

Universidade de São Paulo

Faculdade de Filosofia, ciências e Letras de Ribeirão Preto

Departamento de Química

Bacharelado em Física Médica



Experimento 4

Titulação de Neutralização

Introdução

A análise de uma solução ácido-base de concentração desconhecida é geralmente feita através de um procedimento conhecido como titulação. Na titulação, um volume bem conhecido da amostra (ácido ou base) de concentração desconhecida é colocado em um erlenmeyer e um titulante (base ou ácido) de concentração conhecida é adicionado até que o ponto de equivalência seja atingido. No ponto de equivalência (PE), o número de mols do ácido (ou base) de concentração desconhecida é exatamente igual ao número mols da base (ou ácido) que foram adicionados.

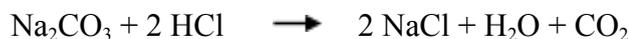
Como podem ser preparadas soluções de concentração bem conhecidas? Substâncias como o HCl e o NaOH são relativamente “instáveis”: o HCl é um gás e soluções aquosas concentradas costuma perder quantidades consideráveis de HCl, sendo, a concentração variável com o tempo; o NaOH é higroscópico (absorve água do ar) e reage também com o CO₂ do ar formando carbonato. Por isso, ao preparar soluções dessas substâncias, não sabemos exatamente qual a sua concentração, pois não sabemos exatamente quanto do que dissolvemos era a substância em questão.

Outras substâncias, como o carbonato de sódio e o hidrogenoftalato de potássio, são muito estáveis e mantêm-se puras por longos períodos. Podemos pesar quantidades bem determinadas dessas substâncias e usá-las como padrões (padrões primários) para determinar as concentrações das soluções de HCl e de NaOH com bastante exatidão.

Por exemplo. Você prepara uma solução HCl de aproximadamente 0,1 mol.L⁻¹. Você pesa a seguir cerca de 0,15 g de carbonato de sódio anidro, encontrando o valor exato de 0,1609 g (que corresponde a 1,518x10⁻³ mol de NaCO₃, cuja massa molar é de 105,988), dissolve esse carbonato

em água e titula com o seu HCl, usando alaranjado de metila como indicador. São gastos cerca de 30,7 mL de HCl na titulação.

Como o carbonato de sódio anidro é um bom padrão primário, você sabe que o número de mols que reagiu foi mesmo $1,518 \times 10^{-3}$ mol. Pela fórmula a seguir o número de mols de HCl é o dobro, ou seja $3,036 \times 10^{-3}$ mol:



Assim, sua solução ($\sim 0,1$ mol. L⁻¹) de HCl na verdade contém $3,036 \times 10^{-3}$ mol de HCl em 30,7 mL, e sua concentração molar é:

$$\frac{3,036 \times 10^{-3}}{30,7 \times 10^{-3}} = 0,09889 \text{ mol.L}^{-1}$$

Uma solução assim tratada diz-se padronizada, e o valor de sua concentração (0,09889 mol.L⁻¹) é um valor correto e muito confiável para ser usado em cálculos futuros envolvendo essa solução.

A) Padronização do NaOH

Materiais e reagentes

1 bureta de 50 mL, 1 garra para bureta, 1 funil, 1 balão volumétrico de 500 mL, 1 contagotas, 3 erlenmeyers de 250 mL, 1 béquer de 500 mL, 1 pipeta volumétrica de 10 mL, 1 pipeta volumétrica de 20 mL, 1 pró-pipeta e 1 pisseta. NaOH, biftalato de potássio (KHC₈H₄O₄) e HCl concentrado

Procedimento experimental

Procedimento para o preparo da solução de NaOH 0,1 mol.L⁻¹

- Pesar 2,1 g de NaOH (pastilhas) num vidro de relógio ou béquer pequeno. Com segurança, evite que a pesagem seja muito demorada.
- Dissolva essa massa em água destilada fervida, completando o volume para 500 mL.
- Homogeneizar bem a solução e transfira para um frasco de plástico limpo e seco ou balão volumétrico de 500 mL.
- Feche e rotule o frasco.

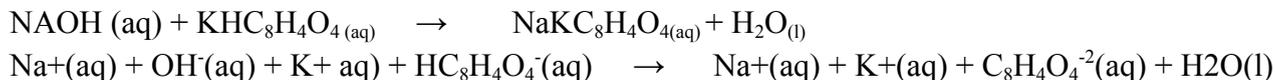
Observações

NaOH é higroscópico. As pastilhas contêm Na₂CO₃ Atenção e cuidado ao manusear NaOH.

Água destilada e fervida é utilizada para minimizar a quantidade de CO₂ dissolvida. Massa e volume são aproximados porque a solução será posteriormente padronizada, isto é, terá sua concentração exata determinada. Armazenamento de solução de NaOH em frasco plástico porque NaOH ataca o vidro

(NaOH reage com os silicatos que constituem o vidro)

Procedimento para Padronização de NaOH com Biftalato de potássio



- Use biftalato de potássio seco-KHC₈H₄O₄ (1 mol= 204,23 g)- em estufa a 110 /C pó 1-2- horas.
- Pesar de 0,60 a 0,70 g de biftalato em balança analítica, anotando o valor da massa até a quarta casa decimal.
- Após adicionar o biftalato ao erlen, junte cerca de 25 mL de água DESTILADA e agite até a dissolução completa do sal. NÃO COMECE A ADIÇÃO DE NaOH ANTES DA DISSOLUÇÃO COMPLETA.
- Junte DUAS GOTAS de fenolftaleína.
- Certifique-se que a bureta esteja limpa. Lave a bureta com uma pequena porção (~5 mL) da solução de NaOH e despreze esta alíquota (NÃO JOGUE NA PIA) antes de preenchê-la com a solução que será usada na titulação. Verifique se NÃO HÁ VAZAMENTO na bureta e se a torneira está fechada antes de começar a trabalhar. Preencha com a solução, verifique se não há bolhas (se houver REMOVA) e acerte o volume no zero.
- Coloque um fundo branco sob o erlen para facilitar a visualização da viragem do indicador.
- Comece a adição da solução de NaOH ao erlen, sob agitação. Se ficar solução de NaOH nas paredes do erlen, lave com ÁGUA DESTILADA e continue a adição de NaOH.
- O aparecimento de uma leve coloração rosada na solução do erlen, que persista por mais de 30 segundos, indica o final da titulação. Anote o volume da solução de NaOH consumido. Esse volume será usado no cálculo da concentração.
- O procedimento deve ser feito em triplicata.

Observações

- Fique atento a vazamentos e bolhas. Não prossiga a titulação nesses casos.
- Não adicione mais indicador que o recomendado
- Não adicione NaOH até que a solução fique intensamente rosa.

Questões

1. Calcule a massa necessária para preparar 500 mL de NaOH 0,1 mol.L⁻¹?

2. Considerando que em seu laboratório apenas buretas de 50 mL estão disponíveis e sabendo que idealmente deve-se utilizar cerca de 1/3 do volume da bureta para uma titulação, calcule a massa de biftalato de potássio “ideal” para padronizar uma solução de NaOH de concentração aproximada de $0,17 \text{ mol.L}^{-1}$. Dica: defina primeiro o volume que você irá considerar com “cerca” de 1/3 da bureta.
3. O volume de água adicionado à massa de biftalato de potássio precisa ser exato? Justifique.
4. Para a padronização da solução de NaOH faça uma tabela contendo os seguintes parâmetros: massa de biftalato de potássio ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) que você pesou, número de mols de biftalato de potássio e o volume da solução de NaOH utilizado na titulação. Demonstre os cálculos.
5. Calcule a concentração molar da solução de NaOH padronizada e posteriormente calcule a concentração média.

B) Padronização da solução de HCl

Materiais E Reagentes

1 bureta de 50 mL, 1 garra para bureta, 1 funil, 1 balão volumétrico de 500 mL, 1 contagotas, 3 erlenmeyers de 250 mL, 1 béquer de 500 mL, 1 pipeta volumétrica de 10 mL, 1 pipeta volumétrica de 20 mL, 1 pró-pipeta e 1 pisseta. Solução de NaOH padronizada e HCl concentrado

Procedimento Experimental

Titulação com solução de NaOH $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$ padronizada

1. Prepare uma solução de 500 mL de HCl $0,1 \text{ mol/L}$ (mostre os cálculos para o professor).
2. Retire uma alíquota de 25 mL da solução usando PIPETA VOLUMÉTRICA e transfira para o erlenmeyer.
3. Junte DUAS GOTAS de fenolftaleína. (viragem de incolor para rosa claro)
4. Prossiga com o procedimento anterior para padronização da solução de NaOH.
5. O procedimento deve ser feito em triplicata.

Observações

Homogeneizar adequadamente a solução antes de retirar a alíquota.

Utilize a pipeta volumétrica adequadamente.

Fique atento a vazamentos e bolhas. Não prossiga a titulação nesses casos.

Não adicione mais indicador que o recomendado.

Não adicione NaOH até que solução fique intensamente rosa na titulação com fenolftaleína.

Questões

- 1- Qual foi o resultado médio (mol/L) encontrado de HCl ? Coloque este valor na tabela da lousa do laboratório.
- 2- Tomando-se o valor médio de todos os grupos como sendo o verdadeiro, qual foi o Er (%) dos resultados de seu experimento (determinação do seu grupo)?

⇒ Material comum de laboratório: finalidade e condições de uso.

O relatório será baseado na apresentação dos seus resultados e nas discussões incluídas nas questões.

Limpeza de material volumétrico

A limpeza de vidraria mais simples pode ser feita lavando-a com detergente, enxaguando com bastante água da torneira e, finalmente enxaguando com água destilada. Esta última operação é essencial porque a água de torneira contém apreciável quantidade de materiais dissolvidos e em suspensão, que não serão removidos se você não passar água destilada, colocando na estufa um béquer enxaguado apenas com água de torneira, quando ele secar você vai ver pequenas manchas (geralmente brancas) de substâncias que estavam dissolvidas e cristalizaram. No entanto, apenas a lavagem descrita não é suficiente em trabalhos de maior precisão. O vidro costuma adquirir uma persistente camada superficial de gordura e outros materiais que repelem água. Uma fina camada de água que fica na superfície, depois de escorrer, se retrai, formando gotas de tamanho considerável, que não escorrem facilmente. Assim, gotas podem ficar no gargalo do balão volumétrico e não estão incluídas no volume *medido* do líquido mas podem perturbar o resultado de medidas mais precisas. Para remoção dessa camada superficial é suficiente enxaguar a vidraria com álcool ou acetona. Para limpezas rigorosas se utiliza soluções de limpeza que algumas vezes podem ser reutilizadas e outras devem ser descartadas logo após serem utilizadas uma única vez.

Como secar material volumétrico

Quando o material volumétrico estiver molhado com o mesmo líquido cujo volume se vai medir na há prejuízo na medida. Porém, caso você precise medir o volume de acetona, por exemplo, e utilizar uma proveta molhada com água o líquido resultante não será mais acetona, e você não poderá mais saber qual o volume de acetona mediu. Na dúvida sobre a necessidade ou não de secar um material, *seque*.

Material volumétrico não deve ser fortemente aquecido, pois pode perder sua aferição. Admite-se porém um aquecimento suave, como por exemplo, em estufa a no máximo 80 °C, ou com um secador de cabelos. É preferível secar o material volumétrico á temperatura ambiente, mas para isso é necessário tempo (geralmente de um dia par ao outro).

Se você tiver que secar um material volumétrico em pouco tempo enxágüe-o antes com acetona ou álcool, deixe escorre bem e coloque na estufa a 80°C,ou seque co o secador de cabelos.

