Escola Técnica Estadual TIQUATIRA	**Componente Curricular:** **Analise 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 analises. Selecionar técnicas de manutenção e calibração de equipamentos, instrumentos e acessórios

1.TÍTULO: ANÁLISE TITRIMÉTRICA *(Volumétrica)*

2.OBJETIVOS:
I - Preparar e padronizar as soluções acido forte / base forte
II - Utilizar a técnica da análise por *Volumétrica de neutralização para construir a curva de titulação.*

5. Considerações teóricas
Nesta técnica a análise química quantitativa é feita pela determinação do volume de uma solução "A", cuja concentração é conhecida com exatidão, necessário para reagir quantitativamente com um volume determinado da solução "B" que contém a substância a ser analisada.
A solução cuja concentração é conhecida é chamada **solução padrão** ou **solução padronizada.**

O reagente cuja concentração é conhecida (solução padrão) é denominada **titulante** e a solução da substância que está sendo dosada, **titulado**.

O volume exato adicionado quando se completa a reação é chamado de ponto de equivalência ou ponto final teórico ou estequiométrico.

O ponto final é detectado por meio de alguma modificação física do titulado, comumente é utilizado um reagente auxiliar conhecido como **Indicador** que provoca uma mudança visual evidente – quando isso ocorre é chamado de **ponto final da titulação.**

Em uma titulação ideal espera-se ter o ponto final da titulação coincida com o ponto final estequiométrico ou teórico, mais na prática acontece o que chamamos de **erro de titulação.**

Para que essa diferença seja a menor possível deve se atentar a escolha do indicador e as condições experimentais.

As reações empregadas em análise titrimétrica podem ser:
- Reações de neutralização
- Reações de formação de complexos
- Reações de precipitação
- Reações de oxidação e redução

As análises de neutralização podem ser entre:
- Ácido fraco neutralizado por base forte:

ex. 100 mL de ácido acético 0,1M com hidróxido de sódio 0,1M
O pH será sempre maior que 7 no ponto de equivalência

- Base fraca neutralizado por ácido forte:

ex. 100 mL de amônia 0,1M em água com ácido clorídrico 0,1M
O pH será sempre menor que 7 no ponto de equivalência

- Ácido fraco neutralizado por base fraca:

ex. 100 mL de ácido acético 0,1M com amônia 0,1M em ág

- **Ácido forte neutralizado com uma base forte:**

ex. 100 mL de ácido cloridríco 0,1M com hidróxido de sódio 0,1M
O pH será sempre = 7 no ponto de equivalência

Nesta prática discutiremos a análise titrimétrica de neutralização entre - ácido forte / base forte - utilizando instrumentos (potenciômetro) na II parte do experimento.

6. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL - I PARTE
Preparar as soluções de HCl 0,1 mol/L e NaOH 0,1 mol/L.

6.1 Cálculos para preparar as soluções com concentração molar.

Temos duas maneiras para preparar as soluções: Nós vamos utilizar a 1° opção, porem o analista deve saber pelas duas formas.

1º - Utilizando a técnica de diluição de solução, onde se utiliza uma solução mais concentrada e se faz a diluição. Neste caso deve-se utilizar a formula de diluição para calcular o volume a ser pego da solução concentrada para se ter um determinado volume de solução diluída.

$M_{conc.} \times V_{conc.} = M_{dil.} \times V_{dil.}$

Número de moles existente na solução concentrada *Número de moles existente na solução diluída*

2° - Utilizando a técnica de preparação de soluções partindo dos reagentes P.A. concentrado. Como no procedimento diz que as soluções devem ser 0,1 mol / L vamos utilizar a formula de molaridade:
M = (m1/MM) / V (L).

- Para preparar a solução de NaOH 0,1 M vamos utilizar a formula de molaridade para calcular a massa de soluto necessária para preparar 2 L de solução:

M = (m1/MM) / V (L) m1 = ...

- Para preparar a solução de HCl 0,1 M vamos utilizar a formula de molaridade: M = (m1/MM) / V (L) e a formula que relaciona o titulo percentual e a densidade : δ % = (massa soluto/ d * volume) * 100

m1 = ...
volume = ...

Dados teóricos: $HCl_{conc.}$ = 12M / titulo percentual = 37% d = 1,19 g/cm^3

6.2 Padronização das soluções (Se possível realizar em triplicata)

1) Solução de HCl é padronizada com o padrão primário Carbonato de Sódio PA previamente seco por 3 a 4 horas a 120°C.

Segundo a reação: $2\,HCl + Na_2CO_3 \rightarrow 2NaCl + CO_2 + H_2O$

- Pesar com precisão de 0,1 mg 0,1320 de carbonato de sódio diretamente no erlenmeyer de 250 mL;
- Adicionar 50 mL de água desionizada;
- Adicionar 3 gotas de indicador alaranjado de metila solução 0,1%.;
- Titular com a solução de HCl 0,1 mol/L até a mudança de cor do amarelo para alaranjado.

m..... / m ...../ m.....
Calculos:
Conc. Real HCl = ((massa (g) *pureza / 106)*2)/ volume gasto (L)
Fc = (conc. Real / conc. Teórica)
Pureza = (valor que consta no frasco do reagente / 100)

2) A solução de NaOH é padronizada com o padrão primário biftalato ácido de potássio PA previamente seco por 3 a 4 horas a 120° C.

Segundo a reação: $KH(C_8H_4O_4) + NaOH \rightarrow KNa(C_8H_4O_4) + HOH$

- Pesar com precisão de 0,1 mg 0,7500 de biftalato ácido de potássio diretamente no erlenmeyer de 250 mL;
- Adicionar 50 mL de água desionizada,;
- Adicionar 3 gotas de indicador fenolftaleina solução alcoólica a 0,1% (m/v);
- Titular com a solução de NaOH 0,1 mol/L até a mudança de cor do incolor para levemente róseo.

m..... / m ...../ m.....

Calculos:
Conc. Real NaOH = ((massa*pureza / 204,22)/ volume gasto (L)

Fc = (conc. Real / conc. Teórica)

Pureza = (valor que consta no frasco do reagente / 100)

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL – II PARTE

1. TÉCNICA UTILIZADA NO MÉTODO
Volumetria de neutralização utilizando instrumento.

2. OBJETIVOS
- Fazer uma curva de titulação que representa a neutralização entre ácido forte / base forte.
- Calcular a concentração do titulado utilizando a curva construída.

3. MATERIAIS E APARELHAGENS
Neste item o grupo deve organizar e preencher

4. REAGENTES E SOLUÇÕES
Neste item o grupo deve organizar e preencher

5. PRINCÍPIO / FUNDAMENTOS TEÓRICOS
O importante para esse tipo de titulação é **construir um gráfico** que mostre como o pH varia com a adição do titulante, com isso poderemos entender o que ocorre durante a titulação e posteriormente é possível interpretar uma curva de titulação experimental. A variação do pH próximo do ponto de equivalência é importante porque permite **escolher o indicador que dá o menor erro de titulação.**

Então o ponto final (ponto de equivalência) de uma análise volumétrica de neutralização pode ser determinado com o uso de indicadores (que mudam de cor em uma determinada faixa de pH) ou utilizando instrumentos (pH Metro).

6. PROCEDIMENTO
1. A curva deve mostrar a variação do pH em função do volume de base – Hidróxido de sódio .....mol/L que será adicionada a uma amostra de 50 mL de ácido clorídrico ..... mol/L.
O titulante então será .....
O titulado então será .....

2. A solução a ser titulada é colocada em um becker de 150 mL provido de um agitador magnético, adiciona-se a solução titulante em volumes relativamente grandes (1 a 5 mL) até perto do ponto de equivalência.

3. Como ambas as soluções são de concentração conhecidas e possível calcular o volume teórico para se atingir o ponto de equivalência – que deve ser tomado como referencia na titulação utilizando o pH Metro.
$M . V = M' . V'$
Ácido Base

4. Pode-se reconhecer a aproximação do ponto de equivalência pela mudança mais rápida das leituras de milivolts ou pH. Nas vizinhanças do ponto de equivalência devem-se adicionar volumes menores e iguais (0,1 – 0,05

mL). Deve-se aguardar, após cada adição de titulante, tempo suficiente para que o pH se estabilize antes da próxima adição. Deve-se ter o cuidado de obter vários pontos após a passagem pelo ponto de equivalência adicionando volumes de 0,5 – 1,0 mL. pg 191 vogel 10.7

5. Quando se usa um método instrumental é necessário calibrar o equipamento antes de usá-lo. Devemos fazer isso usando material de composição conhecida como referencia. Esses materiais são chamamos de padrões.

6. O medidor de pH (pH Metro) que vamos utilizar modelo Q-400A da Quimis tem eletrodo combinado (Ag/AgCl) e sensor de temperatura. Os pontos de calibração escolhidos, para essa análise, serão: pH =4,00 e 7,00. Que devem ser medidos várias vezes alternando-se de um padrão para outro até não ter mais necessidade de ajustes.
O bom funcionamento do eletrodo e pH Metro pode ser checado observando os seguintes pontos:

- ☼ No tampão pH 7,00 deve corresponder a 059 mV;
- ☼ A estabilização da leitura não deve ser lenta;
- ☼ O ajuste da calibração não deve ser até o final da escala do botão.

7. Instruções de uso do eletrodo combinado:

- ☼ Lavar o eletrodo com água desionizada, secar com papel absorvente e macio sem esfregar na membrana;
- ☼ Se houver bolhas no interior do eletrodo deve-se fazer agitação vertical para eliminá-las;
- ☼ Remover a tampa do orifício de entrada do eletrólito para estabelecer equilíbrio atmosférico, manter o volume do eletrólito $\pm$ 10 mm do orifício;
- ☼ Nunca deixar o eletrodo seco, utilizar solução de repouso;
- ☼ Sempre após o uso e **antes** de imergi-lo em outra solução o eletrodo deve ser lavado com bastante água desionizada, secado com papel absorvente sem esfregar a membrana;

7. RESULTADOS OBTIDOS

8. CÁLCULOS

9. CONCLUSÕES

10. PERGUNTAS

Pesquise o uso de indicadores em função do pH para determinar o ponto de equivalência em uma reação.

11. BIBLIOGRAFIA

Hrris, Daniel C. " Análise química quantitativa",6° ed- pg 219