



PROTOCOLO: DETERMINAÇÃO DA CONCENTRAÇÃO REAL DE AMOSTRA DE ÁCIDO ACÉTICO E DE UMA MISTURA DE ÁCIDO ACÉTICO E ÁCIDO CLORÍDRICO UTILIZANDO A CONDUTIMETRIA. (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 condutimetria, e solução padrão de hidróxido de sódio com concentração real de $0,1120 \text{ mol.L}^{-1}$. A primeira amostra é o CH_3COOH com concentração aparente de 0.1 mol.L^{-1} e a segunda amostra é uma mistura de CH_3COOH e HCl com concentração desconhecida.

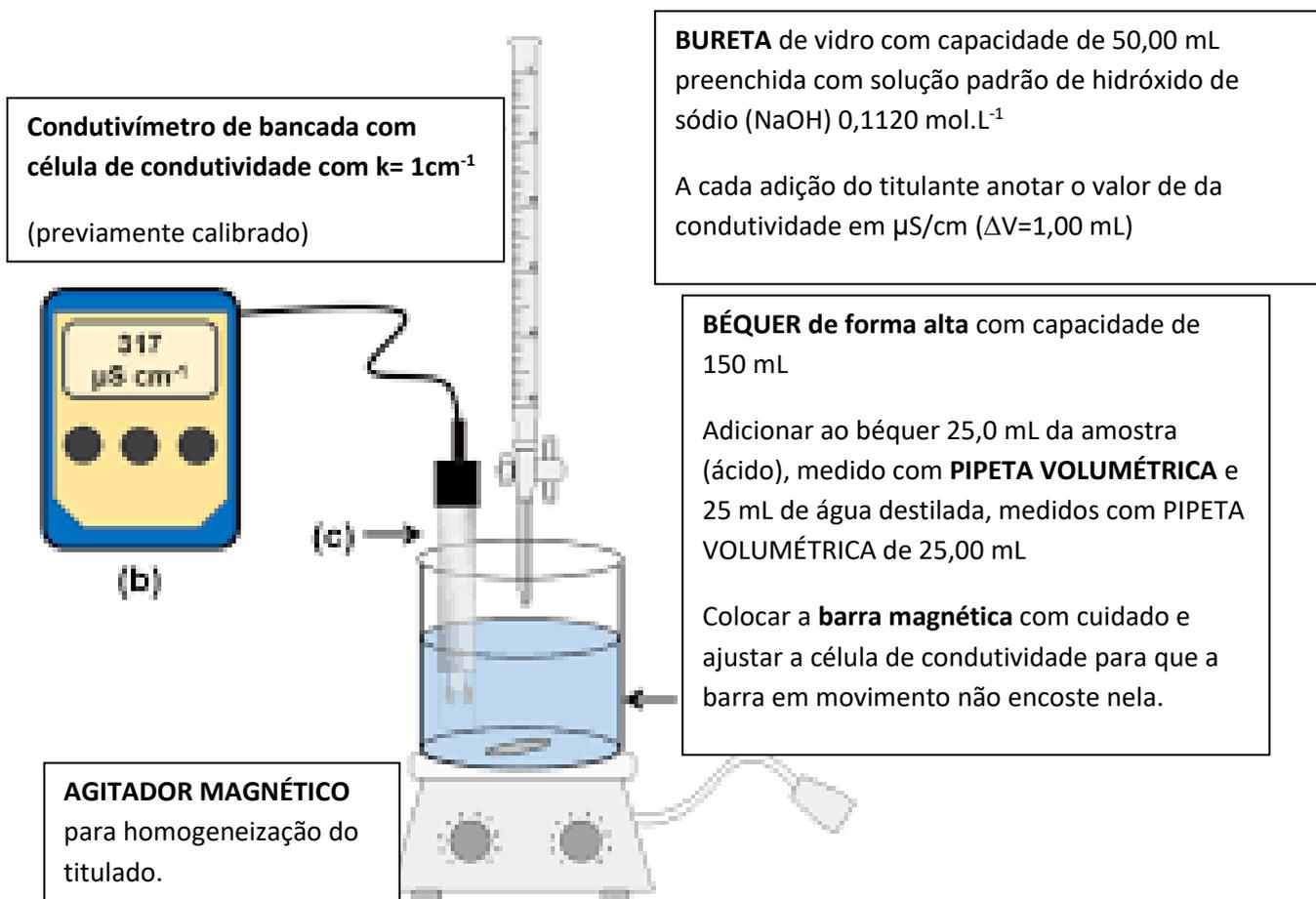
EQUIPAMENTO: Condutivímetro de bancada DIGIMED modelo DM-32 com célula de condutividade com $k= 1\text{cm}^{-1}$, calibrado com solução padrão de condutividade de $1.412 \mu\text{S/cm}$. Agitador magnético IKA modelo Topolino Mobil.

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
- 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:



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

1. Ajustar o sistema da titulação condutométrica 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 precisa ser quantitativa (medida com pipeta volumétrica). A condutividade lida deverá ser corrigida em função da diluição do sistema.
4. Adicionar ao béquer um bastão magnético para a agitação da solução.
5. Ligar o agitador magnético em 40 rpm.
6. Ajustar a célula de condutividade, com o orifício de transfluência da amostra submerso na solução, e de modo que a célula não encoste na barra magnética em rotação.
7. Verificar no visor do equipamento a condutividade lida.
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 (incrementos de 1,00 mL do início ao fim da titulação, ou seja, de 0,00 a 40,00 mL). Para cada volume de titulante adicionado, anotar a condutividade da solução lida pelo equipamento.
10. Ao encerrar a titulação condutométrica, descartar os resíduos em local apropriado e lavar todas as vidrarias.
11. Colocar a célula de condutividade em béquer contendo água destilada.

Para a determinação do ponto de equivalência da reação de neutralização usar o método gráfico.

Exemplo:

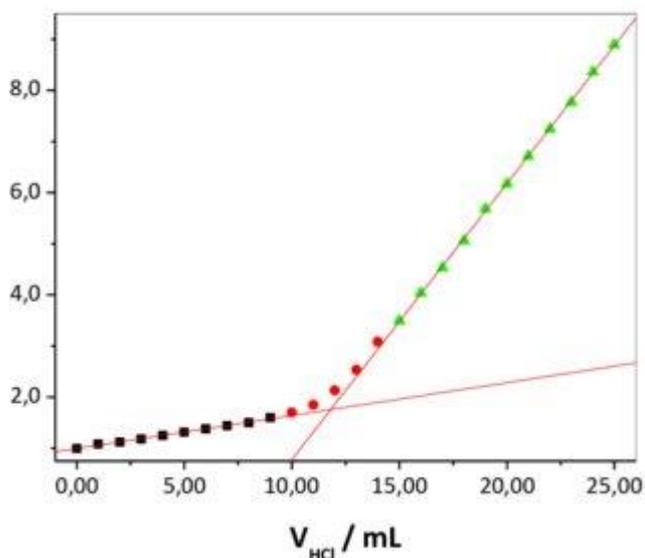
Método gráfico

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

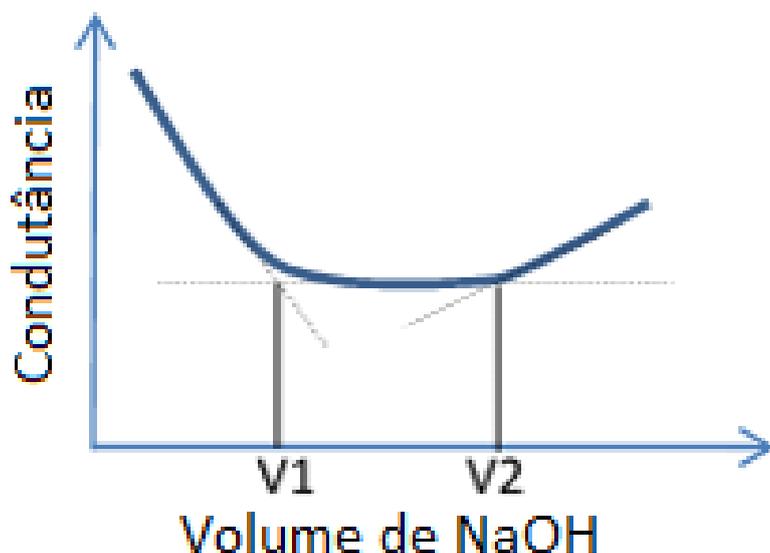
V add (mL)	Cond lida (µS/cm)	Cond corr (µS/cm)	V add (mL)	Cond lida (µS/cm)	Cond corr (µS/cm)	V add (mL)	Cond lida (µS/cm)	Cond corr (µS/cm)
0,00	360,2		16,00	1924,3		32,00	4036	
1,00	298,5		17,00	2004		33,00	4236	
2,00	417,1		18,00	2084		34,00	4448	
3,00	537,5		19,00	2239		35,00	4645	
4,00	666,8		20,00	2312		36,00	4821	
5,00	796,2		21,00	2389		37,00	5016	
6,00	923,0		22,00	2459		38,00	5205	
7,00	1042,8		23,00	2526		39,00	5372	
8,00	1151,9		24,00	2599		40,00	5546	
9,00	1264,9		25,00	2670		$\text{Cond Corrigida} = \frac{(V \text{ inicial} + V \text{ incremento})}{(V \text{ inicial})} \times \text{Cond lida}$		
10,00	1375,5		26,00	2760				
11,00	1471,4		27,00	2937				
12,00	1573,0		28,00	3167				
13,00	1670,3		29,00	3387				
14,00	1755,6		30,00	3613				
15,00	1844,6		31,00	3823				

PARTE B: Determinação da concentração real de uma mistura de ácido acético (CH_3COOH) e ácido clorídrico (HCl)

1. Ajustar o sistema da titulação condutométrica conforme ilustração anterior.
2. Transferir quantitativamente 25,0 mL da amostra de mistura de ácido acético (CH_3COOH) e 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 precisa ser quantitativa (medida com pipeta volumétrica). A condutividade lida deverá ser corrigida em função da diluição do sistema.
4. Adicionar ao béquer um bastão magnético para a agitação da solução.
5. Ligar o agitador magnético em 40 rpm.
6. Ajustar a célula de condutividade, com o orifício de transfluência da amostra submerso na solução, e de modo que a célula não encoste na barra magnética em rotação.
7. Verificar no visor do equipamento a condutividade lida.
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 (incrementos de 1,00 mL do início ao fim da titulação, ou seja, de 0,00 a 40,00 mL). Para cada volume de titulante adicionado, anotar a condutividade da solução lida pelo equipamento.
10. Ao encerrar a titulação condutométrica, descartar os resíduos em local apropriado e lavar todas as vidrarias.
11. Colocar a célula de condutividade em béquer contendo água destilada.
12. Desligar o equipamento.

Para a determinação do ponto de equivalência da reação de neutralização usar o método gráfico.

Exemplo:

Método gráfico

O V1 corresponderá ao volume de base necessária à neutralização do ácido clorídrico. O volume V2 corresponderá ao volume de base necessária à neutralização do ácido acético.

TABELA INDICATIVA DOS VALORES DE INCREMENTOS DO TITULANTE ADICIONADO À AMOSTRA DE MISTURA DE ÁCIDO ACÉTICO E ÁCIDO CLORÍDRICO NA TITULAÇÃO CONDUTOMÉTRICA.

V add (mL)	Cond lida (mS/cm)	Cond corr (mS/cm)	V add (mL)	Cond lida (mS/cm)	Cond corr (mS/cm)	V add (mL)	Cond lida (mS/cm)	Cond corr (mS/cm)
0,00	9,281		16,00	2,624		32,00	4,645	
1,00	8,611		17,00	2,687		33,00	4,837	
2,00	7,980		18,00	2,761		34,00	5,042	
3,00	7,328		19,00	2,824		35,00	5,217	
4,00	6,654		20,00	2,897		36,00	5,416	
5,00	6,039		21,00	2,955		37,00	5,580	
6,00	5,440		22,00	3,029		38,00	5,749	
7,00	4,823		23,00	3,095		39,00	5,923	
8,00	4,282		24,00	3,146		40,00	6,094	
9,00	3,742		25,00	3,233		$\text{Cond Corrigida} = \frac{(V \text{ inicial} + V \text{ incremento})}{(V \text{ inicial})} \times \text{Cond lida}$		
10,00	3,231		26,00	3,366				
11,00	2,762		27,00	3,569				
12,00	2,468		28,00	3,790				
13,00	2,438		29,00	4,022				
14,00	2,483		30,00	4,236				
15,00	2,552		31,00	4,446				

Observação: Note que a unidade apresentada nesta tabela é mS/cm – diferente da escala adotada na primeira tabela, que foi em µS/cm. O próprio equipamento faz a mudança automática da escala na leitura das condutividades.