

NOÇÕES DE TITULAÇÃO

10
aula

META

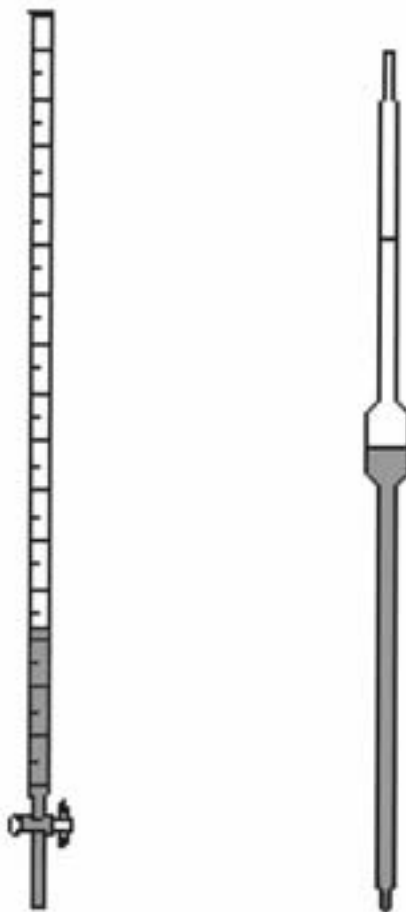
Determinar a concentração de HCl por volumetria de neutralização, utilizando indicador ácido-base.

OBJETIVOS

Ao final da aula, o aluno deverá:
fazer medidas de volume usando bureta e pipeta;
detectar o ponto final da titulação através de indicador visual;
fazer os cálculos de concentração a partir da análise volumétrica;
e determinar a concentração de ácido por reação ácido-base.

PRÉ-REQUISITOS

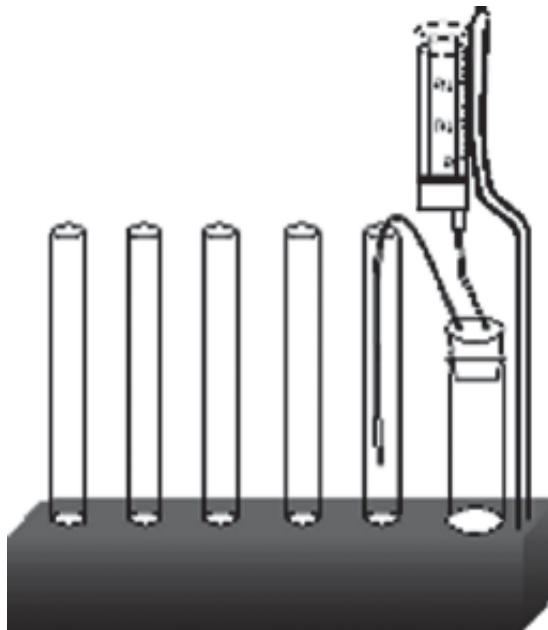
Ter assimilado o conteúdo das aulas 01 a 09



Olá, caro aluno ou aluna! Com esta aula, estamos concluindo a Unidade I desta disciplina do curso de Química. Espero ter contribuído para agregar valor ao seu aprendizado, dentro desses conhecimentos imperiosos para a profis-

INTRODUÇÃO

são de Química. Vamos, então, para a última aula? A determinação da quantidade de uma substância dissolvida em um solvente qualquer geralmente pode ser feita por uma técnica denominada titulação. Basicamente, faz-se reagir uma solução de concentração conhecida (titulante) adicionando continuamente uma solução de concentração desconhecida (titulado) na presença de uma substância que indica o término da reação. A partir dos volumes de reação e do conhecimento da estequiometria da reação química, é possível determinar a concentração da solução desconhecida.



Estequiometria.

O processo de titular um ácido por uma base, ou vice-versa, consiste em adicionar gota a gota a solução de um deles a uma solução de outro até que as quantidades de H^+ (aq) e OH^- (aq) sejam iguais. Se isto for feito usando soluções de HCl e NaOH, a solução resultante terá $H^+ = OH^- = 10^{-7}$ M, quando forem misturadas quantidades exatamente iguais de ácido e base de mesma concentração. Este é o ponto de EQUIVALÊNCIA na titulação onde existe uma exata correspondência às relações estequiométricas que presidem a reação.

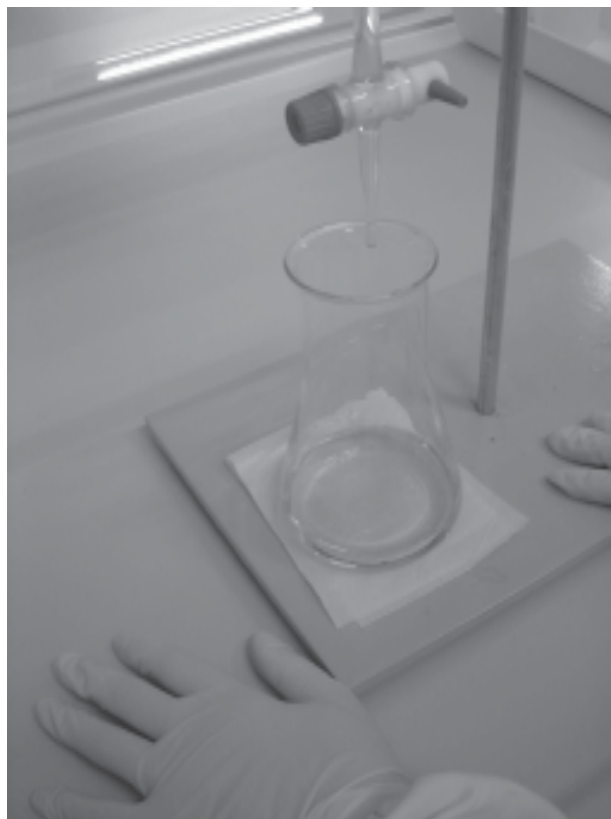
O ponto da titulação em que alguma indicação assinala o término da reação é chamado PONTO FINAL. A diferença entre o ponto final e ponto de equivalência constitui o ERRO DA TITULAÇÃO.

A primeira vista pode se pensar que a reação entre quantidades equivalentes de um ácido e uma base resultaria sempre em uma solução neutra. Entretanto, isto não é sempre verdade em virtude dos fenômenos de hidrólise que acompanham as reações entre ácidos e bases fracas ou vice-versa.

Para identificarmos que o ponto final da titulação foi alcançado, fazemos uso dos INDICADORES, isto é, compostos orgânicos que se comportam como ácido fraco ou base fraca mudando de coloração numa determinada faixa de pH. Podemos citar como exemplo a FENOLFTALEÍNA, que adquire coloração rósea em meio básico e é incolor em meio ácido.

Indicando-se a titulação com uma solução ácida contendo fenolftaleína, a solução será incolor. À medida que a

TITULAÇÃO QUANTITATIVA



O ponto final da titulação (paginas.fe.up.pt)

solução de NaOH é adicionada lentamente, a solução permanecerá incolor até que a base seja suficiente para neutralizar todo o ácido. Adicionando, então, uma pequena quantidade de base, a solução se tornará rósea. Observando com cuidado, é possível ver a gota da base que provoca a mudança de cor.

Soluções de mesma normalidade reagem, entre si, volume a volume. Soluções de diferentes normalidades reagem, entre si, em volumes inversamente proporcionais às suas normalidades.

No processo de titulação, fazemos uso de uma solução problema, cuja concentração desejamos determinar, e de uma solução titulação de concentração exatamente conhecida que nós denominamos de Solução Padrão. O preparo de uma solução padrão requer o uso de um reagente quimicamente puro com composição perfeitamente definida. Os reagentes com essas características são denominados de Padrões Primários.

Sabendo-se, pois, que V_1 mL de uma solução de normalidade N_1 de uma substância A, reage exatamente com V_2 mL de uma solução de normalidade N_2 , de uma substância B, estabelece-se que:

$$V_1 N_1 = V_2 N_2$$

Na execução do método, mede-se exatamente por meio de uma pipeta volumétrica um volume da solução de normalidade N da substância A. Este volume é colocado em um erlenmeyer ao qual adicionamos algumas gotas de um indicador adequado.

Lava-se a bureta 2 a 3 vezes com porções de 5 mL - de solução de normalidade N conhecida - da substância B, enche-se a bureta com esta solução acima de “zero” e ajusta-se o volume a “0” mL.

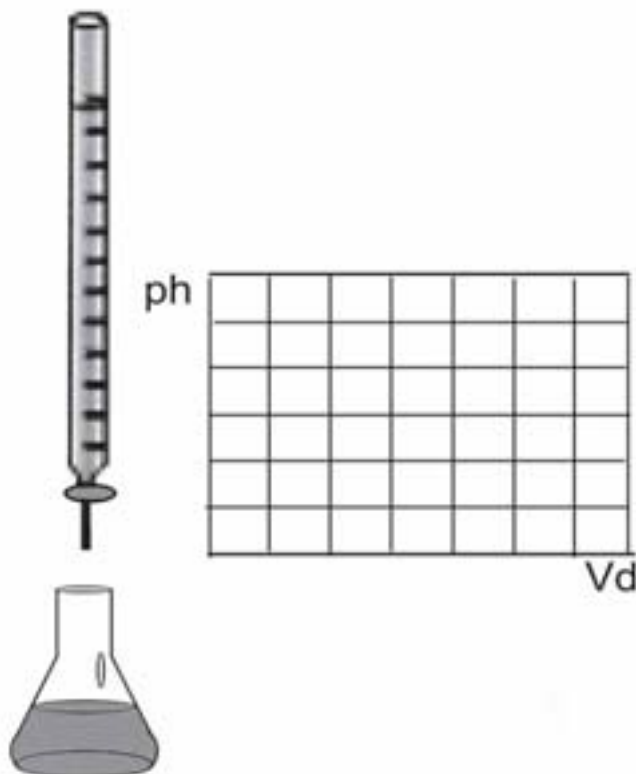
Goteja-se a solução da bureta no erlenmeyer sob contínua agitação até que reaja toda a solução nele contida.

Lê-se, na bureta, o volume V_1 gasto e calcula-se então a normalidade da solução desconhecida através da reação.

USO DA BURETA

O escoamento da bureta deve ser feito com ela fixa, em posição vertical, por meio de um suporte próprio. A torneira deve ser operada com a mão esquerda (um indivíduo canhoto deverá proceder de modo inverso). Uma vez fechada a torneira depois do escoamento do líquido, a fração da gota que permanece na ponta deve ser retirada, tocando a bureta com a parede interna do recipiente para o qual escoo o líquido. A leitura da bureta deve ser feita ao nível da posição inferior do menisco, exceto nos líquidos de forte coloração, e com vista no mesmo plano horizontal, para evitar o erro de paralaxe. Nas buretas de graduação ao décimo o volume deve ser estimado até $\pm 0,01$ mL.

A bureta deve ser lavada com porções de 5 mL da solução que vamos usar. Deixe alguns mL escoar pela torneira. A seguir a bureta é colocada em posição horizontal e, com um movimento lento de rotação, derrame lentamente o resto da solução pela parte superior. Certifique-se de que a solução molhou a parte interna por completo.



- Encha a bureta até 1 a 2 cm acima do zero e ajuste o volume a "0" mL.
- Anote a leitura inicial da bureta, que não precisa ser obrigatoriamente *igual a 0,00* mL.
- Sempre que usar a bureta deverá proceder como foi indicado.

PREPARO E PADRONIZAÇÃO DA SOLUÇÃO DE HCL

SOLUÇÃO DE ÁCIDO CLORÍDRICO - HCl

O ácido clorídrico não é um padrão primário e, por isso, torna-se necessário padronizá-lo. Sabe-se que uma solução saturada desse gás fornece uma solução a 35,6% em peso de HCl, com uma densidade $d = 1,18\text{g/mL}$.

$$M.M._{\text{HCl}} = 36,5$$

A. PREPARO DA SOLUÇÃO DE HCl $\pm 0,1\text{M}$

- 1- Verificar, no rótulo do frasco, a densidade e a porcentagem em peso do HCl concentrado.
- 2- Calcular o volume do ácido para preparar 1000mL da solução $\pm 0,1\text{M}$.
- 3- Medir, em cilindro graduado, o volume calculado de HCl concentrado p. a..
- 4- Colocar $\pm 250\text{mL}$ de água destilada em um cilindro graduado de 500mL e juntar o volume medido do ácido.
- 5- Completar o volume de 1000mL com água destilada. Homogeneizar a solução com um bastão de vidro.
- 6- Colocar a solução em frasco de vidro limpo e lavado com pequena porção do ácido preparado. Rotular.

B. PADRONIZAÇÃO DA SOLUÇÃO DE HCl COM CARBONATO DE SÓDIO Na_2CO_3 .

O carbonato de sódio é um padrão primário. Dois pontos de inflexão são observados nesta titulação. O primeiro ponto ocorre a

pH 8,3 e corresponde a conversão de carbonato (CO_3^{2-}) a hidrogênio carbonato (HCO_3^-); o segundo ponto de inflexão ocorre a pH 3,8 e envolve a formação de ácido carbônico (H_2CO_3). O segundo ponto é sempre usado para a padronização porque a mudança de pH aqui é maior do que ao primeiro ponto. Aquecimento da solução elimina o tampão $\text{H}_2\text{CO}_3/\text{HCO}_3^-$, possibilitando uma melhor visualização da mudança de coloração do indicador.

$$\text{M.M.}_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = 106$$

1. Pesar, exatamente, de 0,2000 a 0,2500g de Na_2CO_3 , seco em estufa a 270-300°C durante 30 minutos e transferir para um erlenmeyer de 250mL.
2. Dissolver em 25mL de água destilada e adicionar 2 a 3 gotas do indicador metil Orange,.
3. Lavar a bureta 3 vezes com porções de 5mL da solução ácida preparada. Encher a bureta até 1 a 2 cm acima do zero e ajustar o volume a 0 mL.
4. Titular com a solução de $\text{HCl} \pm 0,1\text{M}$ até viragem do indicador para alaranjado.
5. Repetir a padronização com outra porção de Na_2CO_3 .

Observação:

Para melhor precisão da análise, é conveniente efetuar um ensaio em branco, que consiste em adicionar a $\pm 60\text{mL}$ de água destilada, 2 a 3 gotas de metil orange e solução de $\text{HCl} \pm 0,1\text{M}$ até viragem do indicador. Gasta-se, geralmente, uma a duas gotas.

As determinações devem ser efetuadas em triplicata. A

titulação deve ser conduzida lentamente, controlando o fluxo do titulante contido na bureta com a mão esquerda.

C- CÁLCULO

1. A partir da massa de Na_2CO_3 e do volume de ácido gasto na titulação, calcular a molaridade exata da solução.
2. A partir da molaridade média da solução, expressar os resultados em termos de Intervalo de Confiança.
3. Ajustar a molaridade se necessário.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL:

Inicialmente devemos preparar soluções de NaOH com concentrações diferentes. A seguir, vamos determinar as concentrações destas soluções de NaOH, titulando com uma solução padrão de HCl.

No preparo das soluções tome muito cuidado para evitar perdas de material. A manipulação da solução deve ser em frascos volumétricos.

TITULAÇÃO DAS SOLUÇÕES DE NaOH COM SOLUÇÕES DE HCl

O título (concentração) da solução de HCl está anotado no frasco disponível no laboratório. Anote, pois será necessário para os cálculos subsequentes.

Obtenha duas buretas limpas de 50 mL. Preencha-as com água destilada e faça um teste para verificar a não ocorrência de vazamento nas torneiras. Enxágüe uma das buretas com a solução de NaOH preparada e outra bureta lave com solução padrão de HCl. Depois de enxugar as buretas por fora, preencha cada uma delas com as respectivas soluções. Cuidadosamente, deixe escoar a solução de cada bureta até a marca zero, posicionando a parte inferior do menisco nesta marca.

Verifique se a parte inferior da bureta (abaixo da torneira) foi totalmente preenchida com a solução (a presença de bolhas de ar pode causar erro na medida do volume). Transfira 20,0 mL da solução de HCl, contida na bureta, para um erlenmeyer de 250 mL. Em seguida, adicione 3 gotas de solução de fenolftaleína.

Segure o gargalo do erlenmeyer com uma das mãos e com a outra manipule a torneira da bureta contendo a solução de NaOH 0,2 mol/L de acordo com o *procedimento descrito anteriormente*.

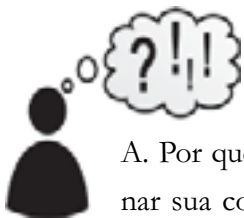
Titule lentamente, agitando sempre em movimento circular. Continue titulando o HCl com o NaOH até aparecer uma leve cor rósea. Se a cor desaparecer ao agitar a solução adicione mais solução de NaOH, gota a gota, até obter uma cor permanente por 10-15 s. *Cuidado* para não ultrapassar o ponto de viragem. Anote o volume gasto.

Preencha novamente a bureta e titule outra alíquota de HCl para se ter valor em duplicata. Use o valor médio.

Siga o mesmo procedimento no caso da solução diluída de NaOH 0,05 mol/L, usando a solução padrão de HCl de menor concentração (anote este valor).



Titulação das soluções (paginas.fe.up.pt)



ATIVIDADES

- A. Por que é necessário titular as soluções de NaOH para determinar sua concentração com precisão?
- B. Este procedimento é sempre necessário?
- C. Comente quais as etapas do procedimento experimental que podem causar erros no resultado final.
- D. Como você faria para preparar uma solução de HCl 0,1 mol/L. Comente sobre o material volumétrico necessário para esta preparação e a sua manipulação. Como esta solução pode ser padronizada? Consulte a literatura.
- E. Qual é a função da fenolftaleína? Por que usamos só 3 gotas?
- F. Por que é necessário titular as soluções de NaOH para determinar sua concentração com precisão?
- G. Este procedimento é sempre necessário?
- H. Comente quais as etapas do procedimento experimental que podem causar erros no resultado final.
- I. Como você faria para preparar uma solução de HCl 0,1 mol/L. Comente sobre o material volumétrico necessário para esta preparação e a sua manipulação. Como esta solução pode ser padronizada? Consulte a literatura.
- J. Qual é a função da fenolftaleína? Por que usamos só 3 gotas?

A titulação é uma operação feita em laboratório para determinar a concentração de uma solução a partir de outra cuja concentração é conhecida. Além dos cálculos de concentração que vimos na aula anterior, desenvolvemos no experimento de titulação a habilidade para fazer medidas de volume, usando bureta e pipeta previamente calibradas e a percepção visual para detectar o ponto final da titulação através da mudança de cor do indicador. Por fim, determinamos a concentração de uma solução de NaOH pelo uso de uma solução padronizada de HCl através da titulação. Os domínios dos cálculos e do procedimento experimental da titulação são de grande importância para o químico que utiliza esta metodologia em muitas situações. Para que se tenha idéia, a titulação pode ser empregada tendo como base não apenas as reações ácido-base, mas também as reações de precipitação, complexação e óxido-redução.

CONCLUSÃO

RESUMO



Nesta aula nós vimos uma importante operação laboratorial chamada titulação, na qual, a partir de uma solução de composição e concentração conhecidas, nós podemos obter a concentração de outra solução, utilizando como princípio o equilíbrio químico. Uma vez que ao adicionarmos uma quantidade mínima de excesso do titulante, observamos que o mesmo reage com o indicador visual, podemos considerar o ponto final do experimento (mudança de cor do indicador) como praticamente igual ao ponto de equivalência que nada mais é do que o equilíbrio da reação do titulado com o titulante. Para exemplificar, utilizamos um sistema ácido-base para determinar a concentração de NaOH a partir de uma solução padronizada de HCl. A titulação é empregada em muitos sistemas que utilizam o equilíbrio de reações ácido-base, bem como reações de precipitação, complexação e óxido-redução. Além de desenvolver a habilidade para realização do experimento com precisão, é importante que o químico desenvolva a habilidade de realizar cálculos de concentração baseados no equilíbrio químico e, desta forma, possa concluir satisfatoriamente o seu trabalho.

REFERÊNCIAS

- BERAN, J. A., **Laboratory manual for principles of general chemistry**. 5 ed. New York: John Wiley & Sons, 1994.
- BETTELHEIM, Frederick A.; LANDESBURG, Joseph M. **Laboratory experiments for general, organic and biochemistry**. 5 ed. New York: Saunder College Pub, 2006.
- BRADY, J.; HUMISTON, G. E. **Química geral**. cap. 1 e 6, Rio de Janeiro: Ed. Livros Técnicos e Científicos S.A., 1996.
- BROWN, T. L.; LEMAY JR.; BURSTEN, R. E., **Chemistry: the central science**. 7 ed. Prentice Hall, 1997.
- GIESBRECHT, E. et al. **Experiências de Química, técnicas e conceitos básicos**: PEQ Projetos de Ensino de Química. São Paulo: Ed. Moderna, Ed. da Universidade de São Paulo, 1979.
- MALM, L. E. **Manual de laboratório para química - uma ciência experimental**. 4 ed.. Lisboa: Ed. Fundação Calouste Gulbenkian, 2000.
- RUSSELL, J. B. **Química geral**. 2 ed. vol.1. São Paulo: Ed. Makron Books, 1994.
- SILVA, R. R.; BOCCHI, N.; ROCHA-FILHO, R. C., **Introdução à química experimental**. São Paulo: Mcgraw-Hill, 1990.
- SKOOG, A. S. et al. **Fundamentos de química analítica**. São Paulo: Ed. Thomson Learning, 2005.