

CALIBRAÇÃO DE MATERIAIS VOLUMÉTRICOS

A vidraria volumétrica utilizada corriqueiramente nos laboratórios deve ser calibrada ou aferida para aumentar a precisão dos volumes contidos ou transferidos pela mesma. Afinal, não é porque uma pipeta marca 25mL que ela realmente meça 25mL, ou seja, ela pode conter 24,96mL ou 25,07mL e tudo causa erro nos volumes medidos por essa vidraria, reduzindo a precisão e a exatidão dos resultados analíticos obtidos.

A vidraria é aferida de forma bastante simples. O procedimento de calibração envolve a determinação da massa de água contida na vidraria ou descarregada por ela. Observa-se a temperatura da água e, a partir da sua densidade na temperatura medida, calcula-se o seu volume.

Em geral, se utiliza a densidade da água como a medida padrão para aferição das vidrarias, pois a água pode ser facilmente descartada após o seu uso.

Em todas as operações de calibração, a vidraria a ser calibrada deve estar cuidadosamente limpa e deve ficar algum tempo ao lado da balança que será empregada, juntamente com um suprimento de água destilada ou desionizada, a fim de estarem em equilíbrio térmico com o ambiente.

Para que a calibração seja bem feita é preciso levar em conta a expansão volumétrica das soluções e das vidrarias com relação a variação da temperatura; desta forma, é preciso conhecer a temperatura do laboratório no momento em que as soluções são preparadas e também no momento em que são utilizadas.

Os vidros fabricados a base de borossilicatos se expandem cerca de 0,0010% por grau Celsius, quer dizer, se a temperatura de um recipiente for aumentada em 10 graus, o seu volume irá aumentar cerca de 0,010% e, para todos os trabalhos, exceto os mais exatos, esta variação não é expressiva.

Pipetas volumétricas

As pipetas são instrumentos volumétricos utilizados para a transferência de certos volumes, de modo preciso, sob determinadas temperaturas. A Figura 1 mostra como se manuseia corretamente uma pipeta.

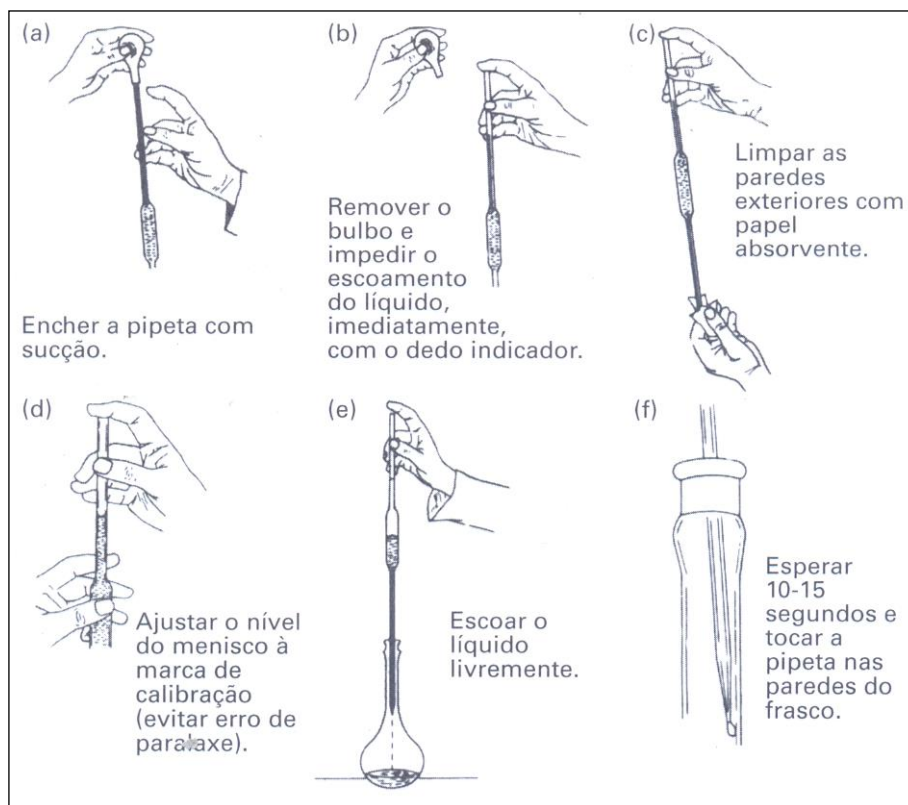


Figura 1 – Manuseio correto de pipetas.

Em análise química quantitativa, a pipeta volumétrica é um instrumento bastante utilizado devido a sua precisão. Como este material não possui escala graduada, não é possível estimar o erro como sendo “metade da menor divisão possível da escala” e, portanto, este instrumento deve ser aferido com um erro relativo de 0,1% entre as calibrações. Para uma pipeta de 10,00mL, o desvio máximo aceitável é de 0,02mL.

O tempo de escoamento da pipeta também deve ser aferido. Se o escoamento da pipeta for muito rápido, a abertura da ponta deve ser diminuída numa chama de um bico de Bunsen. Se for muito lento, o orifício deverá ser aumentado levemente com uma lixa.

Um escoamento muito rápido pode levar a resultados não reprodutíveis, enquanto que um escoamento muito lento tem o inconveniente de tornar o tempo de análise muito demorado.

A Tabela 1 mostra vários valores de tempo mínimo de escoamento para vários volumes de pipetas volumétricas.

Tabela 1 – Tempo mínimo de escoamento para pipetas volumétricas.

Capacidade/mL	Tempo/s
5,00	15
10,00	20
25,00	25
50,00	30
100,00	40

A calibração da pipeta volumétrica é feita pela pesagem da quantidade de água que dela é escoada. Mede-se a temperatura da água utilizada na calibração e verifica-se o valor de sua densidade nesta temperatura (Tabela 2). Conhecendo-se a massa e a temperatura da água escoada na calibração, calcula-se o volume da pipeta volumétrica pela equação:

$$V = m/d \quad (1)$$

Onde o volume é dado em mL, a massa é dada em gramas (g) e a densidade em g mL^{-1} .

Tabela 2 – Densidade absoluta da água em várias temperaturas.

T/°C	Densidade (gmL^{-1})	T/°C	Densidade (gmL^{-1})	T/°C	Densidade (gmL^{-1})
0	0,999841	10	0,999700	20	0,998203
1	0,999900	11	0,999605	21	0,997992
2	0,999941	12	0,999498	22	0,997770
3	0,999965	13	0,999377	23	0,997538
4	0,999973	14	0,999244	24	0,997296
5	0,999965	15	0,999099	25	0,997044
6	0,999941	16	0,998943	26	0,996783
7	0,999902	17	0,998774	27	0,996512
8	0,999849	18	0,998585	28	0,996232
9	0,999781	19	0,998405	29	0,995944

A calibração deve ser realizada no mínimo em duplicata, sendo que o erro relativo (Er) entre as duas medidas não deve ultrapassar 0,1%.

$$Er = (V_1 - V_2) \times 100 / V_m \quad (2)$$

Onde: V_1 e V_2 são os volumes da pipeta relativos à medida 1 e à medida 2 e V_m é a média de V_1 e V_2 .

Durante a realização dessa aula prática, será calibrada uma pipeta volumétrica de 10,00mL, bem como será verificado o seu tempo de escoamento.

PARTE PRÁTICA: CALIBRAÇÃO DE PIPETAS VOLUMÉTRICAS

Materiais e equipamentos

- 1 pipeta volumétrica de 5,00mL, 10,00 mL ou 25,00 mL;
- 2 erlenmeyers de 125mL;
- 1 béquer de 250mL;
- Água destilada;
- Termômetro;
- Cronômetro;
- Balança analítica.

Procedimento Experimental:

Calibração de uma pipeta de 10,00mL

- 1 – Lavar, secar, medir a massa de dois erlenmeyer de 125mL e colocá-los próximos à balança;
- 2 – Colocar um béquer com água destilada próximo à balança;
- 3 - Lavar uma pipeta volumétrica adequadamente até observar-se um filme contínuo de água em sua parede interna;

- 4 – Colocar a pipeta próxima à balança;
- 5 – Pipetar cuidadosamente água destilada até acima da marca de calibração da mesma;
- 6 – Limpar o excesso de líquido da parte externa da pipeta com papel absorvente;
- 7 – Tocar a ponta da pipeta na parede interna de um béquer contendo água destilada e escoar-se o líquido controlando-se a vazão;
- 8 – Acerta-se o menisco da pipeta com cuidado e verte-se a quantidade de água destilada medida para um erlenmeyer previamente pesado;
- 9 - Medir a massa da água contida no erlenmeyer em balança analítica e a temperatura da água no momento do experimento;
- 10 – Repetir o item anterior pelo menos mais uma vez;
- 11 – Calcular os volumes de água contidos na pipeta utilizada, o erro relativo entre os dois volumes medidos e o volume médio de líquido medido pela pipeta;

Observações:

- a) A diferença entre as duas determinações não deve exceder de 0,025 mL. Caso não haja concordância entre duas calibrações, repetir.
- b) O escoamento da pipeta no erlenmeyer ou béquer deve ser efetuado controlando-se a vazão (lentamente), estando a pipeta na posição vertical e com a ponta da mesma encostada na parede do recipiente.
- c) Depois que a pipeta terminar de escoar, mantenha-a encostada na parede do recipiente por alguns segundos (aproximadamente 10s) para se certificar de que todo o líquido escoou.
- d) Após o escoamento, afasta-se a extremidade da pipeta da parede do recipiente com cuidado.
- e) A quantidade de líquido restante na ponta da pipeta não deve ser soprada para o interior do recipiente.

Determinação do tempo de escoamento de uma pipeta de 10,00mL

- 1 – Encher a pipeta com água destilada por aspiração com uma pêra de borracha, até acima da marca de calibração da mesma;
- 2 – Acertar o menisco da pipeta com cuidado e permitir que a água destilada contida no interior da mesma verta livremente para o interior de um béquer contendo esse líquido medindo seu tempo de escoamento com um cronômetro.
- 3 - Repita esse procedimento por três vezes.
- 4 - Calcule o tempo de escoamento médio da pipeta utilizada.
- 5 – Verifique na Tabela 1 se o tempo de escoamento médio da pipeta volumétrica utilizada é compatível com o esperado.

Calibração de um balão volumétrico de 10,00 mL

Proponha um procedimento de calibração de um balão volumétrico de 10,00 mL, especificando os passos que devem ser seguidos. Realize o procedimento e discuta os resultados obtidos.

REFERÊNCIA

SILVA, L. **Aulas Práticas de Química Analítica**. Juiz de Fora: UFJF, 2011.