

Mestrado Integrado em Engenharia do Ambiente

Laboratórios de Ciências do Ambiente I | Módulo Química

PREPARAÇÃO, DILUIÇÃO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES

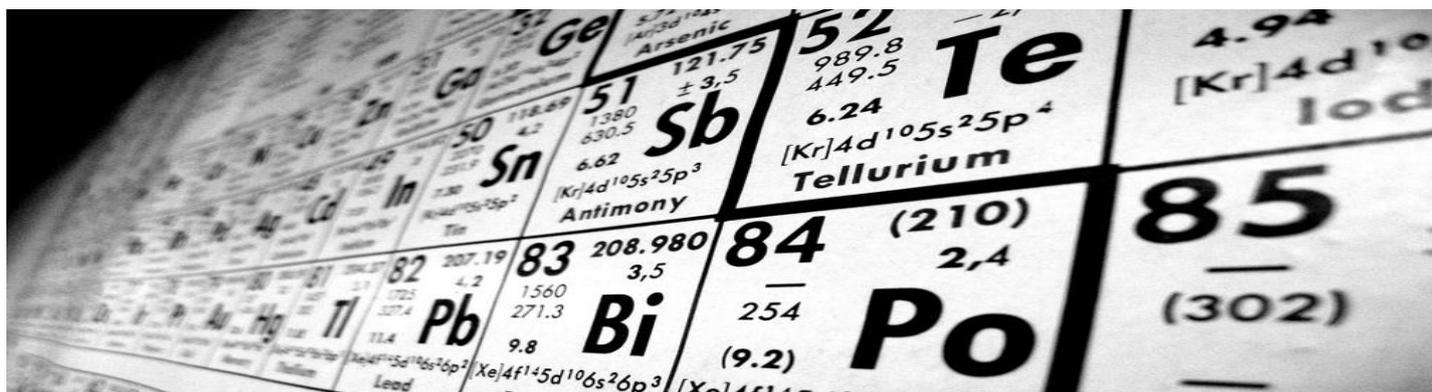
Relatório

Marta Cunha | Rita Fernandes

Turma 1 - Grupo 4

Docente: Doutora Helena Soares

Este trabalho tem como objectivo a preparação das soluções necessárias à realização do trabalho 2 (Determinação da dureza total e permanente de uma água de consumo) e a determinação rigorosa da concentração de uma solução de EDTA. Adquirimos aprendizagem de medições rigorosas de volumes e diluições. A concentração de EDTA obtida foi de $0,01075 \pm 4 \times 10^{-5} \text{ mol/dm}^3$.



Índice

1. Introdução	2
2. Procedimento e observações	3
3. Resultados	5
4. Cálculos	6
6. Discussão/Interpretação	9
7. Conclusão	10
8. Referências	10



1.Introdução

Este trabalho prático consistiu na aprendizagem das técnicas de medição rigorosa de volumes, preparação, diluição e padronização de soluções.

Assim, para a padronização de uma solução é necessário a utilização de substâncias padrão. Os padrões primários têm como principais características um elevado grau de pureza, fácil obtenção, purificação, dessecação e conservação, elevado kps de modo a formar uma solução perfeita, grande solubilidade em água, elevado peso molecular, baixo custo e o facto de serem estáveis tanto em solução como no estado sólido.

Neste trabalho utilizamos o carbonato de cálcio (CaCO_3) como padrão primário a fim de padronizar uma solução de EDTA (ácido etilendiaminotetraacético).

Após a padronização com o padrão primário, a solução de EDTA é designada padrão secundário.

A padronização do EDTA é feita por análise volumétrica, uma análise quantitativa que depende da medição do volume de solução padrão necessária para completar uma reacção particular. Para a padronização do EDTA, a reacção é:



Para determinar o ponto de equivalência na titulação é necessário utilizar um indicador interno, uma substância que assinala o fim da reacção através de uma mudança física na solução (mudança de cor, por exemplo).



2. Procedimento e observações

A actividade laboratorial foi realizada seguindo o manual fornecido para as aulas de Laboratórios de Ciências do Ambiente 1- Química.

2.1. Material e equipamento

Não houve qualquer alteração ao protocolo.

2.2. Reagentes

Nome do reagente	Grau de pureza	Massa molar	Marca
Cloreto de amónio (NH ₄ Cl)	99,5 %	53,49 g/mol	Panreac
Sol. Concentrada de amónia (NH ₄ OH)	25%	17.0306 g/mol	Prelab
Sal dissódico de ácido etilenodiaminotretacético (EDTA) (C ₁₀ H ₁₆ N ₂ O ₈)	Mínimo 99%	372,24 g/mol	Fiuka
Ácido Clorídrico concentrado (HCl)	37%-d=1.16 g/mL	36.46 g/mol	Merck
Carbonato de cálcio (CaCO ₃)	Mínimo 99%	100,09 g/mol	Riedel de Haën
Negro de eriocrómio T (C ₂₀ H ₁₂ N ₃ NaO ₇ S)	-	461.35 g/mol	Panreac



2.3. Procedimento da atividade experimental

- Parte A – Preparação de uma solução tampão de pH

Solução tampão de amónia/cloreto de amónia (ph=10)

Não houve qualquer alteração ao protocolo.

Observações:

- *Esta etapa foi realizada na hotte por uma questão de segurança.*
- *O frasco onde se encontra a solução tem de estar bem fechado para que esta não se liberte e para que o dióxido de carbono não entre, pela mesma razão o frasco deve permanecer pouco tempo aberto aquando da sua utilização.*

- Parte B – Preparação de uma solução padrão

B.1- Solução titulante – EDTA 0,01 mol/L

Foi pesada exactamente 1,0g de EDTA. O restante procedimento está de acordo com o protocolo (Manual de Laboratório).

B.2- Solução de HCL aproximadamente 1 mol/L

Não houve qualquer alteração ao protocolo.

Observações:

- *Esta etapa foi realizada na hotte por uma questão de segurança*
- *Deve-se deitar um ácido concentrado em água e não água num ácido. Caso ocorra uma reacção e houver salpicos, se deitarmos ácido sobre a água este já vem menos concentrado do que se deitarmos água sobre o ácido.*



B.3 – Solução padrão de cálcio

Pesamos exatamente 0,1037 g de carbonato de cálcio seco. O restante procedimento está de acordo com o protocolo (Manual de Laboratório).

Observação: *O carbonato de cálcio já se encontrava seco no início da experiência.*

B.4 - Padronização da solução de EDTA 0,01mol/L

Não houve qualquer alteração ao protocolo.

Observação: *Usamos o Negro de Eriocrómio T como indicador, que assinala o fim da reacção com uma mudança física, neste caso mudando a cor da solução de carmim para azul. Esta parte do processo deve ser realizada com precisão uma vez que o ponto de equivalência da reacção, que corresponde ao ponto de viragem de cor, é bastante rigoroso.*

3. Resultados

<i>Determinação da concentração do carbonato de cálcio (CaCO₃)</i>	
Massa (g)	0,1037
Massa molar (g/mol)	100,09
Volume (mL)	100,0±0,1
Número de moles (mol)	0,0010257

Concentração de Carbonato de Cálcio (mol/L) = $1,026 \times 10^{-2} \pm 1,0 \times 10^{-5}$



<i>Titulação</i>	
Ensaio	Volume (mL)
1º Ensaio	24,10
2º Ensaio	24,09
3º Ensaio	23,39

Média (mL) = 23,86

<i>Determinação da concentração de EDTA</i>	
Concentração do Carbonato de Cálcio (mol/L)	1,0257x10 ⁻²
Volume do Carbonato de Cálcio (mL)	25,00
Volume EDTA (mL)	23,86

Concentração de EDTA (mol/L) = 1,075x10⁻² ± 4x10⁻⁵

4. Cálculos

- Cálculo da concentração de Carbonato de Cálcio

$$n(\text{CaCO}_3) = \frac{m}{M}$$

$$n(\text{CaCO}_3) = \frac{0,1037 \times 0,99}{100,0} = 0,0010257 \text{ mol} = 1,0257 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

$$C = \frac{n}{V}$$

$$V(\text{CaCO}_3) = 100,0 \pm 0,1 \text{ mL}$$

$$C(\text{CaCO}_3) = \frac{0,0010257}{0,1000} = 0,01026 \text{ mol/L}$$



- Cálculo da concentração de EDTA

$$V(\text{CaCO}_3) = 25,00 \text{ mL}$$

Segundo a estequiometria da reacção (1:1):

$$n(\text{Ca}^{2+}) = C(\text{CaCO}_3) \times V(\text{CaCO}_3)$$

$$\Leftrightarrow n(\text{Ca}^{2+}) = 0,010257 \times 25,00 \times 10^{-3} = 2,5643 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

$$n(\text{Ca}^{2+}) = n(\text{CaCO}_3) = n(\text{EDTA})$$

$$n(\text{EDTA}) = 2,5643 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

$$V(\text{EDTA}) = 0,02386 \text{ L}$$



Média dos volumes dos 3 ensaios efetuados

$$C = \frac{n}{V}$$

$$C(\text{EDTA}) = \frac{2,5643 \times 10^{-3}}{0,02386} = 0,01075 \text{ mol/L}$$



5. Análise de dados e erros

Na realização de um trabalho experimental, é normal depararmo-nos com erros associados às medições que efetuamos, assim como na medição de massas, volumes, etc. A determinação do valor exato de uma grandeza é praticamente impossível, já que o valor encontrado estará sempre afetado de uma certa imprecisão, o que faz com que o valor exato procurado venha sempre acompanhado de erros. Os erros sistemáticos resultam de fatores ligados às limitações dos aparelhos de medida, das técnicas utilizadas ou têm origem no próprio operador. Os erros acidentais resultam de fatores como a falta de perpendicularidade do observador em relação à escala, de um movimento inadequado do operador ou do aparelho no momento da leitura, ou por outros fatores externos que perturbem a medição.

1. Erro da massa de carbonato de cálcio

O erro da balança analítica é de 0,0001g

Logo, $\Delta m (\text{CaCO}_3) = 0,0001\text{g}$

$$C (\text{CaCO}_3) = \frac{0,1037 \times 0,99}{100,09} = 0,01026 \text{ mol/L}$$
$$0,1$$

2. Cálculo da propagação do erro do volume médio

$$\Delta V_m^2 = \Delta^2 V_1 + \Delta^2 V_2 + \Delta^2 V_3 = 0,05^2 + 0,05^2 + 0,05^2 = 0,087 \text{ mL}$$



3. Cálculo da propagação do erro da concentração de EDTA

$$\left(\frac{\Delta C(\text{EDTA})}{C(\text{EDTA})} \right)^2 = \left(\frac{\Delta V_m}{V_m} \right)^2 + \left(\frac{\Delta c(\text{CaCO}_3)}{c(\text{CaCO}_3)} \right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{\text{pipeta}}}{V_{\text{pipeta}}} \right)^2$$
$$\frac{\Delta C(\text{EDTA})^2}{0,01075^2} = \left(\frac{0,087}{23,86} \right)^2 + \left(\frac{1 \times 10^{-5}}{0,0126} \right)^2 + \left(\frac{0,03 \times 10^{-3}}{25,00 \times 10^{-3}} \right)^2$$

$$\Delta C(\text{EDTA}) = 4 \times 10^{-5} \text{ mol/L}$$

6. Discussão/Interpretação

O objectivo da parte A do trabalho experimental foi preparar uma solução tampão de amónia, para isso recorremos a várias diluições e medições volumétricas. Esta solução veio a ser utilizada no trabalho 2 (Determinação da dureza total e permanente de uma água de consumo) e na etapa B4.

Na parte B, tivemos como objectivo preparar uma solução padrão. Começámos por dissolver e diluir o EDTA a fim de obter uma solução titulante (B1). Posteriormente preparámos uma solução de HCL (B2).

Em B3, obtivemos uma solução padrão de cálcio. Na parte B4 realizámos então uma titulação com as soluções obtidas em B1 e B3.

Como indicador utilizámos o Negro de Eriocrómio T. que assinala o fim de uma reacção através de uma mudança de cor (de carmim para azul). Este procedimento exige muito cuidado e precisão uma vez que o ponto de viragem é muito rigoroso. Por este motivo, realizámos 3 ensaios para nos certificarmos do volume de EDTA gasto na titulação (contabilizámos o volume de EDTA que permaneceu na bureta) e, seguidamente, calculámos a média dos volumes obtidos. Este processo permitiu-nos, por fim, calcular a concentração de EDTA.



7. Conclusão

Assim, concluímos que a concentração de EDTA do nosso trabalho prático é $1,075 \times 10^{-2} \pm 4 \times 10^{-5} \text{ mol/L}$.

8. Referências

- <http://www.infopedia.pt;>
- A. I. Vogel, “Análise Química Quantitativa”, 6ªed., LTC, Rio de Janeiro, 2002;
- Clair N. Sawyer, Perry L. McCarty and Gene F. Parkin, “Chemistry for Environmental Engineering and Science” 5th Ed. MacGraw-Hill, Boston, 2003;
- <http://pt.wikipedia.org;>
- Manual de Laboratório – Departamento de Eng. Química FEUP.
- Caderno laboratorial;

