⁺ Pb ²⁺ , Cu ²⁺ , Fe ³⁺ e Ba ²⁺ são ligeiramente solúveis e devem ser testados	Todos os cátions exceto: Ba ²⁺ , Sr ²⁺ e Pb ²⁺ Ca ²⁺ , Hg ²⁺ , Cr ³⁺ e Bi ³⁺ são ligeiramente solúveis e devem ser testados

2- PROCEDIMENTO PARA OS TESTES DE IDENTIFICAÇÃO DOS ÂNIONS

Para a realização desta tarefa você vai precisar de tubos de ensaios, conta-gotas, centrífuga, chapa de aquecimento e os reagentes listados na tabela 9.

Após a realização de cada teste, anote suas observações nessa Tabela.

2.1 - Carbonato (CO_3^{2-})

• Reagente 1

- Colocar 3 gotas de solução de Na_2CO_3 1 mol/L em um tubo de ensaio;

2. Adicionar 3 gotas de solução de $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L ou de solução de $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 2**

1. Colocar 3 gotas de solução de Na_2CO_3 1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de AgNO_3 0,1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 3**

1. Colocar 3 gotas de solução de Na_2CO_3 1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de HgCl_2 0,25 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 4 – Não realizar este teste**

• **Reagente 5 – Não realizar este teste**

• **Reagente 6 – Não realizar este teste**

• **Reagente 7 – Não realizar este teste**

• **Reagente 8 – Não realizar este teste**

2.2 -Nitrato (NO_3^-)

• **Reagente 1**

1. Colocar 3 gotas de solução de KNO_3 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L ou de solução de $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 2**

1. Colocar 3 gotas de solução de KNO_3 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de AgNO_3 0,1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

- Reagente 3 – Não realizar este teste

- Reagente 4

1. Colocar 3 gotas de solução de KNO_3 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de H_2SO_4 concentrado;
3. Introduzir um fio de cobre limpo no tubo de ensaio e aquecer em banho-maria;
4. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

- Reagente 5 – Não realizar este teste

- Reagente 6 – Não realizar este teste

- Reagente 7 – Não realizar este teste

- Reagente 8 – Não realizar este teste

2.3 -Fosfato (PO_4^{3-})

- Reagente 1

1. Colocar 3 gotas de solução de Na_2HPO_4 0,05 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L ou de solução de $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

- Reagente 2

1. Colocar 3 gotas de solução de Na_2HPO_4 0,05 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de AgNO_3 0,1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

- Reagente 3 – Não realizar este teste

- Reagente 4 – Não realizar este teste

- Reagente 5

1. Colocar 3 gotas de solução de Na_2HPO_4 0,05 mol/L em um tubo de ensaio;

2. Adicionar 2 mL de solução de $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$ 0,25 mol/L e 3 gotas de HNO_3 5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 6 – Não realizar este teste

• Reagente 7 – Não realizar este teste

• Reagente 8 – Não realizar este teste

2.4 -Cloreto (Cl^-)

• Reagente 1

1. Colocar 3 gotas de solução de KCl 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L ou de solução de $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 2

1. Colocar 3 gotas de solução de KCl 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de AgNO_3 0,1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 3 – Não realizar este teste

• Reagente 4 – Não realizar este teste

• Reagente 5 – Não realizar este teste

• Reagente 6

1. Colocar 3 gotas de solução de KCl 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de H_2SO_4 concentrado e aquecer em banho-maria;
3. Colocar papel de tornassol azul em contato com o vapor liberado na reação do tubo;
4. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 7

1. Colocar 3 gotas de solução de KCl 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 8 – Não realizar este teste**2.5 -Brometo (Br^-)****• Reagente 1**

1. Colocar 3 gotas de solução de KBr 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L ou de solução de $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 2

1. Colocar 3 gotas de solução de KBr 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de AgNO_3 0,1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 3 – Não realizar este teste**• Reagente 4 – Não realizar este teste****• Reagente 5 – Não realizar este teste****• Reagente 6**

1. Colocar 3 gotas de solução de KBr 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de H_2SO_4 concentrado e aquecer em banho-maria;
3. Colocar papel de tornassol azul em contato com o vapor liberado na reação do tubo;
4. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• Reagente 7

1. Colocar 3 gotas de solução de KBr 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;

2. Adicionar 3 gotas de solução de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 8 – Não realizar este teste**

2.6 -Sulfato (SO_4^{2-})

• **Reagente 1**

1. Colocar 3 gotas de solução de Na_2SO_4 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L ou de solução de $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 2**

1. Colocar 3 gotas de solução de Na_2SO_4 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de AgNO_3 0,1 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 3 – Não realizar este teste**

• **Reagente 4 – Não realizar este teste**

• **Reagente 5 – Não realizar este teste**

• **Reagente 6 – Não realizar este teste**

• **Reagente 7**

1. Colocar 3 gotas de solução de Na_2SO_4 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

• **Reagente 8**

1. Colocar 3 gotas de solução de Na_2SO_4 0,1 mol/L em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de rodizonato de sódio 0,5% m/v e 3 gotas de solução de $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 0,25 mol/L;
3. Observar e anotar na tabela o fenômeno ocorrido.

TABELA 9

Testes para a identificação de alguns ânions

Você sabia que:

O nitrato (NO_3^-) é nutriente para as plantas, sendo utilizado em fertilizantes e soluções nutritivas. Já o nitrito (NO_2^-) é utilizado em pequenas quantidades como conservante para carnes e embutidos, sendo tóxico em altas concentrações.

Reagente	Ânion					
	CO_3^{2-}	NO_3^-	PO_4^{3-}	Cl^-	Br^-	SO_4^{2-}
1) $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ (0,5 mol/L) ou $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ (0,5 mol/L)						
2) AgNO_3 (0,1 mol/L)						
3) HgCl_2 (0,25 mol/L)		Não realizar este teste	Não realizar este teste	Não realizar este teste	Não realizar este teste	Não realizar este teste
4) Cu metálico + H_2SO_4 concentrado	Não realizar este teste		Não realizar este teste	Não realizar este teste	Não realizar este teste	Não realizar este teste
5) $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ (0,25 mol/L) + HNO_3 (5 mol/L)	Não realizar este teste	Não realizar este teste		Não realizar este teste	Não realizar este teste	Não realizar este teste
6) H_2SO_4 (conc.) + Δ	Não realizar este teste	Não realizar este teste	Não realizar este teste			Não realizar este teste
7) $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ (0,25 mol/L)	Não realizar este teste	Não realizar este teste	Não realizar este teste			
8) Rodizonato de sódio (0,5% m/v) + BaNO_3 (0,5 mol/L)	Não realizar este teste	Não realizar este teste	Não realizar este teste	Não realizar este teste	Não realizar este teste	

3- PROCEDIMENTO PARA A IDENTIFICAÇÃO DOS ÂNIONS EM UMA ANÁLISE SISTEMÁTICA

Na análise sistemática é desejável conhecer inicialmente os ânions presentes na solução a ser analisada, pois a partir desta informação e dos dados da Tabela 8 pode-se prever quais os cátions que não

podem estar presentes na referida solução. Com isso pode-se diminuir o número de etapas numa análise sistemática.

O primeiro teste a ser realizado com a solução a ser analisada é o teste com a solução de AgNO_3 0,1 mol/L. A partir do resultado obtido pode-se separar os possíveis ânions em dois grupos:

Grupo I - CO_3^{2-} , HCO_3^- , PO_4^{3-} , NO_2^- , Cl^- , Br^- ou I^- que formam precipitados com o íon prata;

Grupo II - F^- , NO_3^- ou SO_4^{2-} que não formam precipitados com o íon prata.

Posteriormente serão realizados testes para identificação de cada um dos ânions presentes em cada grupo.

Para a realização desta tarefa você vai precisar de tubos de ensaio, conta-gotas, centrífuga, chapa de aquecimento e os reagentes listados abaixo.

Teste com solução de AgNO_3

1. Colocar 3 gotas da solução a ser analisada em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de AgNO_3 0,1 mol/L;
3. Observar o fenômeno ocorrido;
4. Se houver precipitação com Ag^+ seguir o procedimento para o Grupo I e Grupo II;
5. Se não houver precipitação com Ag^+ seguir somente o procedimento para o Grupo II.

Grupo I - Se houver precipitação com adição de Ag^+ pode ser:

CO_3^{2-} , HCO_3^- , PO_4^{3-} , NO_2^- , Cl^- , Br^- ou I^-

Teste com solução de $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ e/ou $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$

1. Colocar 3 gotas da solução a ser analisada em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L e/ou $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L;
3. Observar o fenômeno ocorrido;
4. Se **houver** precipitação com Ba^{2+} e/ou Ca^{2+} pode-se ter **somente** CO_3^{2-} , HCO_3^- ou PO_4^{3-} . Seguir o procedimento A;
5. Se **não houver** precipitação com Ba^{2+} e/ou Ca^{2+} pode-se ter NO_2^- , Cl^- , Br^- ou I^- . Seguir o procedimento B.

Procedimento A**Teste para CO_3^{2-}**

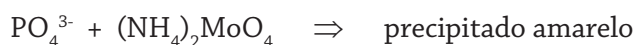
1. Colocar 3 gotas da solução a ser analisada em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de HgCl_2 0,25 mol/L;
3. Observar o fenômeno ocorrido.

**Teste para HCO_3^-**

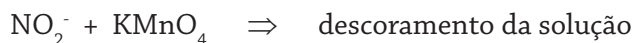
1. Colocar 3 gotas da solução a ser analisada em um tubo de ensaio;
2. Aquecer em banho-maria;
3. Observar o fenômeno ocorrido.

**Teste para PO_4^{3-}**

1. Colocar 3 gotas da solução a ser analisada em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 2 mL de solução de $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$ 0,25 mol/L;
3. Observar o fenômeno ocorrido.

**Procedimento B****Teste para NO_2^-**

1. Colocar 3 gotas da solução a ser analisada em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de KMnO_4 0,02 mol/L;
3. Observar o fenômeno ocorrido.

**Teste para Cl^-**

1. Colocar 3 gotas da solução a ser analisada em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de AgNO_3 0,1 mol/L;
3. Adicionar 3 gotas de solução de Na_3AsO_3 0,1 mol/L;
4. Observar o fenômeno ocorrido.

$\text{Cl}^- + \text{AgNO}_3 \Rightarrow \text{precipitado branco} + \text{Na}_3\text{AsO}_3 \Rightarrow \text{precipitado amarelo}$

Teste para Br^-

1. Colocar 3 gotas da solução a ser analisada em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de HNO_3 concentrado e aquecer em banho-maria;
3. Observar o fenômeno ocorrido.

$\text{Br}^- + \text{HNO}_3 (\text{conc.}) + \Delta \Rightarrow \text{solução marrom avermelhada}$

Teste para I^-

1. Colocar 3 gotas da solução a ser analisada em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de NaNO_2 5% m/v;
3. Observar o fenômeno ocorrido.

$\text{I}^- + \text{NaNO}_2 \Rightarrow \text{solução marrom avermelhada}$

Grupo II - Se não houver precipitação com adição de Ag^+ pode ser:

F^- , NO_3^- ou SO_4^{2-}

Teste para F^-

1. Colocar 3 gotas da solução a ser analisada em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L;
3. Observar o fenômeno ocorrido.

$\text{F}^- + \text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \Rightarrow \text{precipitado branco}$

Teste para SO_4^{2-}

1. Colocar 3 gotas da solução a ser analisada em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de solução de $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 0,5 mol/L;
3. Adicionar 3 gotas de solução de rodizonato de sódio 0,5% m/v;
4. Observar o fenômeno ocorrido.

$\text{SO}_4^{2-} + \text{Ba}(\text{NO}_3)_2 \Rightarrow \text{ppt branco} + \text{rodizonato de sódio} \Rightarrow \text{ppt marrom}$

Teste para NO_3^-

1. Colocar 3 gotas da solução a ser analisada em um tubo de ensaio;
2. Adicionar 3 gotas de H_2SO_4 concentrado;
3. Introduzir no tubo de ensaio um fio de cobre limpo e aquecer em banho-maria;
4. Observar o fenômeno ocorrido.

$\text{NO}_3^- + \text{Cu (metálico)} + \text{H}_2\text{SO}_4 (\text{conc.}) \Rightarrow$ vapores marrom avermelhados

REFERÊNCIAS

AFONSO, J.C.; SILVEIRA, J.A.; OLIVEIRA, A.S. *Química Nova*. v. 28, n. 1, 2005.

ALEXÉIEV, V. N. *Semimicroanálisis Químico Cualitativo*. Moscou: Editorial Mir, 1975.

ALVIM, T.R.; ANDRADE, J.C. *Química Nova*. v. 29, n. 1, 2006.

ATKINS, P.; JONES, L. *Chemistry: Molecules, Matter, and Change*. 3. ed. New York: W. H. Freeman and Company, 1992.

BACCAN, N.; ALEIXO, L. M.; STEIN, E.; GODINHO, O. E. S. *Introdução à Semimicroanálise Qualitativa*. 3. ed. São Paulo: Editora da Unicamp, 1990.

FERNANDES, J. *Química Analítica Qualitativa - cursos técnicos profissionalizantes do 2º grau, curso de química industrial e curso superior de química*. São Paulo: Hemus, 1982.

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

LURIE, J. J. *Handbook of Analytical Chemistry*. Moscou: Mir Publishers, 1975.

PEREIRA, Ilton José Lima. Notas de aula. Belo Horizonte: Departamento de Química/ UFMG, 1984.

MARTÍ, F. B.; CONDE, F. L.; JIMENO, S. A. *Química Analítica Cualitativa*. Ciudad de la Habana: Editorial Pueblo y Educación, 1983.

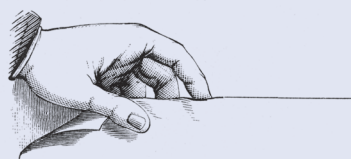
SCHUMANN, W. *Rochas e Minerais*. São Paulo: Livro Técnico S/A - Indústria e Comércio, 1985.

VAISTMAN, D. S.; BITTENCOURT, O. A. *Ensaio Químico Qualitativo*. Rio de Janeiro: Interciência, 1995.

VOGEL, A. I. *Química Analítica Qualitativa*. 5. ed. São Paulo: Editora Mestre Jou, 1981.

WHITTEN, K. W.; DAVIS, R. E.; PECK, M. L. *General Chemistry With Qualitative Analysis*. 5. ed. Flórida: Saunders College Publishing, 1996.

WISMER, R. E. *Qualitative Analysis with Ionic Equilibrium*. New York: Macmillan Publishing Company, 1991.



Para obter mais
informações sobre
outros títulos da
EDITORIA UFMG,
visite o site

www.editoria.ufmg.br

A presente edição foi composta pela Editora UFMG, em caracteres Chaparral PRO e Optima STD, e impressa pela Editora O Lutador, em sistema offset, papel offset 90g (miolo) e cartão supremo 250g (capa), em agosto de 2006.



CENTRO DE APOIO
À EDUCAÇÃO A
DISTÂNCIA UFMG

PRÓ-REITORIA DE GRADUAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

Secretaria de Ensino a Distância
Ministério da Educação

