

# ANÁLISE GRAVIMÉTRICA

# ANÁLISE GRAVIMÉTRICA

A análise gravimétrica ou gravimetria, é um método analítico quantitativo cujo processo envolve a separação e pesagem de um elemento ou um composto do elemento na forma mais pura possível.

\*O elemento ou composto é separado de uma quantidade conhecida da amostra ou substância analisada.

A gravimetria engloba uma variedade de técnicas, onde a maioria envolve a transformação do elemento ou composto a ser determinado num composto puro e estável e de estequiometria definida, cuja massa é utilizada para determinar a quantidade do analito original.

. O peso do elemento ou composto pode ser calculado a partir da fórmula química do composto e das massas atômicas dos elementos que constituem o composto pesado.

# ANÁLISE GRAVIMÉTRICA

A análise gravimétrica está baseada na medida indireta da massa de um ou mais constituintes de uma amostra.

Por medida indireta deve-se entender **converter determinada espécie química em uma forma separável do meio em que esta se encontra, para então ser recolhida e, através de cálculos estequiométricos, determinada a quantidade real de determinado elemento ou composto químico, constituinte da amostra inicial.**

• A separação do constituinte pode ser efetuada por meios diversos: **precipitação química, eletrodeposição, volatilização ou extração.**

# ANÁLISE GRAVIMÉTRICA POR PRECIPITAÇÃO

Na gravimetria por precipitação química, o constituinte a determinar é isolado mediante adição de um reagente capaz de ocasionar a formação de uma substância pouco solúvel\*.

**Precipitação:** em linhas gerais segue a seguinte ordem:  
**precipitação > filtração > lavagem > aquecimento > pesagem**

\*Inicialmente, o item em análise encontra-se em uma forma solúvel em determinado meio.

# Propriedades dos Precipitados

Para obter bons resultados, você deve ser capaz de obter um precipitado “puro” e que possa ser recuperado com alta eficiência.

## Características de um bom precipitado:

- Ter baixa solubilidade
- Ser fácil de recuperar por filtração
- Não ser reativo com o ar, a água...
- Ser algo onde o nosso analito seja apenas uma pequena porção do precipitado.

Vários íons podem ser determinados por gravimetria: esses são precipitados com um reagente e pesados após secagem.

**Tabela I - Alguns elementos determinados por gravimetria**

substância analisada	precipitado formado	precipitado pesado	interferências
Fe	Fe(OH) <sub>3</sub> Fe cupferrato	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al, Ti, Cr e muitas outras metais tetravalentes
Al	Al(OH) <sub>3</sub> Al(ox) <sub>3</sub> <sup>a</sup>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Al(ox) <sub>3</sub>	Fe, Ti, Cr e muitas outras idem. Mg não interfere em soluções ácidas
Ca	CaC <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	CaCO <sub>3</sub> ou CaO	todos os metais exceto alcalinos e Mg
Mg	MgNH <sub>4</sub> PO <sub>4</sub>	Mg <sub>2</sub> P <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	todos os metais exceto alcalinos
Zn	ZnNH <sub>4</sub> PO <sub>4</sub>	Zn <sub>2</sub> P <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	todos os metais exceto Mg
Ba	BaCrO <sub>4</sub>	BaCrO <sub>4</sub>	Pb
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	BaSO <sub>4</sub>	BaSO <sub>4</sub>	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> , ClO <sub>3</sub> <sup>-</sup>
Cl <sup>-</sup>	AgCl	AgCl	Br <sup>-</sup> , I <sup>-</sup> , SCN <sup>-</sup> , CN <sup>-</sup> , S <sup>2-</sup> , S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>2-</sup>
Ag	AgCl	AgCl	Hg(I)
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	MgNH <sub>4</sub> PO <sub>4</sub>	Mg <sub>2</sub> P <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	MoO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , K <sup>+</sup>
Ni	Ni(dm g) <sub>2</sub> <sup>b</sup>	Ni(dm g) <sub>2</sub>	Pd

<sup>a</sup>ox = oxina (8-hidroxiquinolina) com 1 H<sup>+</sup> removido

<sup>b</sup>dm g = dimetildioxima com 1 H<sup>+</sup> removido

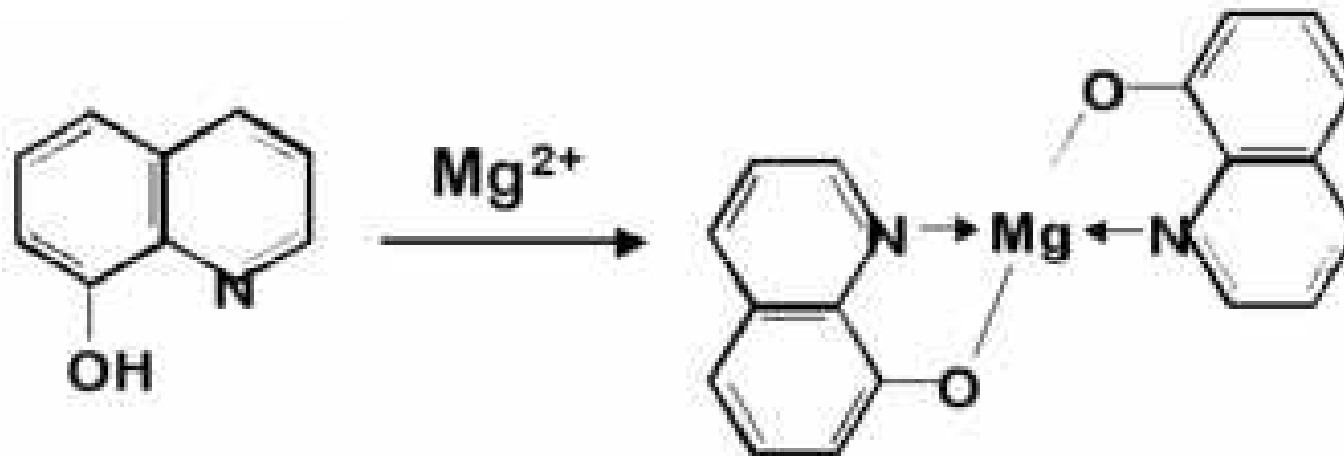
## Alguns agentes precipitantes inorgânicos

<b>Agent</b>	<b>Analyte (form)</b>
<b>HCl</b>	<b>Ag (AgCl), Hg (Hg<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>)</b>
<b>(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S</b>	<b>Hg (HgS), Co (Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)</b>
<b>H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub></b>	<b>Ca (CaO), Sr (SrO), Th (ThO<sub>2</sub>)</b>
<b>HNO<sub>3</sub></b>	<b>Sn (SnO<sub>2</sub>)</b>
<b>BaCl</b>	<b>SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> (BaSO<sub>4</sub>)</b>

## Reagentes Orgânicos

Tendem a ser mais seletivos

8-hidroxiquinolina – reage com mais de 20 cátions metálicos diferentes

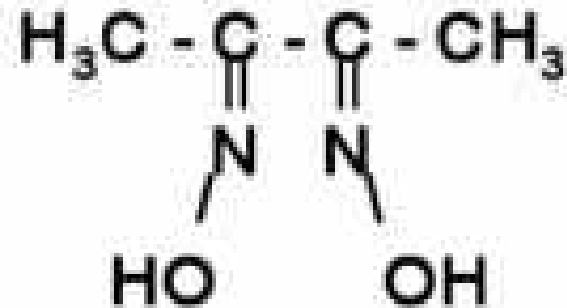


O pH pode ser utilizado para controlar a seletividade.

Ex: em meio alcalino, específico para Mg



## Dimetilglioxima - DMG



Forma complexos apenas com

Pd – amarelo, complexo fraco

Ni – vermelho claro, complexo muito estável

Uma vez que o Pd não é muito comum, DMG é considerado específico para Ni.

\* Nem sempre o constituinte pode ser pesado na mesma forma química de precipitação. É que, muitas vezes, uma forma de precipitação não se constitui em uma adequada forma de pesagem, seja por não possuir uma composição bem definida, seja por não suportar o processo de dessecação por aquecimento que quase sempre deve anteceder a pesagem.

- A filtração pode ser efetuada com simples aparatos de vidro (funil de vidro) ou porcelana (funil de Büchner), com papéis de filtro apropriados e membranas.

- O aquecimento pode ser realizado, conforme o caso, em bancada através de um simples aparato ou em muflas, onde temperaturas de 1400°C podem ser alcançadas.

## CÁLCULOS EM ANÁLISE GRAVIMÉTRICA

Os cálculos realizados em gravimetria são relativamente simples, devendo-se ter cuidado especial com a correspondência de unidades, de modo geral:

$$L > \text{kg}$$

$$\text{mL} > \text{g}$$

# CÁLCULOS EM ANÁLISE GRAVIMÉTRICA

Calculations associated with the methods are based on stoichiometry.

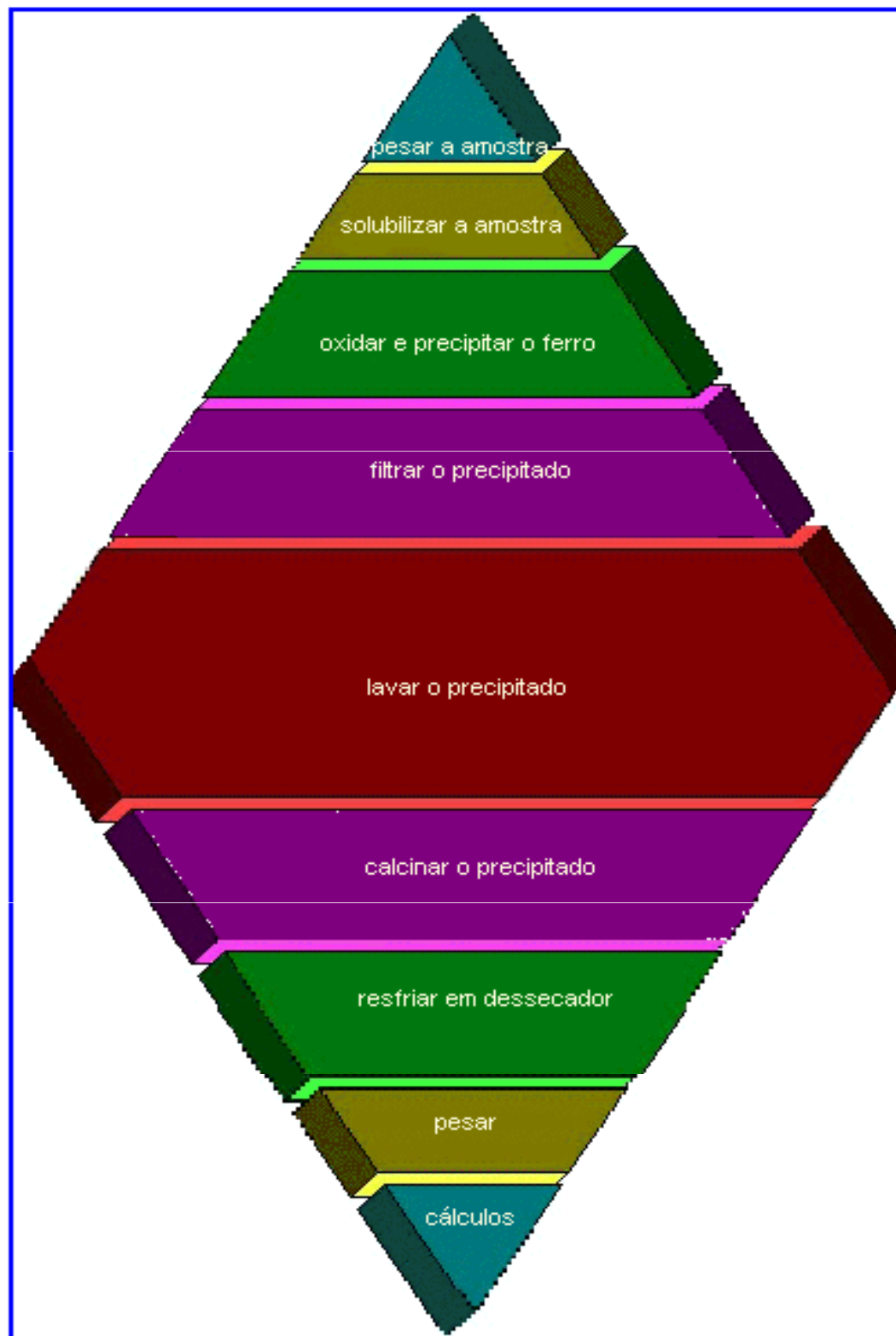
## Stoichiometry of a reaction

A balanced chemical formula gives the ratios, in moles, of materials produced or consumed in a reaction.



If the weight of any one species used or produced is known, the others are readily calculated.

# Principais etapas da análise gravimétrica do ferro (III)



## Exemplo: Determinação de ferro em solo

0,485g de uma amostra de solo contendo ferro (II) e (III), foi oxidada e o ferro (III) precipitado como óxido de ferro hidratado ( $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ). O precipitado depois de filtrado, lavado e calcinado pesou 0,248g, com o ferro na forma de óxido ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ).

Qual o conteúdo de ferro(III) na amostra?

### Passo 1: Cálculo da massa de $\text{Fe}^{+3}$

Dados do problema:

$$m_{\text{amostra}} = 0,485\text{g}$$

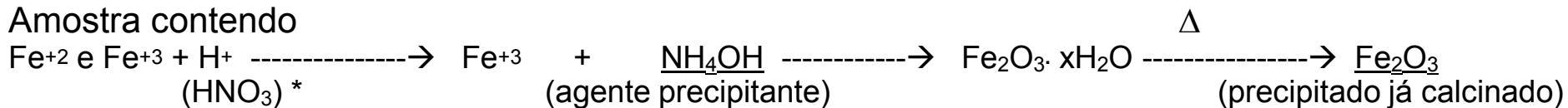
$$m_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = 0,248\text{g}$$

$$M_{\text{Fe}} = 55,847\text{g}$$

$$M_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = 159,690\text{g}$$

Reações:

Amostra contendo



\*digestão = oxidação  $\text{Fe}^{+2}$  a  $\text{Fe}^{+3}$

### Cálculo da massa de $\text{Fe}^{+3}$

$$\begin{array}{r} 2 \text{ Fe}^{+3} \text{ ----- } \text{Fe}_2\text{O}_3 \\ 2 \text{ mols de Fe}^{+3} \text{ ----- } 1 \text{ mol Fe}_2\text{O}_3 \\ 2 \times M_{\text{Fe}^{+3}} \text{ ----- } 1 \times M_{\text{Fe}_2\text{O}_3} \\ m_{\text{Fe}^{+3}} \text{ ----- } m_{\text{Fe}_2\text{O}_3} \end{array}$$
$$m_{\text{Fe}^{+3}} = \frac{2 \times 55,847 \times 0,248}{159,690}$$

$$m_{\text{Fe}^{+3}} = 0,173 \text{ g}$$

### Passo 2: Cálculo da % de $\text{Fe}^{+3}$ na amostra.

$$m_{\text{amostra}} \text{ ----- } 100\%$$

$$m_{\text{Fe}^{+3}} \text{ ----- } \% \text{ Fe}^{+3}$$

$$0,485 \text{ g} \text{ ----- } 100\%$$

$$0,173 \text{ g} \text{ ----- } \% \text{ Fe}^{+3}$$

$$\% \text{ Fe}^{+3} = \frac{0,173 \times 100}{0,485}$$

$$\% \text{ Fe}^{+3} = 35,67 \%$$