

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



Disciplina

QUIO95 - Análises Volumétricas

II semestre 2019

Profa. Maria Auxiliadora Costa Matos

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

Avaliação

Nota Final = Prova 1 + Prova 2 + Caderno de Laboratório + Testes
(40 pontos) (40 pontos) (10 pontos) (10 pontos)

Referências Bibliográficas

1. Baccan, N., Andrade, J.C., Godinho, O.E.S, Barone, J.S. Química Analítica Quantitativa Elementar, Editora E. Blücher, 3ª. edição, 2001.
2. Harris, D. C. Quantitative Chemical Analysis, 5a. Ed. W. H. Freeman and Company, New York, 2001.
3. Jeffery, G. H.; Bassett, J.; Mendham, J.; Denney, R. C. Tradução Macêdo H. Vogel Analise Química Quantitativa, Editora Guanabara Koogan S.A, 5ª. edição, 1992.
4. Skoog, D. A, West, D. M., Holler, F. J., Crouch, S. R. Fundamentos de Química Analítica, Editora Thomson, tradução da 8ª edição, 2006. (Skoog, D.A.; West, D.M.; Holler, F.J. Fundamentals of Analytical Chemistry, 6ª ed., Saunders, Philadelphia, 1992, ou versão condensada, mesmos autores, Analytical Chemistry, An Introduction, 6ª ed., Saunders, Philadelphia, 1994)

Segurança no Laboratório

SEGURANÇA é assunto de máxima importância e especial atenção deve ser dada às medidas de segurança pessoal e coletiva em laboratório. Embora não seja possível enumerar aqui todas as causas de possíveis acidentes em um laboratório, existem certos cuidados básicos, decorrentes do uso de bom senso, que devem ser observados:

- ✓ Siga rigorosamente as instruções fornecidas pelo professor.
- ✓ Nunca trabalhe sozinho no laboratório.
- ✓ Não brinque no laboratório.
- ✓ Encare todos produtos químicos como venenos em potencial, enquanto não consultar a literatura especializada.
- ✓ Use jaleco e sapatos apropriados.
- ✓ Ao preparar soluções aquosas diluídas de um ácido, coloque o ácido concentrado lentamente na água, nunca o contrário.
- ✓ Nunca pipete líquidos com o auxílio da boca, utilize peras.
- ✓ Se algum produto químico for derramado, limpe o local imediatamente.
- ✓ Antes de usar qualquer reagente, leia cuidadosamente o rótulo do frasco para ter certeza de que aquele é o reagente desejado.

Limpeza de Material Volumétrico

Todo material de vidro que vai ser utilizado em análise quantitativa deve estar rigorosamente limpo.

Água e detergente, 1 a 5% (aquecer quando necessário), enxaguá-lo várias vezes com água corrente e em seguida água destilada (3 porções de 5 a 20 mL)

Após, se necessário, apenas pipeta, bureta e balões devem se tratados com mistura sulfonítrica (H_2SO_4 e HNO_3 1:1 v/v) ou solução de “alcoholato de sódio ou “potássio” (NaOH ou KOH 10% m/v, em etanol).

Toda vez que se utiliza mistura sulfonítrica deve-se tampar o recipiente que a contém. Após 15 minutos retorna-se tal mistura para o seu frasco de origem, escoando o máximo possível. Lava-se o material com água corrente (6 ou 7 vezes) e a seguir, com água destilada (3 vezes).

Nunca adicionar a mistura sulfonítrica a um recipiente sujo; este deve ser previamente lavado com água e detergente.

Nunca adicionar essa mistura a um recipiente que contenha água.

ATENÇÃO: a mistura sulfonítrica é extremamente corrosiva. Deve ser manipulada com cuidado evitando respingos.

Balança Analítica

Balanças Analíticas	Capacidade (g)	Precisão (g)
Balança macroanalítica	50 a 400	$\pm 0,0001$
Semimicrobalança	30 a 200	$\pm 0,00001$
Microbalança	3 a 20	$\pm 0,000001$
Ultramicrobalança	2	$\pm 0,0000001$

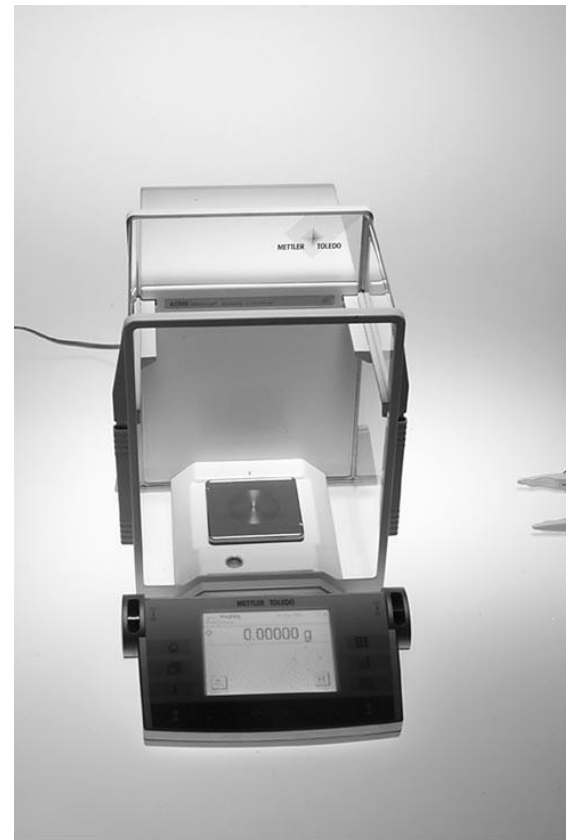
Balanças de precisão	Capacidade (g)	Precisão (g)
Escala industrial	30 a 6.000 kg	$\pm 0,05$
Balança de precisão (semianalíticas)	100 a 30.000 g	$\pm 0,001$ a ± 1 g

Pesagem em Balança Analítica

As balanças analíticas são balanças de precisão que permitem a determinação de massas com um erro absoluto mínimo da ordem de 0,1 mg.

Por se tratar de instrumentos delicados e caros, seu manejo envolve a estrita observância dos seguintes cuidados gerais:

- ✓ As mãos do operador devem estar limpas e secas;
- ✓ Durante as pesagens e aferição do zero as portas laterais devem ser mantidas fechadas;
- ✓ Nunca pegar diretamente com os dedos o objeto que vai pesar. Conforme o caso, usar uma pinça ou uma tira de papel impermeável;
- ✓ Para sucessivas pesagens no decorrer de uma análise, usar sempre a mesma balança;
- ✓ O recipiente e/ou a substância que será pesada devem estar em equilíbrio com o ambiente.
- ✓ A balança deve estar estável antes de iniciar a pesagem.



©2004 Thomson - Brooks/Cole

Balão Volumétrico

Balão Volumétrico Classe A apresenta erro máximo igual a metade da classe B

Balão volumétrico classe A	
Capacidade (mL)	Erro máximo admissível (mL)
1	$\pm 0,01$
2	$\pm 0,015$
5	$\pm 0,02$
10	$\pm 0,02$
25	$\pm 0,03$
50	$\pm 0,05$
100	$\pm 0,08$

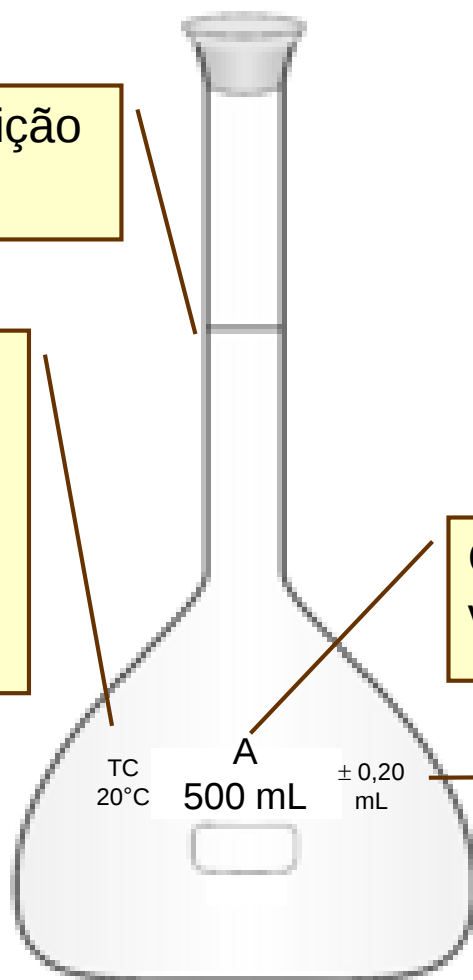
Marca de aferição
(Menisco)

“TC” “para conter o
volume declarado.

Temperatura de
calibração original

Classe do frasco e
volume do frasco.

Erro máximo
admissível em volume



Aferição de Balão Volumétrico

Balão Volumétrico servem para preparar soluções e diluí-las a um volume específico.

Não podem ser utilizados para armazenar soluções.

Não podem sofrer variação de temperatura – A precisão do balão será afetada



Jamais utilize balão volumétrico para armazenar soluções sob refrigeração.



Nunca secar balão volumétrico, pipetas, buretas e provetas em estufa..



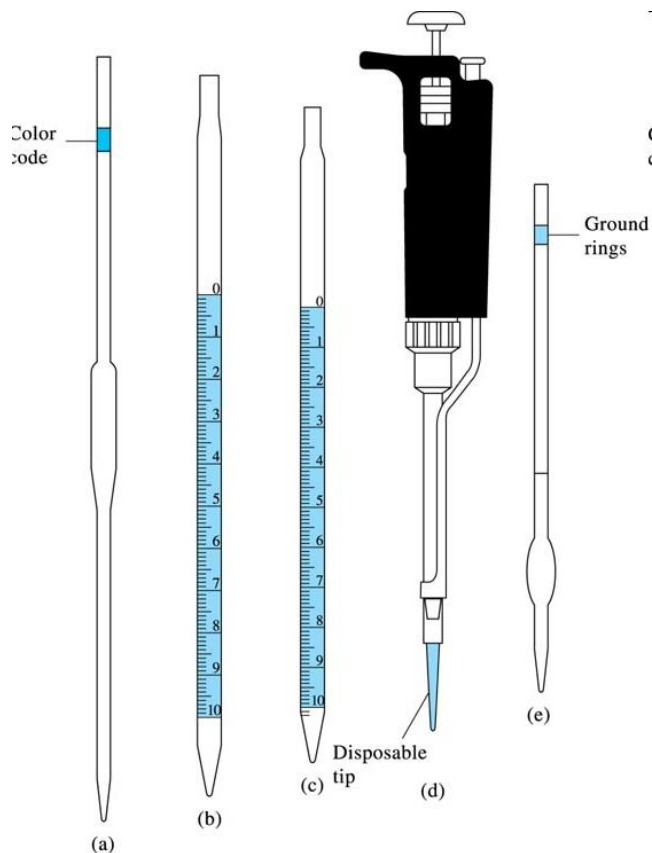
©2004 Thomson - Brooks/Cole

Estando o balão limpo, seco e com tampa, coloca-se sobre o prato de uma balança semianalítica, sem tocá-lo diretamente com as mãos. Anota-se a massa. Após isso, enche-se com água destilada, até o menisco leva-se até a balança, medindo-se a massa. Anota-se a temperatura da água e calcula-se o volume do balão através da divisão da massa de água pela densidade⁸ absoluta da água tabelada correspondente à temperatura de trabalho.

$$\text{densidade} = m/v \quad \therefore \quad V = m/d$$

Aferição de Pipeta Volumétrica

Mede-se a massa do conjunto erlenmeyer ou béquer + água. Repete-se a aferição descrita. A seguir, calcula-se o volume da pipeta. A diferença entre as duas determinações não deve exceder de 0,025 mL. Caso não haja concordância entre duas aferições, repetir.



$$d = m/v \quad \therefore \quad V = m/d$$

- a – pipeta volumétrica
- b – pipeta de Mohr
- c – pipeta sorológica
- d – micropipeta
- e – pipeta de Ostwald-Folin



As pipetas volumétricas e graduadas são preenchidas até a marca de calibração pela abertura inferior. O líquido nunca deve ser assoprado em uma pipeta volumétrica.



©2004 Thomson - Brooks/Cole



©2004 Thomson - Brooks/Cole



Remover a pêra e impedir o escoamento do líquido com o dedo indicador, apoiando a ponta da pipeta no fundo do bquer.



©2004 Thomson - Brooks/Cole



©2004 Thomson - Brooks/Cole



©2004 Thomson - Brooks/Cole

Aferição da Bureta

Enche-se a bureta até um pouco acima do traço correspondente ao zero;

Verificar na parte inferior há bolhas de ar, que deverão ser eliminadas;

Enxuga-se a extremidade externa da ponta com papel absorvente (não permitir que o papel absorva água da ponta da bureta).

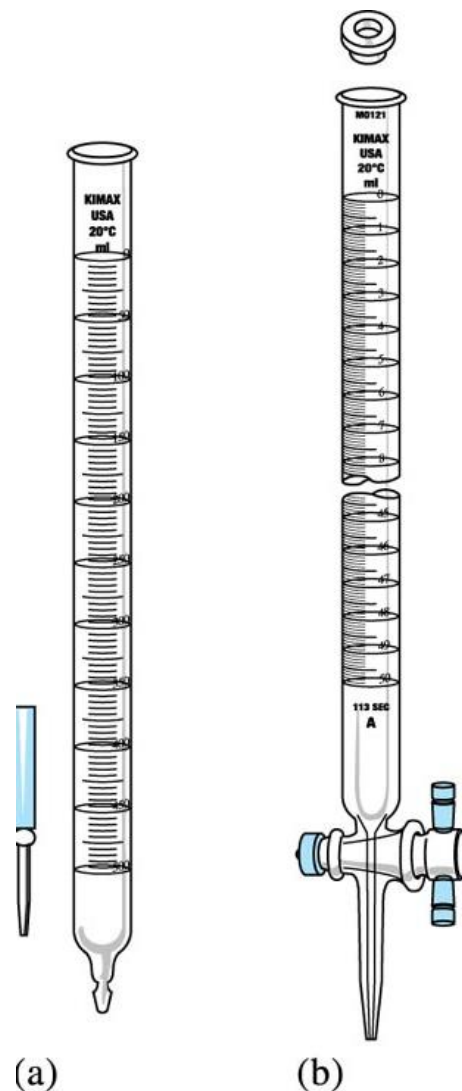
A seguir ajusta-se o zero. Deixa-se escoar, lentamente, metade do volume de água da bureta num erlenmeyer previamente pesado.

Mede-se a massa de água.

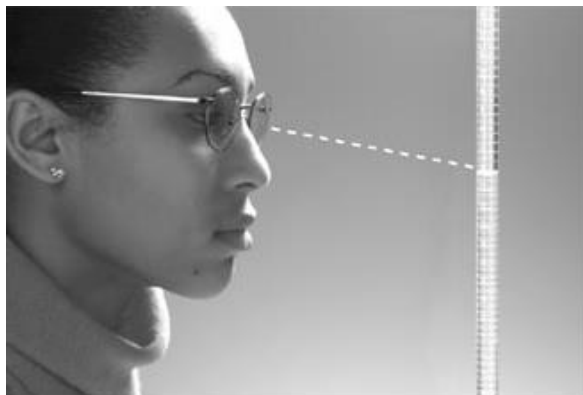
No mesmo erlenmeyer escoa-se a outra metade do volume de água.

A aferição deve ser repetida para comparação dos volumes relativos a cada intervalo.

Caso não haja concordância entre as duas aferições, repetir.



$$d = m/v \therefore V = m/d$$

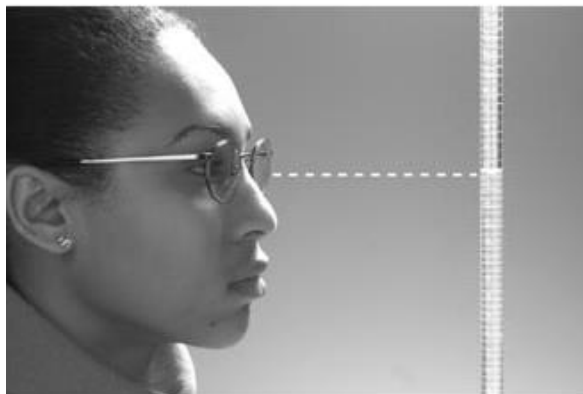


(a)



(b)

12,58 mL

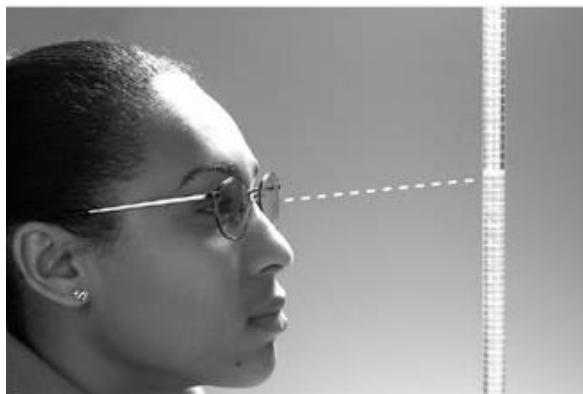


(c)



(d)

12,62 mL
Valor correto



(e)



(f)

12,67 mL

Procedimento de calibração

Calibração de uma pipeta volumétrica: Determine a massa do recipiente vazio até a miligrama mais próxima. Transfira a porção de água sob equilíbrio térmico, para o recipiente com a pipeta, pese o recipiente coletor e seu conteúdo e calcule a massa de água dispensada a partir da diferença nas duas massas. Calcule o volume médio e o desvio padrão.

Calibração de uma bureta: Encha a bureta com a água mantida em equilíbrio térmico e certifique-se que não haja bolhas aprisionadas na sua ponta. Transfira lentamente aproximadamente 5 ml de água para o frasco e pese o conjunto. Em seguida, transfira 5mL restante da bureta e pese. Calcule o volume médio e o desvio padrão referente a 5 e 10 mL.

Calibração do balão volumétrico: Pese o frasco limpo e seco com precisão de um miligrama. Então encha até a marca com água em equilíbrio térmico e pese novamente. Calcule o volume do balão volumétrico.

Incertezas

Pipeta volumétrica

Balão volumétrico classe A	
Capacidade (mL)	Erro máximo admissível (mL)
1	$\pm 0,01$
2	$\pm 0,015$
5	$\pm 0,02$
10	$\pm 0,02$
25	$\pm 0,03$
50	$\pm 0,05$
100	$\pm 0,08$

Capacidade, mL	Tolerâncias, mL
0,5	$\pm 0,006$
1	$\pm 0,006$
2	$\pm 0,006$
5	$\pm 0,01$
10	$\pm 0,02$

Bureta

Volume, mL	Tolerâncias, mL
5	$\pm 0,01$
10	$\pm 0,02$
25	$\pm 0,03$
50	$\pm 0,05$
100	$\pm 0,10$

Solução NaOH

Pesar aproximadamente _____ g de hidróxido de sódio diretamente no béquer. Com auxílio de um bastão de vidro, dissolver o NaOH em água destilada previamente fervida e fria, transferir quantitativamente a solução para o balão volumétrico de 100,00 mL e completar o volume, com água fervida, até a marca de aferição do balão. Após homogeneizar a solução, armazene-a em frasco plástico.

RÓTULO

Solução:

Concentração:

Data: ____/____/____

Nome analista: