



Prof. Ricardo Honda

<http://www.professorhonda.com.br>

Experimento

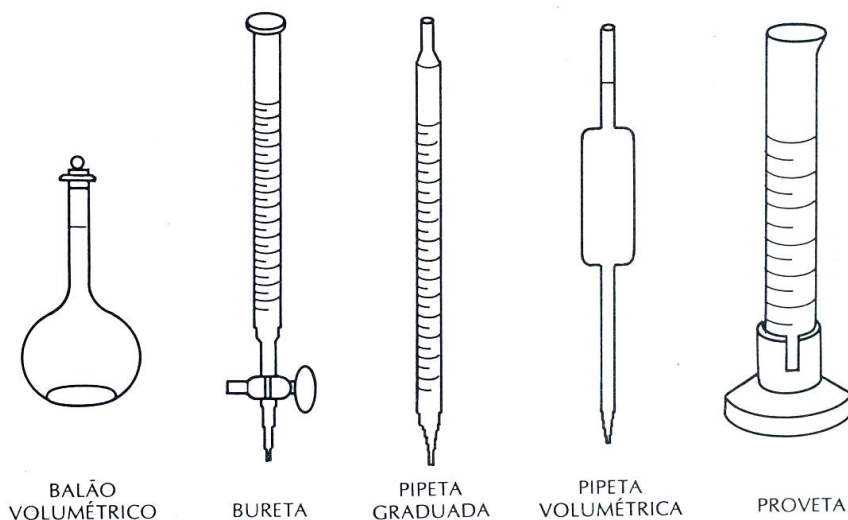
Técnicas de medição de volumes em Laboratório

Objetivo: Conhecer os materiais volumétricos e as técnicas de utilização desses materiais.

I. Introdução teórica:

Medir volumes de líquidos faz parte da rotina de um laboratório químico. As medidas de volumes podem ser efetuadas para serem usadas numa análise qualitativa (não requer muita exatidão nas medidas de massa ou volume) ou numa análise quantitativa (requer elevada exatidão nas medidas de massa e de volume). Portanto, é necessário saber diferenciar e usar corretamente os materiais volumétricos, de modo a reduzir ao mínimo o erro das análises.

Os materiais volumétricos mais comuns são:



A precisão do material está relacionada com a temperatura na qual o material está sendo utilizado (em geral são calibrados à temperatura de 20 °C) e com a limpeza. Existe também uma relação entre o diâmetro onde se localiza o traço de aferição (marca onde se faz a leitura) e a precisão do material; em geral, quanto maior o diâmetro, menor será a precisão e, quanto menor o diâmetro, maior será a precisão.

Os materiais volumétricos **nunca** devem ser colocados em estufas, pois o calor dilata o vidro e, conseqüentemente, descalibra o material.

PROVETAS ou CILINDROS GRADUADOS

São materiais utilizados em medidas aproximadas de volume, pois apresentam erro de 1 % nas medidas de volume. Portanto, não devem ser utilizadas em análises quantitativas. Existem provetas de várias capacidades, variando de 5,0 mL até alguns litros.

PIPETAS

Podem ser de dois tipos: Graduadas ou Volumétricas.

1. *Pipetas Graduadas*: São providas de uma escala numerada de cima para baixo e geralmente graduada em 0,1 mL. A sucção do líquido deve ser feita através de uma pêra de segurança ou vácuo. Esse tipo de pipeta serve para escoar volumes variáveis de líquido, mas sua precisão é menor que a pipeta volumétrica.

2. *Pipetas Volumétricas*: São usadas para transferir um volume único de líquido. As pipetas volumétricas comumente encontradas são de: 1,00 , 2,00 , 5,00 , 10,00 , 15,00 , 20,00 , 25,00 , 50,00 , 100,00 e 200,00 mL.

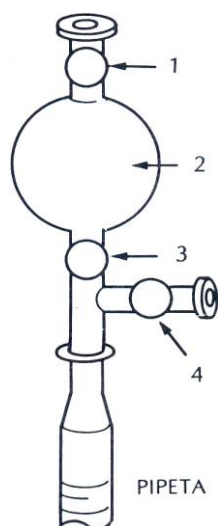
Para usarmos esse tipo de pipeta, considerando que ela está limpa, devemos inicialmente enxaguá-la duas ou três vezes com pequenas porções da solução a ser usada. Cada porção é posta em contato com toda a superfície interna da pipeta antes de ser escoada.

Finalmente, usando pêra de segurança ou vácuo, a pipeta é enchida com a solução até 1 ou 2 cm acima do traço de aferição. Nessa operação, a pipeta não deve ser introduzida demais na solução a ser pipetada, mas também não tão pouco que possa haver perigo de a ponta da pipeta ficar, durante a sucção, fora da solução. Usando um papel absorvente macio ou papel de filtro, enxugamos a parte externa inferior da pipeta e, com a pipeta na vertical, deixamos o líquido escoar lentamente até que a parte inferior do menisco coincida com o traço de aferição. Este ajustamento deve ser feito com a pipeta na posição correta (o traço de aferição deve estar posicionado na mesma direção dos olhos do operador) para evitar erros de paralaxe.

Caso fique alguma gota aderente à ponta da pipeta, para removê-la basta tocá-la levemente contra uma superfície de vidro. O líquido é, então, transferido para o recipiente escolhido e, para isso, a pipeta deve ser mantida em posição aproximadamente vertical com a ponta encostada à parede do recipiente. Terminado o escoamento, a ponta da pipeta é mantida em contato com o recipiente por aproximadamente 15 segundos e, só então, a pipeta é removida para fora do recipiente.

Verificamos que ao final da transferência a pipeta retém sempre uma pequena quantidade de líquido na sua extremidade inferior, a qual deve ser desprezada.

USO DA PÊRA DE SEGURANÇA



1. Conectar a pêra de segurança à extremidade superior da pipeta.
2. Retirar o ar da pêra (aperte 1 e 2. Solte 1 e 2).
3. Introduzir a pipeta no líquido a ser pipetado sem deixar a ponta da pipeta tocar o fundo do recipiente. **Não segurar o conjunto (pipeta + pêra) pela pêra e, sim, pela pipeta.**
4. Pressionar a válvula 3, que fará a sucção até acima do traço de aferição. Secar a pipeta com papel absorvente.
5. Acertar o menisco, pressionando a válvula 4.
6. Levar a pipeta até o recipiente de destino e deixar escoar o líquido pela parede lateral do mesmo, pressionando a válvula 4. Esta operação deve ser realizada mantendo-se a pipeta na posição quase vertical.
7. Após o escoamento total do líquido, tocar a ponta da pipeta na parede lateral do recipiente para escoar a última gota e esperar cerca de 15 segundos.

BURETAS

São frascos volumétricos usados para escoar volumes variados de líquidos, com relativa precisão. São muito usadas em titulações.

A bureta consiste num cilindro longo, uniformemente calibrado em toda a sua extensão de escala graduada de cima para baixo e possui, entre a extremidade inferior e o cilindro graduado, um dispositivo de controle (torneira) que pode ser de vidro esmerilhado ou teflon.

Durante a sua utilização ela deve estar na posição vertical, fixada ao suporte universal através de uma garra (garra para bureta) e o seu interior deve estar completamente cheio de líquido titulante, sem nenhuma bolha e com a parte inferior do menisco tangenciando o traço de aferição zero da bureta.

As torneiras de vidro devem ser lubrificadas com vaselina para facilitar seu manuseio. Caso a torneira seja de teflon, não é propriamente necessário lubrificá-la, mas a aplicação de uma fina camada de lubrificante facilita o seu manuseio.

As buretas mais comuns são de 25,00 e 50,00 mL, mas existem menores e maiores (5,00 até 100,00 mL) e microburetas com capacidade de até 0,100 mL.

Antes de usar a bureta, considerando que ela está limpa e seca, é aconselhável lavá-la três ou quatro vezes com pequenos volumes da solução a ser usada.

BALÕES VOLUMÉTRICOS

São materiais volumétricos construídos para conter exatamente um certo volume de líquido, numa determinada temperatura.

Os balões volumétricos possuem a forma de uma pêra, fundo chato e gargalo longo, providos de uma tampa de vidro esmerilhado ou teflon. Apresentam um único e fino traço de aferição gravado em torno do gargalo, que indica até onde o nível do líquido deve ser elevado para completar o volume do frasco. O gargalo deve ser bastante estreito em relação ao corpo do balão, a fim de que um pequeno erro no ajuste do nível do líquido em relação ao traço de aferição não ocasione um erro considerável no volume total da solução.

Os balões volumétricos mais utilizados são os de 50,0, 100,0, 250,0, 500,0, 1000,0 e 2000,0 mL e são muito utilizados na preparação de soluções. São empregados também, para obtenção, com o auxílio de pipetas volumétricas, de alíquotas de uma solução da substância a ser analisada.

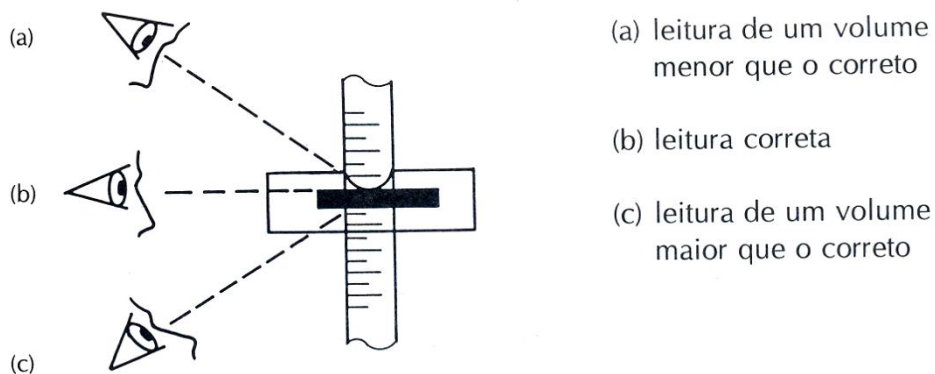
LEITURA DO VOLUME (em pipetas, provetas, buretas e balões volumétricos)

A superfície do líquido contido em um tubo de pequeno diâmetro não é plana. Devido à tensão superficial ela adquire a forma de um menisco (côncava).

O acerto e a leitura do nível dos líquidos nos materiais volumétricos devem ser feitos da seguinte forma:

1. Os materiais que se apóiam por si mesmos (balões volumétricos e provetas) devem estar sobre uma superfície plana e os que não se apóiam por si mesmos (buretas e pipetas) devem estar sustentados na posição vertical (a bureta deve estar fixada ao suporte universal através de uma garra e a pipeta suspensa pela mão do operador).
2. O operador deve se posicionar corretamente em relação ao traço de aferição para evitar erros de paralaxe, ou seja, os olhos do operador e o traço de aferição do material que ele está usando devem estar na mesma horizontal.
3. O operador deve fazer com que a parte inferior do menisco tangencie o traço de aferição do material volumétrico (se o líquido usado for escuro, deverá tangenciar a parte de cima do menisco).

Os traços de aferições gravados em círculo ou semicírculo facilitam o operador a evitar erros de paralaxe.



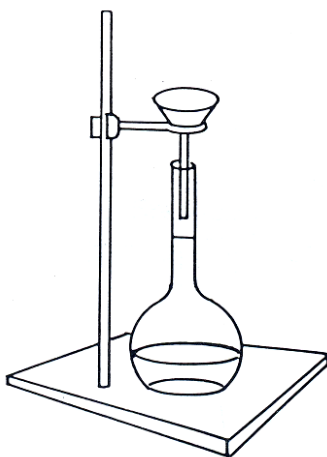
II. Materiais e reagentes:

- | | | |
|---------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| - Argola para funil | - Pipeta volumétrica de 25 mL | - Pisseta |
| - Funil | - Pipeta graduada de 10 mL | - Béquer de 100 mL |
| - Suporte universal | - Provetas (25 e 100 mL) | - Balão volumétrico de 100 mL |
| - Bureta de 50 mL | - Pêra de segurança | - Sulfato de cobre II |
| - Água destilada | | |

III. Procedimentos experimentais:

- Parte 1: Preparação de 100 mL de uma solução de sulfato de cobre II

1. Transferir, com o auxílio de um funil técnico apoiado sobre uma argola, 1,00 g de sulfato de cobre II, em pequenas porções, para um balão volumétrico de 100 mL, tomando o cuidado de não deixar resíduo do sal no papel; para isso, lave o papel com jatos de água destilada na direção da boca do funil.
2. Lavar o funil com água destilada contida na pisseta e retirá-lo.
3. Acrescentar água destilada aos poucos, procurando homogeneizar a solução através de movimentos circulares com a base do balão, tentando manter fixa a posição do gargalo.
4. Completar o volume do balão, com água destilada, até o traço de referência.
5. Fechar o balão e homogeneizar a solução. Para isso, fixar a tampa entre dois dedos (indicador e médio) da mão esquerda, inverter o balão (de cabeça para baixo) e, segurando o fundo do balão com a mão direita, fazer movimentos de vai-e-vem. Voltar o balão à posição correta e destampá-lo para aliviar a pressão. Repetir mais duas vezes esta operação.



- Parte 2: Transferência de volumes

1. Transferir, com o auxílio de um funil de transferência, apoiado sobre uma argola, todo o volume do balão para uma proveta de 100,0 mL e comparar o nível do líquido com o traço 100 de aferição da proveta.
2. Pipetar 25 mL da solução contida na proveta usando uma pipeta volumétrica de 25,0 mL conectada a uma pêra de segurança e transferir o volume para um béquer de 100 mL. Não esquecer de: enxugar a parte inferior da pipeta com papel absorvente, acertar o menisco e remover a última gota que fica aderida à ponta da pipeta. Durante a transferência, manter a pipeta na posição vertical e, após a transferência, aguardar 15 segundos. Repetir esse procedimento mais uma vez. Este béquer contém agora 50 mL de solução. Verifique se a leitura feita no béquer condiz com o valor real.
3. Pipetar 10 mL da solução contida na proveta usando uma pipeta graduada de 10,0 mL conectada a uma pêra de segurança e transferir o volume para o mesmo béquer usado no item anterior. Este béquer agora contém 60 mL de solução. Não esquecer de: enxugar a parte inferior da pipeta com papel absorvente, acertar o menisco e remover a última gota que fica aderida à ponta da pipeta. Durante a transferência, manter a pipeta na posição vertical e, após a transferência, aguardar 15 segundos.
4. Transferir a solução contida no béquer para uma bureta de 50,0 mL que deve estar limpa e seca (caso não esteja seca, lavá-la três vezes com pequenos volumes da solução a ser usada).
5. Colocar o béquer anterior (que agora deve estar vazio) sob a bureta.
6. Abrir a torneira da bureta lentamente até que a parte inferior do menisco tangencie o traço zero. Remover qualquer gota restante na ponta da bureta, encostando-se a mesma na parte interna do béquer.
7. Verificar se a parte inferior da bureta (região abaixo da torneira) não contém bolhas de ar. Caso isso ocorra, abrir a torneira rapidamente, para remoção das bolhas de ar, repetindo o seu preenchimento.
8. Transferir 25,0 mL da solução contida na bureta para uma proveta de 25,0 mL. Comparar o menisco na proveta com o traço 25 de aferição da proveta.

IV. Questões:

1. Faça um esquema de cada tipo de aparelho de medição volumétrica observado.
2. Quando deve ser usada uma pipeta volumétrica? E uma graduada?
3. A medida de volumes líquidos com qualquer material volumétrico está sujeita a uma série de erros. Cite algumas causas que podem originar tais erros e explique.

BOM EXPERIMENTO!!!