

DETERMINAÇÃO DO PERÍODO DE ESTABILIDADE DE SOLUÇÕES VOLUMÉTRICAS ROTINEIRAMENTE UTILIZADAS EM LABORATÓRIOS DE ANÁLISES QUÍMICAS

Tatiane Satie Sato¹
Tatiane Moreira de Medeiros²
Inara Satub Prochnau³

SATO, T. S.; MEDEIROS, T. M. de.; PROCHNAU, I. S. Determinação do período de estabilidade de soluções volumétricas rotineiramente utilizadas em laboratórios de análises químicas. **Arquivos de Ciências da Saúde da UNIPAR**. Umuarama. v. 26, n. 3, p. 1044-1052, set./dez. 2022.

RESUMO: As soluções volumétricas são rotineiramente utilizadas nos laboratórios, principalmente nos processos de síntese de produtos e nas análises quantitativas de matéria-prima e/ou produto acabado, entretanto poucos são os estudos que abordam a estabilidade destas soluções. Considerando que a qualidade das soluções volumétricas pode afetar os procedimentos de análises químicas e consequentemente induzir a erros, e ainda que, a Farmacopeia Brasileira (2010) não cita tempo máximo de utilização dessas soluções padronizadas, a avaliação da estabilidade das mesmas é importante. Sendo assim, o objetivo do trabalho foi avaliar a estabilidade de 10 soluções volumétricas, empregadas rotineiramente em laboratórios de análises químicas, com o intuito de estabelecer o período que essas soluções permanecem estáveis, isto é, sem sofrer alteração na concentração. As metodologias de preparo e padronização das soluções volumétricas seguiram os métodos descritos na Farmacopeia Brasileira (2010), sendo as mesmas padronizadas no momento do preparo e a cada 20 dias, por um período de 180 dias. As soluções contendo ácidos e bases, bem como as soluções de iodato de potássio e nitrato de prata, permaneceram constantes durante o período de análises. As soluções de EDTA, iodo, nitrito de sódio, permanganato de potássio e tiosulfato de sódio apresentaram estabilidade inferior a 180 dias, tornando necessária a realização de padronização periódica. As soluções volumétricas utilizadas nos laboratórios apresentam diferentes estabilidades, o que ressalta a importância da determinação do período que as mesmas se mantêm com as concentrações estáveis, evitando possíveis alterações de resultados nas análises químicas.

PALAVRAS-CHAVE: Soluções volumétricas; Padronização; Volumetria, estabilidade.

DETERMINATION OF THE STABILITY PERIOD OF VOLUMETRIC SOLUTIONS ROUTINELY USED IN CHEMICAL ANALYSIS LABORATORIES

ABSTRACT: Volumetric solutions are routinely used in laboratories, mainly in product synthesis processes and in quantitative analyzes of raw materials and/or finished products, however there are few studies that address the stability of these solutions. Considering that the quality of volumetric solutions can affect chemical analysis procedures and consequently induce errors, and even though the Brazilian Pharmacopoeia (2010) does not mention the maximum time for using these standardized solutions, the evaluation of their stability is important. Therefore, the aim of this work was to evaluate the stability of 10 volumetric solutions, routinely used in chemical analysis laboratories, in order to establish the period that these solutions remain stable without changing their concentrations. The methodologies for preparing and standardizing the volumetric solutions followed the methods

DOI: [10.25110/arqsaude.v26i3.20228881](https://doi.org/10.25110/arqsaude.v26i3.20228881)

¹ Mestranda em Tecnologias em Biociência. Pontifícia Universidade Católica do Paraná e Universidade Tecnológica Federal do Paraná. E-mail: tatianesatomn@hotmail.com Orcid: <https://orcid.org/0000-0003-1278-6824>

² Bacharel em Farmácia. Pontifícia Universidade Católica do Paraná. E-mail: tmoreirademedeiros@gmail.com Orcid: <http://orcid.org/0000-0001-9867-2048>

³ Doutora em Ciências Farmacêuticas. Universidade Federal do Rio Grande do Sul e Pontifícia Universidade Católica do Paraná. E-mail: inara.prochnau@pucpr.br Orcid: <https://orcid.org/0000-0002-4128-6944>

described in the Brazilian Pharmacopoeia (2010), being standardized at the time of preparation and every 20 days, for a period of 180 days. Solutions containing acids and bases, as well as potassium iodate and silver nitrate solutions, were stable during the analysis period. The solutions of EDTA, iodine, sodium nitrite, potassium permanganate and sodium thiosulfate showed stability less than 180 days, making it necessary to carry out periodic standardization of these solutions. The volumetric solutions used in the laboratories have different stabilities, which highlights the importance of determining the period in which they remain stable, avoiding possible changes in results in chemical analyzes.

KEYWORDS: Volumetric solution; Standardization; Volumetry, stability.

DETERMINACIÓN DEL PERÍODO DE ESTABILIDAD DE LAS SOLUCIONES VOLUMÉTRICAS UTILIZADAS HABITUALMENTE EN LOS LABORATORIOS DE ANÁLISIS QUÍMICOS

RESUMEN: Las soluciones volumétricas se utilizan de forma rutinaria en los laboratorios, principalmente en los procesos de síntesis de productos y en el análisis cuantitativo de materias primas y/o productos acabados. Sin embargo, existen pocos estudios que aborden la estabilidad de estas soluciones. Considerando que la calidad de las soluciones volumétricas puede afectar los procedimientos de análisis químico y consecuentemente inducir a errores, y también que, la Farmacopea Brasileña (2010) no menciona el tiempo máximo de uso de estas soluciones estandarizadas, la evaluación de su estabilidad es importante. Así, el objetivo del trabajo fue evaluar la estabilidad de 10 soluciones volumétricas, utilizadas rutinariamente en los laboratorios de análisis químico, con el fin de establecer el período en que estas soluciones permanecen estables, es decir, sin sufrir alteraciones en la concentración. Las metodologías de preparación y estandarización de las soluciones volumétricas siguieron los métodos descritos en la Farmacopea Brasileña (2010), siendo las mismas estandarizadas en el momento de la preparación y cada 20 días, por un período de 180 días. Las soluciones que contienen ácidos y bases, así como las soluciones de yodato de potasio y nitrato de plata, permanecieron constantes durante el periodo de análisis. Las soluciones de EDTA, yodo, nitrito de sodio, permanganato de potasio y tiosulfato de sodio fueron estables durante menos de 180 días, por lo que fue necesario realizar estandarizaciones periódicas. Las soluciones volumétricas utilizadas en los laboratorios presentan diferentes estabilidades, lo que pone de manifiesto la importancia de determinar el periodo que permanecen con concentraciones estables, evitando posibles cambios en los resultados en los análisis químicos.

PALABRAS CLAVE: Soluciones volumétricas; Normalización; Volumetría, estabilidad.

1. INTRODUÇÃO

Em laboratórios acadêmicos, de pesquisas, nas indústrias químicas e farmacêuticas, a volumetria, ou comumente denominada titulação, exerce papel fundamental para análise de compostos químicos, produtos e correlatos, consistindo em uma forma de assegurar a qualidade e eficácia (TERRA; ROSSI, 2005).

Antes do surgimento das modernas técnicas instrumentais, a volumetria era amplamente utilizada devido ao baixo custo, aparelhagem simples, fácil execução e boa reprodutibilidade. Mesmo após a introdução e disseminação dos métodos analíticos instrumentais, a volumetria ainda é uma das técnicas clássicas quantitativas mais utilizadas para quantificação de compostos químicos, em vários segmentos industriais e laboratórios de controle de qualidade (SCHRODER, 2018; TERRA; ROSSI, 2005).

A técnica de volumetria refere-se a processos que visam a quantificar substâncias químicas, medindo o volume de uma solução, com concentração conhecida, que é usado para reagir estequiometricamente com o analito, por meio de determinada reação química (HARRIS, 2011). Entre as principais reações ou equilíbrios envolvidos estão as reações de neutralização, complexação, oxirredução e precipitação (GIL, 2011).

Na titulação é necessário conhecer, com grande exatidão, a concentração de uma das soluções envolvidas (titulante). Em alguns casos, essas soluções são preparadas, pesando com precisão, algumas substâncias estáveis e extremamente puras, denominadas padrão-primário. No entanto, este procedimento, muitas vezes, não pode ser seguido (BACCAN *et al.*, 2001). Nesses casos, prepara-se uma solução de concentração aproximada e a concentração exata é determinada pelo emprego de um padrão primário na forma de uma solução, cuja concentração seja conhecida, sendo esse processo chamado de padronização (HARRIS, 2011). Ainda conforme compêndio nacional, o método de padronização acompanha cada solução, sendo que os valores obtidos na padronização são válidos para diversos fins laboratoriais (FARMACOPEIA BRASILEIRA, 2010).

Considerando a importância e aplicabilidade de técnicas de titulação em laboratórios de controle de qualidade, em indústrias e no meio acadêmico, poucos são os estudos que relatam a periodicidade na padronização das soluções volumétricas aplicadas em análises quantitativas. A FARMACOPEIA BRASILEIRA (2010) cita a forma de preparo, padronização, conservação e armazenamento, entretanto o período em que as mesmas podem ser utilizadas, sem terem sofrido alteração na concentração, não é relatado.

Ao considerar que o estudo de estabilidade consiste em uma importante etapa que visa a garantir a qualidade, eficácia e segurança de produtos farmacêuticos e correlatos (MEIRELLES, 2014), que testes de estabilidade, tem como propósito fornecer evidências sobre a qualidade de um produto ao longo do tempo e estabelecer um prazo de validade na qual o produto não sofre alterações críticas, além de recomendar condições adequadas de armazenamento (ORIQUE;MORI; WONGESCHOWSKI, 2013), esse estudo é relevante pois os resultados auxiliam na correta utilização das soluções volumétricas, na rotina de laboratórios de análises quantitativas.

Ainda, ao considerar que as informações referentes ao tempo que as soluções volumétricas se mantêm estáveis não são fornecidas, os resultados corroboram na otimização e melhoramento de fluxo de demanda em laboratórios de análises químicas, pois minimizam o tempo gasto em preparações, que por vezes poderia não ser necessário, além de minimizar custos e retrabalhos.

Pelo exposto, o trabalho tem como objetivo avaliar a estabilidade na concentração de 10 soluções volumétricas, mais comumente utilizadas em laboratórios de análises químicas, determinando e estabelecendo um período que essas soluções podem ser utilizadas sem serem repadronizadas.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

As soluções volumétricas testadas foram escolhidas com base na periodicidade de utilização no Laboratório de Química da Pontifícia Universidade Católica do Paraná, tanto para aulas práticas como para projetos de pesquisa. A Tabela 1 apresenta as soluções e concentrações trabalhadas, assim como o tipo de reação envolvida na padronização.

Tabela 1 - Soluções volumétricas, concentrações (mol/L) e tipo de reação envolvida na padronização.

Solução	Concentração (mol/L)	Tipo de reação
Ácido clorídrico	0,10	Neutralização
Ácido sulfúrico	0,02	Neutralização
EDTA*	0,05	Complexometria
Hidróxido de sódio	0,10	Neutralização
Iodato de potássio	0,10	Oxirredução
Iodo	0,05	Oxirredução
Nitrato de prata	0,10	Precipitação
Nitrito de sódio	0,09	Diazotação
Permanganato de potássio	0,02	Oxirredução
Tiosulfato de sódio	0,10	Oxirredução

*edetatodissódico.

As soluções volumétricas elencadas foram preparadas, padronizadas e armazenadas conforme procedimento descrito na FARMACOPEIA BRASILEIRA (2010), seguindo todas as etapas de utilização de padrão primário, adição de diluente, inclusão de insumos e uso de indicadores. Ressalta-se ainda que as soluções foram preparadas com volume final de 1000 mL. A Tabela 2 demonstra os insumos, diluentes e indicadores utilizados em cada solução volumétrica.

Tabela 2- Soluções volumétricas, padrões primários, diluentes e indicadores utilizados na padronização das soluções.

Solução Volumétrica (mol/L)	Padrão Primário	Diluente/Insumos	Indicador
Ácido clorídrico 0,10	Carbonato de sódio	Água	Vermelho de metila
Ácido sulfúrico 0,02	Carbonato de sódio	Água	Vermelho de metila
EDTA* 0,05	Carbonato de cálcio	Água, ácido clorídrico e hidróxido de sódio	Azul de hidroxinaftol
Hidróxido de sódio 0,10	Biftalato de potássio	Água isenta de gás carbônico	Fenoltaleína
Iodato de potássio 0,10	Tiosulfato de sódio	Água, iodeto de potássio e ácido sulfúrico	Amido
Iodo 0,05	Trióxido de arsênio	Água, ácido clorídrico e carbonato de sódio	Alaranjado de metila
Nitrato de prata 0,10	Cloreto de sódio	Ácido acético e metanol	Eosina Y
Nitrito de sódio 0,09	Sulfanilamida	Ácido clorídrico e água	Amido iodetado
Permanganato de potássio 0,02	Oxalato de sódio	Água	**
Tiosulfato de sódio 0,10	Dicromato de potássio	Água, iodeto de potássio, bicarbonato de sódio e ácido clorídrico	Amido

*edetatodissódico, **não se aplica.

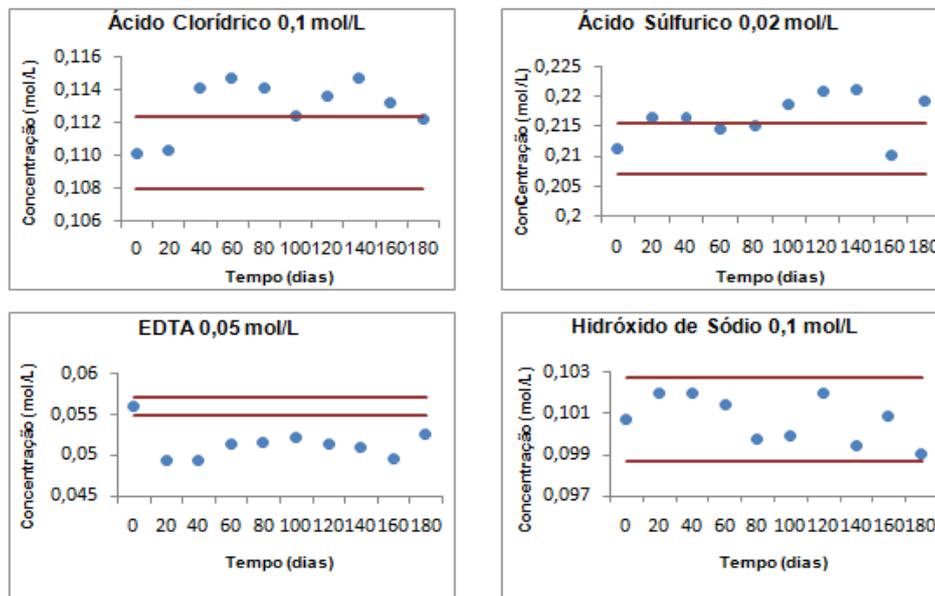
A frequência de análise, ou seja, o período de padronização das soluções foi de 20 dias, por um período de 180 dias. A padronização de cada solução foi realizada em triplicata em todos os

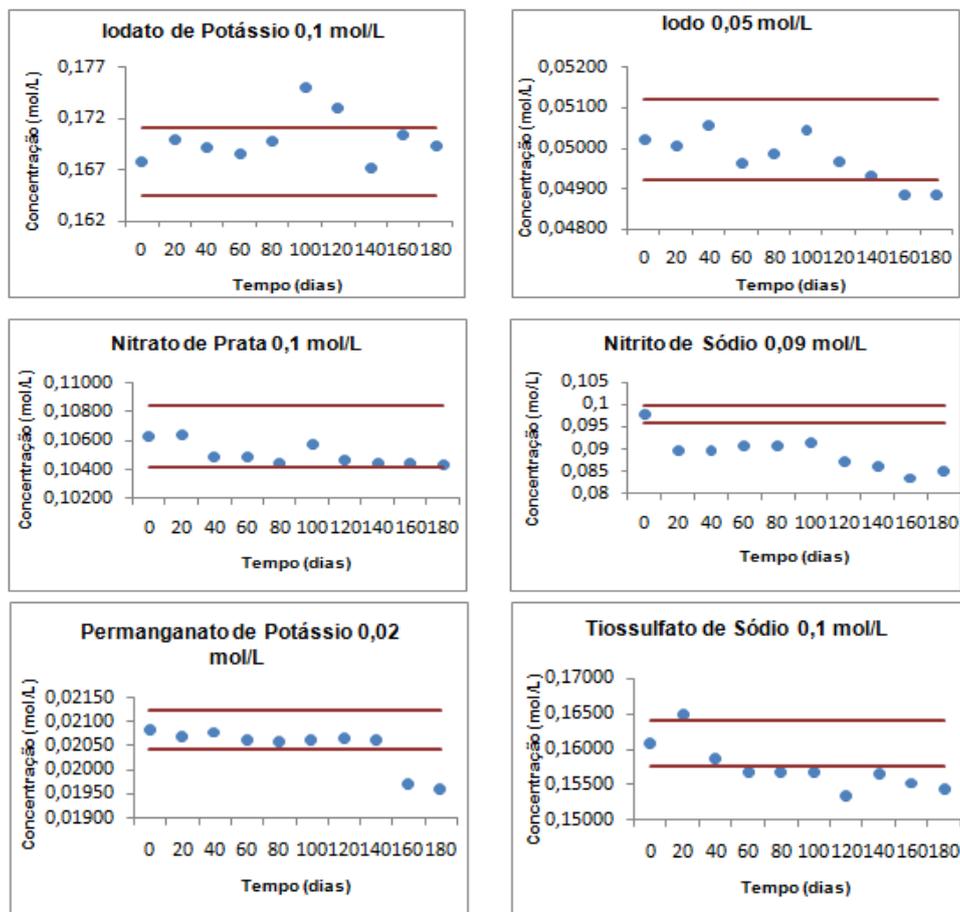
tempos avaliados. O critério de aceitação foi de $\pm 2,0\%$ frente ao valor encontrado inicialmente em cada solução. Ressalta-se que durante o experimento as soluções foram acondicionadas em frascos apropriados e ao abrigo da luz, ademais, a abertura dos frascos foi realizado apenas para efetuar as análises.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 representa o perfil de variação encontrado nas concentrações das 10 soluções analisadas, por um período de 180 dias, com análises periódicas a cada 20 dias. Para tanto, foi considerada a média da triplicata obtida na determinação da concentração inicial, ou seja, na padronização da solução no momento do preparo. Na sequência, fez-se o cálculo, considerando variação de $\pm 2\%$ do valor inicial, para estabelecer os limites inferior e superior de cada concentração.

Figura1 - Perfil de variação encontrado nas concentrações das soluções volumétricas analisadas, por um período de 180 dias, a cada 20 dias. Ácido clorídrico 0,1 mol/L, ácido sulfúrico 0,02 mol/L, EDTA 0,05 mol/L, hidróxido de sódio 0,1 mol/L, iodato de potássio 0,1 mol/L, iodo 0,05 mol/L, nitrato de prata 0,1 mol/L, nitrito de sódio 0,09 mol/L, permanganato de potássio 0,02 mol/L e tiosulfato de sódio 0,1 mol/L.





Pode-se observar que as soluções de hidróxido de sódio e nitrato de prata, ambas na concentração de 0,1 mol/L, demonstraram estabilidade na concentração durante os 180 dias das análises, considerando a variação de $\pm 2\%$ do valor inicial. A solução de iodato de potássio 0,10 mol/L, apresentou-se estável em vários períodos de análise, entretanto no período intermediário, próximo aos cem dias, houve dois pontos acima do limite aceito, podendo ser justificado, provavelmente, por erro aleatório ou indeterminado da técnica. Segundo SKOOG et al. (2006), erros aleatórios nunca podem ser totalmente eliminados e frequentemente são a principal fonte de incerteza em uma determinação. Os erros aleatórios são provocados por muitas variáveis incontroláveis que acompanham qualquer medida. A maioria dos fatores contribuintes do erro aleatório não pode ser claramente identificada, e mesmo que possamos identificar as fontes de erros aleatórios, é frequentemente impossível medi-las, porque a maioria delas é tão pequena que não pode ser detectada individualmente. O efeito cumulativo das incertezas individuais, entretanto, faz com que os resultados de réplicas flutuem aleatoriamente em torno da média do conjunto de dados.

As soluções de ácido clorídrico 0,1 mol/L e ácido sulfúrico 0,02 mol/L apresentaram variações, que excederam o limite superior estabelecido, de $\pm 2\%$ do valor inicial, ao longo do estudo realizado, não demonstrando decaimento na concentração abaixo do valor estabelecido. SKOOG et al. (2006) citam que soluções de ácidos são estáveis por longos períodos, não sendo necessárias

repadronizações, a menos que ocorra a evaporação do solvente. Pode-se inferir nesse caso que ocorreu evaporação do solvente, levando ao aumento na concentração do soluto. Portanto, sugere-se que sejam realizadas padronizações periódicas dessas soluções.

Na solução de permanganato de potássio 0,02 mol/L analisada, a alteração na concentração molar ocorreu a partir de 160 dias. Segundo VOGEL (2002), essa instabilidade pode ocorrer, pois o permanganato de potássio não é padrão primário sendo o mesmo instável na presença de íons manganês II. O mesmo não pode ser obtido com elevado grau de pureza e completamente livre de dióxido de manganês.

Com relação às soluções de iodo 0,05 mol/L e tiosulfato de sódio 0,1 mol/L foi possível evidenciar um decaimento significativo na concentração molar a partir de 120 dias, sendo recomendado nesses casos, a padronização periódica das soluções volumétricas a cada 3 meses. Segundo GIL (2011), reações que utilizam solução de iodo como titulante podem apresentar algumas dificuldades devido à perda do iodo por volatilização e sua instabilidade frente à luz. Importante destacar ainda que, na solução de tiosulfato de sódio houve formação de um precipitado branco, a partir de 120 dias. Segundo SKOOG *et al.* (2006), alguns fatores podem provocar alterações na concentração de tiosulfato de sódio em solução como a presença de microrganismo, exposição à luz e pH, e que, essas soluções tendem a se decompor formando enxofre.

As soluções de EDTA 0,05 mol/L e nitrito de sódio 0,09 mol/L apresentaram decaimento na concentração, superior a 2%, após 20 dias da preparação e padronização inicial. Estas soluções foram as mais instáveis, dentre àquelas analisadas, sendo, portanto, recomendado que as soluções de EDTA e nitrito de potássio sejam padronizadas antes de cada utilização.

Segundo NOGUEIRA e SERÔDIO (2003), soluções ácidas e de nitrato de prata 0,1 mol/L apresentaram validade acima de seis meses. Os autores citam que foi possível perceber que soluções contendo o mesmo analito, mas em concentrações diferentes, apresentaram períodos de estabilidade diferente. A solução de menor concentração apresentou alteração mais rapidamente que a solução de maior concentração, de modo que soluções mais diluídas são mais vulneráveis a fatores externos.

Ressalta-se novamente que as soluções analisadas foram acondicionadas em recipientes adequados, conforme suas propriedades químicas, além de serem armazenadas ao abrigo da luz e abertas somente no momento de realização das análises. Assim como mencionado por NOGUEIRA e SERÔDIO (2003), os frascos contendo as soluções utilizadas nas rotinas dos laboratórios são abertos com maior frequência, sendo importante portanto, desenvolver um estudo a fim de determinar o comportamento dessas soluções durante a utilização na rotina laboratorial, pois o manuseio das mesmas é mais frequente, podendo acarretar interferência na estabilidade das soluções.

4. CONCLUSÃO

As soluções volumétricas de hidróxido de sódio 0,1 mol/L, nitrato de prata 0,1 mol/L e iodato de potássio 0,1 mol/L não sofreram alterações significativas nas concentrações pelo período de análise de 180 dias. As soluções ácidas sofreram, provavelmente, evaporação do solvente, portanto sugere-se a padronização periódica. A solução de permanganato de potássio 0,02 mol/L apresentou-se estável, sem alteração na concentração inicial, por 160 dias. As soluções de iodo 0,05 mol/L e tiosulfato de sódio 0,1 mol/L permaneceram com a concentração dentro dos limites estabelecidos por 120 dias. As soluções EDTA 0,05 mol/L e nitrito de sódio 0,09 mol/L apresentaram resultados fora dos limites estabelecidos após 20 dias, ou seja, no momento da primeira reanálise, nesse sentido sugere-se que para essas duas soluções, a concentração seja reavaliada antes de cada utilização.

Pelos resultados apresentados, conclui-se que as soluções volumétricas, rotineiramente utilizadas em laboratórios, possuem comportamentos diferentes, por isso requerem critérios bem definidos quanto ao período de repadronização. Além disso, deve-se considerar que a manipulação e armazenamento adequados auxiliam a garantir a qualidade e estabilidade das mesmas. Sendo assim, a presente pesquisa fornece um direcionamento quanto ao tempo de estabilidade das soluções volumétricas mais utilizadas em laboratórios de análises químicas, podendo auxiliar na otimização de tempo e recursos.

REFERÊNCIAS

- ANVISA. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Farmacopeia Brasileira**. 5° ed. São Paulo: Atheneu, v. 1, 2010.
- ANVISA. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Farmacopeia Brasileira**. 5° ed. São Paulo: Atheneu, v. 2, 2010.
- BACCAN, N.; ANDRADE, J.C.; GODINHO, O.E.S.; BARONE, J.S. **Química analítica quantitativa elementar**. 3. ed. São Paulo: Edgard Blucher, 2001. 324 p.
- GIL, E.S. **Controle físico-químico de qualidade de medicamentos**. 3. ed. São Paulo: Pharmabooks, 2010. 512 p.
- HARRIS, D.C. **Explorando a química analítica**. 4. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2011. 568 p.
- MEIRELLES, L.M.A. Estabilidade de medicamentos: estado da arte. **Rev. Eletrônica de Farmácia**, v. 11, n. 4, p. 06-26, 2014.
- NOGUEIRA, J.M.F.; SERÔDIO, P. Determination of the expiration date of chemical solutions. **Accred. Qual. Assur.** v. 8, p. 231-234, 2003.
- ORIQUE, L.R.; MORI, M.; WONGTSCHOWSKI, P. Guia para determinação da estabilidade de produtos químicos. **Quim. Nova**, v. 36, n. 2, p. 320-347, 2013.
- SCHRODER, C.H.K. **Química analítica**. 1. ed. Londrina: Editora e Distribuidora Educacional S.A, 2018. 216 p.
- SKOOG, D.A.; WEST, D.M.; HOLLER, F.J.; CROUCH, S.R. **Fundamentos da química analítica**. 8. ed. São Paulo: Cengage Learning, 2006. 1124 p.
- TERRA, J.; ROSSI, A.V. Sobre o desenvolvimento da análise volumétrica e algumas aplicações atuais. **Quim. Nova**, v. 28, n. 1, p. 166-171, 2005.
- VOGEL, A.I. **Análise química quantitativa**. 6. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2002. 448 p.

Recebido em: 10/10/2022

Aceito em: 10/11/2022