

	Componente Curricular: Análise Química Instrumental Prof. Barbosa 4º Módulo de Química Procedimento de Prática Experimental	Competências Identificar espécies químicas por meio de testes qualitativos e quantitativos. Selecionar procedimentos de preparação e execução de análises. Selecionar técnicas de manutenção e calibração de equipamentos, instrumentos e acessórios
--	---	---

METODOLOGIAS DE ANÁLISES DE ÁGUAS E EFLUENTES LÍQUIDOS

ALCALINIDADE – MÉTODO POTENCIOMÉTRICO

PRINCÍPIO DO MÉTODO

A alcalinidade da água é representada pela presença dos íons hidróxido (OH^-), carbonatos (CO_3^{2-}) e bicarbonato (HCO_3^-). Esses íons têm características básicas, assim, reagem quimicamente com soluções ácidas.

A ordem decrescente de basicidade é: hidróxido, carbonato e bicarbonato: São possíveis as seguintes

combinações em função do pH:

$\text{pH} > 9,4$ ‰ alc. decorrente de hidróxidos e carbonatos

$8,3 \leq \text{pH} \leq 9,4$ ‰ alc. decorrente de carbonatos e bicarbonatos

$4,4 \leq \text{pH} < 8,3$ ‰ alc. decorrente somente de bicarbonatos

EQUIPAMENTOS, VIDRARIAS E MATERIAIS

- Paegômetro
- Agitador magnético
- Bureta
- Barra magnética
- Pipeta volumétrica ou proveta de 50 mL
- Becker de 100 mL
- Pisseta com água destilada
- Papel Absorvente

REAGENTES

- Solução padrão de ácido sulfúrico.

OBS.: é interessante, antes de realizar a análise, verificar se a normalidade da solução de ácido sulfúrico, contida no frasco da bureta automática, atende às suas necessidades. Caso contrário, utilizar uma solução com uma concentração mais adequada para o seu tipo de amostra.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

- Colocar 50 mL de amostra a ser analisada em um becker de 100 mL.
- Retirar o eletrodo da água, lavar com água destilada e secar com papel absorvente.
- Introduzir o eletrodo no becker contendo a amostra.
- Colocar uma barra magnética de modo que esta não toque o eletrodo e ligar o agitador magnético.
- Medir o pH da amostra. Se o pH for superior a 8,3, titular a amostra com solução de ácido sulfúrico até o pH 8,3. *Anotar o volume gasto.*

 Escola Técnica Estadual TIQUATIRA	Componente Curricular: Análise Química Instrumental Prof. Barbosa 4º Módulo de Química Procedimento de Prática Experimental	Competências Identificar espécies químicas por meio de testes qualitativos e quantitativos. Selecionar procedimentos de preparação e execução de análises. Selecionar técnicas de manutenção e calibração de equipamentos, instrumentos e acessórios
--	---	---

- f) Continuar a titulação até pH final de 4,5. *Anotar o volume gasto.*
- g) Retire o eletrodo da amostra analisada, lave-o com bastante água destilada, seque-o com papel absorvente e coloque-o no recipiente que contém a solução de KCl.

Calculo

1. Alcalinidade parcial como CaCO₃:

$$\text{CaCO}_3 \frac{\text{mg}}{\text{L}} = \frac{V_{\text{H}_2\text{SO}_4} \cdot N_{\text{H}_2\text{SO}_4} \times 50.000}{V_{\text{amostra}}}$$

$V_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ - volume da solução de ácido sulfúrico gasto na titulação até pH de 8,3, mL;

$N_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ - normalidade da solução de ácido sulfúrico usada;

V_{amostra} - volume da amostra, mL.

2. Alcalinidade total como CaCO₃:

$$\text{CaCO}_3 \frac{\text{mg}}{\text{L}} = \frac{V_{\text{H}_2\text{SO}_4} \cdot N_{\text{H}_2\text{SO}_4} \times 50.000}{V_{\text{amostra}}}$$

$V_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ - volume da solução de ácido sulfúrico gasto na titulação até pH de 8,3, mL;

$N_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ - normalidade da solução de ácido sulfúrico usada;

V_{amostra} - volume da amostra, mL.

Caso se deseje expressar os resultados segundo os íons básicos, deve-se utilizar a tabela abaixo:

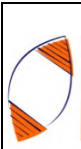
Resultado da Titulação	Hidróxidos	Carbonato	Bicarbonato
P = 0	0	0	T
P < T/2	0	2 P	T – 2 P
P = T/2	0	2 P	0
P > T/2	2 P – T	2 (T-P)	0
P = T	T	0	0

P = Alcalinidade Parcial

T = Alcalinidade Total

PRESERVAÇÃO DA AMOSTRA

- Frasco: polietileno, vidro neutro ou borossilicato (pirex)
- Amostra: 200 mL
- Preservação: refrigerar a 4°C. Encher totalmente o frasco e mantê-lo bem fechado para evitar perda ou

 Escola Técnica Estadual TIQUATIRA	Componente Curricular: Análise Química Instrumental Prof. Barbosa 4º Módulo de Química Procedimento de Prática Experimental	Competências Identificar espécies químicas por meio de testes qualitativos e quantitativos. Selecionar procedimentos de preparação e execução de análises. Selecionar técnicas de manutenção e calibração de equipamentos, instrumentos e acessórios
--	---	---

ganho de CO₂ ou outros gases. Reduzir ao máximo o contato com o ar.

- Prazo: 24 horas. Se houver grande possibilidade de atividade biológica, 6 horas.

CONSIDERAÇÕES SOBRE O MÉTODO

Para se quantificar os diferentes íons usam-se diferentes indicadores com pontos de viragem em função da forma de alcalinidade.

- Para quantificação de OH⁻ (hidróxido) e CO₃²⁻ (carbonato) utiliza-se a fenolftaleína, cuja faixa de atuação é pH de 8,3 a 9,8, quando assume coloração rosa. Abaixo dessa faixa é incolor.
- Para quantificação de HCO₃⁻ (bicarbonato) utiliza-se o indicador misto vermelho de metila + verde de bromocresol, que assume coloração azul em pH menor que 8,3 e assume coloração salmão abaixo de pH 4,4.

Caso se deseje expressar os resultados segundo os íons básicos, deve-se utilizar a tabela abaixo:

Resultado da Titulação	Hidróxidos	Carbonato	Bicarbonato
F = 0	0	0	T
F < T/2	0	2 F	T - 2 F
F = T/2	0	2 F	0
F > T/2	2 F - T	2 (T-F)	0
F = T	T	0	0

F = Alcalinidade à Fenolftaleína

T = Alcalinidade Total

EQUIPAMENTOS, VIDRARIAS E MATERIAIS

- pipeta volumétrica de 50 ml ou proveta graduada;
- frasco Erlenmeyer de 250 ml;
- bureta de 50 ml;

REAGENTES

- Solução padrão de ácido sulfúrico
- Solução indicadora de fenolftaleína 0,5%
- Indicador misto (Verde de Bromocresol + Vermelho de Metila)
- Tiosulfato de Sódio 0,1 N

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL - Alcalinidade a Fenolftaleína

- Tomar 50 ml da amostra e colocar no Erlenmeyer;
- Adicionar 0,05 mL (1 gota) de Tiosulfato de Sódio 0,1 N, caso a amostra contenha cloro residual livre.
- Adicionar 4 gotas da solução indicadora de fenolftaleína - se não aparecer a cor rósea na

	Componente Curricular: Análise Química Instrumental Prof. Barbosa 4º Módulo de Química Procedimento de Prática Experimental	Competências Identificar espécies químicas por meio de testes qualitativos e quantitativos. Selecionar procedimentos de preparação e execução de análises. Selecionar técnicas de manutenção e calibração de equipamentos, instrumentos e acessórios
--	---	---

amostra a alcalinidade a fenolftaleína é zero. Se aparecer a cor rósea titular com ácido sulfúrico padronizado até descolorir a amostra (retornar a cor inicial da amostra).

Anotar o volume gasto.

CÁLCULO

Alcalinidade à Fenolftaleína como CaCO_3 :

$$\text{CaCO}_3 \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}} \right) = \frac{V_{\text{H}_2\text{SO}_4} \cdot N_{\text{H}_2\text{SO}_4} \times 50.000}{V_{\text{amostra}}}$$

$V_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ - volume da solução de ácido sulfúrico gasto na titulação até pH de 8,3, mL;

$N_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ - normalidade da solução de ácido sulfúrico usada;

V_{amostra} - volume da amostra, mL.

PRESERVAÇÃO DA AMOSTRA

- Frasco: polietileno, vidro neutro ou borossilicato (pirex)
- Amostra: 200 mL
- Preservação: refrigerar a 4°C. Encher totalmente o frasco e mantê-lo bem fechado para evitar perda ou ganho de CO_2 ou outros gases. Reduzir ao máximo o contato com o ar.
- Prazo: 24 horas. Se houver grande possibilidade de atividade biológica, 6 horas.