

A Beleza da Química Analítica Qualitativa na Proposição de Esquemas de Separação e Identificação de Níquel em Bijuterias

The Beauty of Qualitative Analytical Chemistry in Proposing Nickel Separation and Identification Schemes in Costume Jewelry

Aline D. Assunção,^a Milena R. de Almeida,^a Nathália L. de Oliveira,^a Emily A. S. Cunha,^a Carlos Henrique H. da Silva,^a Sidney Luiz Júnior,^a Luís Antônio da Silva,^a Valéria A. Alves^{a,*}

^aUniversidade Federal do Triângulo Mineiro, Instituto de Ciências Exatas, Naturais e Educação, Departamento de Química, Laboratório de Eletroquímica e Eletroanalítica, Unidade III, Univerdecidade, CEP 38064-200, Uberaba-MG, Brasil

*E-mail: valeria.alves@uftm.edu.br

Submissão: 19 de Fevereiro de 2024

Aceite: 7 de Agosto de 2024

Publicado online: 15 de Agosto de 2024

The Qualitative Analytical Chemistry discipline offers a great challenge in its teaching and learning process. This work proposed schemes for cation separation and identification of nickel (Ni) in costume jewelry (earrings). Nickel is a potentially toxic metal; its identification in samples D and P was based on a chemical reaction that occurs between Ni²⁺ and dimethylglyoxime, with the formation of a red, insoluble complex. The first stage of the analysis consisted of preparing the samples. Next, a procedure based on the separation schemes for group III and/or group IV A cations was used. A cation separation and Ni identification scheme was developed for each sample. Sample D contains copper in its chemical composition, which may interfere with the identification of nickel; it was necessary to remove it in the form of CuS. This work culminated in the production of teaching material for the Analytical Chemistry Laboratory for use by teachers and students of Chemistry Courses and related areas at Higher Education Institutions, allowing them to adopt a contextualized approach to the teaching and learning process, so that practical classes can become more attractive and relevant for students, enhancing this process.

Keywords: Qualitative analytical chemistry; nickel identification; costume jewelry.

1. Introdução

A análise qualitativa tem a capacidade de desenvolver nos estudantes o perfil de pesquisador, pois permite aos mesmos observar, interpretar, confirmar e concluir.^{1,2} Na disciplina Química Analítica Qualitativa são estudados reações químicas e métodos de separação e de identificação de cátions e de ânions. Os cátions são divididos em cinco grupos, denominados I a V, baseado nas suas similaridades. Com exceção do grupo I, os demais grupos possuem, cada um, um reagente precipitante que forma compostos insolúveis com todos os cátions do grupo, o qual é chamado de reagente de grupo.³ A Tabela 1 apresenta os grupos de cátions e os respectivos reagentes de grupo. A separação e a identificação dos cátions de um mesmo grupo são realizadas utilizando-se reações químicas apropriadas.⁴

Alguns autores^{5,6} adotam uma sequência de classificação analítica baseada na complexidade crescente das reações químicas envolvidas no estudo dos grupos de cátions, tendo início no grupo I até o grupo V, conforme apresentado na segunda coluna da Tabela 1.³ Essa classificação analítica é adotada neste trabalho. Uma classificação analítica idêntica, onde os grupos de cátions possuem uma sequência inversa à discutida anteriormente, é adotada por outros autores,⁸⁻¹⁵ conforme mostrado na quarta coluna da Tabela 1. A separação dos cátions de uma amostra que contém elementos de todos os grupos em sua composição química é realizada de acordo esta sequência.³ Os ânions não serão tratados nesse trabalho, então optou-se por não comentar sobre os métodos de análise destas espécies. Aos leitores interessados, sugere-se consultar a literatura.^{3,16}

Contudo, a disciplina Química Analítica Qualitativa oferece um grande desafio no seu processo de ensino e aprendizagem. Há uma falta de compreensão pelos estudantes das reações químicas envolvidas na Química Analítica Qualitativa, especialmente em fazer relações com os conceitos teóricos envolvidos nos equilíbrios químicos abordados na parte teórica da disciplina;^{4,17} os roteiros tradicionais tornaram-se confusos aos estudantes, devido ao tempo curto de aula prática;⁴ e nota-se uma escassez de material didático que auxilie o estudante e o docente a superarem essa dicotomia.^{4,17}

Segundo Hicks e Bevsek, 2012, p. 254,¹⁸ normalmente, as aulas práticas de Química Analítica Qualitativa são ministradas a partir de roteiros (*cookbook*), onde são apresentados fluxogramas aos

Tabela 1. Classificação analítica dos grupos de cátions em grupos e/ou subgrupos, a ordem adotada por diferentes livros texto de Química Analítica, e os respectivos reagentes de grupo.

Grupo	Ordem adotada pelas referências 5, 6, 7	Reagente de grupo	Ordem adotada pelas referências 8 a 15	Reagente de grupo
I	Na ⁺ , K ⁺ , NH ₄ ⁺	Não há reagente precipitante para este grupo	Grupo da prata: Ag ⁺ , Pb ²⁺ , Hg ₂ ²⁺	Ácido clorídrico diluído (HCl)
II	Mg ²⁺ , Ba ²⁺ , Ca ²⁺ , Sr ²⁺	Carbonato de amônio (NH ₄) ₂ CO ₃ em meio amoniacal (NH ₃ /NH ₄ Cl)	II A (subgrupo do cobre): Hg ²⁺ , Pb ²⁺ , Bi ³⁺ , Cu ²⁺ , Cd ²⁺ II B (subgrupo do arsênio): As ³⁺ , As ⁵⁺ , Sb ³⁺ , Sb ⁵⁺ , Sn ²⁺ , Sn ⁴⁺	Ácido sulfídrico (H ₂ S) em meio de ácido clorídrico diluído (HCl)
III	III A (subgrupo do ferro): Fe ³⁺ , Al ³⁺ , Cr ³⁺ III B (subgrupo do zinco): Ni ²⁺ , Co ²⁺ , Zn ²⁺ , Mn ²⁺	Sulfeto de amônio (NH ₄ S) em meio amoniacal (NH ₃ /NH ₄ Cl)	III A (subgrupo do ferro): Fe ³⁺ , Al ³⁺ , Cr ³⁺ III B (subgrupo do zinco): Ni ²⁺ , Co ²⁺ , Zn ²⁺ , Mn ²⁺	Sulfeto de amônio (NH ₄) ₂ S em meio amoniacal (NH ₃ /NH ₄ Cl)
IV	IV A (subgrupo do cobre): Hg ²⁺ , Pb ²⁺ , Bi ³⁺ , Cu ²⁺ , Cd ²⁺ IV B (subgrupo do arsênio): As ³⁺ , As ⁵⁺ , Sb ³⁺ , Sb ⁵⁺ , Sn ²⁺ , Sn ⁴⁺	Ácido sulfídrico (H ₂ S) em meio de ácido clorídrico diluído (HCl)	Mg ²⁺ , Ba ²⁺ , Ca ²⁺ , Sr ²⁺	Carbonato de amônio (NH ₄) ₂ CO ₃ em meio amoniacal (NH ₃ /NH ₄ Cl)
V	Grupo da prata: Ag ⁺ , Pb ²⁺ , Hg ₂ ²⁺	Ácido clorídrico diluído (HCl)	Na ⁺ , K ⁺ , NH ₄ ⁺	Não há reagente precipitante para este grupo

estudantes, para auxiliar na separação e identificação de íons em amostras de soluções dos íons, o que requer um mínimo de reflexão por parte deles. Além disso, não há qualquer relação com o mundo real dos estudantes, o que torna esta abordagem didática questionável. Esses autores citaram 12 publicações no *Journal of Chemical Education*, voltadas à melhoria do tradicional ensino de Química Analítica Qualitativa Experimental. Como alternativa, os autores propuseram a aprendizagem baseada em problemas, em substituição ao “livro de receitas”. Um problema do mundo real foi apresentado aos estudantes, no qual eles puderam construir o seu aprendizado, desenvolvendo uma estratégia (fluxogramas) para separação de cátions e, posteriormente, usando-a para analisá-los em uma amostra de água de um lago contaminado (amostra desconhecida). Eles concluíram que essa abordagem didática foi mais exitosa, comparada com a tradicional. Ainda, o tema dos experimentos foi apreciado pelos estudantes, dada a sua relação com o meio ambiente, e também o fato deles terem criado seus próprios fluxogramas.

Considerando as dificuldades dos estudantes na aprendizagem em Química, Guerrero, Jaramillo e Meneses, 2016,¹⁹ desenvolveram um aplicativo de celular para auxiliar nas aulas práticas de Química Analítica Qualitativa. Tal aplicativo permite que os estudantes simulem a marcha analítica envolvida na separação e identificação dos cinco grupos de cátions, facilitando o aprendizado dos conceitos teóricos, e contribuindo com a eficiência das aulas de laboratório, já que as práticas podem ser simuladas antes mesmo de ocorrerem no laboratório, podendo ainda serem realizadas fora do ambiente do laboratório e a qualquer momento. O aplicativo funciona assim: uma amostra problema pode conter cátions dos grupos I a V. A análise começa estabelecendo a presença ou ausência dos cátions do grupo I (Ag⁺, Pb²⁺ e Hg₂²⁺). O aplicativo possui o procedimento experimental para ser seguido, e o resultado positivo do teste. Isto ajuda o estudante antes da

aula de laboratório, já que o aplicativo mostra de antemão os resultados da identificação, e como conduzir o ensaio experimental. Os autores pontuaram que a aplicação da marcha analítica tradicional para uma dada amostra é um processo complexo para os estudantes, demanda muito tempo e reagentes químicos para execução das várias etapas, além dos riscos. O aplicativo foi validado em sala de aula; alguns estudantes afirmaram que a ferramenta tecnológica facilitou a aprendizagem na sala de aula e no laboratório.

Num outro trabalho, os autores²⁰ aplicaram um trecho do esquema de separação dos cátions do grupo IV A (segundo a classificação de alguns livros texto de Química Analítica Qualitativa),⁵⁻⁷ numa bijuteria oriunda da China, onde o íon Cd²⁺ foi identificado na forma de sulfeto de cádmio, CdS, na presença do íon Cu²⁺, que é um potencial interferente nessa identificação, pois o sulfeto de cobre, CuS, possui cor preta e mascara o CdS, que é amarelo. Além de identificar cádmio nas amostras, os autores²⁰ encontraram uma alta concentração de cádmio (em torno de 35% m/m, o que significa que a cada 100 g de bijuteria, 35 g correspondem a cádmio) nas bijuterias oriundas da China, e que esse elemento é potencialmente tóxico. Esses estudos foram realizados quando ainda não havia no país legislação acerca do controle da entrada de bijuterias, tampouco sobre o teor de cádmio permitido, o que ocorreu em janeiro de 2016.²⁰ O artigo publicado²⁰ apresenta-se como uma ferramenta didática importante, que vem sendo utilizada para ministrar aulas práticas da disciplina Química Analítica II para o 5º período do Curso de Licenciatura em Química da Universidade Federal do Triângulo Mineiro (UFTM) desde o segundo semestre letivo de 2020, onde os discentes realizam esse procedimento de identificação de cádmio em bijuteria, na presença do interferente cobre, e tem-se notado um grande interesse e entusiasmo dos mesmos nestas aulas, por realizarem a análise de uma amostra do cotidiano deles.

Numa publicação mais recente, os autores⁴ modificaram a forma de apresentação do conteúdo, para adequá-lo à nova realidade, onde o comportamento químico individual dos cátions de um dado grupo é estudado, segundo suas reações em comum, mas sem necessariamente fazer uso da marcha analítica tradicional. A meta da proposta⁴ é que os estudantes consigam entender as reações químicas individuais dos cátions de cada grupo e saibam como aplicá-las na sua separação e identificação. Segundo os autores⁴, foram observadas algumas vantagens dessa proposta, em relação ao uso da marcha analítica tradicional: a abordagem facilitou o entendimento e o aprendizado dos conteúdos teóricos e práticos pelos discentes, houve redução de 2/3 no volume de resíduos gerados, sem prejuízo à qualidade do aprendizado, entre outras.

Na tentativa de contribuir com a superação das dificuldades apontadas inicialmente, o presente trabalho tem como objetivo propor esquemas de separação de cátions e identificação de níquel em amostras encontradas no cotidiano dos estudantes, tais como bijuterias, vendidas a um baixo custo em lojas de acessórios de beleza, visando contribuir com o processo de ensino e aprendizagem da disciplina Química Analítica Qualitativa Experimental. Para isso pretende-se:

- i) relacionar as etapas/processos químicas(os) realizadas(os) com as reações químicas de separação e de identificação que ocorrem ao longo da análise;
- ii) monitorar o aspecto físico do meio reacional por meio de registro fotográfico, e inserir as fotografias nos esquemas propostos;
- iii) relacionar as etapas/processos químicas(os) realizadas(os) com os conceitos químicos fundamentais para a compreensão do processo químico como um todo, tais como propriedades anfotéricas;¹⁵ constante do produto de solubilidade;²¹ reação de formação de complexos, solúveis e insolúveis;⁸ influência do excesso de reagente na dissolução dos precipitados;⁸ equilíbrios simultâneos;²² influência do pH na formação de sulfetos insolúveis²³ e outros; e
- iv) produzir material didático para potencializar o ensino de Química Analítica Qualitativa Experimental nos Cursos de Química e áreas afins nas Instituições de Ensino Superior (IES).

Os esquemas de separação de cátions de amostras reais diferem daqueles de amostras sintéticas, que são muito bem comportadas. Estes precisam ser adaptados para levar em consideração os principais constituintes das amostras reais, contribuindo para uma experiência de uma aula prática de Química Analítica Qualitativa, que permeia o mundo real do estudante. A inclusão de amostras reais pode ajudar a atrair a atenção dos alunos, especialmente nas aulas práticas, mas o conteúdo da Química Analítica Qualitativa Experimental é bem consolidado e tradicional,⁴ e é nesse contexto que o papel do docente é crucial para o sucesso do processo de ensinagem. Trabalhos que propõem análise de amostras reais, especialmente fazendo uma relação estreita com os

esquemas de separação de cátions contidos nos livros texto de Química Analítica Qualitativa são escassos na literatura.¹⁷

É muito comum o uso de bijuterias pela população em geral, devido ao seu baixo valor e à facilidade com que podem ser encontradas no comércio de todas as cidades. Considerando a capacidade oxidativa do suor, é possível que haja dissolução da bijuteria em contato com a pele, e caso essa contenha níquel, este pode ser acumulado no extrato córneo (camada mais externa da pele), resultando na sua permeação. Sendo assim, a pele fica exposta a uma dada concentração de níquel, o que pode se acentuar em dias mais quentes.^{24,25}

2. Experimental

2.1. Instrumentação e reagentes

Todas as soluções foram preparadas em água ultrapura obtida com purificador da Gehaka, modelo *Master System* MS2000 (São Paulo-SP, Brasil). As pesagens foram realizadas em uma balança analítica da BEL *Engineering*, modelo 210A (Piracicaba-SP, Brasil). As misturas reacionais foram centrifugadas utilizando-se uma centrífuga da Hindustan Thermostatics, modelo 81C (Industrial Area Phase 2, Ambala, Haryana, Índia), e o aquecimento foi realizado utilizando-se uma chapa de aquecimento e agitação da Tecnal, modelo *TE-0851* (Piracicaba-SP, Brasil).

Os reagentes utilizados neste trabalho foram: ácido nítrico, HNO₃, 65% (63,01 g mol⁻¹), da Dinâmica (Indaiatuba-SP, Brasil); ácido clorídrico, HCl, 37 % (36,46 g mol⁻¹), da Neon (São Paulo-SP, Brasil); ácido fosfórico concentrado, H₃PO₄ (98,00 g mol⁻¹), da Dinâmica Química (Indaiatuba-SP, Brasil); acetona, C₃H₆O (58,08 g mol⁻¹), da Êxodo Científica (Hortolândia-SP, Brasil); água oxigenada, H₂O₂, 9% (34,01 g mol⁻¹), da Êxodo Científica (Hortolândia-SP, Brasil); alizarina S, C₁₄H₇NaO₇S, 0,1% (342,26 g mol⁻¹), da Dinâmica Química (Indaiatuba-SP, Brasil); cloreto de bário dihidratado, BaCl₂·2H₂O, 0,2 mol L⁻¹ (244,26 g mol⁻¹), da Dinâmica Química (Indaiatuba-SP, Brasil); hidróxido de sódio, NaOH 97 % (39,997 g mol⁻¹), da Dinâmica (Indaiatuba-SP, Brasil); tioacetamida, C₂H₅NS (75,13 g mol⁻¹), da Dinâmica (Indaiatuba-SP, Brasil); tiocianato de amônio, NH₄SCN, 1 mol L⁻¹ (76,12 g mol⁻¹), da Dinâmica Química (Indaiatuba-SP, Brasil); hexano, C₆H₁₄ (86,19 g mol⁻¹), da Dinâmica (Indaiatuba-SP, Brasil); hidróxido de amônio 28-30%, NH₄OH (35,05 g mol⁻¹), da Êxodo Científica (Hortolândia-SP, Brasil); cloreto de amônio, NH₄Cl (53,49 g mol⁻¹), da Dinâmica (Indaiatuba-SP, Brasil); dimetilglioxima, C₄H₈N₂O₂ (116,12 g mol⁻¹), da Êxodo Científica (Hortolândia-SP, Brasil); sulfeto de amônio, (NH₄)₂S 20% m/m (68,14 g mol⁻¹), da Vetec (Rio de Janeiro-RJ, Brasil); sulfato de amônio, (NH₄)₂SO₄, 2,5 mol L⁻¹ (132,14 g mol⁻¹), da Dinâmica Química (Indaiatuba-SP, Brasil); periodato de sódio, NaIO₄ (213,89 g mol⁻¹), da Perfyl Tech Química LTDA (São Bernardo do Campo-SP,

Brasil). Para as medidas de pH dos meios reacionais foram usados papel tornassol vermelho, da J. Prolab (São José dos Pinhais - PR) e papel indicador de pH, faixa de 0 a 14, da Merck (Pinheiros, SP).

2.2. Limpeza das bijuterias analisadas e soluções utilizadas nas análises

O desenvolvimento deste trabalho iniciou-se com a escolha das bijuterias. Foram analisados dois brincos, os quais foram adquiridos em loja localizada na cidade de Uberaba/MG. Os brincos dourado e o prateado foram identificados com as letras D e P (iniciais das suas cores), respectivamente, ao longo deste trabalho, e são mostrados na Figura S1.

Para a limpeza das bijuterias, essas foram imersas em um volume mínimo de hexano, contido num béquer, o qual foi levado para um banho de ultrassom, que ficou ligado durante 5 minutos. Após a limpeza, as peças foram dispostas em bandeja plástica, sobre papel toalha, para secar naturalmente. Todos os utensílios (pinças e tesouras) que entraram em contato com as peças limpas também foram previamente limpos com hexano.²⁰

A primeira etapa da análise química qualitativa consistiu no preparo da amostra, onde foram utilizados os ácidos nítrico diluído e clorídrico diluído ou concentrado, dependendo do comportamento da amostra. Todas as soluções utilizadas para realizar as reações químicas envolvidas na separação dos cátions e identificação do Ni^{2+} nas amostras foram acondicionadas em frascos plásticos conta-gotas de 100 mL, devidamente rotulados (ver Figura S2), exceto aquelas que precisaram ser recém-preparadas ou que foram utilizadas como disponibilizadas nos frascos originais. Isso permitiu que as análises fossem realizadas de maneira ágil e organizada.

2.3. Informações aos professores e estudantes sobre o desenvolvimento dos esquemas de separação e identificação de Ni^{2+} nas amostras D e P

Em práticas de Química Analítica Qualitativa é comum que informações quantitativas sobre a amostra não sejam fornecidas previamente, sendo necessário testar a presença de todos os cátions de todos os grupos. Para se ter uma ideia dos principais elementos presentes na composição da liga, podem ser feitos ensaios preliminares para determinação do tipo de liga, por exemplo, ferrosas ou não-ferrosas.

As ligas ferrosas são aquelas à base de Fe, podendo conter Mn, Ni, Cr, Co, Al, entre outros elementos, enquanto as não-ferrosas são aquelas onde o Cu é o principal constituinte, podendo conter Zn, Al, Ni, entre outros.²⁶ Em outro trabalho,²⁰ esses ensaios também já foram realizados para as bijuterias D e P, sendo a amostra D classificada como liga não-ferrosa, e a amostra P como liga ferrosa. A partir desta classificação inicial, realizou-se o preparo das duas amostras,²⁰ seguindo os procedimentos descritos por Mueller e Souza, 2010, p. 329,²⁶ e identificou-se os

principais elementos metálicos nessas ligas, por meio da análise química qualitativa.⁵

Face ao exposto, é recomendado aos professores e estudantes que desejam usar os esquemas de separação e identificação de níquel em bijuterias propostos neste trabalho, que adquiram as bijuterias e realizem os ensaios preliminares para determinação do tipo de liga e, posteriormente, procedam ao seu preparo²⁶ e identificação dos principais elementos metálicos nessas ligas, por meio da análise química qualitativa.⁵

Tais procedimentos podem ser aplicados para bijuterias metálicas, em geral, mas é preciso considerar que pode ser que seja necessário realizar adaptações. A complexidade dos esquemas de separação e identificação propostos para as ligas irá depender dos elementos presentes. É exatamente esta a proposta do presente trabalho.

As amostras das bijuterias D e P (pedaços de bijuteria de ~100 mg) foram preparadas e analisadas pelo menos quatro vezes no nosso laboratório, tendo como base os procedimentos da referência 5. Identificou-se o níquel em ambas, indicando que as amostras foram homogêneas e representativas das bijuterias analisadas. A partir disso é que os esquemas de separação e identificação de níquel nas amostras foram propostos. Para cada amostra foi desenvolvido um esquema de separação, dependendo da sua composição química. Todas as etapas dos processos químicos realizados foram fotografadas, para monitorar o aspecto físico do meio reacional e ilustrar os esquemas de separação e identificação propostos, tornando-os mais didáticos.

Caso o professor não disponha de tempo para realizar ensaios previamente às aulas com amostra do cotidiano, de composição química totalmente desconhecida, ou mesmo durante as aulas com os estudantes, uma sugestão é adquirir amostras cuja composição química sejam conhecidas, ou se tenha uma ideia da mesma. Por exemplo, várias bijuterias são produzidas com aço inox,²⁶ então provavelmente elas terão Fe, Cr e Ni na sua composição química, sendo o Fe predominante, a exemplo da amostra P do presente trabalho. Ao realizar o preparo da amostra D, notou-se que a cor da solução ficou verde,²⁷ indicando que esta contém um alto teor de cobre na sua composição química.

O preparo das amostras D e P, bem como os procedimentos de separação e identificação de Ni^{2+} , e de outros cátions, estão detalhados na Informação Suplementar. O procedimento pode ser feito parcialmente, a critério do professor, caso não seja possível realizar todas as etapas. Por exemplo, a realização das análises dos **precipitados I** e **II**, e do **sobrenadante III** do esquema proposto para a bijuteria D, assim como do **precipitado I**, do esquema proposto para a bijuteria P são opcionais, pois estas não envolvem a identificação do Ni^{2+} .

No caso das amostras D e P, as etapas que culminam na identificação do Ni^{2+} nas amostras necessitam de, no máximo, 4 aulas de 50 minutos (~3 h e 20 minutos), incluindo ~30 minutos para discussão com os estudantes, e mais uns 30 minutos para o preparo da amostra.

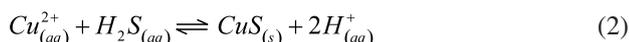
Alternativamente, caso não se disponha de todo esse tempo de aula, as amostras podem ser preparadas previamente, para serem fornecidas prontas aos estudantes para análise. Nesse caso, o professor pode disponibilizar o preparo da amostra por meio de um vídeo.

3. Resultados e Discussão

3.1. Química do esquema de separação e identificação de Ni²⁺ na amostra D

Um dos principais constituintes da amostra D é o cobre, o que foi deduzido a partir da forte coloração verde da solução da amostra.²⁷ Considerando que o Cu²⁺ (grupo IV A) pode interferir na identificação do Ni²⁺ (grupo III), visto que o cobre forma íon complexo em tampão amoniacal (NH₃/NH₄Cl), assim como o níquel, primeiramente removeu-se o cobre do meio reacional, por meio da formação de um precipitado preto (**precipitado I**), constituído majoritariamente de sulfeto de cobre, CuS, conforme esquema da Figura 1.

Para isso utilizou-se a tioacetamida, CH₃CSNH₂, que se hidrolisa em meio ácido produzindo ácido sulfídrico (H₂S) em meio homogêneo,²⁸ cujo íon sulfeto (S²⁻) oriundo da dissociação desse ácido fraco reagiu com os íons Cu²⁺ para formar o CuS. Essas reações químicas podem ser representadas pelas equações químicas iônicas (1) e (2), respectivamente:^{6,7}



A literatura apresenta equações químicas divergentes para as reações da tioacetamida em meios neutro, ácido ou alcalino, ou até mesmo equações químicas incorretas, o que causa confusão para o leitor. Levando isso em consideração, a Informação Suplementar do presente artigo traz informações relevantes sobre o comportamento químico da tioacetamida em solução.

O pH do meio reacional deve ser mantido em ~0,5 para separar os cátions do grupo IV dos cátions do grupo III, por meio da sua precipitação com sulfeto. A maioria dos cátions do grupo III, exceto o Al³⁺ e o Cr³⁺, e todos os cátions do grupo IV formam sulfetos insolúveis. Contudo, para realizar a separação dos cátions do grupo IV utiliza-se uma concentração de íons S²⁻ baixa o suficiente para atingir apenas os valores de K_{ps} dos sulfetos do referido grupo.⁵

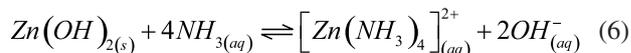
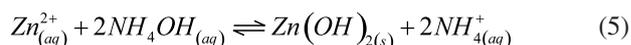
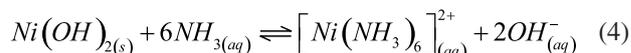
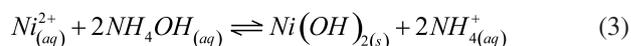
Nas condições em que ocorreu a hidrólise da tioacetamida na solução da amostra, somente foi atingido a constante do produto de solubilidade do sulfeto de cobre (K_{ps} CuS = 8,5 × 10⁻⁴⁵), cátion pertencente ao grupo IV A, resultando no **precipitado I**, porque o valor de K_{ps} do CuS é menor do que aqueles dos sulfetos de níquel, zinco e manganês (K_{ps} NiS = 3,0 × 10⁻²¹, K_{ps} ZnS = 4,5 × 10⁻²⁴ e

K_{ps} MnS = 1,4 × 10⁻¹⁵),^{5,17} cátions pertencentes ao grupo III. Dessa forma, os íons Ni²⁺, Zn²⁺ e Mn²⁺ permaneceram em solução, juntamente com os íons Al³⁺.

Em tempos de ensino remoto, em decorrência da pandemia causada pelo SARS-CoV-2, materiais didáticos relevantes foram desenvolvidos por docentes nas universidades, e disponibilizados na *internet*. Vale mencionar um vídeo publicado no Portal de aulas da USP,²³ o qual traz uma explicação bastante pertinente referente a separação dos sulfetos pouco solúveis dos cátions dos grupos III e IV em meios básico e ácido, respectivamente. Os usuários externos à USP precisam realizar um cadastro bastante simplificado para ter acesso ao vídeo.

Após a separação do sulfeto do grupo IV na presença de tioacetamida em pH ~0,5, o **sobrenadante I** foi submetido ao aquecimento à ebulição, para garantir que o excesso de H₂S, usado para precipitar o Cu²⁺, fosse eliminado do meio reacional. O H₂S pode interferir, promovendo a precipitação dos sulfetos dos cátions do grupo III B, após o ajuste do pH em ~9,0 na etapa seguinte.¹⁴ Em seguida, o **sobrenadante I** foi tratado com soluções de NH₄Cl 2 mol L⁻¹ e de amônia 6 mol L⁻¹ até pH ~9,0 (para formar um tampão amoniacal), o que resultou na precipitação do hidróxido de alumínio (**precipitado II**), que foi então separado do **sobrenadante II**. O meio reacional já continha HCl 6 mol L⁻¹, oriundo da preparação da amostra e da sua acidificação para formação do sulfeto do grupo IV A, o qual também contribuiu para formar o tampão amoniacal pH ~9,0, por meio da formação de NH₄Cl.

Ao adicionar-se solução de NH₃ 6 mol L⁻¹ ao **sobrenadante I** até pH ~9,0 (tampão amoniacal), ocorreu a formação dos amin-complexos de níquel e zinco, conforme a equações químicas iônicas (3), (4), (5) e (6), respectivamente:^{5,17}



Quando se adicionou a solução de NH₃ 6 mol L⁻¹ ao tubo Falcon ocorreu inicialmente a precipitação dos hidróxidos de níquel e zinco, conforme as equações químicas (3) e (5). Ao continuar adicionando solução de NH₃, esses hidróxidos dissolveram-se no excesso do reagente, com formação dos íons complexos [Ni(NH₃)₆]²⁺ e [Zn(NH₃)₄]²⁺, conforme as equações químicas (4) e (6).⁵ O íon Mn²⁺ permaneceu nesta forma, pois a quantidade de NH₃ não foi suficiente para formar complexo com este íon.¹⁷

A adição de solução de NH₃ 6 mol L⁻¹ ao **sobrenadante I** também resultou na formação do **precipitado II**, de cor branca e aspecto gelatinoso, relacionada ao Al(OH)₃, conforme a equação química iônica (7).⁵ Separou-se o

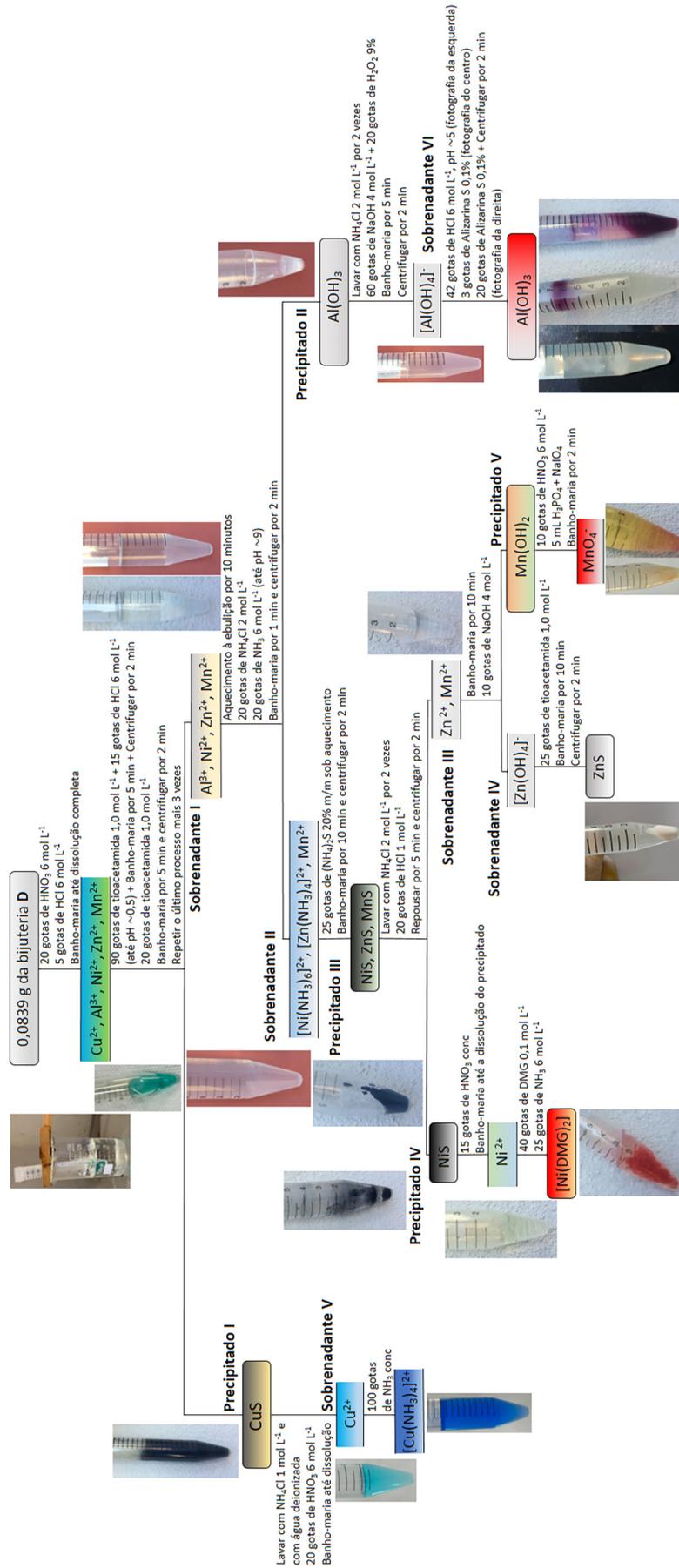


Figura 1. Esquema de separação e identificação de Ni^{2+} proposto para a amostra D

sobrenadante II do **precipitado II**. O **precipitado II** solubilizou completamente quando tratado com soluções de NaOH 4 mol L⁻¹ e de H₂O₂ 9%, sob aquecimento, com formação do íon complexo [Al(OH)₄]⁻, conforme a equação química (8),⁵ produzindo o **sobrenadante VI**. A presença do íon Al³⁺ foi confirmada por meio da adição de HCl 6 mol L⁻¹ até meio ácido, pois ocorreu a reprecipitação de hidróxido de alumínio, branco gelatinoso, conforme a equação química iônica (9).¹⁷ A presença do Al³⁺ também foi confirmada adicionando-se solução aquosa de alizarina S 0,1% ao meio reacional, com formação de um precipitado de cor roxo-avermelhado (laca de alumínio), formado entre o hidróxido de alumínio e a alizarina S^{6,8} (ver Figura 2).

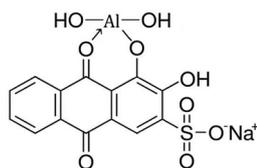
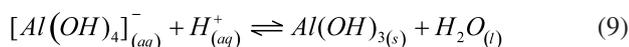
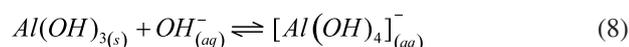
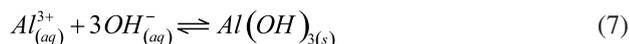


Figura 2. Estrutura do precipitado de cor roxo-avermelhado (laca de alumínio) formado entre o hidróxido de alumínio e a alizarina S

O comportamento do **precipitado II** indicou a ausência dos íons Fe³⁺ e Mn²⁺ que, se presentes, permaneceriam na forma dos respectivos hidróxidos, de Fe(OH)₃ e Mn(OH)₂, quando tratados com solução de NaOH e H₂O₂. Além disso, o **sobrenadante VI** ficou incolor, sugerindo que o íon Cr³⁺ também não está presente no meio reacional, pois neste caso ocorreria a formação do íon cromato, CrO₄²⁻, que possui uma cor amarela característica.

Em síntese, para a separação dos cátions do grupo III da solução da amostra, utilizou-se tampão amoniacal pH ~9,0. O íon Al³⁺ precipitou na forma de hidróxido no **precipitado II**, e os íons Ni²⁺, Zn²⁺ e Mn²⁺ permaneceram em solução (**sobrenadante II**), na forma de complexos com a amônia (Ni²⁺ e Zn²⁺) ou livre (Mn²⁺).

Dantas, Silva e Santos Filho, 2011, p. 34,¹⁷ realizaram uma discussão aprofundada da importância de se compreender as condições em que determinadas reações químicas ocorrem e as implicações de adicionar-se, por exemplo, somente HCl ou somente solução de amônia. Essa discussão inclui porque deve-se realizar a adição conjunta de solução de HCl e de solução amônia para formar o tampão amoniacal pH ~9,0 e assim produzir o resultado desejado, onde alguns cátions do grupo III formam hidróxidos insolúveis, enquanto outros formam íons complexos, permitindo a separação dos cátions presentes nesta amostra.

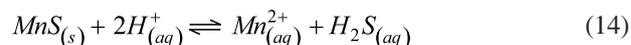
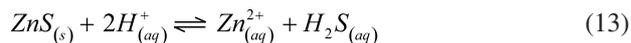
Continuou-se a análise com a parte de maior interesse, o **sobrenadante II**, por conter o analito (Ni²⁺). O

sobrenadante II foi tratado com (NH₄)₂S, 20%, sob aquecimento a 80-90 °C, resultando na precipitação dos sulfetos dos cátions do grupo III B, Ni²⁺, Zn²⁺ e Mn²⁺ (**precipitado III**),⁵ de acordo com as equações químicas iônicas (10), (11) e (12), respectivamente.¹⁵

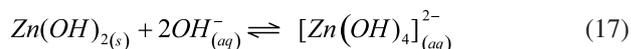
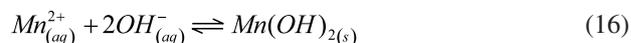
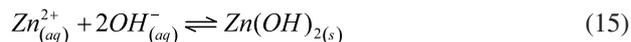


O (NH₄)₂S é um sal solúvel, portanto, se dissocia completamente produzindo uma alta concentração de íons S²⁻, o que garante a precipitação completa dos íons Ni²⁺, Zn²⁺ e Mn²⁺.¹³ Nessa etapa da análise pode-se usar tioacetamida como fonte de íons sulfeto, em substituição ao (NH₄)₂S na presença de NH₃/NH₄Cl.⁵

Como os íons Zn²⁺ formam complexo com a dimetilglioxima,²⁹ interferindo na determinação de níquel, é importante proceder à separação dessa espécie. Parte do **precipitado III**, especificamente os sulfetos de zinco e manganês, foi solubilizada com HCl 1 mol L⁻¹, gerando o **sobrenadante III**, de acordo com as equações químicas iônicas (13) e (14),⁵ e o **precipitado IV**, de NiS.



Visando confirmar a presença dos íons Zn²⁺ e Mn²⁺ no **sobrenadante III**, adicionou-se solução de NaOH, com formação dos hidróxidos de zinco e manganês branco, de acordo com as equações químicas iônicas (15) e (16).¹⁷ Em excesso de NaOH, o hidróxido de zinco solubilizou, na forma de íon complexo, de acordo com a equação química iônica (17),^{5,17} gerando o **sobrenadante IV**, contendo [Zn(OH)₄]²⁻, e o **precipitado V**, de Mn(OH)₂.



Em seguida, adicionou-se solução de tioacetamida ao **sobrenadante IV** e aqueceu-se, com formação do ZnS branco, de acordo com a equação química iônica (18),⁵ o que confirmou a sua presença na composição da bijuteria D. A tioacetamida hidrolisa em meio básico de acordo com a equação química iônica (S2), gerando íons sulfeto.



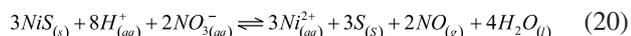
Alguns íons complexos encontrados na análise qualitativa são de particular interesse, porque sua formação ilustra

o **caráter anfotérico** dos hidróxidos dos respectivos metais: $[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$, $[\text{Sn}(\text{OH})_4]^{2-}$, $[\text{Cr}(\text{OH})_4]^-$, $[\text{Pb}(\text{OH})_4]^{2-}$, $[\text{Sb}(\text{OH})_4]^-$ e $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$. A solubilidade de $\text{Zn}(\text{OH})_2$ em excesso de NaOH é única, conforme representado pela equação química iônica (17). Esse comportamento indica que o $\text{Zn}(\text{OH})_2$ reage tanto com ácido forte como com base forte. Um hidróxido que tem essa propriedade, é dito **anfotérico**. Os hidróxidos de alumínio, crômio, estanho, chumbo e antimônio, assim como o $\text{Zn}(\text{OH})_2$, são **anfotéricos**.¹⁵

O **precipitado V**, de $\text{Mn}(\text{OH})_2$, foi solubilizado com HNO_3 6 mol L^{-1} e, em seguida, tratado com H_3PO_4 concentrado e periodato de sódio, NaIO_4 , sólido. Sob aquecimento à ebulição, observou-se a formação da cor púrpura no tubo Falcon, típica do íon permanganato, MnO_4^- , confirmando a presença do íon Mn^{2+} na solução da amostra, de acordo com a equação química iônica (19):^{8,30}



O precipitado de NiS (**precipitado IV**) foi solubilizado na presença de HNO_3 concentrado, a quente, de acordo com a equação química iônica (20):¹⁷



O óxido de nitrogênio (NO) liberado na reação, ver equação iônica (20), evapora da solução, deslocando o equilíbrio na direção dos produtos. A maior parte do NO liberado do meio reacional é oxidada a dióxido de nitrogênio (NO_2), que pode ser visualizado no tubo de ensaio na forma de um vapor marrom, devido à ocorrência da equação química (21).³¹



Posteriormente, adicionou-se solução de dimetilglioxima, $(\text{CH}_3)_2\text{C}_2(\text{NOH})_2$ ou DMG, e solução de NH_3 6 mol L^{-1} . A adição da dimetilglioxima ao meio reacional contendo $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ em meio alcalino resultou na formação do *bis*(dimetilglioximato)níquel(II) ou $[\text{Ni}(\text{DMG})_2]$, conforme mostrado na Figura 3. O $[\text{Ni}(\text{DMG})_2]$ é um composto de coordenação insolúvel de cor vermelha.³² A DMG é um ligante capaz de formar duas ligações covalentes

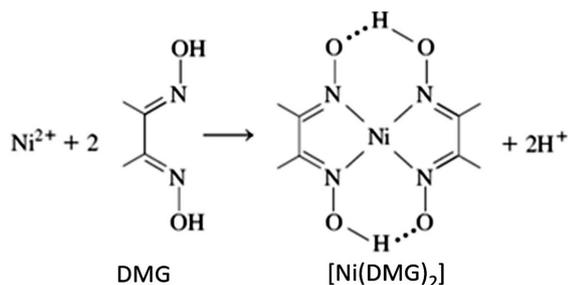


Figura 3. Representação da reação química que ocorre entre o níquel e a dimetilglioxima (DMG), em solução ligeiramente básica, formando o complexo representado por $[\text{Ni}(\text{DMG})_2]$, um precipitado vermelho (Fonte: referência 32)

coordenadas com íons de metais de transição e, por isso, trata-se de um ligante bidentado, enquanto a amônia é um ligante monodentado. Ligantes que formam duas ligações covalentes ou mais são chamados de quelatos ou agentes quelantes, e geralmente formam complexos mais estáveis, ou seja, com maiores valores de constante de estabilidade, do que ligantes monodentados.³¹

O esquema da Figura 4 evidencia que o pH do meio reacional não pode ser muito baixo, porque a dimetilglioxima é um ácido fraco, e nesse caso o níquel prevalecerá na sua forma livre.⁶ A concentração de amônia também não pode ser excessiva, pois nesse caso haverá formação do amin-complexo de níquel.^{1,6} Deve-se manter o pH do meio reacional entre 5 e 10.⁶ Pode-se manter o pH do sistema reacional em torno de 5, por meio do uso de uma solução tampão ácido acético/acetato de sódio.^{1,6}

De acordo com Andrade e Alvim, 2019, p. 6,¹ no ensaio de identificação de níquel primeiramente adiciona-se a solução de amônia, seguida da solução de dimetilglioxima. Junnila *et al.*, 1999, p. 328,²⁹ afirmam que essa ordem proporciona um melhor resultado, pois o níquel complexado com a amônia é liberado para formar o precipitado com a dimetilglioxima, sob condição de precipitação homogênea. A adição de amônia após a formação do precipitado pode solubilizar parcialmente o precipitado.

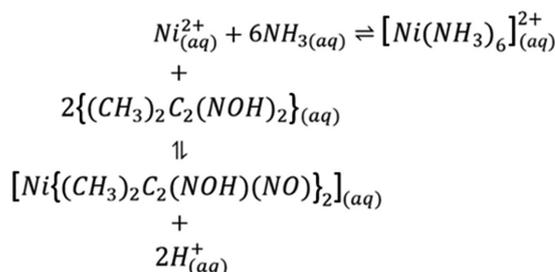


Figura 4. Equilíbrios mostrando a importância do controle do pH do meio e da concentração de amônia para a formação do *bis*(dimetilglioximato)níquel(II) (adaptado da referência 1)

Os íons Fe^{2+} , Co^{2+} , Zn^{2+} e Bi^{3+} formam complexos com a dimetilglioxima, interferindo na reação de identificação do níquel, bem como cátions que formam hidróxidos coloridos com solução de amônia, tal como o íon Fe^{3+} .^{6,8,29} Desses, Fe^{2+} e Co^{2+} formam complexos solúveis com esse reagente, cujas cores são vermelha e castanho-amarelada, respectivamente.¹ O Co^{2+} pode estar presente no ensaio qualitativo, desde que seu teor na amostra não seja muito grande e a dimetilglioxima seja usada em excesso.¹ O Bi^{3+} pode ser removido do meio reacional na forma de sulfeto de bismuto, usando as reações do grupo IV A.⁸ O paládio, a platina e o ouro formam precipitados com a dimetilglioxima em meio ácido.⁸ A interferência do Fe^{2+} pode ser eliminada oxidando-o a Fe^{3+} , com peróxido de hidrogênio, e adicionando tartarato ao meio reacional como agente mascarante.⁸ Contudo, os íons Fe^{3+} foram separados previamente na marcha analítica na forma de hidróxido, $\text{Fe}(\text{OH})_3$, bem como os íons Zn^{2+} .

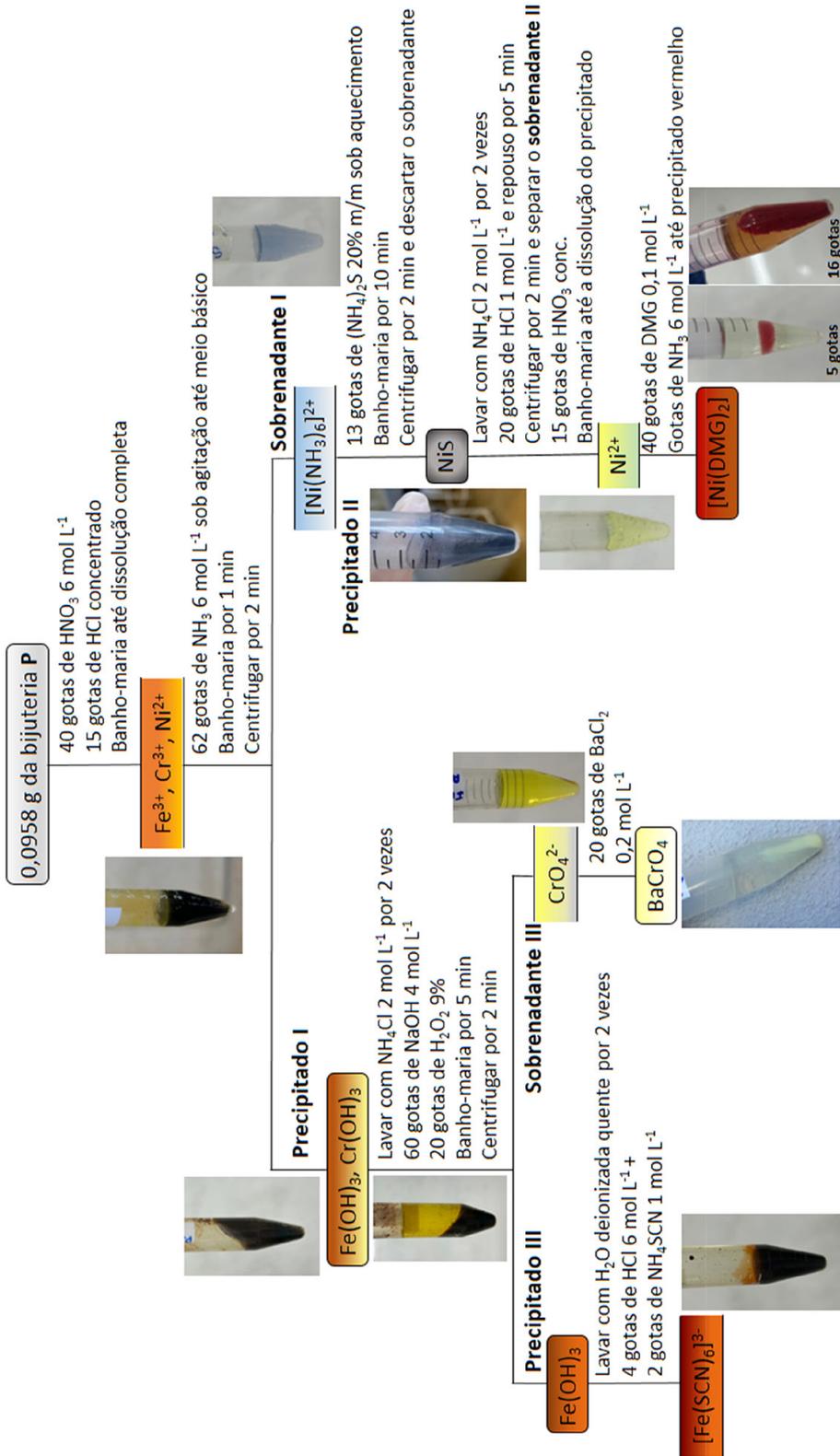
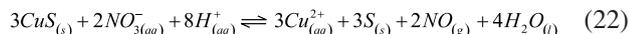


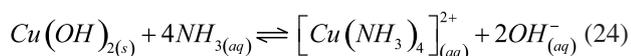
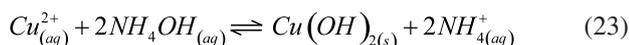
Figura 5. Esquema de separação e identificação de Ni^{2+} proposto para a amostra P

Uma parte da solução resultante da solubilização do **precipitado IV** foi reservada para identificar a presença do íon Co^{2+} , mas este ensaio deu resultado negativo.

O **precipitado I**, de CuS , foi solubilizado com HNO_3 6 mol L^{-1} , de acordo com a equação química iônica (22):⁵



A cor azul do **sobrenadante V**, característica das soluções dos íons Cu^{2+} já indica a sua presença. Para confirmação, adicionou-se solução de amônia concentrada. O íon Cu^{2+} formou o íon complexo $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$, de coloração azul intensa, de acordo com as equações químicas iônicas (23) e (24):³³



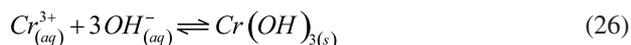
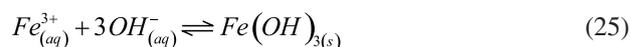
Quando se adicionaram gotas da solução de NH_3 6 mol L^{-1} ao tubo Falcon, ocorreu inicialmente a precipitação do hidróxido de cobre, o que foi sinalizado pela cor azul. Ao continuar adicionando solução de NH_3 , o hidróxido de Cu^{2+} dissolveu-se no excesso do reagente, com formação do íon complexo $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$. O **sobrenadante V**, na presença de excesso de solução de amônia, não evidenciou a presença de um precipitado branco de $\text{Bi}(\text{OH})_3$, o que indicou a ausência do íon Bi^{3+} . O **sobrenadante V** também foi utilizado para identificar a presença do íon Pb^{2+} , mas este ensaio deu resultado negativo.⁵ Como essa é uma liga não-ferrosa, espera-se que o cádmio, caso esteja presente na composição química da liga, seja em pequena proporção, ou até mesmo como elemento traço,²⁰ então não realizou-se o ensaio para testar a presença do íon Cd^{2+} .

3.2. Química do esquema de separação e identificação de Ni^{2+} na amostra P

Os principais constituintes da amostra P, uma bijuteria produzida a partir de aço inoxidável, são o ferro, o crômio e o níquel, nesta ordem.²⁶ A solução da amostra apresentou cor marrom escura. Considerando que os íons Ni^{2+} , Fe^{3+} e Cr^{3+} pertencem ao grupo III, procedeu-se à análise dessa amostra realizando-se todas as etapas de separação/identificação dos cátions deste grupo. O esquema de separação/identificação proposto, apresentado na Figura 5, levou em consideração apenas os cátions que foram separados/identificados na amostra. Os ensaios de identificação dos íons Al^{3+} , Mn^{2+} , Co^{2+} e Zn^{2+} foram realizados, mas os resultados foram negativos.

À solução da amostra adicionou-se solução de amônia 6 mol L^{-1} até pH ~9,0 (tampão amoniacal), com formação do amin-complexo de níquel (**sobrenadante I**), conforme as equações químicas iônicas (3) e (4), respectivamente,^{5,17} já discutidas no esquema de separação e identificação de Ni^{2+} da amostra D (Figura 1).

A adição de solução de NH_3 6 mol L^{-1} à solução da amostra também resultou na formação do **precipitado I**, de cor marrom avermelhada e aspecto gelatinoso, relacionado aos hidróxidos de ferro e crômio, $\text{Fe}(\text{OH})_3$ e $\text{Cr}(\text{OH})_3$, conforme as equações químicas iônicas (25) e (26), respectivamente.¹⁷

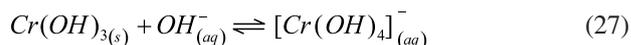


Separou-se o **sobrenadante I** do **precipitado I** e procedeu-se à análise do primeiro. A adição da solução de $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ 20% ao **sobrenadante I** resultou na formação do sulfeto de níquel (**precipitado II**), de acordo com a equação química iônica (10).¹⁵ Em seguida, separou-se o **sobrenadante II** do **precipitado II**, sendo o precipitado a parte de interesse. O precipitado de NiS (**precipitado II**) foi solubilizado na presença de HNO_3 concentrado, a quente, de acordo com a equação química iônica (20).¹⁷ O **sobrenadante II** foi reservado e utilizado para identificar os íons Zn^{2+} e Mn^{2+} , mas os ensaios deram resultados negativos.

As etapas envolvidas no esquema de separação e identificação de Ni^{2+} da amostra P para o **sobrenadante I** (Figura 5), coincidem com aquelas de separação e identificação de Ni^{2+} da amostra D (**sobrenadante II**, Figura 1), exceto que nesta amostra P, como o zinco e o manganês não foram identificados, o **sobrenadante I** contém apenas o íon complexo $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$. Por isso, a discussão já apresentada para as etapas do esquema da amostra D se aplica para as etapas do esquema da amostra P que são coincidentes entre si.

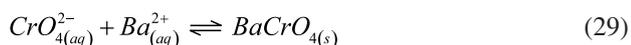
O níquel foi identificado satisfatoriamente na solução resultante da solubilização do **precipitado II**. A esta, adicionou-se solução de dimetilglioxima seguida da adição de solução de amônia ao meio reacional, com formação de um precipitado vermelho. Uma parte da solução resultante da solubilização do **precipitado II** foi reservada para identificar a presença do íon Co^{2+} , mas este ensaio deu resultado negativo.

Procedeu-se à análise do **precipitado I**, visando-se identificar ferro, crômio, alumínio. O **precipitado I** foi tratado com solução de NaOH 4 mol L^{-1} e H_2O_2 , a quente, tendo ocorrido as equações químicas iônicas (27) e (28):⁵



Como apenas uma parte do **precipitado I** foi solubilizada na presença de solução de NaOH 4 mol L^{-1} e H_2O_2 , a quente, o meio reacional foi centrifugado e o **sobrenadante III** foi separado do **precipitado III**. A cor amarela do **sobrenadante III**, devido à formação do íon cromato, CrO_4^{2-} , conforme equação química iônica (28), confirmou a presença de Cr^{3+} no meio reacional.¹⁷ A adição de BaCl_2

0,2 mol L⁻¹ ao **sobrenadante III** evidenciou a formação de cromato de bário, BaCrO₄, um precipitado amarelo, de acordo com a equação química iônica (29), confirmando a presença do íon Cr³⁺ no meio reacional. O **sobrenadante III** foi utilizado para identificar a presença do íon Al³⁺, mas este ensaio deu resultado negativo.⁵



Em seguida, solubilizou-se a metade do **precipitado III** com HCl 6 mol L⁻¹ e adicionou-se NH₄SCN 1 mol L⁻¹, onde observou-se uma forte coloração vermelha, comprovando a presença do Fe³⁺, na forma do íon complexo solúvel, [Fe(SCN)₆]³⁻, de acordo com a equação química iônica (30). O teste foi feito em meio ligeiramente ácido para minimizar a hidrólise de Fe³⁺.⁵ A outra metade do **precipitado III** foi utilizada para identificar a presença do íon Mn²⁺, mas este ensaio deu resultado negativo.^{8,30} Os ensaios foram positivos para os íons Fe³⁺ e Cr³⁺, e negativos para os íons Al³⁺ e Mn²⁺.



4. Conclusões

Foram propostos esquemas de separação de cátions e identificação de níquel para duas bijuterias (brincos), identificadas por D e P, por meio da clássica reação de formação do complexo entre o íon Ni²⁺ e a dimetilglioxima, utilizada para detectar e quantificar níquel em amostras.

Na bijuteria D, uma liga não-ferrosa, foram separados e identificados os cátions Cu²⁺, Al³⁺, Zn²⁺, Mn²⁺ e Ni²⁺, e na bijuteria P, uma liga ferrosa, foram separados e identificados os cátions Fe³⁺, Cr³⁺ e Ni²⁺. A análise química qualitativa das duas bijuterias permitiu realizar a maioria dos procedimentos envolvidos no esquema de separação e/ou identificação de cátions do grupo III, e alguns do grupo IV A. Os ensaios fotográficos das reações envolvidas nas análises químicas qualitativas resultaram na incorporação de cores e texturas nos esquemas propostos, de forma inovadora e realçando a beleza desta área da química.

As atividades propostas no presente trabalho apresentam potencial para: *i*) contribuir com o aprimoramento e a qualificação do processo de ensino e aprendizagem da disciplina Química Analítica Qualitativa Experimental, de forma inovadora e criativa, podendo impactar positivamente no desempenho acadêmico dos estudantes, e de forma relevante para a sua formação acadêmico-profissional; *ii*) permitir a sua utilização baseada numa abordagem contextualizada no processo de ensino e aprendizagem da disciplina Química Analítica Qualitativa Experimental, mostrando que a Química tem um papel essencial no controle de qualidade de itens do nosso dia a dia, a fim de que as aulas possam se tornar mais atrativas e relevantes para os estudantes, potencializando o processo de ensino e aprendizagem; *iii*) proporcionar

aos estudantes uma oportunidade de serem protagonistas do seu aprendizado, haja vista o maior interesse e engajamento destes nas aulas práticas onde os conceitos químicos apresentados na parte teórica da disciplina são relacionados com a resolução de problemas reais que os cercam; e *iv*) mostrar ao futuro profissional da química, seja na sala de aula como professor do ensino médio, na academia, ou na indústria química, a forma apropriada de manipular uma variedade de reagentes químicos, inclusive os tóxicos, proporcionando-lhe uma formação profissional que contempla o uso de uma diversidade de reagentes químicos, com segurança.

A proposta de atividade experimental apresentada neste trabalho mostra a importância da disciplina Química Analítica Qualitativa Experimental na resolução de problemas da vida real.

Informações Suplementares

Informações Suplementares (fotografias das bijuterias analisadas e dos frascos das soluções, preparo das amostras e procedimento de separação e identificação de Ni²⁺, comportamento químico da tioacetamida) estão disponíveis gratuitamente em <https://rvq.sbq.org.br/>.

Agradecimentos

Nathália Lina de Oliveira agradece o apoio da Pró-Reitoria de Ensino (PROENS/UFTM), por meio da concessão de bolsa ao Projeto de Ensino aprovado no Edital n° 15/2023/DAEN/DGE/PROENS/UFTM, de 17/11/2023, sob Registro n° 17/2024. Os autores agradecem o apoio técnico do servidor Diógenes Alexandre Silva, do Departamento de Química do Instituto de Ciências Exatas, Naturais e Educação da UFTM.

Contribuições dos Autores

Aline Dias Assunção: curadoria de dados e pesquisa; Milena Rodrigues de Almeida: curadoria de dados e pesquisa; Nathália Lina de Oliveira: curadoria de dados e pesquisa; Emily Aparecida Santana Cunha: curadoria de dados e pesquisa; Carlos Henrique Honório da Silva: pesquisa e validação; Cidney Luiz Júnior: pesquisa e validação; Luís Antônio da Silva: conceituação, redação-revisão e edição; Valéria Almeida Alves: conceituação, redação do rascunho original, redação-revisão e edição.

Referências Bibliográficas

- Andrade, J. C.; Alvim, T. R.; Aplicações dos fundamentos da análise qualitativa. *Revista Chemkeys* **2019**, 11, 1. [Crossref]

2. Frank, R. E.; Identification analysis, a stimulating revival of qualitative analysis. *Journal of Chemical Education* **1957**, *34*, 383. [[Crossref](#)]
3. Abreu, D. G.; Costa, C. R.; Assis, M. das D.; Iamamoto, Y.; Uma proposta para o ensino da química analítica qualitativa. *Química Nova* **2006**, *29*, 1381. [[Link](#)]
4. Postigo, J. P.; Barbosa, H. F. G.; Calefi, R. M.; Jesus, J. H. F.; Cervini, P.; Buoro, R. M.; Otero, R. L. S.; Cavalheiro, É. T. G.; Uma proposta para o ensino de laboratório de química analítica qualitativa. *Química Nova* **2021**, *44*, 502. [[Crossref](#)]
5. Baccan, N.; Godinho, O. E. S.; Aleixo, L. M.; Stein, E.; *Introdução à Semimicroanálise Qualitativa*, 4a. ed., UNICAMP: Campinas, 1994.
6. Alexéiev, V. N.; *Semimicroanálisis Químico Cualitativo*, 1a. ed., Mir Moscú, 1975.
7. Ferreira, R. Q.; Ribeiro J.; *Química analítica experimental I*, Núcleo de Educação Aberta e a Distância da UFES: Vitória, 2011. [[Link](#)]
8. Vogel, A. I.; *Química Analítica Qualitativa*, 5a. ed., Mestre Jou: São Paulo, 1981.
9. Barbosa, G. P.; *Uma Abordagem Qualitativa e Quantitativa*, 1a. Ed., Editora Érica Ltda: São Paulo, 2014.
10. Boller, C.; Both, J.; Schneider, A. P. H.; *Química analítica qualitativa*, SAGAH EDUCAÇÃO S.A.: Porto Alegre, 2018.
11. Dias, S. L. P.; Bohrer, F. M. G.; Luca, M. A.; Vagheti, J. C. P.; Brasil, J. L.; *Análise qualitativa em escala semimicro*, Bookman: Porto Alegre, 2016.
12. Dias, S. L. P.; Vagheti, J. C. P.; Lima, E. C.; Brasil, J. L.; Pavan, F. A.; *Química analítica: teoria e prática essenciais*, Bookman: Porto Alegre, 2016.
13. Rosa, G.; Gauto, M.; Gonçalves, F.; *Química Analítica: Práticas de laboratório*, Bookman: Porto Alegre, 2013.
14. Rubinger, M. M. M.; Freitas, J. F.; Teófilo, R. F.; Carlos, E. A.; *Tutoria em Química Analítica Aplicada – exercícios*, Editora UFV: Viçosa, 2005.
15. Sorum, C. H.; *Introduction to Semimicro Qualitative Analysis*, 2nd. ed., Prentice-Hall: New York, 1956.
16. Souza, A. C.; Abreu, D. C. P.; Monteiro, M. M.; Saczk, A. A.; Separação e identificação dos ânions cloreto, brometo e iodeto: Uma proposta para o ensino em química analítica qualitativa. *Revista Virtual de Química* **2015**, *7*, 2531. [[Crossref](#)]
17. Dantas, J. M.; Silva, M. G. L.; Santos Filho, P. F.; Um estudo em química analítica e a identificação de cátions do grupo III. *Educación química* **2011**, *22*, 32. [[Link](#)]
18. Hicks, R. W.; Bevsek, H. M.; Utilizing Problem-Based Learning in Qualitative Analysis Lab Experiments. *Journal of Chemical Education* **2012**, *89*, 254. [[Crossref](#)]
19. Guerrero, G. E.; Jaramillo, C. A.; Meneses, C. A.; Mmacutp: Mobile application for teaching analytical chemistry for students on qualitative analysis. International Conference on Interactive Mobile Communication, Technologies and Learning (IMCL), San Diego, CA, USA, 2016. [[Link](#)]
20. Pais, A. R.; Dina, L. N.; Alves, E. R.; Rezende, H. C.; Silva, L. A.; Alves, V. A.; Determinação de cádmio em bijuterias oriundas da China. *Química Nova* **2018**, *41*, 1218. [[Crossref](#)]
21. Jager, A. V.; *Princípios de Análise Química Qualitativa - Parte II*, Faculdade de Ciências Farmacêuticas de Ribeirão Preto – USP: Ribeirão Preto. [[Link](#)]
22. Jager, A. V.; *Princípios de Análise Química Qualitativa*, Faculdade de Ciências Farmacêuticas de Ribeirão Preto – USP: Ribeirão Preto. [[Link](#)]
23. Veiga, M. A. M. S.; *Separação de sulfetos*, Fundamentos de Química Analítica, Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras de Ribeirão Preto – USP: Ribeirão Preto. [[Link](#)]
24. Col, J. A.; Método detecta metais tóxicos em joias, piercings e bijuterias. *Jornal da Unicamp* **2014**. [[Link](#)]
25. Paula, C. E. R.; Almeida, R. F.; Leite, J. V. M.; Determinação de Níquel em Amostras de Repelentes de Uso Tópico Empregando Espectrometria de Absorção Atômica com Forno de Grafite Através da Injeção Direta de Emulsão. *Revista Virtual de Química* **2023**, *15*, 84. [[Crossref](#)]
26. Mueller, H.; Souza, D.; *Química Analítica Qualitativa Clássica*, Edifurb: Blumenau, 2010.
27. Brito, I. A. M.; Pontes, V. F. J.; Carvalho, T. S.; Nascimento, L.; Melnyk, A.; Obtenção do nitrato de cobre (II) através reação química do cobre com ácido nítrico. *Revista Analytica* **2017**. [[Link](#)]
28. Paulino, J. F.; Afonso, J. C.; Da fama ao ostracismo: oito reagentes que deixaram o ambiente laboratorial. *Química Nova* **2021**, *44*, 1395. [[Crossref](#)]
29. Junnila, P.; Latvala, M.; Matilainen, R.; Tummavuori, J.; Optimization of the gravimetric determination method of nickel as dimethylglyoximate for nickel raw materials. *Fresenius' Journal of Analytical Chemistry* **1999**, *365*, 325. [[Crossref](#)]
30. Colzani, H.; Scolaro, A. M. T.; Gelinski, J. M. L. N.; Borges, E. M.; Determinação de Manganês em Pilhas Utilizando um Scanner. *Revista Virtual de Química* **2017**, *9*, 1672. [[Crossref](#)]
31. Malik, M. A.; Qualitative Analysis of Common Cations in Water. Separation and confirmation if individual ions in group III precipitates. Disponível em: <https://chem.libretexts.org/@go/page/369543>. Acesso em: 09 janeiro 2024.
32. Harris, D. C.; *Análise Química Quantitativa*, 9a. ed., LTC: Rio de Janeiro, 2017.
33. Faria, M. E. F.; Cruz, F. M.; Villar, G.; Silva, L. A.; Alves, V. A.; Desenvolvimento e Validação de uma Célula Eletrolítica de Baixo Custo para Quantificação de Cobre em Bijuteria: Uma Proposta de Experimento para o Ensino de Química Analítica Instrumental. *Revista Virtual de Química* **2023**, *15*, 1215. [[Crossref](#)]