

Preparação de Soluções Aquosas e Análise Volumétrica

Objectivo

Preparar soluções aquosas a partir de sólidos e de líquidos. Determinar a concentração exacta das soluções preparadas, utilizando soluções padrão.

Introdução

A preparação de soluções aquosas com concentrações rigorosas, seja a partir de produtos sólidos ou por diluição de outra solução mais concentrada, é uma tarefa simples. No entanto, e de forma a garantir uma boa preparação dessas soluções, é essencial ter alguns cuidados.

Na preparação de soluções a partir de sólidos deve ter-se em consideração os seguintes passos:

- Pesagem do sólido num gobelet.
- Dissolução do sólido numa pequena quantidade de solvente, no mesmo recipiente.
- Transferência da solução para um balão volumétrico e adição de mais solvente, tendo o cuidado de lavar por várias vezes o gobelet com pequenas porções de solvente.
- Homogeneização da solução.
- Aferição pelo traço de referência do balão volumétrico.

Para preparar soluções diluídas a partir de soluções já existentes, mede-se o volume necessário de solução inicial (solução mãe) para um balão volumétrico, adiciona-se mais solvente e, finalmente, faz-se a homogeneização e aferição.

Para diluir soluções aquosas de ácidos fortes, inicialmente deve colocar-se uma certa quantidade de água no recipiente e, só então, ir adicionando, muito lentamente, o ácido. A aferição final do balão volumétrico deve ser feita com a solução à temperatura ambiente.

Análise volumétrica ou *volumetria* é a designação dada aos métodos em que a quantidade de substância que se pretende determinar é calculada a partir da medida do volume de uma solução de um reagente, cuja concentração é rigorosamente conhecida. Esta solução reagente é adicionada à solução da amostra, por forma a que toda a substância a analisar seja “consumida”, isto é, para que se tenha atingido o *ponto de equivalência*. O processo é designado por *titulação* e o ponto de equivalência corresponde à situação em que reagiram quantidades *equivalentes* das duas substâncias.

As titulações podem ser baseadas em qualquer tipo de reacção química. Contudo, a reacção escolhida tem de satisfazer determinados requisitos, sendo os mais importantes o ser completa (ter uma constante de equilíbrio elevada, ou seja um rendimento de ~100%), rápida e estequiometricamente bem definida.

A solução reagente de composição conhecida é designada por *solução padrão*, e o rigor do método depende significativamente do rigor com que essa concentração é determinada. Uma solução padrão pode ser preparada por dissolução de uma massa rigorosamente determinada de uma substância estável, não higroscópica, de elevada pureza, de peso equivalente elevado, facilmente acessível e não dispendiosa. Uma substância que satisfaça estas condições é designada por *padrão primário*. No entanto, como o número de padrões primários é limitado, recorre-se, muitas vezes, a *padrões secundários*. Neste caso, a concentração de uma solução

padrão secundário é determinada por titulação com um padrão primário, designando-se o processo por *padronização*. Em geral, as soluções de padrões secundários não oferecem as garantias de estabilidade dos padrões primários, devendo ser padronizadas periodicamente.

Neste trabalho será usado como padrão primário o hidrogenoftalato de potássio ($C_8H_5KO_4$), que em solução aquosa se dissocia segundo a reacção:



Para detectar o ponto de equivalência de uma titulação pode recorrer-se quer a métodos instrumentais quer a métodos visuais, baseando-se estes últimos na utilização de *indicadores*. Indicadores são substâncias que podem apresentar-se em duas formas, de cores distintas, que se transformam uma na outra em consequência da alteração que sofrem durante uma titulação. Os indicadores são escolhidos de modo a que a sua viragem de cor se dê o mais próximo possível do ponto de equivalência. Assim, o ponto em que uma titulação é interrompida designa-se por *ponto final*. Quanto mais afastado este estiver do ponto de equivalência, maior será o erro associado ao método volumétrico.

Reagentes e material

- Hidróxido de sódio (sólido); Solução aquosa de ácido sulfúrico 1.5 mol L^{-1} ; hidrogenoftalato de potássio (sólido); soluções de fenolftaleína e de azul de bromotimol.
- Seis gobelets de 50 mL e dois de 25 mL; dois balões volumétricos de 100 mL e dois de 50 mL; duas pipetas volumétricas de 10 mL, uma de 5 mL; uma pipeta graduada de 10 mL, uma de 5 mL e uma de 2 mL; quatro erlenmeyers 150 mL; uma bureta de 25 mL.

Nota 1: O hidróxido de sódio é extremamente higroscópico e, além disso, reage facilmente com o dióxido de carbono. O tempo de pesagem é pois muito importante, devendo ser o mais curto possível.

Nota 2: Como atrás foi referido, para a diluição de ácidos fortes deve colocar-se inicialmente uma certa quantidade de água destilada no balão volumétrico e, só então, adicionar muito lentamente o ácido à água. A aferição final do balão volumétrico deve ser feita com a solução à temperatura ambiente (nalguns casos, diluições ou dissoluções levam à alteração da temperatura da solução).

Procedimento

A. Preparar soluções aquosas a partir de sólidos e por diluição

1. Prepare, em balão volumétrico, 50 mL de uma solução aquosa 1 mol L^{-1} de NaOH.
2. Por diluição da solução anterior, prepare 100 mL de uma solução aquosa 0.1 mol L^{-1} .

B. Preparar por diluição soluções aquosas de ácidos

Por diluição da solução aquosa 1.5 mol L^{-1} de H_2SO_4 prepare 100 mL de uma solução aquosa 0.1 mol L^{-1} .

C. Padronização das soluções

1. Calcule a quantidade de hidrogenoftalato de potássio que deverá pesar para padronizar 10 mL da solução de hidróxido de sódio preparada no ponto A2.
2. Pese rigorosamente, num erlenmeyer, o hidrogenoftalato de potássio calculado e dissolva-o em água destilada.
3. Padronize a solução de hidróxido de sódio titulando a solução de hidrogenoftalato, usando como indicador uma solução de fenolftaleína.
4. Repita os passos 2 e 3.
5. Titule 10 mL da solução de ácido sulfúrico preparada no ponto B2 com a solução de hidróxido de sódio padronizada, usando como indicador uma solução de azul de bromotimol.
6. Repita o passo 5.

Lave todo o material utilizado, tendo o cuidado de despejar as soluções em recipientes apropriados.

Bibliografia

- P. Atkins, L. Jones, *Chemical Principles* (5th ed.), Freeman, New York, 2010.
- D. C. Harris, *Exploring Chemical Analysis* (3rd ed.), Freeman, New York, 2004.

Preparação de Soluções Aquosas e Análise Volumétrica

Questionário

Nomes dos elementos do grupo:

Turma:

1. Registe numa tabela os valores de massa ou volume necessários à preparação de cada uma das soluções deste trabalho, bem como as massas de hidrogenoftalato e os volumes usados em todas as titulações.
2. Escreva a reacção química correspondente a cada uma das titulações efectuadas (não se esqueça de as acertar!).
3. Com base nos resultados das titulações calcule as concentrações das soluções preparadas em A2 e B2 e compare os valores obtidos com os valores calculados com base nas diluições.

Doseamento do Fe²⁺ por Espectroscopia de Absorção

Objectivo

Determinar a concentração do ferro (II) numa solução aquosa, com base na formação do complexo deste ião com 1,10-fenantrolina.

Introdução

A energia da radiação electromagnética na gama do ultravioleta-visível (UV-Vis) é suficiente para promover a excitação electrónica das moléculas. A quantidade de radiação absorvida por uma dada substância designa-se por *absorvância* e é definida pela relação:

$$A = \log I_0/I$$

sendo I_0 a intensidade luminosa da radiação (monocromática) incidente na substância e I a intensidade luminosa da radiação emergente.

O espectro de UV-Vis (Figura 1) mostra como a absorvância varia com o comprimento de onda (λ) da radiação.

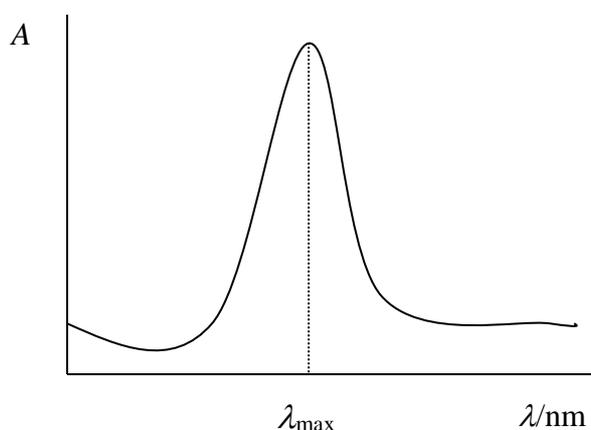


Figura 1 – Exemplo de um espectro de UV-Vis.

A lei de Lambert-Beer relaciona, por outro lado, a quantidade de radiação UV-Vis absorvida com a concentração da espécie absorvente em solução:

$$A = \epsilon lc$$

ϵ é o coeficiente de absorção molar ($L \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$), que depende do comprimento de onda da radiação e é independente da concentração, l é o comprimento da célula (cm) e c é a concentração da espécie absorvente (mol L^{-1}).

A lei de Lambert-Beer permite portanto determinar a concentração de substância presente numa dada amostra, conhecidos os valores do coeficiente de absorção molar e do comprimento da célula e medindo a absorvância com um espectrofotómetro.

Neste trabalho, determinar-se-á a concentração de ferro (II) numa amostra. Como o ferro não absorve na gama do visível, será primeiro transformado num complexo que, esse sim, absorve

na gama do visível. Esse complexo é obtido por reacção do Fe(II) com a 1,10-fenantrolina (Figura 2).

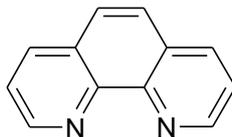


Figura 2 – Estrutura da 1,10-fenantrolina.

Reagentes e material

- Solução $6 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ de 1,10-fenantrolina ferrosa; solução de concentração desconhecida.
- Espectrofotómetro e respectivas células; quatro balões volumétricos de 25 mL; pipetas graduadas de 10, 5 e 1 mL ; dois gobelets de 50 mL.

Procedimento

1. A partir da solução $6 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ de 1,10-fenantrolina ferrosa prepare 25 mL de cada uma das seguintes soluções:

Solução A	$2 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$
Solução B	$3 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$
Solução C	$4 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$
Solução D	$5 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$
2. Com as soluções 6×10^{-5} e $2 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$, obtenha os espectros de absorção da 1,10-fenantrolina ferrosa entre 400 e 550 nm.
3. Regule o espectrofotómetro para o valor do comprimento de onda correspondente ao máximo de absorção da 1,10-fenantrolina ferrosa, determinado através da análise dos resultados obtidos no ponto anterior.
4. Lave a célula três vezes com a solução A e encha-a com a mesma solução.
5. Registe a leitura da absorvância desta solução.
6. Repita os passos 4 e 5 para cada uma das outras soluções: B, C, D e desconhecida.
7. Lave todo o material utilizado, tendo o cuidado de despejar as soluções em recipientes apropriados.

Bibliografia

P. Atkins, L. Jones, *Chemical Principles* (5th ed.), Freeman, New York, 2010.

H. Willard, L. Merritt, Jr., J. Dean, *Análise Instrumental*, Fundação Calouste Gulbenkian, Lisboa, 1974.

Doseamento do Fe^{2+} por Espectroscopia de Absorção

Questionário

Nomes dos elementos do grupo:

Turma:

1. Preencha o quadro seguinte, indicando os volumes de solução $6 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ de 1,10-fenantrolina ferrosa que usou para preparar os 25 mL das soluções A, B, C e D. Exemplifique os cálculos para um dos casos.

Solução	Volume (mL) da solução $6 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$
A	
B	
C	
D	

2. Indique o comprimento de onda correspondente ao máximo de absorção da 1,10-fenantrolina ferrosa (anexe os espectros de absorção das duas soluções usadas para o obter):
3. Trace a recta de calibração correspondente à variação da absorvância da 1,10-fenantrolina ferrosa com a concentração e determine:
 - a) Os parâmetros da recta que melhor se ajusta aos pontos experimentais.
 - b) A concentração do Fe (II) na solução aquosa de concentração desconhecida.
 - c) O coeficiente de absorção molar para o comprimento de onda seleccionado.
4. Esse trabalho ilustra um método para determinar indirectamente a quantidade de Fe(II) presente numa solução. Qual o objectivo de se complexar o Fe(II) com a fenantrolina?