



PROTOCOLO: DETERMINAÇÃO DA CONCENTRAÇÃO REAL DE AMOSTRA DE ÁCIDO CLORÍDRICO E DE ÁCIDO ACÉTICO UTILIZANDO A POTENCIOMETRIA COM ELETRODO DE VIDRO COMBINADO DE pH. (VERSÃO COM RESULTADOS)

DISCIPLINA: ANÁLISE INSTRUMENTAL

DEPARTAMENTO: ENGENHARIA QUÍMICA

DATA: 25/05/2020

RESPONSÁVEL: BRUNO L. CORTEZ DE SOUZA



APRESENTAÇÃO: Este protocolo refere-se ao experimento cujo objetivo é a quantificação de duas amostras utilizando a potenciometria com eletrodos de vidro combinados de pH, e solução padrão de hidróxido de sódio com concentração real de $0,1120 \text{ mol.L}^{-1}$. A primeira amostra é o HCl com concentração aparente de $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$ e a segunda amostra é o CH_3COOH com concentração aparente de $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$.

EQUIPAMENTO: pHmetro de bancada DIGIMED modelo DM-22 com eletrodo de vidro combinado de pH, calibrado com solução tampão pH 4,01 e solução tampão pH 6,86. Agitador magnético IKA modelo Topolino Mobil.

VIDRARIAS:

- 01 béquer de forma alta com capacidade de 150 mL
- Pipeta volumétrica com capacidade de 25,0 mL
- Bureta de vidro com capacidade de 50,00 mL
- 02 béqueres com capacidade de 100 mL
- Proveta com capacidade de 25,00 mL
- Pisseta plástica com água destilada

SOLUÇÃO PADRÃO: Hidróxido de sódio $0,1120 \text{ mol.L}^{-1}$ (Padrão secundário previamente padronizado)

EXPERIMENTO: O experimento será realizado conforme figura a seguir:

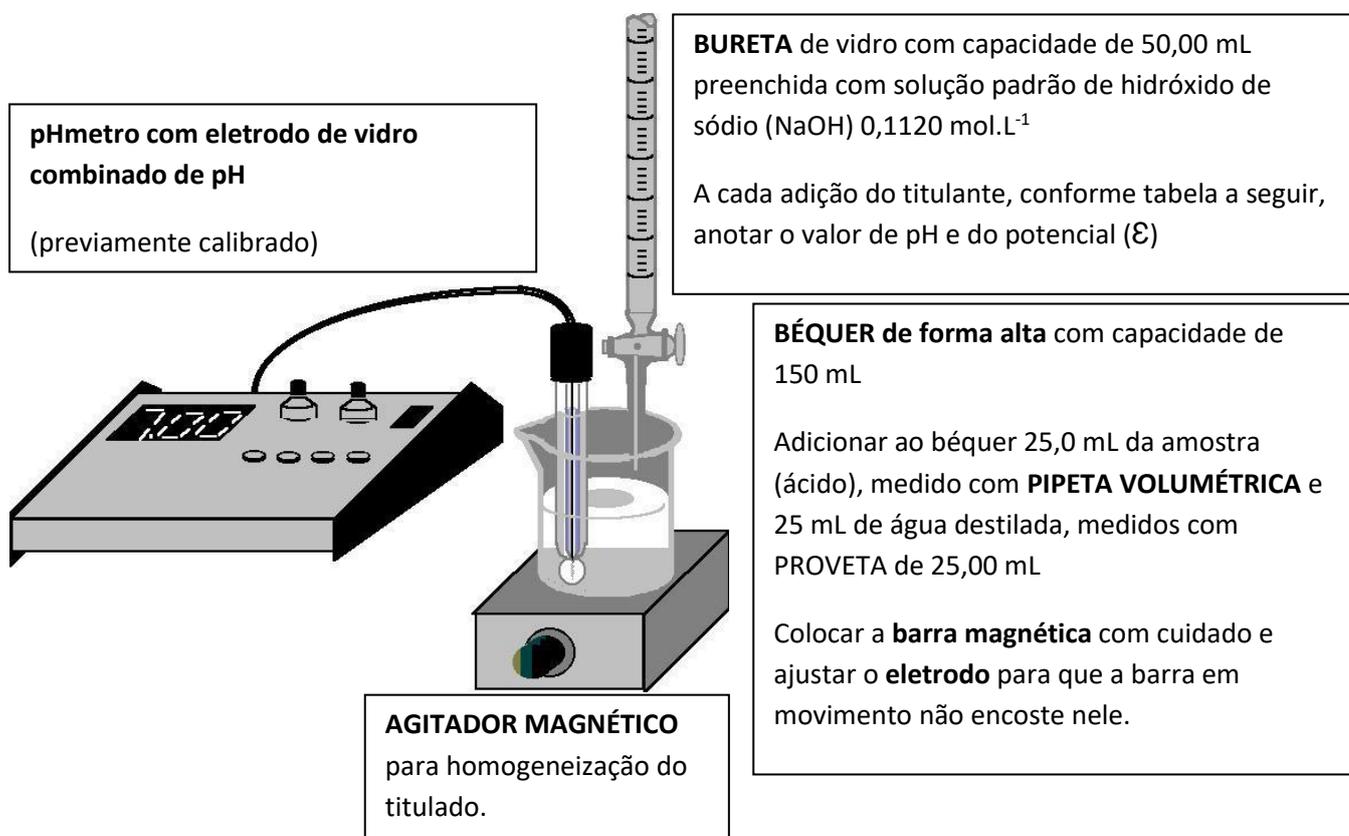


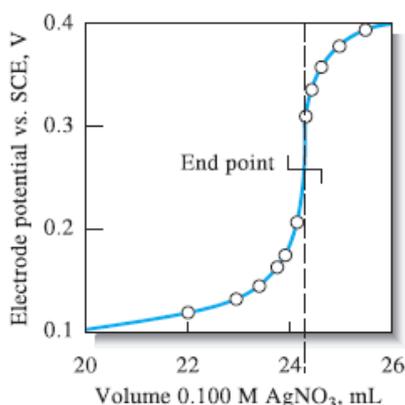
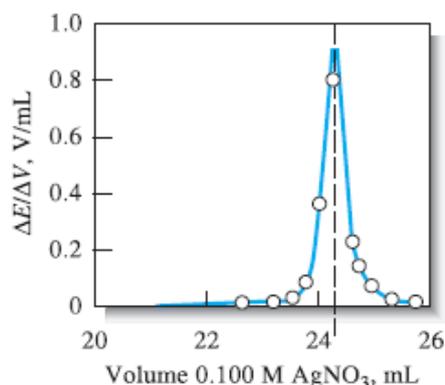
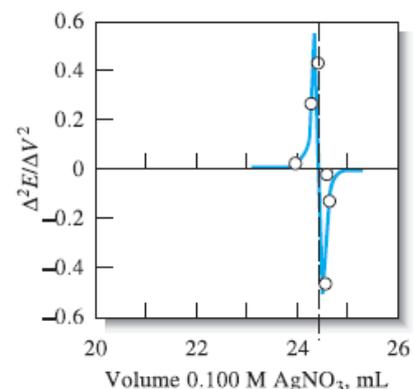
Tabela indicativa dos incrementos de volume do titulante adicionados	De 17,00 mL a 28,00 mL $\rightarrow \Delta V = 0,20 \text{ mL}$
De 0,00 mL a 10,00 mL $\rightarrow \Delta V = 1,00 \text{ mL}$	De 28,00 mL a 40,00 mL $\rightarrow \Delta V = 1,00 \text{ mL}$
De 10,00 mL a 17,00 mL $\rightarrow \Delta V = 0,50 \text{ mL}$	Obs – é uma sugestão!

PARTE A: Determinação da concentração real do ácido clorídrico (HCl)

1. Ajustar o sistema da titulação potenciométrica conforme ilustração anterior.
2. Transferir quantitativamente 25,0 mL da amostra de ácido clorídrico (HCl) para o béquer de vidro de forma alta (capacidade de 150 mL). Usar a pipeta volumétrica de 25,0 mL para esta transferência.
3. Adicionar aproximadamente 25 mL de água destilada à amostra. Isto servirá para aumentar a altura da coluna de líquido, e ter o eletrodo totalmente submerso na amostra. Esta quantidade de água não afetará o volume do ponto de equivalência da titulação de neutralização. Pode ser usada a proveta de vidro graduada para esta medição.
4. Adicionar ao béquer um bastão magnético para a agitação da solução.
5. Ligar o agitador magnético em 40 rpm.
6. Ajustar o eletrodo, com o bulbo de medição de pH totalmente submerso na solução, e de modo que ele não encoste na barra magnética em rotação.
7. Verificar no visor do equipamento o pH e o potencial lido. Para a mudança de pH para potencial, apertar a sequência de botões: SELEÇÃO > ESCAPE. Para voltar para a leitura de pH aperte SELEÇÃO.
8. Completar a bureta com solução padrão de hidróxido de sódio (NaOH). Devem ser tomados todos os cuidados de lavagem, rinsagem e ajuste do menisco – como na Química Analítica para Engenharia.
9. Iniciar a titulação, com adições conhecidas do titulante (VERIFICAR TABELA). Para cada volume de titulante adicionado, anotar o pH e o Potencial medido pelo equipamento.
10. Ao encerrar a titulação potenciométrica, descartar os resíduos em local apropriado e lavar todas as vidrarias.
11. Colocar o eletrodo de vidro em solução eletrolítica de guarda, de cloreto de potássio 3 M.

Para a determinação do ponto de equivalência da reação de neutralização usar o método gráfico e os métodos matemáticos (1ª e 2ª derivadas).

Exemplos:

Método gráfico**Método 1ª derivada****Método 2ª derivada**

Saiba mais em:

https://repositorio.ifg.edu.br/bitstream/prefix/187/1/tcc_Alexandre%20Rodrigues%20da%20Silva.pdf

TABELA INDICATIVA DOS VALORES DE INCREMENTOS DO TITULANTE ADICIONADO À AMOSTRA DE ÁCIDO CLORÍDRICO NA TITULAÇÃO POTENCIOMÉTRICA.

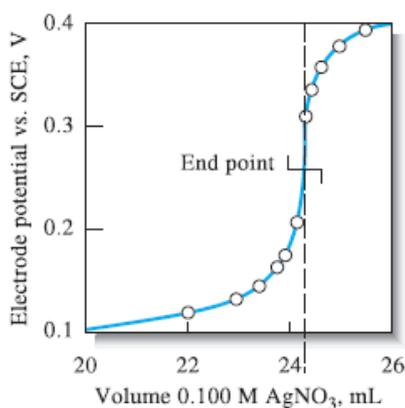
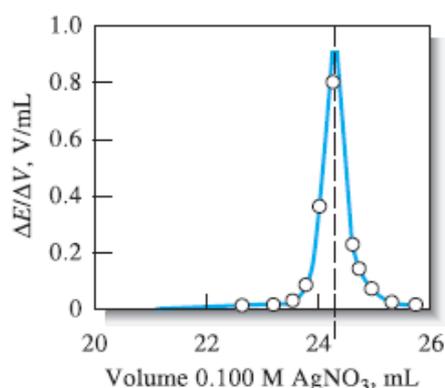
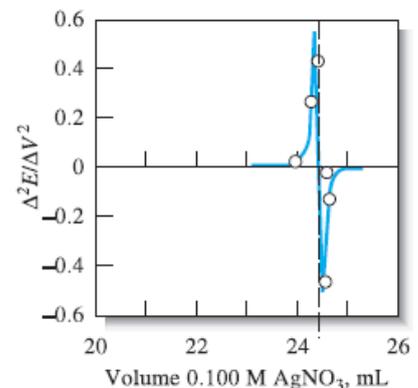
V add (mL)	pH	\mathcal{E} (mV)	V add (mL)	pH	\mathcal{E} (mV)	V add (mL)	pH	\mathcal{E} (mV)
0,00	0,051	315,3	18,40	0,506	293,1	24,60	0,807	278,4
1,00	0,044	314,8	18,60	0,515	292,9	24,80	0,817	278
2,00	0,056	314,1	18,80	0,523	292,4	25,00	0,833	272,2
3,00	0,074	313,2	19,00	0,532	292,1	25,20	0,847	276,5
4,00	0,095	312,4	19,20	0,541	291,2	25,40	0,852	276,2
5,00	0,114	311,4	19,40	0,55	291,2	25,60	0,876	275,3
6,00	0,138	310,1	19,60	0,558	290,8	25,80	0,892	274,6
7,00	0,164	309,1	19,80	0,557	290,4	26,00	0,907	274
8,00	0,172	308,1	20,00	0,578	289,6	26,20	0,92	273,3
9,00	0,207	307,1	20,20	0,584	289,3	26,40	0,941	272,2
10,00	0,228	306	20,40	0,598	288,9	26,60	0,951	271,8
10,50	0,234	305,5	20,60	0,605	288,6	26,80	0,966	270,8
11,00	0,25	304,9	20,80	0,610	288,3	27,00	0,982	270,2
11,50	0,261	304,1	21,00	0,617	288,1	27,20	1,005	269,1
12,00	0,286	303,2	21,20	0,625	287,5	27,40	1,02	268,4
12,50	0,298	302,9	21,40	0,647	287,1	27,60	1,041	267,3
13,00	0,312	301,9	21,60	0,648	286,1	27,80	1,066	266,3
13,50	0,332	301,2	21,80	0,656	286,1	28,00	1,085	265,4
14,00	0,349	300,4	22,00	0,66	285,4	29,00	1,189	260,2
14,50	0,36	299,6	22,20	0,673	285,1	30,00	1,134	253,9
15,00	0,372	298,8	22,40	0,68	284,7	31,00	1,52	245,2
15,50	0,394	298,2	22,60	0,69	284	32,00	1,837	229,4
16,00	0,41	297,1	22,80	0,697	283,6	33,00	2,654	190,8
16,50	0,435	296,1	23,00	0,711	283,1	34,00	6,315	15,2
17,00	0,443	295,4	23,20	0,719	282,5	35,00	11,076	-210
17,20	0,462	295,4	23,40	0,729	282,2	36,00	11,848	-295,9
17,40	0,469	294,9	23,60	0,747	281,3	37,00	12,175	-261,9
17,60	0,475	294,5	23,80	0,753	281	38,00	12,374	-271,1
17,80	0,479	294,3	24,00	0,769	280,4	39,00	12,506	-277,6
18,00	0,483	294,1	24,20	0,78	278,7	40,00	12,607	-282,4
18,20	0,497	293,2	24,40	0,796	279,3			

PARTE B: Determinação da concentração real do ácido acético (CH_3COOH)

1. Ajustar o sistema da titulação potenciométrica conforme ilustração anterior.
2. Transferir quantitativamente 25,0 mL da amostra de ácido acético (CH_3COOH) para o béquer de vidro de forma alta (capacidade de 150 mL). Usar a pipeta volumétrica de 25,0 mL para esta transferência.
3. Adicionar aproximadamente 25 mL de água destilada à amostra. Isto servirá para aumentar a altura da coluna de líquido, e ter o eletrodo totalmente submerso na amostra. Esta quantidade de água não afetará o volume do ponto de equivalência da titulação de neutralização. Pode ser usada a proveta de vidro graduada para esta medição.
4. Adicionar ao béquer um bastão magnético para a agitação da solução.
5. Ligar o agitador magnético em 40 rpm.
6. Ajustar o eletrodo, com o bulbo de medição de pH totalmente submerso na solução, e de modo que ele não encoste na barra magnética em rotação.
7. Verificar no visor do equipamento o pH e o potencial lido. Para a mudança de pH para potencial, apertar a sequência de botões: SELEÇÃO > ESCAPE. Para voltar para a leitura de pH aperte SELEÇÃO.
8. Completar a bureta com solução padrão de hidróxido de sódio (NaOH). Devem ser tomados todos os cuidados de lavagem, rinsagem e ajuste do menisco – como na Química Analítica para Engenharia.
9. Iniciar a titulação, com adições conhecidas do titulante (VERIFICAR TABELA). Para cada volume de titulante adicionado, anotar o pH e o Potencial medido pelo equipamento.
10. Ao encerrar a titulação potenciométrica, descartar os resíduos em local apropriado e lavar todas as vidrarias.
11. Colocar o eletrodo de vidro em solução eletrolítica de guarda, de cloreto de potássio 3 M.
12. Desligar o equipamento ao final dos experimentos.

Para a determinação do ponto de equivalência da reação de neutralização usar o método gráfico e os métodos matemáticos (1ª e 2ª derivadas).

Exemplos:

Método gráfico**Método 1ª derivada****Método 2ª derivada**

Saiba mais em:

https://repositorio.ifg.edu.br/bitstream/prefix/187/1/tcc_Alexandre%20Rodrigues%20da%20Silva.pdf

TABELA INDICATIVA DOS VALORES DE INCREMENTOS DO TITULANTE ADICIONADO À AMOSTRA DE ÁCIDO ACÉTICO NA TITULAÇÃO POTENCIOMÉTRICA.

V add (mL)	pH	\mathcal{E} (mV)	V add (mL)	pH	\mathcal{E} (mV)	V add (mL)	pH	\mathcal{E} (mV)
0,00	**	**	18,40	4,251	114,8	24,60	4,692	93,9
1,00	2,51	197,7	18,60	4,263	114,4	24,80	4,704	93,1
2,00	2,785	184,7	18,80	4,276	113,5	25,00	4,725	92,5
3,00	2,995	124,5	19,00	4,288	112,9	25,20	4,731	92
4,00	3,145	167,6	19,20	4,308	112,5	25,40	4,752	91
5,00	3,268	161,3	19,40	4,322	111,5	25,60	4,769	90,4
6,00	3,381	156,2	19,60	4,323	111,4	25,80	4,786	89,6
7,00	3,477	151,7	19,80	4,339	110,7	26,00	4,801	88,7
8,00	3,557	197,6	20,00	4,351	109,9	26,50	4,853	86,2
9,00	3,643	143,5	20,20	4,365	109,4	27,00	4,898	84,2
10,00	3,723	139,8	20,40	4,375	108,7	27,50	4,946	81,9
10,50	**	**	20,60	4,393	108,6	28,00	5,007	78,9
11,00	3,798	136,3	20,80	4,404	107,6	29,00	5,113	73,9
11,50	3,829	135	21,00	4,422	106,8	30,00	5,234	68,2
12,00	3,859	133,3	21,20	4,428	104,3	31,00	5,408	59,9
12,50	3,887	132,2	21,40	4,443	105,6	32,00	5,603	50,6
13,00	3,924	130,3	21,60	4,458	105,1	33,00	5,875	37,7
13,50	3,956	128,9	21,80	4,473	104,3	34,00	6,384	13,3
14,00	3,994	127,3	22,00	4,485	103,7	35,00	9,308	-123,7
14,50	4,021	125,6	22,20	4,502	102,9	36,00	10,923	-202,6
15,00	4,056	124,2	22,40	4,515	102,2	37,00	11,733	-240
15,50	4,086	122,5	22,60	4,531	101,5	38,00	12,142	-260,5
16,00	4,124	121	22,80	4,545	100,9	39,00	12,35	-269,9
16,50	4,151	119,4	23,00	4,56	100,4	40,00	12,498	-277,3
17,00	4,183	119,2	23,20	4,582	99			
17,20	4,228	116,1	23,40	4,605	98,3			
17,40	**	**	23,60	4,606	97,8			
17,60	**	**	23,80	4,62	97,2			
17,80	4,222	115,8	24,00	4,644	96,2			
18,00	4,238	115,4	24,20	4,655	95,8			
18,20	4,241	115,4	24,40	4,669	94,8			

** Os valores foram perdidos pelos analistas.