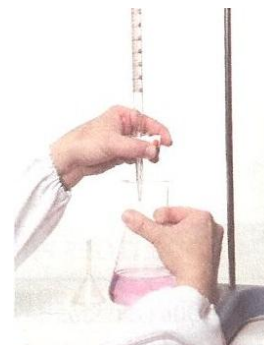


ACTIVIDADE LABORATORIAL – QUÍMICA 11º ANO

TITULAÇÃO ÁCIDO-BASE

Versão professor



O que se pretende:

- Conhecer processos para neutralizar resíduos de ácidos/bases no laboratório.
- Realizar tecnicamente uma titulação.
- Seleccionar indicadores adequados a uma titulação ácido forte-base forte, de acordo com a zona de viragem do indicador e a variação brusca do pH observada na curva de titulação.
- Determinar a concentração inicial em ácido por titulação volumétrica ácido forte-base forte.
- Determinar graficamente o ponto de equivalência e compará-lo com o valor teoricamente previsto.

Algumas notas prévias

As reacções de neutralização são usadas no tratamento físico-químico de resíduos perigosos. No laboratório podem existir resíduos de ácidos ou bases. Na eliminação destes utiliza-se uma solução de hidróxido de sódio ou potássio, se o resíduo for ácido, ou uma solução de ácido sulfúrico ou clorídrico, se o resíduo for básico. Por isso é importante conhecer o carácter químico dos resíduos e qual é a sua concentração. A forma de tratamento depende desta informação.

Se for conhecida a concentração inicial da solução ácida/básica a neutralizar, é possível calcular a quantidade de solução neutralizante necessária. Para isso recorre-se a uma titulação de ácido-base.

Na execução de uma titulação adiciona-se, gradualmente, a solução contida na bureta (titulante) à solução contida num gobelé ou erlenmeyer (titulado), até a reacção química entre as duas soluções ser praticamente completa. Neste momento diz-se que se atingiu o ponto de equivalência.

A detecção do ponto de equivalência é difícil, sendo, na prática, detectado o ponto final através da mudança de cor de uma substância intencionalmente adicionada, designada por indicador.

Como próximo deste ponto há uma variação brusca de pH que abrange um intervalo de valores bastante largo, o indicador adequado para uma titulação deve ser escolhido tendo em atenção que este deve ter uma zona de viragem que esteja contida no intervalo de valores de pH que corresponda àquela variação.

Verificar significados ...

Escrever uma **breve descrição** dos seguintes termos:

| Termo | Breve descrição |
|--------------------------|--|
| Titulação | Reacção para determinar a concentração de uma solução, a que se chama titulado, usando outra de concentração conhecida, o titulante. |
| Titulante | Solução com concentração conhecida, que se coloca na bureta. |
| Titulado | Solução cuja concentração se quer determinar. |
| Ácido | Espécie dadora de iões H^+ |
| Base | Espécie receptora de iões H^+ |
| Solução padrão | Solução de concentração rigorosamente conhecida |
| Indicador de ácido-base | Substância cuja cor depende do pH do meio onde se encontra: em meio ácido apresenta uma cor, em meio básico outra. |
| Ponto de equivalência | Situação em que o ácido e a base estão em quantidades estequiométricas. Neste ponto a reacção é completa. |
| Neutralização | Reacção de um ácido e uma base fortes em quantidades estequiométricas. |
| Ponto final da titulação | Ponto da reacção ácido-base em que ocorre a mudança de cor do indicador. |

Material e equipamento necessário (por grupo):

4 balões erlenmeyer ou gobelés de 100 mL
Barra magnética para agitação
Bureta de 50 mL
Esguicho com água desstilada
Suporte para buretas
Funil para buretas
Pipeta volumétrica de 20 mL
Placa com agitação magnética
Pompete ou pipetador automático
Medidor electrónico de pH com eléctrodo combinado.

Reagentes:

NaOH (aq) $0,1 \text{ mol dm}^{-3}$
HCl (aq) $\approx 0,05 \text{ mol dm}^{-3}$
Fenolftaleína ou azul de bromotimol

Cuidados a ter no manuseamento das soluções

Antes de iniciar a actividade, ler cuidadosamente os rótulos das soluções utilizadas ou as fichas de segurança respectivas disponíveis no laboratório, de modo a respeitar todos os cuidados de segurança neles indicados.

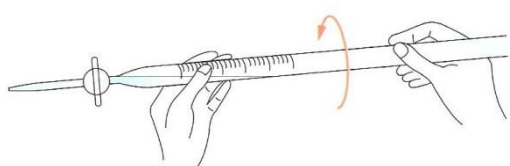
Metodologia

- Esta actividade vai ser realizada em duas partes complementares, **1** e **2**.
- A cada grupo de alunos será fornecida uma amostra de um ácido de concentração desconhecida. Poderão ser usados, em simultâneo ou em separado, o indicador e o medidor electrónico de pH ou sensor.
- Na parte **1** sugere-se que seja realizada uma titulação com solução-padrão de hidróxido de sódio pelo método visual usando como indicador a fenolftaleína ou o azul de bromotimol, para determinar o ponto final da titulação.
- Na parte **2** sugere-se que seja realizada a mesma titulação, usando o medidor de pH de forma a ser possível traçar a curva de titulação e determinar graficamente o ponto de equivalência.
- Calcular a concentração inicial do ácido, conhecido o volume de titulante gasto para o neutralizar (parte **1**).
- Traçar o gráfico $\text{pH} = f(\text{volume de titulante})$ e a partir dele calcular o ponto de equivalência.
- Comparar esse valor com o valor teoricamente esperado.
- Calcular o volume de titulante gasto para atingir o ponto de equivalência, a partir do gráfico, e determinar a concentração inicial do ácido.
- Comparar resultados das partes **1** e **2** e tirar conclusões.

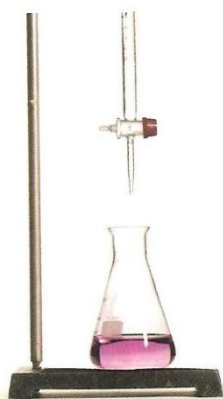
Procedimento

Parte 1 – Titulação usando indicador

Descreva o procedimento exemplificado nas fotografias seguintes, completando as frases:

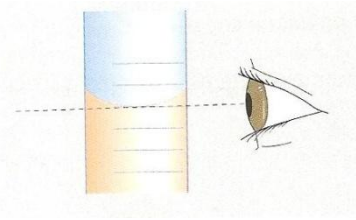


Preparamos a bureta lavando-a duas vezes com uma pequena quantidade de titulante, ... **rodando-a como mostra a figura e escoando o líquido após cada lavagem.**



Colocar a bureta no suporte respectivo.

Encher a bureta com a solução de hidróxido de sódio usando um ... **funil de líquidos.**



Aferimos o volume de solução na bureta com o zero da escala, ... abrindo a torneira devagar para escoar o excesso de titulante e tomando o cuidado ... para não cometer erros de leitura (erros de paralaxe) na observação do menisco da solução.

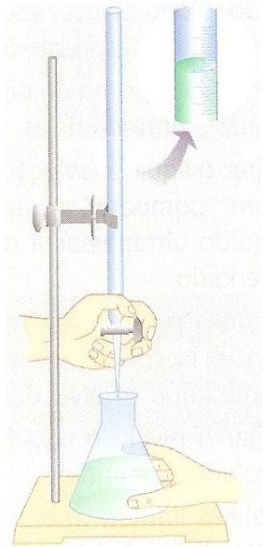
NOTA: Não podem ficar bolhas de ar na bureta.

Medir rigorosamente com ... uma pipeta munida de pompete ou pipetador automático uma toma de 20 cm^3 de solução ácida e transferi-la para o balão erlenmeyer ou gobelé.

Adicionar três gotas de indicador à solução do balão e a barra magnética.

Fazer a montagem para a titulação, colocando o balão erlenmeyer sobre a ... placa de agitação magnética de modo que a ponta da torneira da bureta se encontre dentro do balão.

Ligar a agitação ... magnética.



Registrar o volume inicial de titulante na bureta, atendendo aos algarismos significativos.

Proceder à adição cuidadosa de ... solução titulante, até ocorrer a viragem de cor do indicador, que permaneça durante 30 s. (Próximo do ponto de equivalência a adição de titulante deve fazer-se gota a gota).

Registrar no quadro 1 fornecido, o volume final de ... titulante (volume equivalente) atendendo aos ... algarismos significativos.

Repetir o ensaio até obtenção de três volumes concordantes (a diferença entre os ensaios não deve ser superior a $0,10 \text{ cm}^3$).

Lavar de imediato e abundantemente a bureta com água da torneira (o NaOH em solução «ataca» o vidro)

Calcular a concentração inicial da solução ácida ou dos resíduos ácidos usados, a partir dos resultados obtidos (quadro 1).

Parte 2 – Titulação usando medidor de pH



1



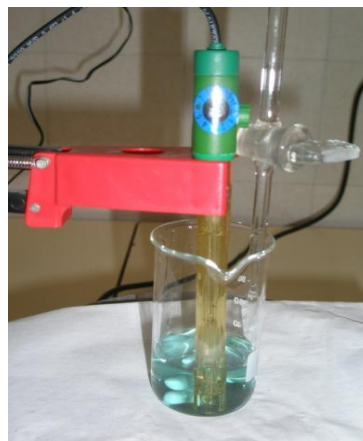
2



3

- 1 Medir rigorosamente com uma pipeta uma toma de 20 cm^3 de solução ácida para um balão erlenmeyer. Introduzir no balão uma barra magnética, para agitação. Introduzir, sem bater no fundo, o medidor de pH mantendo-o fixo com a ajuda de um suporte universal, nozes e garras, ou suporte próprio (2). Colocar o conjunto sobre uma placa com agitação magnética (3).
- 2 Encher a bureta, depois de devidamente preparada, usando um funil, com a solução de NaOH de concentração rigorosa (solução padrão). Colocá-la num suporte próprio para buretas.
- 3 Registrar o volume inicial de titulante na bureta, atendendo à menor divisão da escala e aos algarismos significativos.
- 4 Proceder à adição cuidadosa de pequenos volumes de titulante, registrando o valor de pH após cada adição, com a agitação sempre ligada (Usar o quadro 2 fornecido).

Nota: Como o volume equivalente foi calculado na parte 1, de início podem adicionar-se volumes de $1 \text{ em } 1 \text{ cm}^3$, e só quando próximo do volume equivalente é que se fazem adições menores, de apenas algumas gotas. Depois de ultrapassado este, as adições podem ser maiores.



- 5 Suspender as adições de titulante quando observar que o pH da solução praticamente não varia.
- 6 Parar a agitação, retirar e lavar o eléctrodo com o esguicho, para ser guardado.

- 7 Lavar de imediato a bureta com água da torneira em abundância, pelas razões indicadas na técnica anterior.
- 8 Traçar a curva de titulação em papel milimétrico ou usando o Excel.
- 9 Determinar graficamente o pH no ponto de equivalência e o respectivo volume de titulante gasto (volume equivalente), atendendo ao tipo de titulação.
- 10 Comparar o valor de pH determinado com o valor de pH previsto.
- 11 Calcular a concentração inicial de ácido.

Organização/registo dos resultados:

Parte 1 – Titulação usando indicador

Quadro 1

| VOLUME DE TITULANTE ADICIONADO ATÉ AO PONTO FINAL DA TITULAÇÃO | | | | |
|--|-----------------------------------|----------------------------------|-------|------------|
| TITULAÇÃO Nº | VOLUME DE ÁCIDO / cm ³ | VOLUME DE BASE / cm ³ | | |
| | | Inicial | Final | Adicionado |
| 1 | | | | |
| 2 | | | | |
| 3 | | | | |

Parte 2 – Procedimento para o traçado da curva de titulação

Quadro 2

| VALORES DE pH EM FUNÇÃO DO VOLUME DE TITULANTE ADICIONADO | |
|---|---------------|
| Volume de NaOH / cm ³ | pH da solução |
| 1,00 | |
| 2,00 | |
| 3,00 | |
| ... | |
| | |
| | |

Apresentação de resultados:

Cada grupo deverá:

- Traçar a curva de titulação;
- Calcular a concentração da solução inicial de ácido fornecida;
- Dar resposta às questões formuladas no início da actividade.

Parte 1 – Titulação usando indicador

| VOLUME DE TITULANTE ADICIONADO ATÉ AO PONTO FINAL DA TITULAÇÃO | | | | |
|--|-----------------------------------|----------------------------------|-------|------------|
| TITULAÇÃO Nº | VOLUME DE ÁCIDO / cm ³ | VOLUME DE BASE / cm ³ | | |
| | | Inicial | Final | Adicionado |
| 1 | 20,0 | 0,0 | 8,70 | 8,70 |
| 2 | 20,0 | 8,70 | 17,35 | 8,65 |
| 3 | 20,0 | 17,50 | 26,10 | 8,60 |

Cálculo da concentração da solução ácida inicial:

A média dos volumes de titulante gastos é: $\bar{V}_{\text{base}} = \frac{8,70+8,65+8,70}{3} = 8,65 \text{ cm}^3$

A titulação em causa envolve a reacção: $\text{HCl (aq)} + \text{NaOH (aq)} \rightarrow \text{NaCl (aq)} + \text{H}_2\text{O(l)}$

Esta reacção de neutralização é completa, e, de acordo com a respectiva estequiometria, de 1:1, verifica-se que, no ponto de equivalência, $n_{\text{ácido}} = n_{\text{base}}$, ou seja, $C_{\text{ácido}} \times V_{\text{ácido}} = C_{\text{base}} \times V_{\text{base}}$ OU $\frac{C_{\text{ácido}} \times V_{\text{ácido}}}{\text{coeficiente estequiométrico}} = \frac{C_{\text{base}} \times V_{\text{base}}}{\text{coeficiente estequiométrico}}$

Então, vem: $C_{\text{ácido}} \times 20,0 = 0,10 \times 8,65 \Leftrightarrow C_{\text{ácido}} = 0,043 \text{ mol dm}^{-3}$

Ou

Calcula o nº de moles de titulante, atendendo ao volume médio determinado:

$n_{\text{base}} = C_{\text{base}} \times V_{\text{base}} \Leftrightarrow n_{\text{base}} = 0,10 \times 8,65 \times 10^{-3} \Leftrightarrow C_{\text{ácido}} = 8,65 \times 10^{-4} \text{ mol}$

Atendendo à estequiometria da equação da reacção:

$1 \text{ mol de ácido} \text{ ---- } 1 \text{ mol de base}$
 $x \text{ mol de ácido} \text{ ---- } 8,65 \times 10^{-4} \text{ mol} \quad x = 8,65 \times 10^{-4} \text{ mol}$

calculamos a concentração da solução de ácido:

$c = \frac{n}{V} \Leftrightarrow c = \frac{8,65 \times 10^{-4}}{20 \times 10^{-3}} \Leftrightarrow c = 0,043 \text{ mol dm}^{-3}$

Esta é a concentração inicial da solução de ácido clorídrico.

Parte 2 – Procedimento para o traçado da curva de titulação

Traçar a curva de titulação em papel milimétrico, a partir dos registos efectuados no quadro 2, como se indica em baixo (ou fazer o gráfico usando o programa Excel):

Quadro 2 Procedimento para o traçado da curva de titulação

| VALORES DE pH EM FUNÇÃO DO VOLUME DE TITULANTE ADICIONADO | |
|---|---------------|
| Volume de NaOH / cm ³ | pH da solução |
| 0,00 | 1,60 |
| 1,00 | 1,64 |
| 2,00 | 1,70 |
| 3,00 | 1,78 |
| ... | ... |

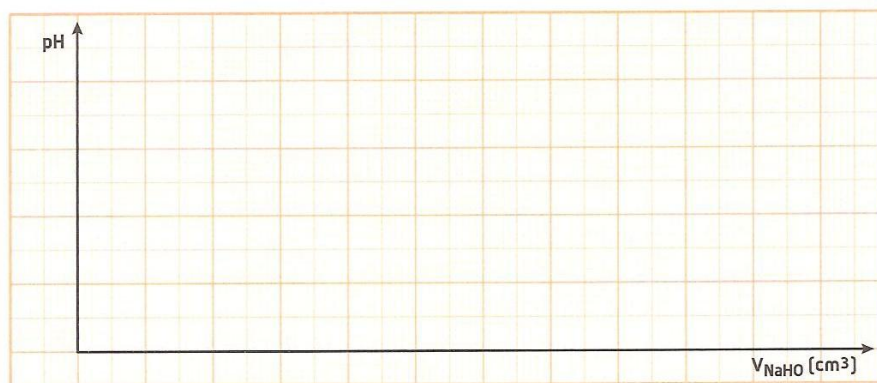
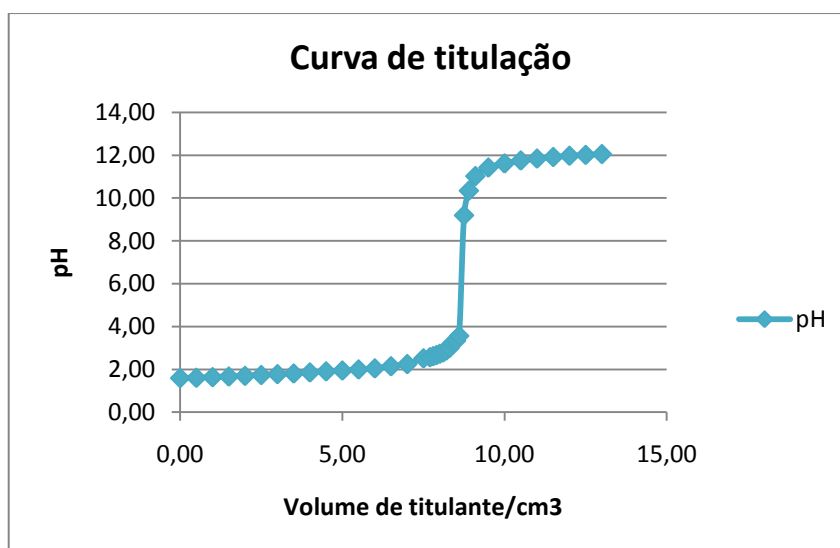
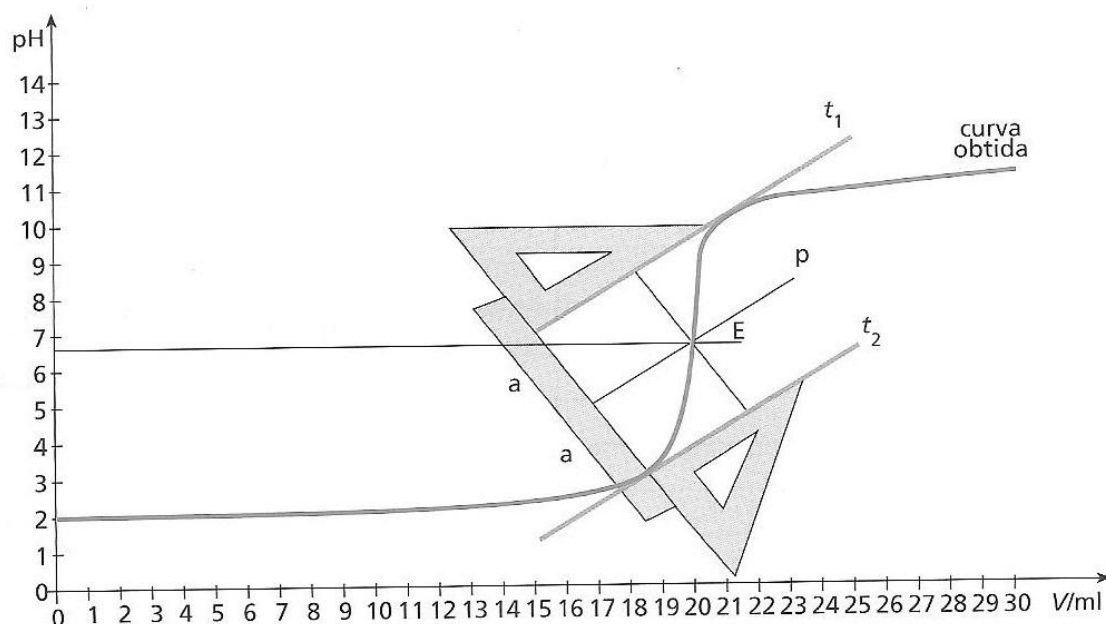


Gráfico I – Traçado da curva de titulação.



Exemplo de gráfico realizado em Excel

Determinar graficamente o pH no ponto de equivalência e o volume de titulante usado. (Ver a figura abaixo que exemplifica um possível procedimento a seguir)



Discussão de resultados/conclusões

Elabore um pequeno relatório que contemple os seguintes pontos:

Pequena introdução teórica, material e reagentes utilizados nas experiências, e análise dos resultados obtidos e registo das conclusões.

Neste ponto cada grupo deverá:

- ✚ determinar graficamente o pH no ponto de equivalência e compará-lo com o valor teoricamente previsto;
- ✚ reconhecer, através da curva de titulação, que o titulado é um ácido forte e o titulante é uma base forte;
- ✚ determinar a concentração do titulado a partir dos resultados, nomeadamente, os extrapolados a partir da curva de titulação.
- ✚ Mostrar que quer a fenolftaleína quer o azul de bromotimol podem ser utilizados como indicadores nesta titulação.