



PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES UTILIZADAS EM ANÁLISES QUÍMICAS

PO-017-00

REV. Nº
00

PÁGINA
1/27

1 - Título : Preparação e padronização de soluções utilizadas em análises químicas

2 - Informações :

Este procedimento se aplica aos laboratórios quando a preparação das soluções titulantes, fornecendo informações teóricas, cuidados durante as preparações e padronizações e também contém informações de segurança. Estão relacionadas neste procedimento as preparações de soluções não padronizadas de uso geral dos laboratórios da Quimlab.

3 - Objetivo:

Uniformizar as metodologias utilizadas nas preparações e padronizações de soluções titulantes empregadas em titulações clássicas ou potenciométricas.

4 - Procedimento:

4 - 1 Hidróxido de Sódio 1,0N (R1S3F0C0) e 0,1N (R1S2F0C0)

Fórmula : NaOH

Equivalente grama : 40 , 01 g

4 .1.1 - Preparação:

Pesar 240 g de NaOH (6N) (R2S3F0C0) e adicionar em 600 ml de água destilada, em um Becker de 1000 ml.

Agitar com bastão de vidro até completar dissolução do hidróxido de Sódio.

Realizar esta operação se possível em uma cuba com água fria e corrente.



PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES UTILIZADAS EM ANÁLISES QUÍMICAS

PO-017-00

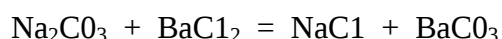
REV. Nº
00

PÁGINA
2/27

Resfriar a solução.

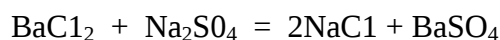
Eliminar Carbonato da seguinte forma:

Adicionar a solução de NaOH preparada acima, gota a gota, sob agitação, solução de Cloreto de Bário 1N (R1S1F0C0) até não precipitar mais o Carbonato de Bário e garantir ligeiro excesso .



Deixar esta solução em repouso durante a noite em frasco bem tampado.

Adicionar a esta solução, sob leve agitação, Sulfato de Sódio 1N (R1S1F0C0) até não ocorrer precipitação. Esta solução remove excesso de Bário que tenha restado do tratamento anterior.



Quando se necessitar de uma solução de Hidróxido de Sódio com baixo teor de Cloreto, utilizar em lugar do Cloreto de Bário, solução de Nitrato de Bário 1N (R1S1F0C0) .

Deixar decantar o Sulfato de Bário e remover o sobrenadante com auxílio de um sifão.

Esta solução não deve ser filtrada para se evitar nova contaminação com gás carbônico atmosférico.

Titular 1 ml desta solução com Ácido Clorídrico 1N para determinação de sua concentração.

Utilizar esta solução para a preparação do Hidróxido de Sódio 1N e 0,1N. após a diluição adequada com água destilada.

4 -1-2 - Padronização:

Padrão Primário - Hidrogenoftalato de Potássio (R1S1F1C0)

Fórmula - $\text{KOOOC}(\text{C}_6\text{H}_4)\text{COOH}$

Equivalente grama - 204 , 22 g

Secagem - 105 a 110 oC pôr duas horas .

Pesar analiticamente em três beckeres de 250 ml , com precisão de 0,1 mg, 5 g de

Hidrogenoftalato de Potássio para padronização do NaOH 1N ou 0,5 de Hidrogenoftalato de Potássio para padronização do NaOH 0,1N.



PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES UTILIZADAS EM ANÁLISES QUÍMICAS

PO-017-00

REV. Nº
00

PÁGINA
3/27

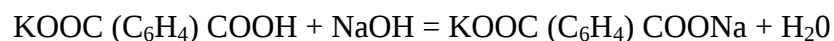
Adicionar 150 ml de água destilada e uma barra magnética.

Agitar até dissolução do sal.

Titular potenciométricamente com o NaOH 1N ou 0,1N, em titulador automático utilizando eletrodo indicado de pH e eletrodo de referência Ag/AgCl, com uma inflexão.

Alternativamente pode-se titular visualmente, utilizando-se 6 gotas de solução alcoólica de Fenolftaleína a 1% pôr amostra.

Titular até leve coloração rosa (pH 8 a 9).



Normalidade do NaOH = $\frac{\text{M}}{\text{V} \times 0,20422}$ M = massa padrão em g
V = Volume gasto em ml

4 -2- Ácido Clorídrico 1N (R1S3F0C0) e 0,1N (R1S2F0C0)

Fórmula - HCl

Equivalente grama - 36,46 g

4 -2 -1- Preparação:

Considerar que Ácido Clorídrico Concentrado (R3S3F0C0) como 12N. Utilizando-se a fórmula $N_1V_1 = N_2V_2$, calcular o volume do ácido clorídrico 1N ou 0,1N.

Para a preparação de 11 do ácido clorídrico 1N, medir 83 ml em proveta e transferir para um balão volumétrico de 1000 ml.

Acertar o volume com água destilada e agitar vigorosamente.

Esperar estabilização da temperatura.

Repetir o mesmo procedimento para a preparação do ácido clorídrico 0,1N, utilizando-se 8,3 ml dosados com pipeta sorológica.



PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES UTILIZADAS EM ANÁLISES QUÍMICAS

PO-017-00

REV. Nº
00

PÁGINA
4/27

Também pode-se diluir dez vezes o HC1 1N para obter se HC1 0,1N.

4 -2 -2- Padronização:

Padrão Primário - Tris (hidroximetil) - aminometano (R1S1F0C0)

Fórmula - $(\text{CH}_2\text{OH})_3\text{CNH}_2$

Equivalente grama - 121,14

Secagem - 70 oC pôr 24 horas

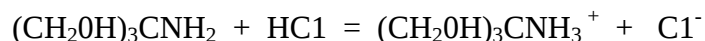
Pesar analiticamente em três beckeres de 250 ml, com precisão 0,0001 g , 2 g de tris (hidroximetil) - aminometano para padronização do HC1 1N.

0,2 g de Tris (hidroximetil) - aminometano para padronização do HC1 0,1N.

Adicionar 150 ml de água destilada em uma barra magnética.

Agitar até dissolução.

Titular potenciométricamente com o HC1 1N ou 0,1N, em titulador automático utilizando eletrodo indicado de pH e eletrodo de referência de Ag/AgCl, com uma inflexão.



Normalidade do HC1 = $\frac{M}{V \times 0,12114}$ M = Massa do padrão em g
V = Volume gasto em ml

4 -3- Iodo 0,1N (R1S1F0C0)

Fórmula - I_2

Equivalente grama - 126,91 g



PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES UTILIZADAS EM ANÁLISES QUÍMICAS

PO-017-00

REV. Nº
00

PÁGINA
5/27

4 -3-1- Preparação :

Dissolver 40 g de Iodeto de Potássio (R1S1F0C0) em um balão de volumétrico de 1000 ml, contendo 100 ml de água destilada.

Adicionar 12,7 g de Iodo ressubinado (R2S3F0C0). Agitar até completa dissolução do Iodo e completar o volume para 1000 ml.

Guardar esta solução ao abrigo de luz e esperar estabilização da temperatura para padronização.

4-3-2- Padronização :

Padrão Primário - Trióxido de Arsênio (R2S3F0C0)

Fórmula - As_2O_3

Equivalente grama - 49,455 g

Secagem - 105 oC pôr 2 horas

Pesar analiticamente em três erlenmeyer de 250 ml, com precisão de 0,0001 g de Trióxido de Arsênio.

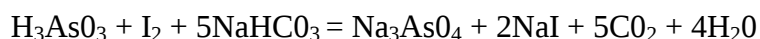
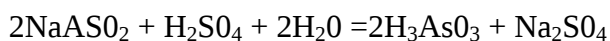
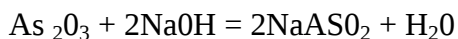
Adicionar 10 ml de NaOH 1N e agitar com barra magnética até completar dissolução.

Adicionar 15 ml de H_2SO_4 1,0N (R1S3F0C0) e lentamente 5 g de $NaHCO_3$ (R1S1F0C0).

Adicionar 2 ml de solução de Amido (R1S1F0C0).

Titular com o Iodo 0,1N até coloração ligeiramente azulada.

Reações:



Normalidade do I_2 = $\frac{M}{V \times 0,049455}$ M = Massa do padrão em g

V = Volume gasto em ml



PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES UTILIZADAS EM ANÁLISES QUÍMICAS

PO-017-00

REV. Nº
00

PÁGINA
6/27

4 - 4 - Tiosulfato de Sódio 0,1N (R1S1F0C0)

Fórmula - $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Equivalente grama - 248, 1704

4 -4 -1- Preparação

Dissolver 24.9 g de Tiosulfato de Sódio Pentaidratado (R1S1F1C0) e 0,2 g Carbonato de Sódio (R1S1F0C0) e um balão de volumétrico de 1000 ml, contendo 200 ml de água destilada. Agitar até completar dissolução de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ e completar o volume para 1000 ml. Guardar esta solução ao abrigo de luz e esperar estabilização da temperatura para padronização. A função do Na_2CO_3 é como estabilizante, tamponando a solução para evitar a precipitação de enxôfre.

4 -4 -2- Padronização :

Padrão Primário - Iodato de Potássio (R1S1F0C0)

Fórmula - KIO_3

Equivalente grama - 35,665 g

Secagem - 110 oC pôr 2 horas.

Pesar analiticamente em três erlenmeyer de 250 ml, com precisão de 0,0001 g 0,1 g de Iodato de Potássio. Adicionar 50 ml de água destilada e agitar com barra magnética até completar dissolução. Na amostra a ser titulada adicionar 15 ml de H_2SO_4 2,0N (R1S3F0C0) e titular imediatamente o iodo liberado, com a solução de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1N até coloração amarela e transparente. Neste ponto adicionar 2 ml de solução de Amido e titular até coloração incolor.



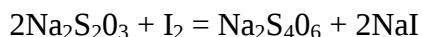
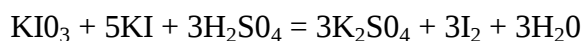
PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES UTILIZADAS EM ANÁLISES QUÍMICAS

PO-017-00

REV. Nº
00

PÁGINA
7/27

Reações:



Normalidade do $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ = _____ M M = Massa do padrão em g

V x 0,035665 V = Volume gasto em ml

4 -5- Tiocionato de Amônio (R1S1F0C0)

Fórmula - NH_4SCN

Equivalente grama - 76,116

4 -5 -1- Preparação:

Dissolver 7,62 g de Tiocianato de Amônio (R2S3F1C0) em um balão de volumétrico de 1000 ml , contendo 200 ml de água destilada. Agitar até completar dissolução do NH_4SCN e completar o volume para 1000 ml . Esperar estabilização da temperatura para padronização.

4 -5 -2- Padronização:

Padrão Primário - Prata (R1S1F0C0)

Fórmula - Ag

Equivalente grama - 107,868

Lavar abundantemente as aparas de prata com HNO_3 1N (R1S3F00). Escorrer o ácido após 10 minutos de contato e adicionar acetona (R1S1F3C0) Após 10 minutos escorrer a acetona e



PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES UTILIZADAS EM ANÁLISES QUÍMICAS

PO-017-00

REV. Nº
00

PÁGINA
8/27

adicionar éter etílico (R1S1F3C0). Escorrer completamente o éter e deixar secar ao ar pôr alguns minutos.

Secar a prata a 110 oC pôr uma hora.

Pesar analiticamente em três erlenmeyer de 250 ml , com precisão de g , 0,15 g de Prata metálica.

Adicionar 5 ml de ácido nítrico concentrado (R3S3F0C1) e levar os erlenmeyers para uma placa de aquecimento.

Aquecer até toda prata estar dissolvida e cessar a liberação de vapores castanhos.

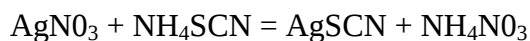
Retirar da placa de aquecimento e deixar resfriar à temperatura ambiente.

Adicionar 100 ml de água destilada e uma barra magnética e agitar.

Adicionar 10 gotas de Sulfato Férrico-Amôniacal (R1S1F0C0) e agitar.

Titular com a solução de NH_4SCN 0,1N até coloração marrom tijolo.

Reações:



Normalidade do NH_4SCN = _____ M M = Massa do padrão em g

V x 0,107868 V = Volume gasto em ml

4 - 6- Ácido Sulfúrico 1N (R1S3F0C0) e 0,1N (R1S2F0C0)

Fórmula - H_2SO_4

Equivalente grama - 49,036



PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES UTILIZADAS EM ANÁLISES QUÍMICAS

PO-017-00

REV. Nº
00

PÁGINA
9/27

4 -6 -1- Preparação

Adicionar cautelosamente, 28 ml de ácido sulfúrico concentrado (R2S3F0C0) em um balão de 1000 ml , contendo 100 ml de água destilada.

Resfriar o balão a temperatura ambiente com água corrente.

Avolumar com água destilada para 1000 ml.

A preparação do Ácido Sulfúrico 0,1N a mesma do Ácido Sulfúrico 1N e utilizar 2,8 ml do ácido concentrado para a diluição a 1000 ml.

4 -6 -2- Padronização:

Padrão Primário - Tris (hidroximetil) - aminometano (R1S1F0C0)

Fórmula - $(\text{CH}_2\text{OH})_3\text{CNH}_2$

Equivalente grama - 121,14

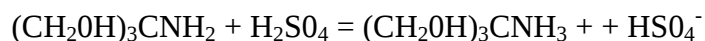
Secagem - 70 oC pôr 24 horas

Pesar analiticamente em três beckeres de 250 ml , com precisão de 0,0001 g , 2 g de Tris (hidroximetil)- aminometano para padronização do H_2SO_4 0,1N.

Adicionar 150 ml de água destilada em uma barra magnética.

Agitar até dissolução.

Titular potenciométricamente com o H_2SO_4 1N ou 0,1N , em titulador automático utilizado eletrodo indicado de pH e eletrodo de referência de calomelano, com uma inflexão.



Normalidade do H_2SO_4 = $\frac{\text{M}}{\text{V} \times 0,12114}$ M = Massa do padrão em g

V x 0,12114 V = Volume gasto em ml

 QUIMLAB QUÍMICA & METROLOGIA	PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES UTILIZADAS EM ANÁLISES QUÍMICAS		PO-017-00
		REV. Nº 00	PÁGINA 10/27

4 -7- Nitrato Cérico 0,1N ou (Sulfato-Cerato) (R1S3F0C0)

Fórmula - $(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6$

Equivalente grama - 548,20

4 -7 -1-Preparação:

Misturar 55,6 g de Hexanitratocerato de amônio (R2S2F0C1) com 28 ml de H_2SO_4 concentrado em um bécker de 1000 ml.

Cautelosamente, adicionar porções de 50 ml de água destilada com agitação e com intervalos de 2 a 3 minutos entre cada adição.

Continuar a adição até que todo o cerato tenha se dissolvido.

Transferir para um balão volumétrico de 1000 ml e completar o volume com água destilada e homogeneizar.

4 -7 -2- Padronização:

Pode ser aplicada também em soluções de sulfato de cério de 0,05 a 1N

Padrão Primário - Trióxido de Arsênio (R2S3F0C0)

Fórmula - As_2O_3

Equivalente grama - 49,455 g

Secagem - 110 oC pôr 2 horas

Pesar analiticamente em três erlenmeyer de 250 ml , com precisão de 0,0001 g 0,12 g de Trióxido de Arsênio.



PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES UTILIZADAS EM ANÁLISES QUÍMICAS

PO-017-00

REV. Nº
00

PÁGINA
11/27

Adicionar 15 ml de NaOH 10% (R1S3F0C0) e aquecer levemente até dissolução total e esfriar.

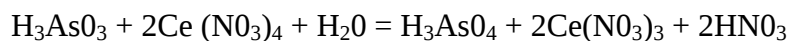
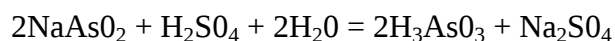
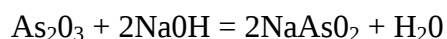
Adicionar 25 ml de H₂SO₄ 1+5 (R1S3F0C0) e diluir com água destilada para 1000 ml.

Adicionar 10 gotas de Tetróxido de Ósmio 0,01M (R3S3F0C0) e 2 gotas de Ferroína (R1S1F0C0) como indicador.

Titular com a solução de cerato até viragem de cor alaranjada para incolor ou azul pálido.

A função do Tetróxido de Ósmio é como catalisador da reação de redução do Ce (III). Um lento ponto de viragem indica insuficiência de OsO₄.

Reações:



Normalidade do (NH₄)₂Ce(NO₃)₆ = _____ M _____

V x 0,049455

V = Volume gasto em ml

M = Massa do padrão em g

4 -8- Nitrato de Prata 0,1N (R1S1F0C0).

Fórmula - AgNO₃

Equivalente grama - 169,873



PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES UTILIZADAS EM ANÁLISES QUÍMICAS

PO-017-00

REV. Nº
00

PÁGINA
12/27

4 -8-1- Preparação:

Dissolver 16,99 g de Nitrato de Prata (R2S3F0C1) em um balão de volumétrico de 1000 ml, contendo 200 ml de água destilada.

Agitar até completar dissolução do AgNO_3 e completar o volume para 1000 ml. Agitar e esperar estabilização da temperatura para padronização.

4 -8 -2- Padronização:

Padrão Primário - Cloreto de Potássio (R1S1F0C0)

Fórmula - KCl

Equivalente grama - 74,555

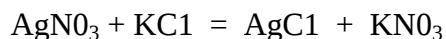
Secagem - 110 °C pôr 2 horas

Pesar analiticamente em três beckeres 250 ml , com precisão de 0,0001 g , 0,15 g de Cloreto de Potássio.

Adicionar uma barra magnética, 150 ml de água destilada e 10 ml de HNO_3 1+1 (R2S3F0C0) e agitar até completar dissolução do sal.

Titular com o AgNO_3 0,1N potenciométricamente, utilizando eletrodo combinado de prata , até uma inflexão.

Reações:



$$\text{Normalidade do } \text{AgNO}_3 = \frac{\text{M}}{\text{V} \times 0,074555} \quad \begin{array}{l} \text{M} = \text{Massa do padrão em g} \\ \text{V} = \text{Volume gasto em ml} \end{array}$$

 QUIMLAB QUÍMICA & METROLOGIA	PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES UTILIZADAS EM ANÁLISES QUÍMICAS	PO-017-00	
		REV. Nº 00	PÁGINA 13/27

4 -9- Nitrato de Prata 0,05N (R1S1F0C0) e 0,01N (R1S1F0C0)

Fórmula - AgNO_3

Equivalente grama - 169,873

4 -9 -1- Preparação:

Para o AgNO_3 0,05 N dissolver 8,494 de Nitrato de Prata (R2S3F0C1) em um balão de volumétrico de 1000 ml , contendo 200 ml de água destilada. Agitar até completar dissolução do AgNO_3 e da temperatura para padronização.

O AgNO_3 0,01N é preparado da mesma maneira utilizando-se 1,699 g de Nitrato de prata.

4 -9 -2- Padronização:

Padrão Secundário - Solução de Tiocinato de Amônio 0,1N

padronização conforme o ítem 4.5.

Fórmula - NH_4SCN

Dosar com uma bureta automática 30,00 ml da solução de Nitrato de prata 0,05N para três erlenmeyer de 250 ml.

Adicionar 50 ml de água destilada , uma barra magnética e agitar.

Adicionar 10 ml de ácido nítrico 1+1.

Adicionar 10 gotas de Sulfato Férrico-Amoniacal e agitar.

Titular com a solução de NH_4SCN 0,1N recentemente padronizada até coloração marrom-tijolo.



PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES UTILIZADAS EM ANÁLISES QUÍMICAS

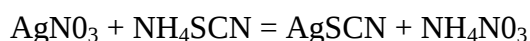
PO-017-00

REV. Nº
00

PÁGINA
14/27

A padronização do AgNO_3 0,01N é idêntica e utilizada 100 ml de alíquota do nitrato de prata 0,01N , dosada com pipeta volumétrica de 100 ml. Não é necessário a adição de água destilada as amostra .

Reações:



$$\text{Normalidade do } \text{AgNO}_3 = \frac{N_2 \times V_2}{V_1}$$

N_2 = Normalidade do NH_4SCN 0,1N

V_2 = Volume gasto em ml de NH_4SCN 0,1N

V_1 = Alíquota de AgNO_3 em ml utilizada.

4 -10- Iodo 0,01N (R1S1F0C0)

Fórmula - I_2

Equivalente grama - 126,91 g

4 -10 -1- Preparação:

Diluir 100 ml do Iodo 0,1N, com água destilada para 1000 ml , em um balão volumétrico. Agitar e esperar estabilização da temperatura.

4 -10 -2- Padronização:

Padrão Secundário - Solução de Tiosulfato de Sódio 0,1N
padronização conforme o item 4.5.

Fórmula - $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$



PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES UTILIZADAS EM ANÁLISES QUÍMICAS

PO-017-00

REV. Nº
00

PÁGINA
15/27

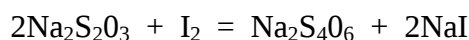
Dosar com uma seringa calibrada , 1 ml da solução de Tiossulfato de Sódio 0,1N para três erlenmeyers de 250 ml.

Adicionar 50 ml de água destilada , uma barra magnética e agitar.

Adicionar 2 ml de solução de amido.

Titular com a solução do iodo 0,01 N até coloração azulada.

Reações:



$$\text{Normalidade do Iodo} = \frac{N_2 \times V_2}{V_1}$$

N_2 = Normalidade do $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

V_2 = Alíquota seringa de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1N em ml

V_1 = Volume gasto em ml de Iodo 0,01N

4 -11- EDTA 0,1M (R1S1F0C0)

Fórmula - $\text{Na}_2\text{H}_2\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Equivalente grama - 372.24

4 -11 -1- Preparação:

Dissolver 37,22 g de Etilenodiaminotetracetato Dissódico Diidratado (R1S1F2C0) em um balão de volumétrico de 1000 ml , contendo 500ml de água destilada. Agitar até completar dissolução do EDTA e completar o volume para 1000 ml . Agitar e esperar estabilização da temperatura para padronização.

 QUIMLAB QUÍMICA & METROLOGIA	PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES UTILIZADAS EM ANÁLISES QUÍMICAS		PO-017-00	
			REV. Nº 00	PÁGINA 16/27

4 -11 -2- Padronização:

Padrão Primário - Zinco (R1S1F0C0)

Fórmula - Zn

Secagem - Não é necessário

Pesar analiticamente em três erlenmeyer de 250 ml , com precisão de 0,0001 g , 0,2 g de Zinco metálico.

Adicionar 5 ml de ácido clorídrico 2,5N (R1S1F0C0) e aquecer até completar dissolução.

Esperar resfriar e adicionar Hidróxido de Amônio (R3S3F0C0) até que o precipitado formado se dissolver.

Adicionar 50 ml de água destilada em uma berra magnética.

Adicionar 2 gotas de Negro de Eriocromo T.

Titular com a solução de EDTA 0,1M até viragem de cor violeta para azul claro.

$$\text{Molaridade do EDTA} = \frac{M}{V \times 0,06537}$$

M = Massa do padrão em g
V = Volume gasto em ml

4 -12- Cloreto de Calcio 0,1M (R1S1F0C0)

Fórmula - CaCl₂.2H₂O

Peso Molecular - 147,02

4 -12 -1- Preparação:

Dissolver 14,70 g de Cloreto de Calcio Diidratado (R1S1F0C0) em um balão de volumétrico de 1000 ml , contendo 500 ml de água destilada. Agitar até completar dissolução do CaCl₂ e



PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES UTILIZADAS EM ANÁLISES QUÍMICAS

PO-017-00

REV. Nº
00

PÁGINA
17/27

completar o volume para 1000 ml. Agitar e esperar estabilização da temperatura para padronização.

4 -12 -2- Padronização:

Padrão Secundário - Solução de EDTA 0,1M padronização conforme o item 4.11.

Fórmula - $\text{Na}_2\text{H}_2\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_8\text{N}_2$

Dosar em uma bureta automática 25,00 ml da solução de EDTA 0,1M para três erlenmeyer de 250 ml.

Adicionar 100 ml de água destilada, em uma barra magnética e agitar.

Adicionar 2 g de Hidróxido de Potássio (R2S3F0C0) e dissolver.

Adicionar uma pequena porção do indicador Murexida (R1S1F2C0).

Titular com a solução de CaCl_2 0,1M até viragem de coloração púrpura para rosa.

$$\text{Molaridade do } \text{CaCl}_2 = \frac{M_2 \times V_2}{V_1}$$

M_2 = Molaridade do EDTA 0,1M

V_2 = Volume da alíquota em ml de EDTA 0,1M

V_1 = Volume gasto em ml de CaCl_2 0,1M

4 -13- Nitrato de Cobre 0,1M (R1S1F0C0)

Fórmula - $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

Peso Molecular - 241,55



PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES UTILIZADAS EM ANÁLISES QUÍMICAS

PO-017-00

REV. Nº
00

PÁGINA
18/27

4 -13 -1 - Preparação:

Dissolver 24,2 g de Nitrato de Cobre Triidratado (R2S1F0C1)

em um balão de volumétrico de 1000 ml , contendo 500 ml de água destilada. Agitar até completar dissolução do $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ e adicionar 2,5 ml de HNO_3 concentrado.

Completar o volume para 1000 ml , homogeneização e esperar estabilização da temperatura para padronização.

4 -13 -2-Padronização :

Padrão Secundário - Solução de EDTA 0,1M padronizado conforme o item 4.11.

Fórmula - $\text{Na}_2\text{H}_2\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_8\text{N}_2$

Dosar com uma bureta automática 25,00 ml da solução de EDTA 0,1M para três erlenmeyer de 250 ml.

Adicionar 100 ml de água destilada , em uma barra magnética e agitar.

Levar as amostras para uma placa de aquecimento e aquecer em 90 oC , mas não deixar ferver a solução.

Adicionar 0,2 ml do indicador PAN (R1S1F0C0).

Titular a quente com a solução de $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 0,1M até viragem da coloração ligeiramente azulada para um azul profundo.

$$\text{Molaridade do Cu}(\text{NO}_3)_2 = \frac{M_2 \times V_2}{V_1}$$

M_2 = Molaridade do EDTA 0,1M

V_2 = Volume do alíquota em ml de EDTA 0,1M

V_1 = Volume gasto em ml de $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$



PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES UTILIZADAS EM ANÁLISES QUÍMICAS

PO-017-00

REV. Nº
00

PÁGINA
19/27

4 -14 - Permanganato de Potássio 0,1N (R1S1F0C0).

Fórmula - KMnO_4

Equivalente grama - 31,608

4 -14 -1- Preparação :

Dissolver 3,2 g de Permanganato de Potássio (R2S2F0C3) em um balão de volumétrico de 1000 ml, contendo 200 ml de água destilada. Agitar até completar dissolução do KMnO_4 e completar o volume para 1000 ml. Agitar e deixar em repouso pôr 2 dias.

Filtrar através de amianto livre de madeira orgânica.

Transferir o filtrado para um frasco escuro com tampa esmerilhada e manter ao abrigo da luz para evitar a formação de MnO_2 .

4 -14 -2 - Padronização:

Padrão Primário - Oxalato de Sódio (R3S1F1C0)

Fórmula - $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

Equivalente grama - 66,999

Secagem - 110 oC pôr 2 horas

Pesar analiticamente em três beckeres 250 ml , com precisão de 0,0001 g 0,25 g de Oxalato de Sódio.

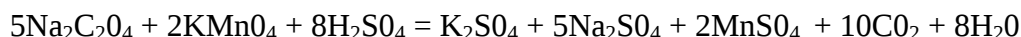
Adicionar uma barra magnética , 100 ml de água destilada e 30 ml de ácido sulfúrico 2N (R1S3F0C0).

Aquecer a 80 oC em uma placa de aquecimento.

 QUIMLAB QUÍMICA & METROLOGIA	PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES UTILIZADAS EM ANÁLISES QUÍMICAS		PO-017-00
		REV. Nº 00	PÁGINA 20/27

Titular com o KMnO_4 0,1N, a quente (temperatura acima de 60°C), até viragem de coloração incolor para rósea e persistente pôr 30 segundos.

Reações :



Normalidade do KMnO_4 = $\frac{\text{M}}{\text{V} \times 0,066999}$ M = Massa do padrão em g
V = Volume gasto em ml

4.15 - Preparação de Indicadores

4.15.1- Azul de Bromotimol 0,1% (R2S2F3C0)

Dissolver 0,50 g de azul de Bromotimol (R1S1F1C0) em metanol (R1F2F3C0) suficiente para fazer 500 ml de solução.

4.15.2 - Definilamina a 1% (R1S3F0C0)

Dissolver 1 g de difinilamina (R2S1F2C0) em 100 ml de ácido sulfúrico concentrado (R2S3F0C0).

4.15.3 - Ferroína (R1S1F0C0)

Dissolver 1,485 g de Orto Fenantrolina ($\text{C}_{13}\text{H}_8\text{N}_2\cdot\text{H}_2\text{O}$) de solução contendo 0,7 g de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (R1S1F0C0).

4.15.4 - Alaranjado de Metila 0,1% (R1S1F1C0)

Dissolver 1 g de Alaranjado de Metila (R1S1F1C0) em água destilada suficiente para 1000 ml.



PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES UTILIZADAS EM ANÁLISES QUÍMICAS

PO-017-00

REV. Nº
00

PÁGINA
21/27

4.15.5 - Vermelho de Metila 0,02% (R1S1F2C0)

Dissolver 0,02 g de Vermelho de metila (R1S1F1C0) em uma mistura 60/40 de metanol e água desmineralizada suficiente para 100 ml.

4.15.6 - Alaranjado de Metila / Xilenocianol (R1S1F2C0)

Dissolver 0,2 g de alaranjado de metila e 0,25 g de xilenocianol (R1S1F1C0) em 600 ml de álcool etílico (R1S1F3C0) e completar o volume para 100 ml de água destilada.

4.15.7 - Vermelho de Metila / Xilenocianol (R1S1F2C0)

Dissolver 0,2 g de vermelho de metila e 0,25 g de xilenocianol (R1S1F1C0) em 600 ml de álcool etílico (R1S1F3C0) e completar o volume para 100 ml com água destilada.

4.15.8 - p-Nitrofenol 0,25% (R1S1F0C0)

Dissolver 0,25 gramas de p-Nitrifenol (R1S1F3C1) em 100 ml de água destilada.

4.15.9 - PAN (R1S1F3C0)

Dissolver 0,2 g de 1-(2-piridilazo)-2-naftol (PAN) (R1S1F1C0) em 200 ml de acetona (R1S1F3C0)

4.15.10 - 1,10 - fenantrolina 0,1% (R1S2F0C0)

Dissolver 1,0 g de 1,10 - fenantrolina (orto) em 100 ml de metanol e diluir para 1000 ml com água destilada.

4.15.11 - Fenolftaleína 1% (R1S1F0C0)

Dissolver 1,0 g de fenolftaleína (R1S1F0C0) em 60 ml de etanol e diluir para 100 ml com água destilada.



PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES UTILIZADAS EM ANÁLISES QUÍMICAS

PO-017-00

REV. Nº
00

PÁGINA
22/27

4.15.12 - Difenilamina Sulfonato de Sódio 0,01M (R1S1F0C0)

Dissolver 0,271 gramas de Difenilamina Sulfonato de Sódio (R1S1F1C0) em 100 ml de água destilada.

4.15.13 - Amido (R1S1F0C0)

Aquecer até a fervura em um bécker de 4000 ml, 3000 ml de água destilada. Pesar 15 g de amido solúvel (R1S1F1C0) e 4 g de ácido salicílico (R2S2F1C0) e juntar a 300 ml de água destilada. Agitar com um bastão de vidro até homogeneização.

Adicionar a mistura à água fervente e agitar com o bastão de vidro. Diluir para 4000 ml com água destilada e deixar ferver até a solução se tornar clara.

4.15.14 - Timolftaleína 0,1% (R2S2F3C0)

Dissolver 0,50 g de timolftaleína (R1S1F1C0) em metanol (R2S2F3C0) suficiente para fazer 500 ml de solução.

4.15.15 - Negro de Eriocromo (R2S2F3C0)

Dissolver 0,2 g de negro de eriocromo T (R1S1F1C0) juntamente 2 g de cloridrato de hidroxilamina (R2S3F0C3) em metanol suficiente para 50 ml.

4.15.16 - Púrpura de Meta-cresol (R1S1F0C0)

Preparar uma solução a 0,2% de púrpura de meta-cresol (R1S1F0C0) em água destilada. Adicionar 26,2 ml de NaOH 0,1N para cada grama de indicador em pó.



PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES UTILIZADAS EM ANÁLISES QUÍMICAS

PO-017-00

REV. Nº
00

PÁGINA
23/27

4.15.17 - Púrpura de bromo-cresol (R1S1F0C0)

Dissolver 0,1 g de Púrpura de Bromo-Cresol (R1S1F1C0) em 70 ml de etanol e diluir para 100 ml com água destilada. Usar 3 gotas para cada 100 ml a titular. A viragem é de amarela (pH 5,2) para roxa (pH 6,8).

4.15.18 - Cromato de Potássio 5% (R1S1F0C0)

Dissolver 5,0 g de Cromato de Potássio (R2S1F0C0) em água destilada suficiente para 100 ml.

4.15.19- Verde de Bromocresol / Amarelo de Metila (R1S1F0C0)

Fazer as soluções :

A - 0,2% de verde de bromocresol (R1S1F1C0) em etanol.

B - 0,2% de amarelo de metila em etanol.

Misturar 4 partes da solução A com 1 parte da solução B.

Usar 8 gotas para cada 100 ml a titular. A viragem da solução alcalina para ácida é azul para amarela esverdeada (pH 4,0-4,1)

4.15.20 - Sulfato Férrico Amoniacal (R1S2F0C0)

Dissolver 360 g de Sulfato Férrico Amoniacal (R1S1F0C0) em 800 ml de água destilada .

Adicionar HNO_3 6N (R3S3F0C0) até desaparecer a cor marrom escuro da solução. Completar o volume para 1000 ml com água destilada . Usa 3 ml desta solução para cada 1000 ml de solução à titular.

4.15.21 - Água de Bromotimol (R1S1F0C0)

Pesar 0,04 g de azul bromotimol e diluir para 100 ml com álcool isopropílico (R1S1F3C0).

Diluir 23 ml desta solução para 1000 ml com água destilada . Ajustar o pH desta solução com NaOH ou HCl 1N para pH 6,9.



PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES UTILIZADAS EM ANÁLISES QUÍMICAS

PO-017-00

REV. Nº
00

PÁGINA
24/27

4.16 - Preparação de Reagentes Especiais.

4.16.1 - Tetróxido de Ósmio 0,01M (R3S2F0C0)

Dissolver 0,25 g de Tetróxido de Ósmio (R3S3F0C0) em 100 ml de ácido sulfúrico 0,1N.

4.16.2 - Aluminon (R1S1F0C0)

Pesar 1,0 g de Aurintricarboxilato de Amônio (Aluminon) (R1S1F1C0) e diluir para 100 ml com água destilada.

4.16.3 - Solução padrão de Amônia / 1ml = 0.0005 g NH₃ (R1S1F0C0)

Pesar 0,1570 g de NH₄Cl (R1S1F0C0) e diluir para 1 ml com água destilada.

4.16.4 - Solução padrão de Alumínio / 1ml = 0.0001 g Al (R1S1F0C0)

Pesar 0,1 g de Alumínio 99,9% e dissolver em 20 ml de H₂SO₄ 2N (R1S2F0C0).

Diluir para 1000 ml com água destilada.

4.16.5 - Solução padrão de Bário / 1 ml = 0,0001 g de Ba (R1S1F0C0)

Pesar 0,1780 g de BaCl₂.2H₂O (R1S1F0C0) e diluir para 1000 ml com água destilada.

4.16.6 - Solução padrão de Cloretos / 1 ml = 0,00001 g de Cl⁻ (R1S1F0C0)

Pesar 0,1650 g de NaCl (R1S1F0C0) e diluir para 1000 ml com água destilada.

4.16.7 - Solução padrão de Cálcio / 1 ml = 0,0001 g Ca (R1S1F0C0)

Pesar 0,250 g de CaCO₃ (R1S1F0C0) e dissolver em 25 ml de HCl 1+50 (R1S1F0C0) e diluir para 1000 ml com água destilada.



PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES UTILIZADAS EM ANÁLISES QUÍMICAS

PO-017-00

REV. Nº
00

PÁGINA
25/27

Pode-se também utilizar 0,3668 g de $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ e diluir para 1000 ml com água destilada.

4.16.8 - Solução padrão de Carbonato / 1 ml = 0,0003 g CO_3 – (R1S1F0C0)

Pesar 0,530 de Na_2CO_3 anidro (R1S2F0C0) e diluir para 1000 ml com água destilada.

4.16.9 - Solução padrão de Cobre / 1 ml = 0,001 g de Cu (R1S1F0C0)

Pesar 3,93 g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (R2S1F0C0) e diluir para 1000 ml de água destilada.

Para se obter o padrão de 0,00001 g de Cu / ml diluir este padrão 10 vezes.

4.16.10 - Solução padrão de Ferro / 1 ml = 0,0001 g Fe (R1S1F0C0)

Pesar 0,70 g de $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (R1S1F0C0) e diluir em 50 ml de água destilada.

Adicionar 20 ml de H_2SO_4 1+15 (R1S2F0C0) e diluir para 1000 ml com água destilada. Para se obter o padrão de 0,00001 g de Fe / ml, diluir esta solução 10 vezes.

4.16.11 - Solução de padrão de Haletos - 1 ml = 0,006 g Cl (R1S1F0C0)

Pesar 1,00 g de NaCl e diluir para 1000 ml com água destilada.

Diluir esta solução 100 vezes para se obter o padrão de 0,00006 g de Cl / ml.

4.16.12- Solução padrão de Metais Pesados - 1 ml = 0,001 g Pb (R1S1F0C0)

Pesar 1,60 g de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ (R3S1F0C2) e diluir para 1000 ml com água destilada. Diluir 100 vezes esta solução para se obter o padrão de 0,00001 g de Pb / ml.

4.16.13 - Solução padrão de Magnésio - 1 ml = 0,0001 Mg (R1S1F0C0)

Pesar 0,054 g de $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (R1S1F0C1) e diluir para 1000 ml com água destilada.

4.16.14 - Solução padrão de Sulfatos (R1S1F0C0) - 1 ml = 0,0001 g de SO_4^{--}

Pesar 0,148 g de Na_2SO_4 (R1S1F0C0) e diluir para 10000 ml com água destilada



PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES UTILIZADAS EM ANÁLISES QUÍMICAS

PO-017-00

REV. Nº
00

PÁGINA
26/27

4.16.15 - Solução padrão de Zinco (R1S1F0C0) - 1 ml = 0,001 g Zn

Pesar 1,24 g de Zn0 (R2S1F0C0) e dissolver com 100 ml de H₂SO₄ 1+9 (R1S3F0C0) e diluir para 1000 ml com água destilada.

Diluir esta solução 100 vezes para se obter em balão volumétrico com água destilada.

4.16.16 - Solução Padrão de cor APHA 500

Dissolver 1,245 g de Hexacloroplatinato de Potássio (K₂PtCl₆) (R2S1F0C0) , 1,0 g de Cloreto Cobaltoso (CoCl₂.6H₂O) (R2S1F0C0) e 100 ml de ácido clorídrico concentrado para 1000 ml em um balão volumétrico com água destilada.

4.17 - Referências Bibliográficas

Manual de Soluções , Reagentes e Solvente, Tokio Morita e Rosely Assumpção, 2ª Edição, Editora Edgard Blucher, 1981

Análise Inorgânica Quantitativa, Vogel, 4ª Edição, Guanabara Dois, 1981

Handbook of Analytical Chemistry, Meites, McGraw-Hill, 1963

Merck Standrards, Merck, 1972

5 - Anexo:

5 - 1 - Tabela de densidade e concentrações de ácidos e base utilizados

Ácido	Concentração (%)	Concentração (N)	Densidade a 15 oC (g / ml)
HCl	37,23	12,13	1,190
H2S04	98,0	36,79	1,841
HN03	65,30	14,50	1,4000
CH3C00H	100,0	17,50	1,050
Na0H	50,1	19,33	1,530



PREPARAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES UTILIZADAS EM ANÁLISES QUÍMICAS

PO-017-00

REV. Nº
00

PÁGINA
27/27

6 - Aprovação

Aprovação : Nilton Pereira Alves.

Função : Químico de Pesquisa e Desenvolvimento

Data : 01/05/2000

7 - Lista de Distribuição:

Arquivo Central

Laboratório Químico

Laboratório de Metrologia Química