

Experimento 10 – Titulação de soluções

1. INTRODUÇÃO

No trabalho experimental em laboratórios de Química, seja na indústria ou na Universidade, freqüentemente é necessário conhecer com precisão o valor da concentração de soluções aquosas de ácidos e/ou de bases. Uma opção importante nesses casos é a análise volumétrica.

A análise volumétrica, também conhecida como volumetria, corresponde a um conjunto de metodologias analíticas nas quais a quantidade de um constituinte de interesse (amostra) é determinada através da reação dessa espécie química com uma outra presente em uma solução (chamada solução padrão) cuja concentração é exatamente conhecida. Nesse processo, a amostra contendo a espécie de interesse recebe o nome de titulado, o reagente de concentração conhecida é denominado titulante e a operação de adição do titulante corresponde à titulação.

A concentração da espécie a ser determinada pode ser calculada a partir do volume de solução padrão gasto no processo, da sua concentração e da estequiometria da reação envolvida. No entanto, para encontrar o volume da solução padrão gasto no processo é necessário determinar exatamente o ponto em que a reação entre titulante e titulado está completa. Este ponto, denominado ponto de equivalência, ponto final teórico, ponto de viragem ou ponto estequiométrico, deve corresponder a uma modificação física na solução que possa ser visualizada pelo analista. A modificação física pode ser provocada, por exemplo, pela adição de um reagente auxiliar, denominado indicador, que muda de cor no ponto de equivalência da reação.

Neste experimento, será utilizada a forma mais simples de análise volumétrica, chamada volumetria de neutralização ou volumetria ácido-base. Entretanto, antes de fazer o experimento, mostre as respostas dos Pré-Exercícios de Laboratório, o fluxograma, a tabela para anotação dos dados e as FISPO dos reagentes para as professoras responsáveis.

2. PRÉ-EXERCÍCIOS DE LABORATÓRIO (PEL)

- Qual o fundamento da volumetria de neutralização? (especifique em qual teoria ácido-base a mesma está baseada)
- Como sabemos que atingimos o ponto de equivalência em uma titulação volumétrica?
- Qual a função do indicador ácido-base em titulações? Por que a solução muda de cor a partir do ponto de equivalência?
- O que é um padrão primário em analítica? Por que não podemos usar hidróxido de sódio como um padrão primário?
- Qual a finalidade da padronização de uma solução?
- Estime os volumes que deveriam ser gastos na padronização do NaOH e na determinação da concentração da solução de HCl.
- Estime a concentração molar da solução preparada na aula anterior a partir da porcentagem m/v de ácido acético disponível no rótulo do vinagre utilizado.
- Prepare uma tabela para anotar as medidas que você vai fazer.

3. OBJETIVOS

Propiciar o desenvolvimento de habilidades imprescindíveis em laboratórios como operação de equipamentos volumétricos, padronização de soluções a partir de padrões primários, determinação da concentração de soluções ácidas e determinação de ácido acético em vinagre a partir da reação com solução de hidróxido de sódio bem como a realização de cálculos estequiométricos.

4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

4.1 Padronização da solução de NaOH 0,1 mol/L

- a) Pese, em uma balança analítica, exatamente cerca de 0,25 g de biftalato de potássio, previamente seco em estufa;
- b) Transfira para um erlenmeyer de 250 mL e adicione cerca de 50 mL de água destilada, agitando até que todo o sal se dissolva completamente;
- c) Preencha a bureta com a solução de NaOH a ser padronizada (Observação: elimine as bolhas porventura existentes na bureta);
- d) Adicione cerca de 3 gotas do indicador fenolftaleína;
- e) Inicie a titulação, abrindo vagarosamente a torneira da bureta, e adicione lentamente a base sobre a solução contida no erlenmeyer. Segure a torneira com uma das mãos (esquerda, se você for destro, ou se for canhoto, a direita), para controlar o fluxo do titulante, e com a outra mão faça movimentos circulares com o erlenmeyer, para agitar a solução. Prossiga a titulação até que a solução contida no erlenmeyer mude a coloração de incolor para levemente rosa;
- f) Leia o volume da solução de NaOH usada, observando a posição do menisco, com o cuidado de anotar o volume com três algarismos significativos;
- g) Repita este procedimento mais duas vezes, alternando com o colega da sua dupla, para que cada aluno efetue no mínimo uma titulação. Calcule inicialmente a concentração da solução obtida em cada titulação e apresente como resultado da padronização **a média das concentrações obtidas**.

4.2 Determinação da concentração da solução de HCl com a solução de NaOH padronizada

- a) Transfira 3 mL da solução 0,5 mol/L de HCl para um erlenmeyer de 250 mL, com o auxílio de uma **pipeta volumétrica**;
- b) Adicione cerca de 50 mL de água destilada e 3 gotas do indicador fenolftaleína;
- c) Preencha a bureta com a solução de NaOH padronizada anteriormente (titulante);
- d) Inicie a titulação, abrindo vagarosamente a torneira da bureta, e adicione lentamente a base sobre a solução contida no erlenmeyer. Segure a torneira com uma das mãos (esquerda, se você for destro, ou se for canhoto, a direita), para controlar o fluxo do titulante, e com a outra mão faça movimentos circulares com o erlenmeyer, para agitar a solução. Prossiga a titulação até que a solução contida no erlenmeyer mude a coloração de incolor para levemente rosa;
- f) Leia o volume de titulante usado, observando a posição do menisco, com o cuidado de anotar o volume com três algarismos significativos;
- g) Repita este procedimento mais duas vezes, alternando com o colega da sua dupla, para que cada aluno efetue no mínimo uma titulação. Calcule a concentração da solução de HCl.

4.3 Determinação do teor de ácido acético no vinagre

a) Utilizando uma pipeta volumétrica, transfira 25 mL de vinagre para um balão volumétrico de 100 mL. Adicione água até completar o volume do balão. Feche bem o balão e vire-o de ponta-cabeça várias vezes, para homogeneizar a solução. Guarde a solução obtida em um frasco rotulado. **Estime a concentração molar da solução a partir da porcentagem m/v de ácido acético disponível no rótulo do vinagre utilizado.**

b) Transfira 5 mL da solução preparada a partir do vinagre para um erlenmeyer de 250 mL, com o auxílio de uma **pipeta volumétrica**;

b) Adicione cerca de 50 mL de água destilada e 3 gotas do indicador fenolftaleína;

c) Preencha a bureta com a solução de NaOH padronizada anteriormente (titulante);

d) Inicie a titulação, abrindo vagarosamente a torneira da bureta, e adicione lentamente a base sobre a solução contida no erlenmeyer. Segure a torneira com uma das mãos (esquerda, se você for destro, ou se for canhoto, a direita), para controlar o fluxo do titulante, e com a outra mão faça movimentos circulares com o erlenmeyer, para agitar a solução. Prossiga a titulação até que a solução contida no erlenmeyer mude a coloração de incolor para levemente rosa;

f) Leia o volume do titulante usado, observando a posição do menisco, com o cuidado de anotar o volume com três algarismos significativos;

g) Repita este procedimento mais duas vezes, alternando com o colega da sua dupla, para que cada aluno efetue no mínimo uma titulação. Calcule a concentração da solução contendo ácido acético.

4.4 Determinação da massa molar do ácido benzóico

a) Pese cerca de 0,2 g de ácido benzóico em uma balança semi-analítica;

b) Transfira para um erlenmeyer de 250 mL e acrescente aproximadamente 10 mL de álcool etílico com uma proveta, agitando até dissolver o ácido;

c) Adicione três gotas de fenolftaleína;

d) Preencha a bureta com a solução de NaOH padronizada anteriormente (titulante);

e) Inicie a titulação, abrindo vagarosamente a torneira da bureta, e adicione lentamente a base sobre a solução contida no erlenmeyer. Segure a torneira com uma das mãos (esquerda, se você for destro, ou se for canhoto, a direita), para controlar o fluxo do titulante, e com a outra mão faça movimentos circulares com o erlenmeyer, para agitar a solução. Prossiga a titulação até que a solução contida no erlenmeyer mude a coloração de incolor para levemente rosa;

f) Leia o volume do titulante usado, observando a posição do menisco, com o cuidado de anotar o volume com duas casas depois da vírgula;

g) Repita este procedimento mais duas vezes, alternando com o colega da sua dupla, para que cada aluno efetue no mínimo uma titulação. Calcule a massa molar do ácido benzoico para cada alíquota pesada da amostra e apresente a média das massas molares calculada a partir das 3 titulações.

5. REFERÊNCIAS CONSULTADAS

- BACCAN, N.; ANDRADE, J.C.; GODINHO, O.E.S.; BARONE, J.S. *Química Analítica Quantitativa Elementar*. 2a. ed. São Paulo: Editora Edgard Blucher, 1979. p.174-179.
- SKOOG, D.A.; WEST, D.M.; HOLLER, F.J. *Fundamentals of Analytical Chemistry*. 7th ed. Filadélfia: Saunders College Publishing, 1996.

6. SUGESTÕES PARA ELABORAÇÃO DO RELATÓRIO

- a. Discuta o papel do indicador nos procedimentos realizados, pesquise sobre o início do uso de indicadores e sobre o uso de indicadores ácido-base naturais.
- b. Represente o equilíbrio ácido/base conjugada para o indicador fenolftaleína e discuta a faixa de utilização desse indicador.
- c. Discuta se outro indicador poderia ser utilizado nas titulações ácido-base realizadas e se o resultado seria o mesmo.
- d. Represente as reações envolvidas nas titulações.
- e. Calcule a concentração molar das soluções de NaOH e de HCl a partir de cada titulação. Calcule a média e o desvio padrão das concentrações molares determinadas.
- f. Calcule o teor de ácido acético no vinagre, e expresse este resultado em concentração molar e em percentagem (massa/volume). Compare com o valor do rótulo do vinagre e calcule o desvio absoluto e o desvio relativo da sua medida.
- g. Calcule a massa molar do ácido benzóico e compare com o valor teórico.
- h. Pesquise e proponha outro procedimento para a determinação da concentração da solução de HCl.