

## Procedimento Experimental da Unidade 2

### I. Parte Experimental

#### I.1. Material

- hidróxido de sódio em lentilhas
- ácido nítrico concentrado
- ftalato ácido de potássio
- 2 balões volumétricos de 500 mL
- 3 erlenmeyers de 250 mL
- uma bureta de 50 mL
- suporte universal
- garra para bureta
- pipeta graduada de 10,0 mL
- espátula
- papel para pesagem
- copinho de café descartável
- indicador fenolftaleína
- leite de magnésia
- vinagre tinto comum
- frasco plástico de 500 mL
- frasco de vidro de 500 mL

#### I.2. Procedimento Experimental

##### I.2.1. Preparo da solução de NaOH.

O Aluno deverá, inicialmente, preparar uma solução de uma base forte, calculando a massa necessária a ser pesada e diluída em um determinado volume final de água destilada, considerando a concentração final desejada.

Vamos calcular a massa necessária para preparar 500 mL de solução 0,13 M/L de NaOH.

Pela fórmula da Molaridade, temos que  $M = n/V(L)$  ou  $M = m(g)/Mol \times V(L)$ .

Então,  $m = M \times Mol \times V(L)$ . Portanto, a massa será  $0,13 \times 40,0 \times 0,500 = 2,60$  g.

Pesar 2,60 gramas de NaOH em um copinho plástico descartável, transferir quantitativamente essa massa para um balão volumétrico de 500 mL com água, agitar para dissolver totalmente o sólido e, então, ajustar o menisco do balão. Homogeneizar a solução e transferi-la para um frasco plástico limpo e seco, para ser guardada. Etiquetar o frasco com o nome da solução, concentração, data de preparo e o nome do grupo de alunos.

**Observação importante:** essa solução será utilizada tanto no experimento de QGE quanto no de Química Analítica Ambiental, portanto, deve ser muito bem guardada!

##### I.2.1. Preparo da solução diluída de ácido nítrico.

O Aluno deverá preparar uma solução diluída de um ácido forte por diluição de um ácido concentrado. Para tal, o Aluno deverá, inicialmente, efetuar o cálculo para saber qual o volume de ácido concentrado a ser medido para fazer a diluição, com base no volume final e na concentração da solução que deseja preparar.

Para preparar 500 mL de solução de  $HNO_3$  0,175 M/L, vamos calcular o volume a ser medido de  $HNO_3$  concentrado.

Pela fórmula da Molaridade, calculamos a massa necessária que será:  $m = M \times \text{Mol} \times V(L)$ . Então, a massa de  $\text{HNO}_3$  a ser “pesada” será  $0,175 \times 63,0 \times 0,500 = 5,5125 \text{ g}$ .

Como o ácido nítrico é líquido, devemos calcular o volume a ser medido que corresponde à massa calculada. Para isso, utilizamos sua densidade,  $d = 1,503 \text{ g/mL}$  (esse dado consta no rótulo do produto). Então, o volume de  $\text{HNO}_3$  será  $V = m/d$ , ou seja,  $V = 5,5125/1,503 = 3,67 \text{ mL}$ .

No entanto, o ácido nítrico concentrado não é 100% concentrado, é apenas 68% (ver rótulo do produto), ou seja, é uma solução aquosa contendo 68% de ácido e o restante de água. Então, temos que corrigir o volume a ser medido, considerando o Título (%) do produto. Para isso, podemos fazer uma regra de três, ou seja,  $3,67 \text{-----} 68\%$

$X \text{-----} 100\%$

Então,  $X = 3,67 \times 100/68 = 5,397 \approx 5,40 \text{ mL}$ .

**Muito CUIDADO ao diluir ácidos concentrados!!! Adicione sempre o ácido à água e NUNCA a água ao ácido!!!**

Medir, com uma pipeta graduada e um pipetador, 5,40 mL de ácido nítrico concentrado e transferir cuidadosamente para um balão volumétrico de 500 mL **já contendo água** até sua metade. Agitar cuidadosamente, adicionar mais água ao balão, ajustar o menisco do balão, homogeneizar a solução e transferi-la para uma frasco de vidro limpo e seco, para ser guardada. Etiquetar com os dados da solução, data e grupo de alunos. Obs: guardar essa solução também para os experimentos de Química Analítica Ambiental!

### **I.2.3. Padronização da solução de NaOH 0,13 M.**

Tendo preparado as soluções diluídas da base forte e do ácido forte, o Aluno deverá padronizá-las, ou seja, efetuar um procedimento que permita conhecer sua concentração **exata**. Para tal, deverá utilizar um padrão primário. Nesse caso, será utilizado o composto ftalato ácido de potássio para padronizar a solução de hidróxido de sódio.

Pesar 0,7964 g do padrão primário ftalato ácido de potássio,  $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ . Transferir quantitativamente para um erlenmeyer de 250 mL com cerca de 100 mL de água e agitar cuidadosamente até dissolver totalmente o sólido.

Preencher uma bureta de 50 mL com a solução de NaOH que foi preparada, tomando o cuidado de que não hajam bolhas de ar e que a ponteira da bureta esteja totalmente preenchida com a solução.

Adicionar 3 gotas de solução indicadora de fenolftaleína\* ao erlenmeyer contendo a solução de ftalato ácido de potássio. Titular, com agitação, com a solução de NaOH até mudança de coloração para rosa. A cor deve persistir, mesmo após agitação por 10 segundos. Anotar o volume gasto de NaOH para efetuar os cálculos. Repetir esse procedimento mais uma vez e consultar o professor sobre a necessidade ou não de uma terceira repetição, dependendo da reprodutibilidade dos resultados.

(\* A solução indicadora de fenolftaleína deve ser preparada pelo Técnico do Laboratório: pesar 1,00 g do sólido, dissolver em 60,0 mL de etanol, transferir para um balão volumétrico de 100 mL e diluir até a marca com água. Transferir para um frasco contendo gotas devidamente etiquetado.)

Calcular a concentração exata da solução de NaOH, podendo ser utilizada a fórmula  $n_1 = n_2$  ou  $M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$  ou seja, o número de mols gasto de NaOH é igual ao número de mols do padrão primário contidos no erlenmeyer. Como temos o número de mols do ftalato que é massa/Mol =  $0,7964/204,21$  e temos o volume gasto da solução de NaOH, calculamos sua concentração molar ou Molaridade.

### **I.2.4. Padronização da solução diluída de ácido nítrico.**

Será utilizada para tal, a solução já padronizada de NaOH, considerada, agora, um padrão secundário.

Pipetar, com pipeta volumétrica, 25,00 mL da solução preparada de ácido nítrico e transferir quantitativamente para um erlenmeyer de 250 mL. Adicionar 3 gotas de solução indicadora de fenolftaleína e titular com a solução de NaOH (bureta totalmente preenchida e zerada) até coloração rosa permanente. Anotar o volume gasto de NaOH. Calcular a concentração exata da solução de ácido nítrico pela fórmula  $M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$ . Como conhecemos a Molaridade e o volume gasto da solução de NaOH e também o volume utilizado da solução de ácido nítrico, podemos calcular a Molaridade da solução de ácido nítrico através dessa igualdade.

#### **I.2.5. Determinação do teor de hidróxido de magnésio em leite de magnésia.**

Agitar vigorosamente o frasco de leite de magnésia para homogeneizar a suspensão. Pesar, com exatidão, uma massa de 1,00 g do leite de magnésia em um pequeno béquer de 100 mL. Transferir quantitativamente essa massa para um erlenmeyer de 250 mL com jatos de água destilada. Adicionar aos poucos, à suspensão aquosa resultante, 50,0 mL da solução diluída de ácido nítrico padronizada. Homogeneizar a solução resultante, adicionar 3 gotas de solução indicadora de fenolftaleína e titular com a solução padronizada de NaOH até coloração rosa.

Repita esse procedimento mais uma vez e, se os resultados das 2 titulações forem muito próximos ( $\Delta V \leq 0,10$  mL), calcule a média dos volumes gastos nas 2 titulações e utilize esse valor para fazer os cálculos.

Observação importante: lembre-se de calcular o número de mols adicionados de ácido nítrico ( $M \times V(L)$ ) que foram adicionados à alíquota de leite de magnésia! Os íons  $H^+$  adicionados reagiram com igual quantidade de íons  $OH^-$  presentes na amostra. Provavelmente, restou excesso de íons  $H^+$  que foram, então, titulados com a solução de NaOH.

#### **I.2.6. Determinação do teor de ácido acético em vinagre.**

Pipetar, com pipeta volumétrica, 5,00 mL de vinagre comum (de vinho tinto) e transferir quantitativamente para um erlenmeyer de 250 mL. Adicionar aproximadamente 50 mL de água e 3 gotas da solução indicadora de fenolftaleína. Titular com a solução padronizada de NaOH até coloração rosa. Repetir esse procedimento mais uma vez ( $\Delta V \leq 0,10$  mL). Calcular a média das 2 titulações e efetuar os cálculos. Calcule o número de mols de ácido acético presentes na alíquota titulada, a massa e depois a % de ácido acético na amostra.

## **II. Referências Bibliográficas**

1. Silva, R. R., Bocchi, N. & Rocha Filho, R. C. "Introdução à Química Experimental"; 1ª. Ed., Ed. McGraw-Hill, São Paulo, 1990.
2. Brady, J.E. e Humiston, G.E.; 2ª. Ed., vol.2, LTC Ed., Rio de Janeiro, 1996.
3. Baccan, N.; Andrade, J.C. de e Godinho, O.E.S., "Química Analítica Quantitativa Elementar"; 3ª. Ed., Ed. Edgard Blucher, São Paulo, SP, 2001.
4. Ohlweiler, O.A., "Química Analítica Quantitativa"; 2ª. Ed., Vol. 1, 2 e 3, LTC Ed., Rio de Janeiro, RJ, 1976.