

EXPERIMENTO 2

Preparação e Padronização de Soluções

OBJETIVOS

- Rever os conceitos de concentração de soluções (principalmente de molaridade).
- Aprender a preparar soluções aquosas, realizar diluições e determinar as concentrações.
- Exercitar a técnica de titulação ácido-base.

INTRODUÇÃO

Uma SOLUÇÃO é uma mistura homogênea de duas ou mais substâncias em que a dispersão de uma substância na outra se dá na escala de suas partículas (moléculas, íons ou átomos). Quando um dos componentes de uma mistura é um gás ou um sólido e o outro é um líquido, o primeiro é chamado de SOLUTO e o último de SOLVENTE. Quando ambos os componentes são líquidos o componente em maior quantidade é denominado SOLVENTE e o em menor quantidade é o SOLUTO. É claro que pode haver vários solutos em uma solução – uma solução não precisa ter somente dois componentes.

Uma SOLUÇÃO DILUÍDA é aquela que contém somente uma pequena quantidade de soluto (ou solutos) em relação à quantidade de solvente. Por outro lado, uma SOLUÇÃO CONCENTRADA contém uma grande quantidade de soluto.

Quando se trata de soluções é necessário especificar suas composições, ou seja, as quantidades relativas dos vários componentes. A composição pode ser expressa de diferentes maneiras. Para começar, vamos assumir uma solução de dois componentes, A (solvente) e B (solute) adotando a seguinte notação:

m_A, m_B : massa em gramas de A e B;

n_A, n_B : quantidade de matéria, em mols, de A e B;

V_A, V_B : volume de A e B puros, em litros;

V : volume total da solução, em litros.

As formas mais importantes de medida da composição de soluções líquidas são as seguintes:

- A. FRAÇÃO EM VOLUME** de B é V_B / V , ou seja, o volume de B puro dividido pelo volume total da solução. Deve ser observado que, em geral $V \neq V_A + V_B$; usualmente há uma alteração significativa do volume quando duas substâncias formam uma solução. Esta forma de medida é empregada exclusivamente em soluções líquido-líquido, e seu uso mais comum é comercial.
- B. FRAÇÃO MOLAR** ou fração em quantidade de matéria de B, representada por x_B , é a razão entre a quantidade de matéria de B e a quantidade de matéria total,

$$x_B = \frac{n_B}{n_A + n_B} \quad (2.1)$$

Um mol tem um número fixo de partículas (número de Avogadro); assim, a fração molar é um número fracionário – a fração molar de B é a fração de todas as moléculas em uma solução que são moléculas de B. Através desta definição $x_A + x_B = 1$ ou, no caso de soluções de mais de dois componente: $x_A + x_B + x_C + \dots = 1$.

C. MOLALIDADE de B (m_B) é a quantidade de matéria de B dissolvida em 1 kg (1.000 g) de A.

D. MOLARIDADE ou **CONCENTRAÇÃO** em quantidade de matéria de B é a quantidade de matéria do soluto B por litro de solução: n_B / V , com V em litros. A molaridade de B pode ser representada como: [B], M_B ou c_B . Quando a molaridade de uma solução é conhecida, um volume dela pode ser medido e o número de mols de B neste volume pode ser calculado. A desvantagem desta forma de medida é que a molaridade varia com a temperatura devido à expansão ou contração da solução.

As seguintes formas de expressão são equivalentes: a molaridade de B é 0,1; a molaridade da solução com respeito a B é 0,1; a solução é 0,1 mol/L com respeito a B. É costume referir-se à molaridade da solução com respeito a B e não ao solvente.

Uma solução de molaridade conhecida pode ser preparada sem o conhecimento de sua densidade ou da massa de solvente utilizada, com o uso de um balão volumétrico. O soluto deve ser puro, de forma que a massa corresponda a um número bem definido de mols. Uma massa de soluto (sólido) medida precisamente é dissolvida no solvente e a solução é transferida totalmente (enxaguando o frasco várias vezes) para um balão volumétrico. O solvente é então adicionado cuidadosamente com o auxílio de um funil até perto da marca no pescoço do balão. Quando o soluto está totalmente dissolvido e a solução bem misturada através de agitação, mais solvente é adicionado cuidadosamente, até o nível da solução atinja a marca. A solução é, então, mais uma vez agitada, para uma completa homogeneização.

O que foi obtido com este procedimento é uma solução contendo quantidade de matéria conhecida de soluto, e sua molaridade pode ser facilmente calculada.

No caso do soluto ser um líquido (ou seja, solução líquido-líquido), a medida do volume do soluto deve ser realizada com uma pipeta volumétrica e o procedimento restante é o mesmo descrito para solução sólido-líquido.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Reagentes: hidróxido de sódio (NaOH), ácido clorídrico concentrado comercial (HCl) (por exemplo: 37,2 % em massa, $d=1,18$ g/mL), ácido oxálico ($H_2C_2O_4 \cdot 2 H_2O$), indicador (fenolftaleína).

Outros Materiais: balões volumétricos de 100 mL, 250 mL e de 500 mL (3); bureta de 50 mL (1); garra para bureta (1); suporte universal (1); pipeta volumétrica de 25 mL (1); pipeta volumétrica de 10 mL (1); pipeta graduada de 10 mL (1); pipetador (1); béqueres de 50 mL ou 100 mL (3); erlenmeyers de 250 mL (3).

OBSERVAÇÕES:

- A técnica para a correta leitura de volumes foi explicada no Experimento 1. O uso das balanças disponíveis no laboratório será revisado no Laboratório.
- Convém lembrar que uma balança é um instrumento de precisão, **devendo ser mantida limpa**. Utilizar um pincel para remover partículas sólidas que porventura venham a cair na câmara de pesagem ou sobre o(s) prato(s).
- Materiais líquidos derramados devem ser removidos utilizando um papel absorvente. Nunca pesar diretamente sobre o prato; utilizar um béquer ou um pedaço de papel para depositar o material a ser pesado.
- Seguir as normas de segurança quanto ao manuseio de ácidos e bases fortes (HCl e NaOH)

PARTE A: Padronização de Solução de HCl

A1. Cálculos (Para serem feitos antes da aula prática)

1. Calcular a quantidade de hidróxido de sódio necessária para preparar 500 mL de uma solução aquosa com concentração aproximada de 0,1 M. **2,0 g de NaOH**
2. Calcular a molaridade do ácido clorídrico comercial e o volume necessário deste para preparar 250 mL de uma solução com concentração aproximada de 0,1 M (utilizar os dados do rótulo: título e densidade). **[HCl] = 12 mol/L ; volume = 2,1 mL**
3. Calcular a massa de ácido oxálico necessária para neutralização de 25 mL de solução de NaOH 0,1 M.
Atenção: Diácido orgânico dihidratado ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$, massa molar = 126,04 g/mol) **0,1576 g**
4. Estimar o volume de solução de NaOH 0,1 M para neutralizar 25 mL de solução de HCl 0,1 M. Esta estimativa será usada na Parte A3 para agilizar a titulação e prevenir a invalidação da titulação da 1a. amostra. **25 mL**

A2. Preparação e Padronização da Solução de NaOH 0,1 M

1. Pesar rapidamente a massa de NaOH calculada. O procedimento de pesagem deve ser feito rapidamente pois o NaOH é higroscópico (absorve água da atmosfera) e, também por este motivo, deve ser utilizado um béquer (50 mL ou 100 mL) para a pesagem. Não se preocupar em pesar exatamente a massa calculada, pois a solução será padronizada a seguir.
2. Anotar a massa de NaOH na folha de relatório.
3. Adicionar água no béquer até aproximadamente metade de seu volume para dissolver o NaOH. Transferir a mistura para um balão de 500 mL.
4. Repetir esta operação até não haver mais traços de NaOH no béquer. Agitar bem o balão com segurança.

Experimento 2 – Preparação e Padronização de Soluções

5. Completar o volume do balão volumétrico (até a marca no pescoço deste) com água destilada, fechar o frasco e homogeneizar a solução.
6. Enxaguar uma bureta com capacidade de 50 mL com cerca de 5 mL da solução de NaOH. Descartar corretamente o volume de lavagem.
7. Com o auxílio de um funil, preencher a bureta até cerca de 2/3 de seu volume e verificar a existência de bolhas de ar – havendo bolhas, eliminá-las.
8. Preencher o restante da bureta com a solução de NaOH até acima da marca de zero. Abrindo a torneira, deixar a solução gotejar e, cuidadosamente, estabelecer o seu volume na marca de zero. Anotar este valor na folha de relatório como volume inicial.
9. Pesquisar cuidadosamente a quantidade de ácido oxálico calculada (padrão primário) capaz de neutralizar 25 mL da solução de NaOH 0,1 M. O ácido oxálico pode ser pesado sobre um pedaço de papel encerado. Não esquecer de anotar a massa de ácido oxálico pesada de cada titulação específica.
10. Transferir essa massa para um erlenmeyer de 250 mL e adicionar aproximadamente 50 mL de água.
11. Colocar três gotas do indicador fenolftaleína na solução de ácido oxálico contida no erlenmeyer e iniciar o processo de titulação. Como o volume aproximado da solução de NaOH necessário para a neutralização do ácido oxálico foi calculado, cerca de 2/3 desse volume da solução de NaOH podem ser transferidos em gotejamento mais rápido para o erlenmeyer contendo a solução de ácido oxálico. Enquanto estiver efetuando esta transferência da solução da bureta para o erlenmeyer, mantenha a solução do erlenmeyer sob agitação para efetuar a reação.
12. O restante do volume da solução de NaOH deve ser transferido vagarosamente, observando a cor da solução. Este é um ponto importante, pois a neutralização das soluções será detectada através da mudança de cor do indicador.
13. Quando a solução de ácido oxálico mudar de cor, parar a transferência da solução de NaOH e anotar o valor do volume de solução na folha de relatório como volume final.

Uma observação importante é que quando o NaOH está sendo adicionado a solução desenvolve uma coloração avermelhada na região de contato da gota com a solução do erlenmeyer. Esta coloração desaparece com a agitação do frasco. O desaparecimento torna-se mais lento com a progressão da titulação indicando assim que, a adição da solução de NaOH deve ser feita mais lentamente.

14. Repetir este procedimento com outras duas massas de ácido oxálico, anotando os volumes gastos.
15. Calcular, com esses volumes, a molaridade da solução de NaOH. Calcular a média dos três valores obtidos.
16. Anotar os três valores de concentração na folha de relatório, bem como o valor médio calculado.

A3. Preparação e Padronização da Solução de HCl 0,1 M

1. Em um balão volumétrico de 250 mL adicionar aproximadamente 100 mL de água destilada.
2. Com o uso de uma pipeta graduada, adicionar ao balão volumétrico contendo água o volume de HCl calculado na Parte A1. Agitar suavemente a solução.
3. Adicionar água no frasco até próximo da marca no pescoço deste.
4. Fechar o frasco, e agitar bem para homogeneizar a solução.
5. Aguardar alguns minutos e completar o volume com água (com o auxílio de pisseta) até a marca. Homogeneizar uma vez mais.
6. Com uma pipeta volumétrica de 25 mL, transferir este volume de solução de HCl para um erlenmeyer de 250 mL.
7. Adicionar 2 ou 3 gotas do indicador fenolftaleína.
8. Titular com a solução de NaOH contida na bureta. Não esquecer de completar o nível da bureta até zero, anotando na folha de relatório esse volume como inicial.
9. Adicionar 2/3 do volume calculado na Parte A1 para neutralizar os 25 mL da solução de HCl.
10. Proceder o restante da titulação como descrito na Parte A2.
11. Anotar o volume final na folha de relatório, dispensar o conteúdo do erlenmeyer e lavar este frasco com água destilada.
12. Realizar o procedimento mais duas vezes.

PARTE B: Diluição de Soluções

Nesta etapa serão utilizadas as soluções de HCl e NaOH padronizadas anteriormente. Além da bureta e erlenmeyers serão necessários 4 balões volumétricos de 100 mL e 4 pipetas (2 de 10 mL e 2 de 25 mL).

B1. Diluição de ácido clorídrico (1:1)

1. Completar a bureta com a solução de NaOH 0,1 M.
2. Em um balão volumétrico de 100 mL adicionar água de forma a completar aproximadamente $\frac{1}{4}$ de seu volume.
3. Utilizando a pipeta volumétrica de 25 mL, adicionar 50 mL da solução de HCl e homogeneizar a mistura. Completar em seguida o nível da solução até a marca no pescoço do balão volumétrico, homogeneizando mais uma vez a solução.

4. Transferir 25 mL desta solução com o auxílio de uma pipeta volumétrica. Adicionar 2 a 3 gotas do indicador fenolftaleína e proceder a titulação.
5. Repetir este procedimento mais uma vez, não esquecendo de anotar os volumes iniciais e finais na folha de relatório.

B2. Diluição de ácido clorídrico (1:4)

1. Completar a bureta com a solução de NaOH 0,1 M.
2. Em um balão volumétrico de 100 mL adicionar água de forma a completar aproximadamente $\frac{1}{4}$ de seu volume.
3. Utilizando uma pipeta volumétrica, adicionar 25 mL da solução de HCl e homogeneizar a mistura. Completar em seguida o nível da solução até a marca no pescoço do balão volumétrico, homogeneizando mais uma vez a solução.
4. Transferir 25 mL desta solução com o auxílio de uma pipeta volumétrica. Adicionar 2 a 3 gotas do indicador fenolftaleína e proceder a titulação.
5. Repetir este procedimento mais uma vez, não esquecendo de anotar os volumes iniciais e finais na folha de relatório.

B3. Diluição de ácido clorídrico (1:10)

1. Completar a bureta com a solução de NaOH 0,1 M.
2. Em um balão volumétrico de 100 mL adicionar água de forma a completar aproximadamente $\frac{1}{4}$ de seu volume.
3. Utilizando uma pipeta volumétrica, adicionar 10 mL da solução de HCl e homogeneizar a mistura. Completar em seguida o nível da solução até a marca no pescoço do balão volumétrico, homogeneizando mais uma vez a solução.
4. Transferir 25 mL desta solução com o auxílio de uma pipeta volumétrica. Adicionar 2 a 3 gotas do indicador fenolftaleína e proceder a titulação.
5. Repetir este procedimento mais uma vez, não esquecendo de anotar os volumes iniciais e finais na folha de relatório.