

VI - SOLUÇÕES PADRÕES

SOLUÇÃO DE ÁCIDO CLORÍDRICO (HCl) 0,1 N

Preparo da solução padrão:

Medir 8,5 mL de ácido clorídrico p.a. e transferir para balão volumétrico de 1000 mL contendo 500 mL de água. Esfriar e completar o volume.

Fatoração com Tris (Hidroximetilaminometano):

Deixar o reativo Tris (Hidroximetilaminometano) ($C_4H_{11}NO_3$) p.a., padrão primário, por 24 horas em dessecador, ao abrigo da luz. Pesear exatamente cerca de 0,12114 g, adicionar 20 mL de água, acrescentar 3 gotas da solução de vermelho de metila a 0,2% (m/v) e titular com a solução de ácido clorídrico 0,1 N. Calcular o fator de correção usando, no mínimo, a média de três determinações.

Cálculos:

$$\text{Fator de correção} = \frac{m}{0,12114 \times V \times N}$$

Onde:

m = massa de Tris, em gramas;

V = volume da solução de ácido clorídrico 0,1 N gastos na titulação, em mL;

N = normalidade esperada da solução.

Fatoração com carbonato de sódio:

Pesear exatamente 5,299 g de carbonato de sódio (Na_2CO_3) p.a., padrão primário, previamente seco a 270°C por 1 hora. Dissolver em água destilada, transferir para balão volumétrico de 1.000 mL e completar o volume. Pipetar 20 mL da solução de carbonato de sódio e transferir para erlenmeyer de 250 mL. Adicionar 3 gotas de vermelho de metila 0,1 % (m/v). Titular até a viragem para coloração rósea. Aquecer à ebulição, para eliminar o gás carbônico. Esfriar e prosseguir a titulação. Repetir esta operação até coloração rósea persistente.

Cálculos:

$$\text{Fator de correção} = \frac{m}{0,053 \times V \times N}$$

Onde:

m = massa do carbonato de sódio na alíquota usada, em gramas;

V = volume da solução de ácido clorídrico 0,1 N gastos na titulação, em mL;

N = normalidade esperada da solução.

SOLUÇÃO DE ÁCIDO SULFÚRICO (H_2SO_4) 0,1 N

Preparo da solução padrão:

Transferir 3,0 mL de ácido sulfúrico p.a. para balão volumétrico de 1000 mL contendo cerca de 500 mL de água. Esfriar e completar o volume.

Fatoração:

Deixar o reativo Tris (Hidroximetilaminometano) ($C_4H_{11}NO_3$) p.a., padrão primário, por 24 horas em dessecador, ao abrigo da luz. Pesear exatamente cerca de 0,12114 g, adicionar 20 mL de água, acrescentar 3 gotas da solução de vermelho de metila a 0,2% (m/v) e titular com a solução de ácido sulfúrico 0,1 N. Calcular o fator de correção usando, no mínimo, a média de três determinações.

Cálculos:

$$\text{Fator de correção} = \frac{m}{0,12114 \times V \times N}$$

Onde:

m = massa de Tris, em gramas;

V = volume da solução de ácido sulfúrico 0,1 N gastos na titulação, em mL;

N = normalidade esperada da solução.

SOLUÇÃO DE HIDRÓXIDO DE SÓDIO (NaOH) 0,1 N

Preparo da solução estoque de hidróxido de sódio:

Preparar uma solução de hidróxido de sódio (1+1) com água recentemente fervida e acondicionar em frasco de polietileno. Deixar decantar os carbonatos por cerca de 10 dias.

Preparo da solução padrão:

Transferir 5,4 mL do sobrenadante da solução estoque de hidróxido de sódio para balão volumétrico de 1000 mL e completar o volume com água recentemente fervida e resfriada.

Fatoração:

Pesar exatamente cerca de 0,5 g de biftalato de potássio ($C_8H_5KO_4$) p.a., padrão primário, previamente seco em estufa a $105^\circ C$ por 1 hora. Transferir para erlenmeyer de 250 mL e dissolver em 75 mL de água recentemente fervida. Adicionar 2 gotas da solução de fenolftaleína a 1 % (m/v) e titular com solução de hidróxido de sódio 0,1 N. Calcular o fator de correção usando, no mínimo, a média de três determinações.

Cálculos:

$$\text{Fator de correção} = \frac{m}{0,2042 \times V \times N}$$

Onde:

m = massa de biftalato de potássio, em gramas;

V = volume de solução padrão de hidróxido de sódio gastos na titulação, em mL;

N = normalidade esperada da solução.

SOLUÇÃO DE NITRATO DE PRATA ($AgNO_3$) 0,1 N**Preparo da solução padrão:**

Pesar 17 g de nitrato de prata p.a. e transferir para balão volumétrico âmbar de 1000 mL com rolha esmerilhada e completar com água.

Fatoração:

Pesar exatamente cerca de 0,15 g de cloreto de sódio (NaCl) p.a., padrão primário, previamente seco a $110^\circ C$ por 1 hora, para erlenmeyer de 100 mL e adicionar cerca de 25 mL de água e 1 mL de solução de cromato de potássio (K_2CrO_4) a 5% (m/v) como indicador. Titular com a solução de nitrato de prata 0,1 N até o aparecimento de cor castanha avermelhada. Calcular o fator de correção usando, no mínimo, a média de três determinações.

Cálculos:

$$\text{Fator de correção} = \frac{m}{0,0585 \times V \times N}$$

Onde:

m = massa de cloreto de sódio, em gramas;

V = volume de solução de nitrato de prata gastos na titulação, em mL;

N = normalidade esperada da solução.

SOLUÇÃO DE PERMANGANATO DE POTÁSSIO ($KMnO_4$) 0,05 N**Preparo da solução padrão:**

Dissolver 1,6 g de permanganato de potássio p.a. em béquer contendo aproximadamente 300 - 400 mL de água e aquecer a $60 - 70^\circ C$ por 2 horas. Esfriar, transferir, quantitativamente, para balão volumétrico de 1000 mL, completar o volume e homogeneizar. Deixar em repouso por 72 horas ao abrigo da luz. Filtrar em cadinho de vidro sinterizado ou cadinho de porcelana com amianto ou lã de vidro e estocar em frasco âmbar.

Fatoração:

Pesar exatamente 3,35 g de oxalato de sódio ($Na_2C_2O_4$) p.a. previamente seco em estufa a $105^\circ C$ por 2 horas. Dissolver em béquer com aproximadamente 100 mL de água destilada, transferir para balão volumétrico de 1000 mL, homogeneizar e completar o volume. Pipetar 20 mL da solução de oxalato de sódio, transferir para erlenmeyer de 250 mL, adicionar 10 mL de solução de ácido sulfúrico (1+1), aquecer a $70 - 80^\circ C$ e titular nessa temperatura gotejando a solução de permanganato de potássio 0,05 N numa velocidade de 3 a 4 gotas por segundo até coloração levemente rósea persistente por 30 segundos.

Cálculos:

$$\text{Fator de correção} = \frac{m}{\quad \quad \quad}$$

$$V \times 67,00 \times N$$

Onde:

m = massa de oxalato de sódio na alíquota, em miligramas;

V = volume da solução de permanganato de potássio gastos na titulação, em mL;

N = normalidade esperada da solução.

SOLUÇÃO DE TIOSSULFATO DE SÓDIO (Na₂S₂O₃.5H₂O) 0,1 N

Preparo da solução padrão:

Pesar 25 g de tiossulfato de sódio pentahidratado p.a. e transferir para o balão volumétrico de 1000 mL, com água recentemente fervida e resfriada. Adicionar 0,01 g de iodeto de mercúrio II (HgI₂) p.a. para estabilizar a solução, completar o volume e acondicionar em frasco âmbar.

Fatoração:

Pesar exatamente cerca de 0,15 g de dicromato de potássio (K₂Cr₂O₇) p.a., padrão primário, previamente seco em estufa a 140 - 150°C durante 1 hora e transferir para erlenmeyer de 500 mL com rolha esmerilhada. Lavar as paredes do frasco com água fria, previamente fervida e elevar o volume a 100 mL. Adicionar 5 g de iodeto de potássio (KI) p.a., agitar até dissolver e adicionar 5 mL de ácido clorídrico (HCl) 6 N. Tampar o frasco e agitar. Deixar em repouso por 5 minutos, fechado e em ausência de luz. Adicionar mais 100 mL de água fria, recentemente fervida, lavando cuidadosamente as paredes do frasco e titular o iodo liberado com solução de tiossulfato de sódio 0,1 N até coloração amarelo claro. Adicionar 2 mL de solução de amido (C₆H₁₀O₅)_n a 1 % (m/v) e continuar a titulação até a coloração mudar de azul esverdeado para verde pálido. Calcular o fator de correção usando, no mínimo a média de três determinações.

Cálculos:

$$\text{Fator de correção} = \frac{m}{0,049 \times V \times N}$$

Onde:

m = massa de dicromato de potássio, em gramas;

V = volume da solução de tiossulfato de sódio gastos na titulação, em mL;

N = normalidade esperada da solução.

BIBLIOGRAFIA

BRASIL. MINISTÉRIO DA AGRICULTURA E DO ABASTECIMENTO.; SINDICATO NACIONAL DA INDÚSTRIA DE ALIMENTAÇÃO ANIMAL.; ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DA INDÚSTRIA DE ALIMENTAÇÃO ANIMAL (antiga ANFAR).; COLÉGIO BRASILEIRO DE NUTRIÇÃO ANIMAL. Métodos analíticos In _____. **Compêndio brasileiro de alimentação animal**. São Paulo: Sindirações- Anfal, 1998. p.45-48.

BRASIL. Ministério da Agricultura. Secretaria Nacional de Defesa Agropecuária. Laboratório Nacional de Referência Animal. Métodos físicos e químicos. In: _____. **Métodos analíticos oficiais para controle de produtos de origem animal e seus ingredientes**: métodos físicos e químicos. Brasília, DF, 1981. v. II.

MERCK. **Indicadores ácidos e bases**. [S. l.], [data] (catálogo)

MERCK. **Reactivos, diagnóstica, productos químicos 1992/93**. Darmstadt, 1993. 1584 p.

MORITA, T.; ASSUMPÇÃO, R, M. V.

Manual de soluções reagentes e solventes: padronização, preparação, purificação. 2. ed. São Paulo: E. Blucher, 1976, c 1972. 627 p.

NATIONAL INSTITUTE OF STANDARDS AND TECHNOLOGY (USA). **Merck volumetric standard**: 1.02408 tris (hydroxymethyl) – aminomethane Batch No. 72408A. Darmstadt.: Merck, 1997. Certificate of Analysis

OHWEILER, O. A. **Química analítica quantitativa**. 2. ed. Rio de Janeiro: Livros técnicos e científicos. 1976. v. 2, 664 p.

PREGNOLATTO, W.; PREGNOLATTO, N. (Coord.) Métodos químicos e físicos para análise de alimentos. In: _____. **Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. 3. ed. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 1985. v. 1.

VOGEL, A. I. **Análise inorgânica quantitativa**: Incluindo análise instrumental elementar. 4. ed. Rio de Janeiro: Guanabara, 1981. 690 p.

