

# Actividade Experimental

## Volumetria Ácido - Base

### 1. Breve Referência Teórica

Uma das técnicas mais importantes em Química Analítica é a **titulação**. Esta técnica permite determinar a concentração ou **título** de uma solução através da **reacção completa** com outra solução de concentração conhecida.

A titulação realiza-se pela adição de uma solução contida numa bureta, o **titulante**, a uma solução contida num balão de erlenmeyer, o titulado, até que se atinja o **ponto de equivalência**.

Na **titulação ácido - base** determina-se a concentração de um ácido fazendo-o reagir com uma base de concentração conhecida, ou a concentração de uma base fazendo-a reagir com um ácido de concentração conhecida.

O ponto de equivalência é a altura da titulação em que o titulado reagiu completamente com o titulante. No caso de uma titulação ácido - base, no ponto de equivalência o ácido e a base encontram-se nas **proporções estequiométricas** da reacção.

#### Como se detecta o ponto de equivalência?

À medida que se adiciona titulante ao titulado o pH deste vai variando. Perto do ponto de equivalência há uma variação brusca de pH, o que permite a sua detecção, utilizando, por exemplo, um indicador ácido - base adequado. Contudo, normalmente é detectado o ponto final da titulação, pois basta adicionar apenas uma gota a mais para ser ultrapassado o ponto de equivalência.

Se utilizarmos um eléctrodo de pH, é possível acompanhar a variação do pH do titulado à medida que decorre a titulação e determinar o ponto de equivalência a partir da análise da curva de titulação.

### 2. Objectivos

Este trabalho tem por objectivo determinar a concentração desconhecida de uma amostra de ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ), através de uma titulação com hidróxido de potássio (KHO), recorrendo a um SATD (sistema de aquisição e tratamento de dados) da Casio.

#### Material

- Suporte Universal
- Garras e nozes
- Bureta
- Funil de vidro
- Gobelés
- Pipeta volumétrica de 20 mL

#### Reagentes

- Ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) de concentração desconhecida
- Hidróxido de potássio (KHO) de concentração  $0,20 \text{ mol dm}^{-3}$
- Indicador de pH azul de bromotimol

- Pompete
- Erlenmeyrs
- Agitador magnético
- Placa com agitação magnética
- Esguicho de água destilada
- Máquina de calcular Casio, analisador de dados e cabos de ligação e eléctrodo de pH

### 3. Procedimento

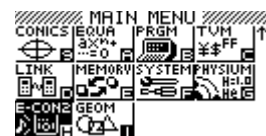
1. Passe a bureta pela solução de base que irá utilizar;
2. Prenda a bureta ao suporte universal, utilizando as garras e as nozes, de acordo com a figura;
3. Encha a bureta com a solução titulante ( $\text{KHO}$ ,  $0,20 \text{ moldm}^{-3}$ ), para acertar o volume coloque um gobelé por baixo e deixe escorrer solução (controlando com a torneira) até acertar o volume;
4. Com a pipeta e o auxílio de uma pompete, meça rigorosamente  $40,0 \text{ mL}$  da solução ácida ( $\text{HNO}_3$ ) e transfira para o erlenmeyer;
5. Adicione 3 gotas de indicador (azul de bromotimol) e, introduza o agitador magnético;
6. Por baixo da bureta coloque a placa com agitação magnética e sobre esta o erlenmeyer anteriormente preparado.



Montagem da bureta

### PREPARAÇÃO DO MATERIAL CASIO

1. Ligue a máquina e escolha o menu **E-CON2**;
2. Aparece o seguinte ecrã, onde deverá premir **F1** para proceder à preparação da experiência;
3. Após premir **F1** opte por **F2** (ADV), para poder programar a experiência;
4. Para escolher o canal (Channel) prima **1**;



```

EA-200 Controller
F1: Setup EA-200
F2: Setup Memory
F3: Program Converter
F4: Start Sampleline
F5: Graph Analysis
SET MEM PROG ISTRT GRPH HELP
  
```

```

EA-200 Controller
F1: Setup EA-200
F2: Setup Memory
F3: Program Converter
F4: Start Sampleline
F5: Graph Analysis
ADV ADV
  
```

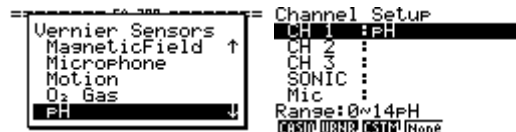
```

Advanced Setup for EXPERT
01: Channel
L2: Sample
L3: Trisser
L4: Graph
L5: Custom Probe
L6: Initialize
ISTRT MLTI MEM PROG GRPH IABT
  
```

5. Como o eléctrodo de pH não é um sensor casio, deve optar por **F2** (VRNR – sensor vernier);

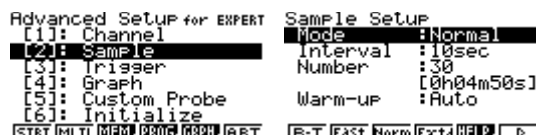


6. Com o cursor, faça baixar o menu, até encontrar a opção pH e prima **EXE**;



7. Prima a tecla **EXIT** e escolha a opção Sample (tecla **2**) e insira as seguintes instruções:

Mode: Normal  
Interval: 10 seg  
Number: 30  
Warm-up: Auto



8. Prima a tecla **EXIT**, e escolha a opção **STRT** (**F1**) para dar início à captura de dados. O Aparecimento deste ecrã lembra que, além de todos os procedimentos anteriores, deverá efectuar as ligações:

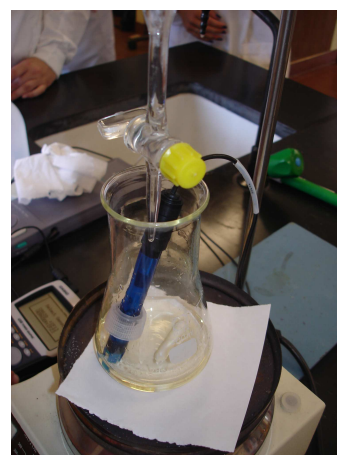
- da máquina ao analisador de dados
- do sensor de pH ao analisador de dados
- Ligar o analisador de dados

```

===== EA-200 =====
*IS THE SENSOR CONNECTED?
*CONNECT LINK-CABLE FIRMLY!
*IS SAMPLING DONE?

Press:[EXE]
  
```

9. Quando premir **EXE**, a máquina automaticamente efectuará todas as operações necessárias para poder dar início à recolha de dados. Nesta altura, também deverá ter o eléctrodo de pH mergulhado na solução que se pretende titular.



#### 4. Início da Titulação – Cuidados a Ter

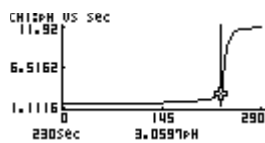
De acordo com o ponto 7 da **PREPARAÇÃO DO MATERIAL CASIO**, irá ser efectuada uma medida do valor de pH de 10 em 10s. Entre cada medição deverá ser adicionado 1 mL de solução titulante. Assim, na primeira medição, teremos o valor de pH da solução ácida, adiciona-se 1 mL de base e será realizada nova medição, repetindo-se o processo até terminar o tempo da experiência (4m50s).

Quando acabar o tempo de duração da experiência aparece o seguinte ecrã na máquina:

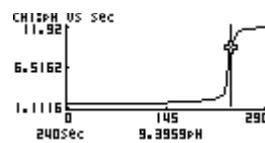


Neste gráfico temos a representação do valor de pH ao longo do tempo. Não temos a variação do valor de pH com o volume de titulante.

Ao premir as teclas **SHIFT** e **F1** e com o auxílio do cursor podemos verificar a alteração súbita do valor de pH:



pH = 3,06



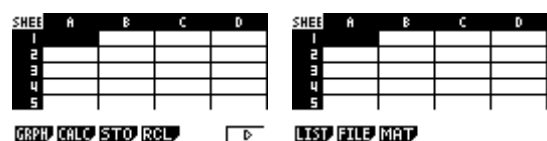
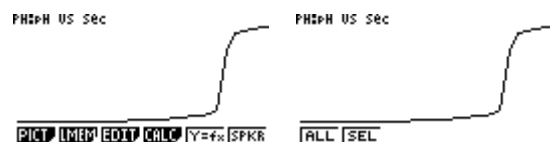
pH = 9,40

Contudo, não conseguimos ver o pH do ponto de equivalência e, não sabemos o volume de titulante adicionado até ao ponto de equivalência.

(NOTA: Nesta altura já não é necessário ter a máquina ligada ao analisador de dados)

## 5. Tratamento dos Dados Casio

1. Após concluída a experiência e, na janela do gráfico prima a tecla **OPTN**, seguida da tecla **F2 (LMEM)**, de forma a copiar os dados recolhidos para a folha de estatística;
2. Seleccione a opção **ALL (F1)** e, seleccione as listas para onde pretende copiar os dados. No final prima **EXE**.
3. Uma vez copiadas as listas de dados e, porque se torna mais fácil trabalhá-las no excel, podemos importá-las para este menu. Para isso, prima a tecla **MENU** e escolha o menu **S-SHT**.
4. Quando entra neste menu, prima **F6** até aparecer a opção **RCL (F4)**. Em seguida prima **F1** para aceder à opção **LIST**.
5. Ao chegar a esta janela indica-se qual a lista a copiar e qual a célula inicial onde se vai copiar a lista. Após esta indicação prima **F6 (EXE)**



EXE

## Importar os dados para o computador

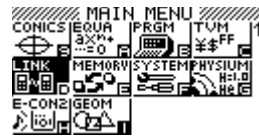
6. Deverá aceder ao software da casio FA-124, ligar a máquina ao computador e seleccionar o menu **LINK** e estabelecer as seguintes conduções:

Tipo de cabo: USB

Activ. Autom.: On

Captura: PC

A seguir prima a tecla **F1 (TRAN)** para a transferência dos dados.



Comunicação Dados

Tipo de cabo :USB

Activ. autom.:On

Captura :PC

[TRAN] [RECV] [CABL] [MAPE] [CAP]

7. Seleccione **F2** – memória arm e, a seguir F1 - seleccionar

Seleção tipo dados

F1:Memória principal  
F2:Memória arm.

Seleção tipo trans.

F1:Seleccionar

[MAIN] [MEM]

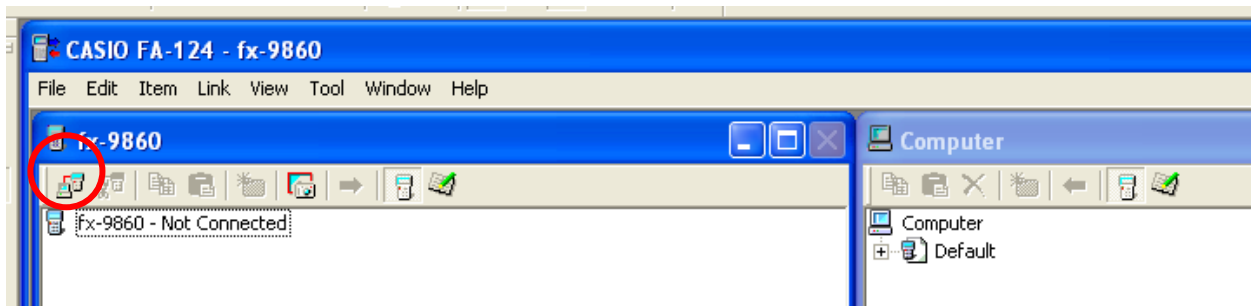
[SEL]

8. Na janela seguinte escolha ECON2.gla seguido de **F6 (TRAN)**

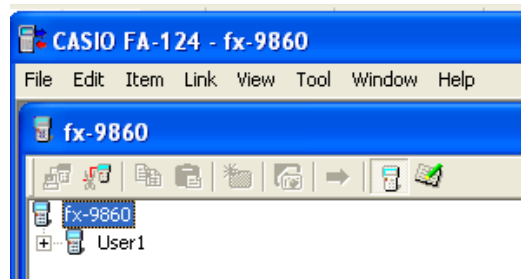
Mem. arm. [ : 142340 ]  
ECON2.gla : 142340  
GEOMETRY.gla:479476  
PHYSIUM.gla : 31976  
  
831232 Bytes Livres  
[SEL] [ALL] [TRAN]

Transmissão OK?  
Sim:[F1]  
Não:[F6]  
[SEL] [ALL] [TRAN]

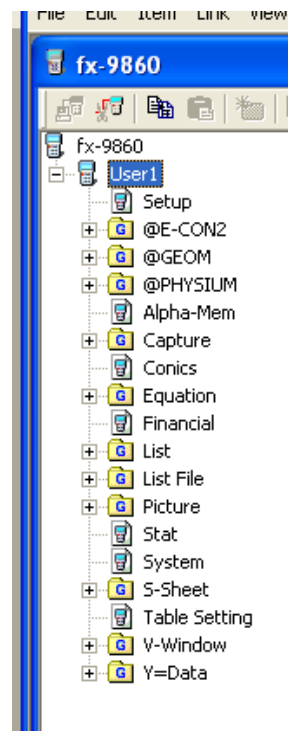
9. Deve premir o botão assinalado para permitir a transferência de dados da máquina para o PC



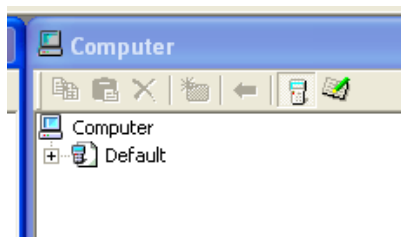
10. Quando terminar a transmissão de dados aparece a seguinte janela:



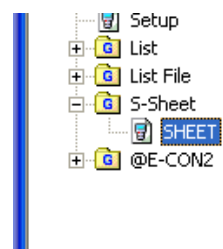
11. Quando se faz um duplo clic com o rato sobre o ícone da máquina User 1, aparecem todas as memórias copiadas



Se seleccionarmos a pasta das listas (LIST) e a correspondente ao excel (S-Sheet) podemos arrastá-las para a janela correspondente ao computador, e largá-las sobre o icon da máquina (Default)



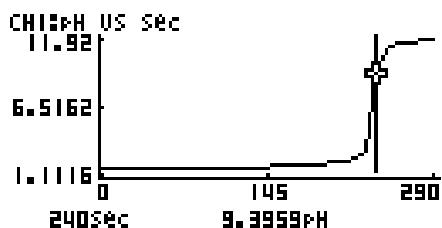
12. Ao fazer duplo clic com o rato sobre o ícone da máquina default, ficam expostos os ficheiros copiados. Ao seleccionar a pasta S-Sheet podemos aceder às listas de dados copiadas.



## 6. Tratamento dos Resultados

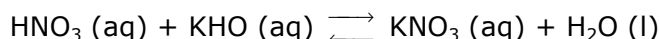
O nosso objectivo é descobrir o título da solução desconhecida.

Através da análise do gráfico correspondente à curva de titulação, não conseguimos detectar o ponto de equivalência, mas detectamos facilmente o ponto final da titulação:



A opção de realizar uma amostragem com um intervalo de tempo de 10 segundos serviria para podermos avaliar o volume de titulante adicionado. Assim, no ponto final da titulação temos um pH=9,4 e um volume de titulante adicionado de 24 mL de hidróxido de potássio.

Pela estequiometria da reacção, verificamos que a reacção se processa de 1:1



Assim, para o cálculo da concentração do ácido temos:

$$\text{Cálculo da quantidade de base gasta} - c = \frac{n}{V} \Leftrightarrow 0,20 = \frac{n}{0,024} \Leftrightarrow n = 4,8 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

$$n (\text{base}) = n (\text{ácido})$$

$$\text{Cálculo da concentração de ácido} - c = \frac{n}{V} \Leftrightarrow c = \frac{4,8 \times 10^{-3}}{0,040} \Leftrightarrow c = 0,12 \text{ moldm}^{-3}$$

Temos, então, que a concentração do ácido nítrico é  $0,12 \text{ moldm}^{-3}$

## 7. Bibliografia

Fiolhais, C. et all (2004). *11Q*. Lisboa. Texto editora

Dantas, M. C., Ramalho, M. D. (2004). *Jogo de Partículas*. Lisboa. Texto Editora

## 8. Breve reflexão sobre o trabalho

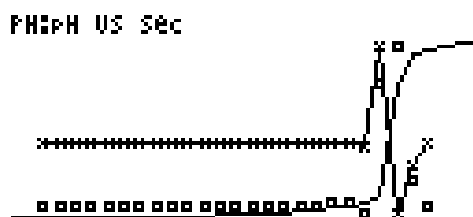
Após termos chegado a esta fase do nosso trabalho, somos invadidas por uma sensação de impotência.

Durante a realização experimental deste trabalho, percebemos que não poderíamos optar pela recolha de dados proporcionada pela opção *wizard*. Após termos realizado um primeiro ensaio recorrendo a essa opção, percebemos que nunca saberíamos qual o volume de titulante adicionado, uma vez que a sua adição era feita gota a gota. (tínhamos as listas correspondentes a estes dados, mas por acidente a lista correspondente ao tempo foi apagada).

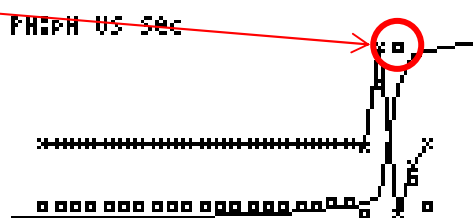
Tentamos uma nova abordagem em que, de alguma forma iríamos tentar controlar a variável volume de titulante adicionado. Pareceu-nos lógico que se tivéssemos um intervalo de tempo para a amostragem, poderíamos adicionar volumes controlados de titulante. Deste modo saberíamos sempre o volume de titulante adicionado.

Pelo que pudemos perceber no tratamento de resultados, apenas conseguimos detectar o ponto final e não o ponto de equivalência da titulação, o que nos leva à inclusão de uma fonte de erro, que poderá ser maior que no caso da titulação recorrendo apenas ao indicador calorimétrico.

Outra situação que tentamos, foi a obtenção dos gráficos da primeira e segunda derivadas da curva de titulação, pois estas permitiam obter o valor do ponto de equivalência. Conseguimos obter os gráficos:



Porém, não conseguimos retirar a informação necessária, isto é, a coordenada do ponto de equivalência:



É desta forma que, ao chegarmos ao fim desta actividade, concluímos que este método não nos permite controlar uma das principais variáveis na consecução de uma titulação, que para os alunos acabará por ser mais uma fonte de "ruído" que uma base para aquisição de conhecimentos.

Relativamente à cópia dos ficheiros para o computador, acabou por ser irrelevante uma vez que não é possível trabalhar com os dados recolhidos com o Microsoft Excel, uma vez que este aplicativo não tem a capacidade de abrir os dados recolhidos com a máquina.

#### **Autoras do Trabalho:**

**Isabel Pereira Tomás**

**Rosa Matias Carvalho**

**Sandra Gonçalves**

**João Catarino Costa**

**Trabalho Realizado na Escola Secundária de Santo André**

