



Volumetria de Neutralização Ácido-Base

Preparação & Padronização de Soluções

Volumetria de Neutralização Ácido-Base

1 – O que é um Processo de Titulação?

A Titulação é uma operação analítica utilizada em análises volumétricas com o objetivo de determinar a Concentração real das soluções.

Os principais materiais e reagentes a serem utilizados são:

- Bureta com capacidade de 25ml ou 50ml (aferida);
- Suporte universal;
- Garras para bureta;
- Frascos erlenmeyer;
- Pipeta volumétrica de 5.0ml ou 10.0ml;
- Pêra automática ou sifonada;
- Indicadores de titulação (para análises colorimétricas);
- pH-metro calibrado (para análises potenciométricas);
- Solução titulante (de concentração conhecida);
- Solução-Problema (ou titulada, cuja concentração será determinada).

Numa titulação ácido-base ocorre uma reação completa entre o ácido e a base, chamada de Neutralização, que pode ser expressa por:



Exemplos:

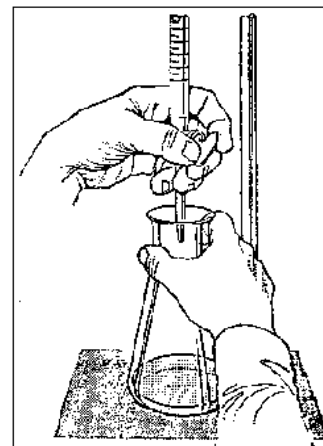


2 – Como se executa uma Titulação?

A Titulação consiste na adição lenta e controlada de uma solução de concentração previamente conhecida, chamada de Titulante, sobre outra solução de concentração desconhecida, chamada de Titulado, até que se atinja um ponto de equivalência ou equilíbrio iônico.

Titulado é uma solução de concentração desconhecida (o alvo da técnica) mas de volume rigorosamente medido quando transferido volumetricamente para um Erlenmeyer.

Titulante é uma solução de concentração rigorosamente conhecida e controlada, que ficará acondicionada dentro da bureta.



3 – Ponto de Equivalência

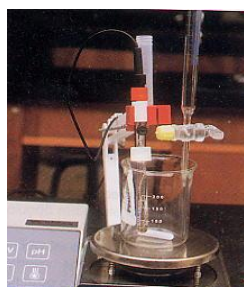
Também conhecido como "**ponto de equilíbrio**" é, rigorosamente, a altura da titulação em que a relação entre o número de moles do titulante adicionados é exatamente igual ao número de moles do titulado.

É previsto pela equação estequiométrica da reação, representado por:

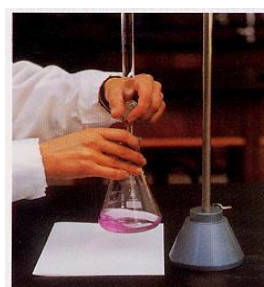
$$n_{\text{ácido}} = n_{\text{base}}$$

Existem duas técnicas para a determinação do Ponto de Equivalência:

Potenciométrico



Colorimétrico



3.1 Método Potenciométrico

Durante a titulação, introduz-se um eletrodo de pH no titulado, o que permite a medição real do valor do pH de momento.

Ao iniciar-se a titulação, a adição do titulante irá, lentamente, alterar o valor do pH até que este chegue ao neutro ou ao valor pré-determinado.

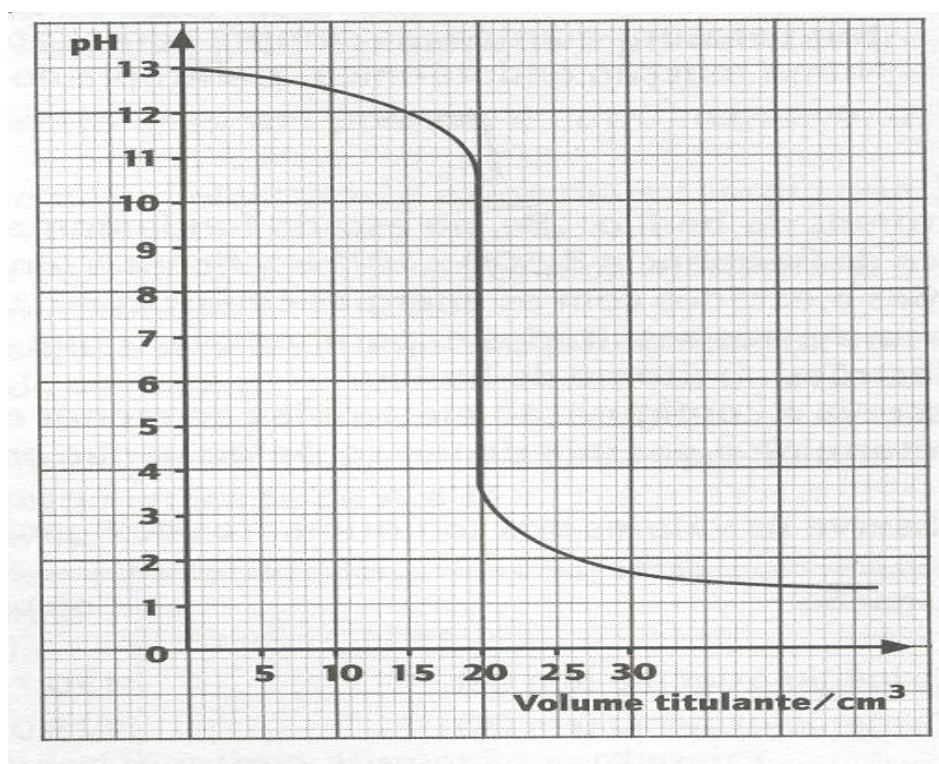
Neste momento deve-se interromper o processo de adição do titulante.

3.2 Método Colorimétrico

Antes de se iniciar a titulação, adiciona-se ao titulado um pequeno volume de um indicador ácido-base. A função desta substância é a identificação visual da mudança da cor quando se atinge o ponto de equivalência.

4 – Curvas de Titulação

É a representação do pH do titulado à medida que se adiciona o titulante.



As curvas de titulação permitem:

- identificar a titulação;
- identificar o titulante e o titulado;
- ler o volume de titulante gasto até o ponto de equivalência.

As titulações ácido-base podem ser de três tipos:

- Ácido Forte com Base Forte → o ponto de equivalência ocorre com **pH = 7**;
- Ácido Fraco com Base Forte → o ponto de equivalência ocorre com **pH > 7**;
- Ácido Forte com Base Fraca → o ponto de equivalência ocorre com **pH < 7**.

5 – Indicadores de Titulação

Substâncias que não participam da reação ou do equilíbrio iônico, cuja finalidade é prover mudança da cor quando tal equilíbrio for alcançado.

São soluções aquosas ou alcoólicas, além de alguns indicadores específicos serem adicionados ao titulante na forma sólida (pó). Tais quantidades devem ser as mínimas possíveis: miligramas quando se tratar de sólidos ou poucas gotas quando forem líquidos.

A adição em excesso de indicador certamente levará à uma errônea visualização do ponto de equilíbrio, comprometendo-se assim a Qualidade da análise.

Um indicador de titulação apresenta cores diferentes quando expostos à meio ácido e meio alcalino.



PRINCIPAIS INDICADORES ÁCIDO-BASE	Cor Inicial	Faixa de Mudança da Cor	Cor Final
Violeta de Metilo	Amarelo	0,0 - 1,6	Azul-púrpura
Azul de Timol	Vermelho	1,2 - 2,8	Amarelo
Amarelo de Metilo	Vermelho	2,9 - 4,0	Amarelo
Azul de Bromofenol	Amarelo	3,0 - 4,6	Violeta
Vermelho do Congo	Azul	3,0 - 5,2	Vermelho
Alararanjo de Metila	Vermelho	3,1 - 4,4	Amarelo
Púrpura de Bromocresol	Amarelo	5,2 - 6,8	Violeta
Azul de Bromotimol	Amarelo	6,0 - 7,6	Azul
Vermelho de Metila	Vermelho	4,4 - 6,2	Amarelo
Vermelho de Fenol	Amarelo	6,6 - 8,0	Vermelho
Azul de Timol	Amarelo	8,0 - 9,6	Azul
FENOLFTALEÍNA	Incolor	8,2 - 10,0	Rosa-carmim
Timolftaleína	Incolor	9,4 - 10,6	Azul
Amarelo de Alizarina R	Amarelo	10,1 - 12,0	Vermelho
Carmim de Indigo	Azul	11,4 - 13,0	Amarelo

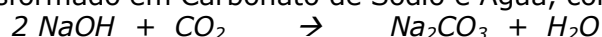
Preparação & Padronização de Soluções

Preparação de Soluções de NaOH & HCl

10.1 – Hidróxido de Sódio

Fórmula: NaOH	Densidade: 2.13 g/cm ³
Categoria: Base inorgânica	Número CAS: 1310-73-2
Massa Molar: 39,9971 g/mol	Ponto de Fusão: 322°C
Aspecto: Lentilhas incolores	DL ₅₀ : 273 mg/Kg
Solubilidade H ₂ O: 1.090 g/litro	NFPA: 3-0-2-Cor

O NaOH é um sólido muito higroscópico (absorve umidade do ar), além de reagir com o dióxido de carbono do ar, sendo transformado em Carbonato de Sódio e Água, conforme a equação:



Por esses motivos, as soluções de NaOH não devem ser preparadas diretamente, ou seja, por pesagem direta a conseqüente diluição com água. Se assim for feito, não há certeza da concentração real, pois uma parte da massa reagiria com a umidade e o gás carbônico presentes no ar, no momento da pesagem.

Deve-se tomar os devidos cuidados para manusear o NaOH. A água para diluição deverá ter, no mínimo, o grau de destilação, para minimizar-se a quantidade dissolvida de CO₂. O armazenamento destas soluções será feito em frascos plásticos porque o NaOH ataca o vidro, reagindo com os silicatos que o formam.

Seqüência lógica de passos para a preparação desta solução:

10.1.1 – Pesar rapidamente o NaOH para um copo becker de 250ml, aproximando-se o máximo possível da massa previamente calculada, anotando-a;

10.1.2 – Adicionar 100-150 ml de água. Agitar cuidadosamente até total dissolução da massa. Se necessário, utilizar uma bagueta de vidro. Esta dissolução libera calor de até 75°C;

10.1.3 – Transferir todo o conteúdo para um balão volumétrico previamente selecionado e preparado;

10.1.4 – Com auxílio de uma pisseta, lavar o interior do becker com água mais 4 vezes e transferir todos os volumes para o mesmo balão volumétrico. Esta operação garante que toda a massa de NaOH foi transferida;

10.1.5 – Completar o volume do balão volumétrico com água até o menisco, tampar bem e agitar cuidadosamente;

10.1.6 – Deixar o frasco em repouso (fechado) por cerca de 15 minutos;

10.1.7 – Se necessário, abrir o balão e completar novamente o menisco com água, repetindo-se a agitação final;

10.1.8 – Transferir o volume total do balão para um frasco de plástico PP/PVC previamente preparado e rotulado.

10.2 – Ácido Clorídrico

Fórmula: HCl	Densidade: 1.18 g/cm ³
Categoria: Ácido Inorgânico	Número CAS: 7647-01-0
Massa Molar: 36,46 g/mol	Pureza: 36 – 38%
Aspecto: Liq Transp Incolor	Pressão de Vapor: 4.26 Mpa 20°C
Solubilidade H ₂ O: 720 gramas/litro	NFPA: 3-1-0-Cor

Deve-se conhecer previamente a porcentagem de pureza e a massa específica do ácido, quando em estado líquido. No caso do reagente apresentar-se apenas na forma sólida, deve-se saber apenas a sua pureza.

10.2.1 – Transferir 100ml de água para um balão volumétrico previamente selecionado e preparado;

10.2.2 – Com auxílio de uma pipeta graduada, medir e transferir diretamente para o balão um volume de ácido puro, conforme os cálculos pré-efetuados. Deve-se saber antecipadamente a

Densidade e o Grau de Pureza do ácido;

10.2.3 – Após a transferência, homogeneizar bem o frasco e completar com água até o menisco;

10.2.4 – Tampar bem e agitar cuidadosamente;

10.2.5 – Deixar o frasco em repouso (fechado) por cerca de 15 minutos;

10.2.6 – Se necessário, abrir o balão e completar novamente o menisco com água, repetindo-se a agitação final;

10.2.7 – Transferir o volume total do balão para um frasco de plástico PP/PVC ou frasco de vidro âmbar (com a tampa externa e o batoque), previamente preparado e rotulado.

Padronização de Soluções de NaOH

Estas soluções podem ser padronizadas contra 2 tipos de padrões, chamados aqui de “Padrão Primário” ou “Padrão Secundário”.

O **padrão primário** é uma substância sólida e previamente preparada para pesagem, geralmente para eliminar-se o máximo possível de outras substâncias contaminantes e que poderiam interferir bastante no resultado final. Desta deve-se conhecer sua Massa Molar e sua Porcentagem de Pureza.

O **padrão secundário** é uma solução aquosa de força química contrária (ácido + base ou base + ácido) e já padronizada, armazenada, manipulada e corretamente identificada. Dela deve-se conhecer sua Normalidade real e seu fator de correção.

Toda e qualquer solução de padrão secundário foi preparada a partir de um padrão primário.

10.3 - Solução de Hidróxido de Sódio

10.3.1 – Padronização por Padrão Primário:

O **padrão primário** a ser utilizado na padronização de soluções alcalinas é o Hidrogenoftalato de Potássio, também conhecido por **Biftalato de Potássio**, de fórmula $KOOC(C_6H_4)COOH$ (ou $KHC_8H_4O_4$) e massa molecular de 204,23 gramas/mol. Deverá ser previamente desidratado em estufa por 1.1/2 hora a 110-120°C para eliminar-se quaisquer traços de água.

É um ácido relativamente fraco e, assim sendo, na titulação com soluções alcalinas é necessário o uso de indicadores como Fenolftaleína ou Azul de Timol.

1.1 - A massa a ser pesada da substância dentro de um erlenmeyer de 250ml (realizar no mínimo 3 provas) é diretamente proporcional à concentração da solução de NaOH e deverá obedecer à tabela-referência:

Normalidade Teórica	Massa de Biftalato
1.0 N	5,1 g
0.5 N	2,55 g
0.1 N	0,51 g
0.05 N	0,255 g
0.01 N	0,051 g

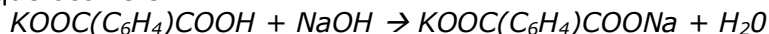
1.2 - Adicionar cerca de 100ml de água e agitar lentamente até a total dissolução do sal. Pode-se utilizar aqui um agitador magnético;

1.3 – Preparar corretamente uma bureta de 25ml com a solução recém-preparada de NaOH;

1.4 – Adicionar 6-8 gotas de indicador Fenolftaleína a cada uma das 3 provas e homogeneizar;

1.5 – Iniciar a titulação, gota-a-gota, até a mudança de coloração para um leve e persistente tom previamente conhecido;

1.6 – A reação que ocorre é:



1.7 – O cálculo a ser utilizado é:

$$\text{Normalidade do NaOH} = \text{Massa}_{BF} / \text{Volume}_{NaOH} \times 0,20423$$

onde:

massa_{BF} = massa de Biftalato de Potássio utilizada, em gramas;

volume_{NaOH} = volume consumido da solução de NaOH, em mililitros;

0,20423 = miliequivalente do Biftalato de Potássio.

1.8 – As diferenças entre todos os resultados não deverão ser superiores a 10% entre eles. Em caso de dúvida, descartar todas as provas e reiniciar todo o processo;

1.9 – O resultado final será a média aritmética de todas as provas consideradas válidas e deverá conter, no máximo, 3 casas decimais.

10.3.2 – Padronização por Padrão Secundário:

Neste tipo de procedimento, a neutralização é total, pois trata-se de uma base forte reagindo com um ácido forte. O indicador de titulação selecionado deverá estar próximo da faixa de neutralidade, como o Azul de Bromotimol, por exemplo.

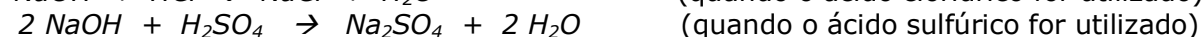
2.1 – Realizando-se no mínimo 3 provas, transferir para um erlenmeyer de 250ml um volume de 10,0ml da solução recém-preparada de NaOH;

2.2 – Adicionar 100ml de água mais 6-8 gotas do indicador de titulação e homogeneizar bem;

2.3 – Preparar uma bureta de 25ml com solução-padrão de Ácido Clorídrico ou Ácido Sulfúrico de Normalidade (ou Molaridade) similar à desejada para a solução de NaOH;

2.4 – Iniciar a titulação, gota-a-gota, até a mudança de coloração para um evo e persistente tom previamente conhecido;

2.5 – As reações que ocorrem são:



2.6 – O cálculo a ser utilizado é:

$$N_1 \times V_1 = N_2 \times V_2$$

onde:

N_1 = Normalidade real do ácido utilizado;

V_1 = Volume consumido de ácido na bureta, em mililitros;

N_2 = Normalidade a ser calculada (da solução de NaOH);

V_2 = Volume transferido de NaOH para o erlenmeyer.

10.4 - Solução de Ácido Clorídrico

10.4.1 – Padronização por Padrão Primário:

O padrão primário a ser utilizado na padronização de soluções ácidas é o **Carbonato de Sódio** Na_2CO_3 cuja massa molar é 53 gramas. Deverá ser previamente seco em estufa a 150-160°C por 2 horas e depois resfriado em dessecador. Esta substância deverá ser armazenada dentro do dessecador quando não estiver em uso por ser altamente higroscópica.

10.4.1.1 – Pesem em um erlenmeyer previamente limpo e seco uma massa de Carbonato de Sódio dessecado conforma a tabela:

Normalidade Teórica	Massa de Carbonato
1.0 N	2.2 ± 0.01g
0.5 N	1.1 ± 0.01g
0.2 N	0.44 ± 0.01g
0.1 N	0.22 ± 0.01g
0.04 N	0.176 ± 0.001g

10.4.1.2 – Adicionar 50-60ml de água destilada e homogeneizar bem até completa dissolução;

10.4.1.3 – Adicionar 8-10 gotas de indicador Vermelho de Metila 0.1% alcoólico e titular com a solução de ácido até a viragem da cor amarela para a vermelha. Essa tonalidade deverá permanecer por 25-30 segundos;

10.4.1.4 – Executar esta operação em triplicata e obter o valor médio dos volumes consumidos de ácido;

10.4.1.5 – O cálculo será expresso por:

$$A = B / (0.053 \times C)$$

Onde:

A → Normalidade real da solução de ácido clorídrico

B → Massa de carbonato de sódio pesada (em gramas)

C → Volume médio gasto da solução preparada

0.053 = Miliequivalente do Na_2CO_3

10.4.2 – Padronização por Padrão Secundário

Devem-se utilizar todos os conceitos teóricos vistos no item 10.3.2 sendo que o titulante agora será uma solução recentemente padronizada de um hidróxido forte (Sódio ou Potássio) e o titulado será a própria solução de ácido clorídrico preparada.

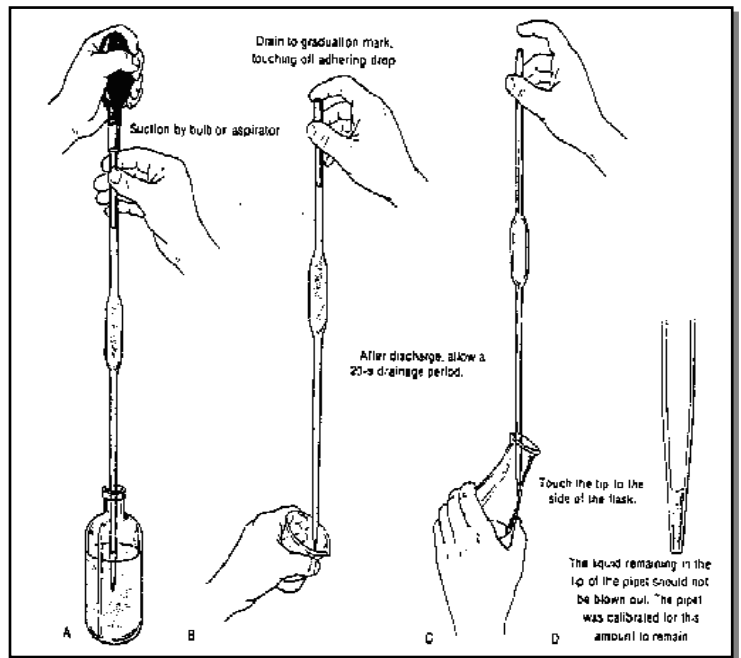
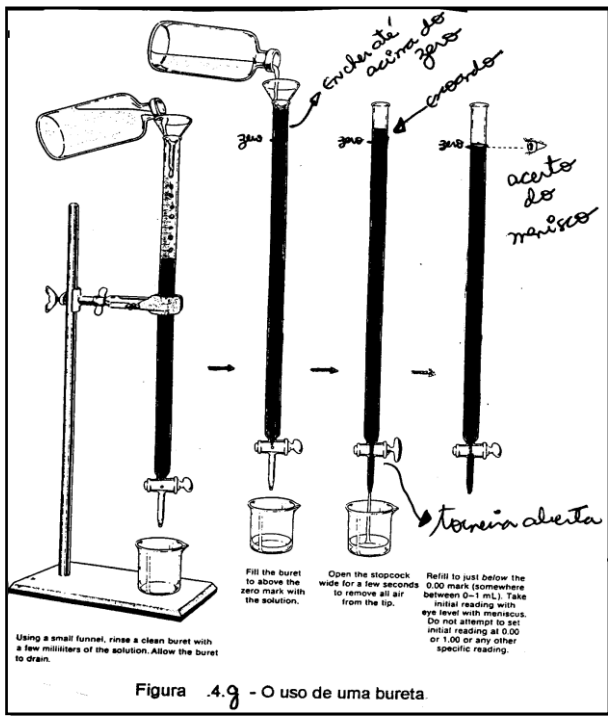
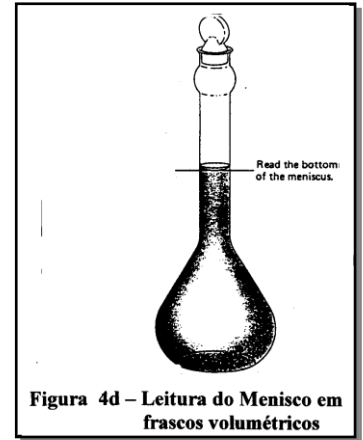
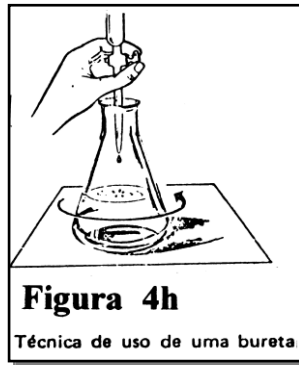
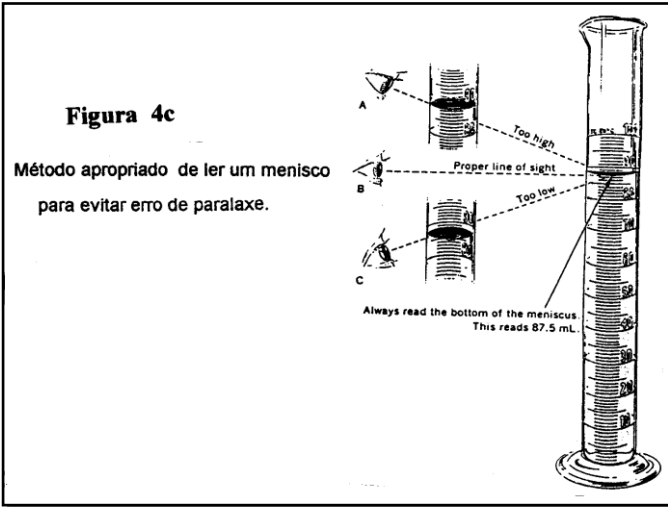
Finalmente, identificar corretamente a solução preparada com um **rótulo**, cujas informações deverão conter, no mínimo:

Solução Aquosa de _____ (nome do soluto)		
"x" N/M (Normalidade ou Molaridade Real)		
Padronizada em: mm/aaaa		
Válida até: mm/aaaa		
Preparada por _____ (aluno ou grupo)		
Corrosivo? [] S [] N	Inflamável? [] S [] N	Perigoso? [] S [] N

Constantes físicas dos principais solutos

Soluto	Estado Físico	Aspecto Visual	Massa Específica (20°C)	Porcentagem de Pureza
Ácido Clorídrico	Líquido	Transparente & Incolor	1.190	37
Ácido Sulfúrico			1.840	97
Ácido Nítrico			1.420	70
Ácido Fosfórico			1.710	85
Ácido Acético			1.050	99.5
Hidróxido de Amônio			0.910	28
Hidróxido de Potássio	Sólido	Lentilhas Brancas	-X-	85
Hidróxido de Sódio				98
Carbonato de Sódio		Pó Branco		99.5

Dica
Manuseio de Vidrarias



PROPRIEDADE INTELECTUAL
É vedada a reprodução deste conteúdo sem o prévio consentimento do autor.