

Universidade Federal de Juiz de Fora
Instituto de Ciências Exatas
Departamento de Química



Disciplina
QUIO95 - Análises Volumétricas
II semestre 2018

**Preparo e padronização da solução
de NaOH**

Profa. Maria Auxiliadora Costa Matos

Download aulas: <http://www.ufjf.br/nupis/>

SOLUÇÃO PADRÃO

"Solução padrão é uma solução na qual a concentração de um soluto é conhecida com grande confiabilidade."

É uma solução de concentração exatamente conhecida, que é indispensável para realizar análises por titulação volumétrica. Esta solução é usada para determinar a concentração do analito.

As concentrações das soluções padrão são estabelecidas de duas formas que depende do tipo de padrão que foi utilizado:

PADRÃO PRIMÁRIO

PADRÃO SECUNDÁRIO

SOLUÇÃO PADRÃO

PADRÃO PRIMÁRIO

É reagente com alto grau de pureza que serve como referência na titulação.

PADRÃO SECUNDÁRIO

É um reagente cuja pureza pode ser estabelecida por análise química e que serve como referência na titulação.

Requisitos para um padrão primário

1. Alta pureza (99,9% ou superior)
2. Fácil obtenção, dessecação e conservação.
3. Estabilidade à atmosfera.
4. Não deve ser higroscópico.
5. Deve ser bastante solúvel.
6. Baixo custo.
7. Massa molar grande para minimizar o erro relativo a pesagem do padrão.

Prática 2.2: Padronização da solução de NaOH com biftalato de potássio

NaOH

Padrão Secundário

*CAS: 1310-73-2

- NaOH p.a. Padrão secundário
 - Higroscópico
 - Absorve CO_2 e forma carbonato de sódio
 - As soluções devem ser conservadas em recipiente plástico
- Soluções alcalinas** reagem com os silicatos que compõem o vidro.



Preparar uma solução com concentração próxima a desejada e em seguida determinar concentração de NaOH através da titulação da solução com um padrão primário: **PADRONIZAÇÃO OU AFERIÇÃO.**

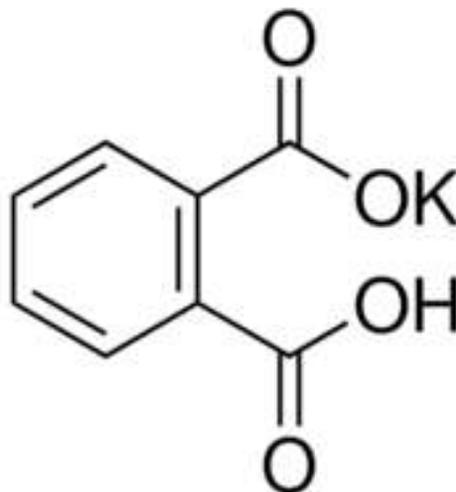
Como Preparar a Solução de NaOH?

1) Preparar a solução com água recém fervida

Uma massa aproximada do reagente (NaOH p.a) é pesada e dissolvida em água previamente fervida e fria para obter uma solução de concentração próxima a desejada.

2) Preparar a solução a partir da diluição de uma solução estoque $\approx 50\%$ (m/v)

Uma solução estoque 50% (m/v) é preparada e deixada em repouso. Soluções mais diluídas podem ser preparadas a partir da diluição de alíquotas da solução estoque em água previamente fervida e fria.



Biftalato de potássio ou Hidrogenoftalato de potássio

***CAS: 877-24-7**

Padrão primário

Pureza 99,95% (m/m)

Massa molar 204,22 g/mol

Dessecado a 110°C por 1 a 2 h

Resfriamento e conservação: dessecador

* O número CAS ou registro CAS é uma sequência de números atribuída a cada produto químico no banco de dados do *Chemical Abstracts Service*, divisão da *Chemical American Society*.

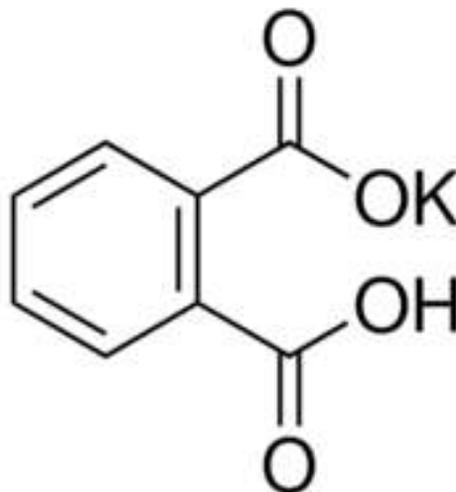
Como Preparar a Solução de NaOH?

3) Preparar a solução com água recém fervida

Uma massa aproximada do reagente (NaOH p.a) é pesada e dissolvida em água previamente fervida e fria para obter uma solução de concentração próxima a desejada.

4) Preparar a solução a partir da diluição de uma solução estoque $\approx 50\%$ (m/v)

Uma solução estoque 50% (m/v) é preparada e deixada em repouso. Soluções mais diluídas podem ser preparadas a partir da diluição de alíquotas da solução estoque em água previamente fervida e fria.



Biftalato de potássio ou Hidrogenoftalato de potássio

***CAS: 877-24-7**

Padrão primário

Pureza 99,95% (m/m)

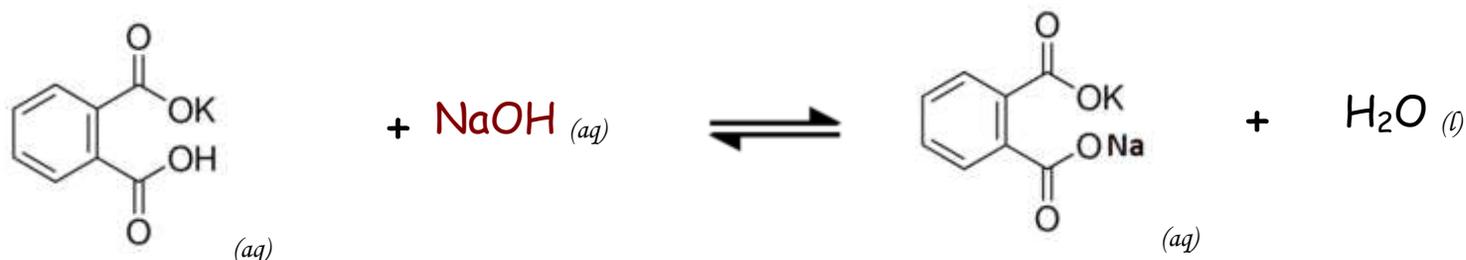
Massa molar 204,22 g/mol

Dessecado a 110°C por 1 a 2 h

Resfriamento e conservação: dessecador

* O número CAS ou registro CAS é uma sequência de números atribuída a cada produto químico no banco de dados do *Chemical Abstracts Service*, divisão da *Chemical American Society*.

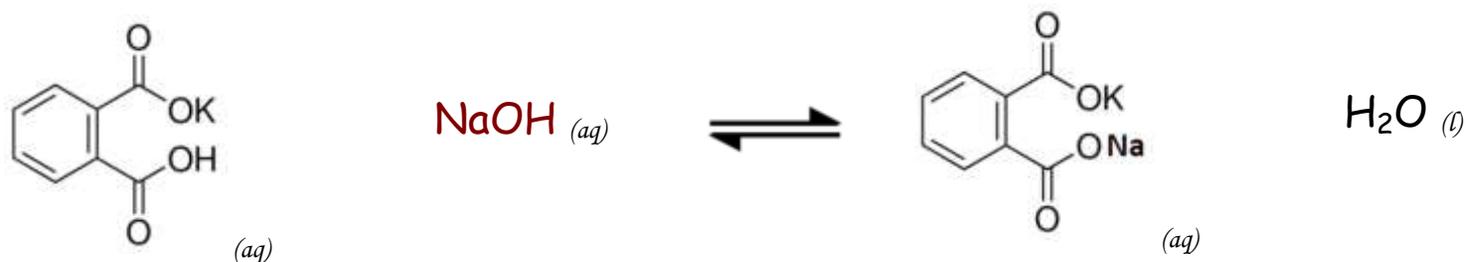
Prática: Padronização da solução de NaOH com biftalato de potássio (padrão primário)



n° mol biftalato = n° mol NaOH
(transferido p/ erlenmeyer) (escoado na bureta)

massa (g) biftalato de potássio = n° mol NaOH
MM(g/mol) biftalato (escoado na bureta)

Prática 2.2: Padronização da solução de NaOH com biftalato de potássio (padrão primário)



$n^\circ \text{ mol biftalato de potássio} = n^\circ \text{ mol NaOH}$
(transferido p/ erlenmeyer) (escoado na bureta)

Massa pesada do
padrão primário.

$$\frac{\text{massa (g) biftalato}}{\text{MM(g/mol) biftalato}} = C_{\text{NaOH (mol L}^{-1}\text{)}} \cdot V_{\text{NaOH (L)}}$$

Volume do NaOH
consumido na titulação.

Tabela 1: Dados obtidos para a padronização da solução de NaOH com biftalato de potássio.

n	Massa biftalato (g)	Volume NaOH Consumido (mL)	Concentração NaOH (mol L ⁻¹)
1	m_1	V_1	C_1
2	m_2	V_2	C_2
3	m_3	V_3	C_3
<i>Média aritmética</i>	-	-	<i>C média</i>
<i>Desvio padrão</i>	-	-	<i>Sd mol/L</i>
<i>C.V (%)</i>	-	-	<i>CV %</i>

- 1) Determinar a concentração da solução de NaOH (mol L⁻¹) e o desvio padrão da análise.
- 2) Esboce em seu caderno o rótulo da solução padronizada.

Tabela 1: Dados obtidos para a padronização da solução de HCl com solução padrão de NaOH $_____ \text{ mol L}^{-1}$.

n	(titulado) Volume alíquota HCl (mL)	(titulante) Volume NaOH $___ \text{ mol L}^{-1}$ consumido (mL)	Concentração HCl na solução diluída (mol L^{-1})	Concentração HCl no reagente concentrado (mol L^{-1})
1	V_{a1}	V_{t1}	C_1	$C_{\text{Conc } 1}$
2	V_{a2}	V_{t2}	C_2	$C_{\text{Conc } 2}$
3	V_{a3}	V_{t3}	C_3	$C_{\text{Conc } 3}$
	<i>Média</i>	-	<i>C média</i>	<i>C média</i>
	<i>Desvio padrão</i>	-	<i>Sd mol/L</i>	<i>Sd mol/L</i>
	<i>C.V (%)</i>	-	<i>CV %</i>	<i>CV %</i>

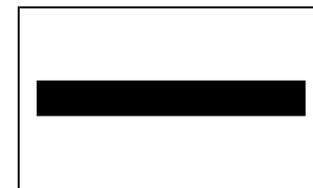
Tabela 2: Dados obtidos para a padronização da solução de H₂SO₄ com solução padrão de NaOH $_____ \text{ mol L}^{-1}$.

n	(titulado) Volume alíquota H ₂ SO ₄ (mL)	(titulante) Volume NaOH $___ \text{ mol L}^{-1}$ consumido (mL)	Concentração H ₂ SO ₄ na solução diluída (mol L^{-1})	Concentração H ₂ SO ₄ no reagente concentrado (mol L^{-1})
1	V_{a1}	V_{t1}	C_1	$C_{\text{Conc } 1}$
2	V_{a2}	V_{t2}	C_2	$C_{\text{Conc } 2}$
3	V_{a3}	V_{t3}	C_3	$C_{\text{Conc } 3}$
	<i>Média</i>	-	<i>C média</i>	<i>C média</i>
	<i>Desvio padrão</i>	-	<i>Sd mol/L</i>	<i>Sd mol/L</i>
	<i>C.V (%)</i>	-	<i>CV %</i>	<i>CV %</i>

Concentrações das soluções de HCl e H₂SO₄ concentrados (mol L^{-1}) e os intervalos de confiança a 95% de confiabilidade.

Instruções para Uso das Buretas & Titulações

- a) Condicionamento da bureta com a solução titulante,
Verificar e eliminar a presença de bolhas,
Ajuste do menisco do líquido com a marca de aferição do zero da bureta,
Verificar e eliminar possíveis vazamentos pela torneira.
- b) Adição do titulante sob agitação constante garante uma homogeneização constante do meio reacional e evita mudança de coloração localizada.
- c) Visualização correta da mudança de coloração no entorno do ponto de equivalência, que é o ponto crítico na análise volumétrica.
- d) Usar o picete com água destilada para lavar as paredes internas do erlenmeyer durante a titulação.
- e) Fracionar a gota de titulante próximo ao ponto de equivalência.
- f) Estimar a última casa na leitura do volume obtido no ponto final da titulação, se o menisco do titulante se localize entre duas marcas da menor divisão da escala da bureta. Utilizar cartão de leitura para melhor visualização do menisco.



Cartão de leitura

Instruções para Uso das Pipetas

- a) Inicialmente transfira uma quantidade suficiente do líquido a ser pipetado para um béquer.
- b) Com uma pera de borracha ou outro dispositivo de sucção adequado para pipetas, sugue o líquido acima da marca de calibração. Umedeça a superfície interior do vidro inclinando e girando a pipeta. Descarte o líquido dentro da pipeta e repita este procedimento mais duas vezes para remover traços de reagentes que foram usados anteriormente pela pipeta.
- c) Após encher a pipeta pela terceira vez, ultrapassando a marca de aferição, pressione levemente a pipeta contra o fundo do béquer para impedir o escoamento do líquido. Rapidamente retire a pera e coloque o dedo indicador para sobre a ponta da pipeta, impedindo a drenagem do líquido.
- d) Limpe o excesso de líquido na parte externa da pipeta com um lenço de papel.
- e) Toque a ponta da pipeta na parede interna do béquer, incline o béquer e com a pipeta na vertical, escoe o líquido até o menisco atingir a marca de aferição. Descarte a gota que estiver pendurada na ponta da pipeta
- f) Transfira a pipeta para o recipiente que irá receber a alíquota e, com a ponta da pipeta mantida encostada na parede interna do recipiente, deixe o líquido escoar naturalmente.
- g) Depois que o líquido terminar de escoar, mantenha-a encostada na parede do recipiente por alguns segundos (aproximadamente 10 s) para se certificar que o volume de líquido aferido escoou. **NÃO SE DEVE SOPRAR A ÚLTIMA GOTA.** Retire a pipeta do recipiente.