

TÉCNICAS BÁSICAS DE GRAVIMETRIA

6
aula

META

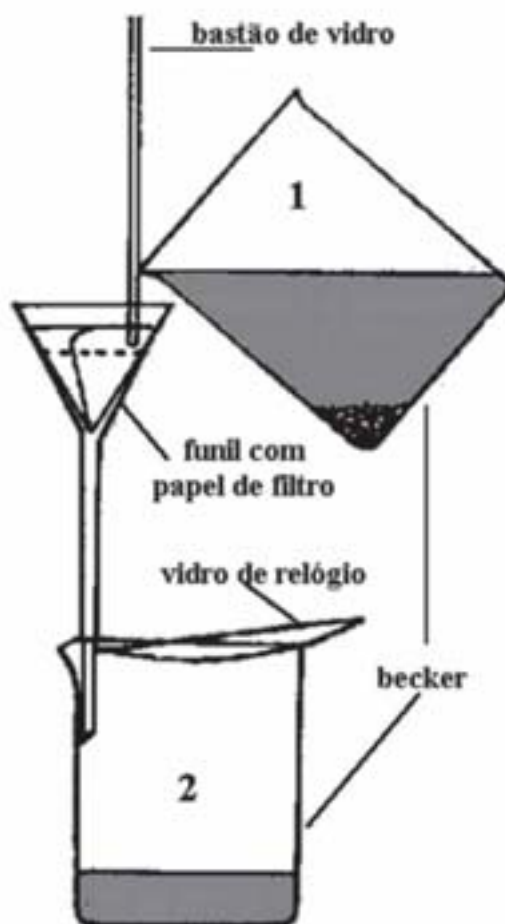
Apresentar aos alunos as técnicas básicas de precipitação, filtração e lavagem do precipitado.

OBJETIVOS

Ao final da aula, o aluno deverá: proceder a montagem de um sistema para precipitação, filtração e lavagem do precipitado; e executar corretamente o procedimento para precipitação, filtração e lavagem do precipitado.

PRÉ-REQUISITOS

Conhecimento acerca das técnicas de medidas de massa e volume.



Caro aluno ou querida aluna quase toda água potável que consumimos transforma-se em esgoto que é re-introduzida nos rios e lagos. Estes mananciais, uma vez contaminados, podem conter microorganismos causadores de várias

INTRODUÇÃO

doenças, como a diarreia, hepatite, cólera e febre tifóide. Além de microorganismos, as águas dos rios e lagos contêm muitas partículas que também precisam ser removidas antes do consumo humano. Daí a necessidade de se tratar a água para que esta volte a ser propícia para o consumo humano.



Tratamento de Esgoto.

A precipitação é um dos processos de separação de fases, onde o elemento a ser dosado é separado da solução através da formação de um precipitado convenientemente escolhido em cada caso. Devem-se levar em conta vários fatores para a escolha do reagente precipitante, tais como a solubilidade, as características físicas e a pureza do precipitado.

Quanto à técnica de precipitação utilizada em laboratório, de modo geral, ela é processada em béquer com adição lenta do reagente (por meio de uma pipeta) e sob agitação, ou a partir de uma solução homogênea.

GRAVIMETRIA

FILTRAÇÃO

A filtração é o processo de separação do precipitado do meio em que se processou a sua formação. A maneira como é feita a filtração dependerá do tratamento a que o precipitado será submetido na fase seguinte (secagem ou calcinação).

Se o precipitado deve ser seco a 100° - 120° C, em estufa, é necessário que a filtração seja feita em funil de *Gooch* de vidro ou porcelana. Esses cadinhos filtrantes possuem como fundo uma camada porosa. Nesse caso, a filtração é executada com o auxílio de sucção, para forçar a passagem do líquido pelo filtro, usando um frasco de sucção, geralmente um kitassato e um aspirador, que pode ser uma trompa d'água ou uma bomba de vácuo (Fig. 4.1).

Quando o precipitado deve ser calcinado em temperaturas elevadas, procede-se a filtração através de papel filtro. O papel de filtro utilizado em análise quantitativa apresenta um resíduo de cinzas constante após a calcinação, sendo que uma folha circular utilizada numa filtração, após sua calcinação, apresenta um resíduo de cinzas de peso desprezível.

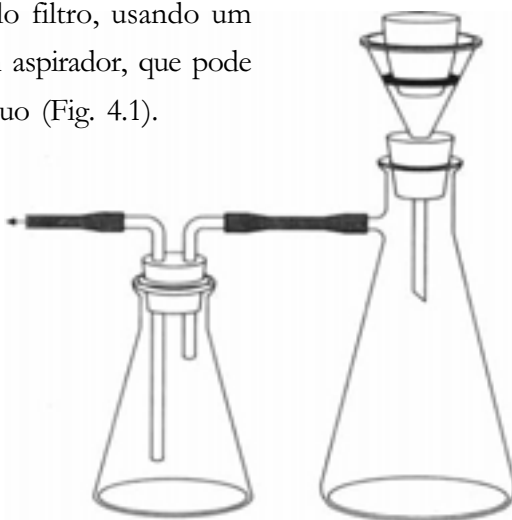


Figura 1. Filtração por sucção.

A filtração com auxílio do papel-filtro é feita por gravidade, sem sucção. Você sabia que até para dobrar o papel-filtro existe uma técnica? Para aumentar a velocidade de vazão do líquido a ser filtrado, o papel-filtro circular deve ser dobrado e inserido num funil de vidro, como está ilustrado na Fig 4.2, tomando-se o cuidado de umedecê-lo após sua inserção no funil, de modo a se obter uma boa aderência. O diâmetro do papel-filtro utilizado deve ser tal que sua parte superior deve estar de 1 a 2 cm abaixo da borda do funil de vidro.

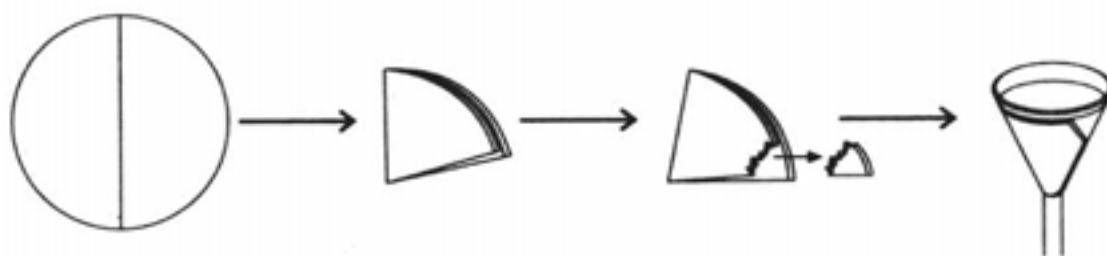


Figura 2. Preparo de papel-filtro.

Faz-se a filtração por decantação transferindo-se primeiro o líquido sobrenadante e, em seguida, o precipitado. A transferência é feita com o auxílio de um bastão de vidro, recolhendo-se o filtrado em um béquer. A extremidade inferior da haste do funil deve ser encostada na parede interna do béquer usado no recolhimento do filtrado, como visto na Fig. 4.3.



Figura 3. Filtração por ação da gravidade.

Não se deve deixar o precipitado secar no filtro durante a filtração, pois se isto acontecer formar-se-ão canaletas na massa de precipitado, o que, posteriormente, provocará uma lavagem deficiente. Deve-se manter durante toda a filtração o nível de solução a $\frac{3}{4}$ da altura do papel-filtro no funil.

LAVAGEM

Após a filtração, o precipitado deve ser submetido a um processo de lavagem, através do qual se remove parte da água-mãe que ficou nele retida e eliminam-se as impurezas solúveis e não voláteis na temperatura de secagem ou calcinação a que o precipitado será submetido. Mas, atenção! O líquido de lavagem deve ser usado em pequenas porções, pois assim obteremos uma eficiência maior do que aquela que seria obtida se utilizássemos um pequeno número de grandes porções de líquido (considerando-se o mesmo volume total de líquido de lavagem).

O líquido de lavagem, de modo geral, deverá conter um eletrólito para evitar a **peptização** do precipitado. Este eletrólito deve ser volátil na temperatura de secagem ou calcinação a que será submetido posteriormente o precipitado, de modo a não deixar resíduo. Para reduzir a solubilidade do precipitado, deve-se ter como eletrólito um íon comum e, se possível, o líquido de lavagem deve ser usado a quente.

Para uma lavagem mais eficiente, recomenda-se que, de início, somente a água-mãe seja transferida para o funil de filtração. O precipitado (ainda retido no frasco de precipitação) é então lavado, sob agitação, com uma porção da solução de lavagem, decantado, e o líquido sobrenadante transferido para o funil. Repete-se este procedimento algumas vezes e, por fim, transfere-se a totalidade do precipitado para o funil e continua-se a lavagem diretamente no filtro. A seqüência de operações utilizadas na transferência de um precipitado é ilustrada esquematicamente na Figura 4.

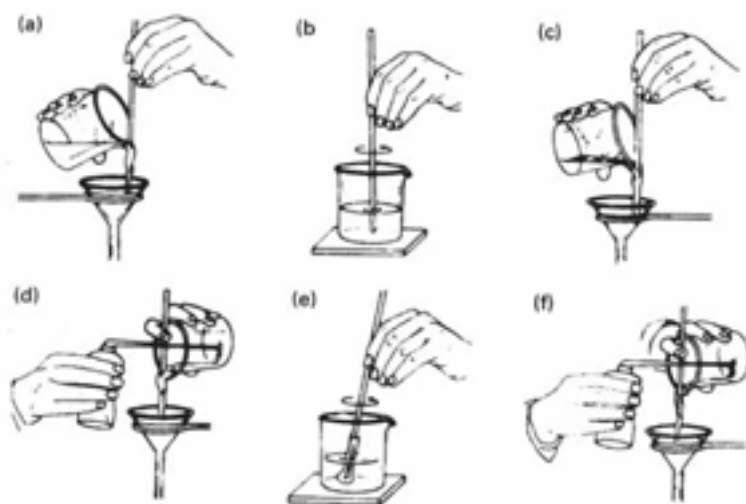


Figura 4. Seqüência de operações utilizadas na transferência de um precipitado.

Peptização

É a transformação da fase gel (sólido disperso em líquido) para a fase sol (líquido disperso em sólido), que ocorre pela adição de dispersante.

PRECIPITAÇÃO E TRATAMENTO DE ÁGUA

A precipitação é um processo de grande importância no tratamento de águas de abastecimento. As dimensões das impurezas nas águas como íons, moléculas e partículas em suspensão podem variar de 10^{-10}m a 10^{-4}m . Para eliminar ou diminuir a concentração das partículas, em suspensão é necessário aplicar os conceitos envolvidos na eficácia das reações de precipitação.



Partículas sólidas com pequenas dimensões (menor que 1000 \AA) podem ter íons fixados a sua superfície sendo que a repulsão entre as cargas impede a coagulação ou precipitação da dispersão coloidal. Entretanto, este frágil equilíbrio pode ser destruído por mudanças das variáveis que o mantém, como: concentra-

ção de íons (força iônica), temperatura, pH. Nas águas naturais ocorre muitas vezes a formação de suspensões coloidais contendo silicatos que, em determinado pH, encontram-se negativamente carregados e ao redor desta superfície organizam-se camadas de íons positivos e negativos.

As partículas sólidas que formam as dispersões coloidais podem ser separadas da solução por precipitação, melhorando, assim, aspectos químicos e físicos da água. A velocidade com que este processo ocorre e a sua eficácia são aspectos relevantes no tratamento de água. Muitas vezes, o termo floculação é usado para designar a formação de flocos, que são agregados de partículas coloidais de fácil separação. Como vários fatores influenciam na eficácia do processo de floculação, geralmente são realizados ensaios químicos em *Jar test*.



Figura 5. *Jar test* usado em ensaios químicos.

Trata-se de um aparelho que contém vários béqueres com agitador e onde as amostras de água são submetidas a diferentes condições de floculação, como por exemplo, a adição de diferentes concentrações do agente floculante. Desta forma, pode-se saber qual a quantidade ideal do agente floculante que deve ser adicionada à água que se quer purificar.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL 1

- a) Medir 150 mL de água turva (suja) em um béquer de 250 mL.
- b) Agitar vigorosamente por um minuto (usando um agitador magnético ou transferindo a amostra para uma garrafa PET previamente limpa e agitando manualmente).
- c) Repetir este procedimento por 10 vezes, observe o que ocorre.
- d) Verifique se esta solução está ácida ou básica, mergulhando uma fita de papel tornassol vermelho. Anotar a cor da fita de papel (ou pode ser usado um pHmetro).
- e) Se a fita continuar vermelha ou se a fita de papel indicador universal indica pH igual a 12, adicione gotas de solução de hidróxido de sódio (NaOH) até que a fita se torne azul (~10 gotas).
- f) Com uma pipeta graduada acrescente 50 mL de solução de sulfato de alumínio ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$) a 1% (*agite a solução antes de pipetar*). Agite

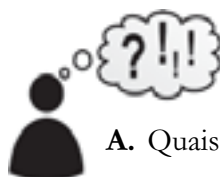
a solução constantemente por 10 minutos, observe o tempo de formação dos flocos e anote.

g) Deixar em repouso por 20 minutos. Enquanto aguarda, proceda a montagem do sistema de filtração.

h) Filtre a solução

i) Anote seus resultados na tabela abaixo:

	pH	turbidez	cor	cheiro
Antes do tratamento				
Após o tratamento				



ATIVIDADES

A. Quais os processos de separação de misturas que foram utilizados na realização deste experimento?

B. Na etapa de floculação nós adicionamos hidróxido de sódio para tornar o meio básico antes da adição do agente floculante (sulfato de alumínio). Escreva a reação balanceada que ocorreu entre o sulfato de alumínio e o hidróxido de sódio.

C. Você saberia explicar por que o pH diminuiu após a floculação? Que outras substâncias poderiam ser utilizadas como agentes floculantes?

De um modo geral, a análise gravimétrica baseia-se na medida da massa de um ou mais constituintes de uma amostra a partir da separação dos constituintes causada pela precipitação. A análise gravimétrica em linhas gerais segue a ordem: precipitação, filtração, lavagem, aquecimento e pesagem. Nesta aula, vimos passo a passo como proceder na montagem e utilização de um sistema para precipitação e filtração com o intuito de separarmos alguns dos constituintes de água de rio, melhorando a sua qualidade. O uso de agentes floculantes e de agentes modificadores de pH foram enfatizados como etapas importantes no tratamento primário da água.

CONCLUSÃO

RESUMO



A técnica de precipitação apresentada no conteúdo desta aula vem sendo empregada há muitos anos para o tratamento convencional da água doce. Quando a precipitação e separação das substâncias indesejáveis acontecem através da adição de um agente floculante, como o sulfato de alumínio, por exemplo, denominamos este processo de floculação. Na floculação as partículas sólidas aglomeram-se em flocos podendo ser facilmente removidas. Este processo consiste na formação e precipitação de hidróxido de alumínio ($\text{Al}_2(\text{OH})_3$) que é insolúvel em água e “carrega” as impurezas para o fundo do tanque. Durante o procedimento também foi realizado o ajuste do pH pela adição de sulfato de alumínio, levando à formação de hidróxido de alumínio. A última etapa deste processo é a separação do precipitado através de filtração. Este método convencional de tratamento da água, como vimos, tem fundamentos na química de formação de precipitados.

REFERÊNCIAS

- BAIRD. C., **Química ambiental**. 2 ed. Porto Alegre: Ed. Bookman, 2002.
- BACCAN. N. et al. **Química analítica quantitativa elementar**. 3 ed., Campinas: Ed. Edgar Blucher Ltda, 2001.
- VOGEL. **Análise química quantitativa**. 6 ed. São Paulo: Livros técnicos e Científicos Ed. S.A., 2002.
- BERAN. J. A., **Laboratory manual for principles of general chemistry**. 5 ed. New York: John Wiley & Sons, 1994.
- BETTELHEIM. Frederick A.; LANDESBURG, Joseph M. **Laboratory experiments for general, organic and biochemistry**. 5 ed., New York: Saunder College Pub, 2006.
- GIESBRECHT, E. et al. **Experiências de Química, técnicas e conceitos básicos: PEQ Projetos de Ensino de Química**. São Paulo: Ed. Moderna, Ed. da Universidade de São Paulo, 1979.
- HARRIS. D., **Análise química quantitativa**. 5 ed. Rio de Janeiro: Editora LTC, 2001.
- MALM. L. E. **Manual de laboratório para química - uma ciência experimental**. 4 ed., Lisboa: Ed. Fundação Calouste Gulbenkian, 2000.
- RICHTER. C. A. **Tratamento de água**. São Paulo: Ed. Edgar Blucher, 1995.
- SILVA, R. R.; BOCCHI, N.; ROCHA-FILHO, R. C., **Introdução à química experimental**. São Paulo: Mcgraw-Hill, 1990.
- SKOOG, A. S. et al. **Fundamentos de química analítica**. São Paulo: Ed. Thomson Learning, 2005.