

POTENCIOMETRIA e CONDUTOMETRIA

- ✓ Cada grupo deverá trazer uma amostra de vitamina C (comprimido/tablet de suplemento alimentar)

vídeo sobre o experimento:

<https://drive.google.com/file/d/1XU9KMNUuXhlefCj-NPZVhNSug4N4EmUU/view?usp=sharing>

Obs.: O eletrodo de vidro combinado é frágil e caro, e deve ser manuseado com muito cuidado. Ele só funciona se a membrana estiver hidratada; assim, é guardado com o bulbo molhado (imerso em água ou eletrólito).

Calibração dos Eletrodos (vidro combinado e célula de condutância)

Examinar e desenhar a célula de condutância, observando sua geometria, e o eletrodo de vidro combinado, identificando os 2 eletrodos de Ag/AgCl, a junção porosa (ponte salina) e a membrana sensível à atividade hidrogeniônica. Destampar o reservatório de eletrólito durante o uso. Se o nível estiver baixo, adicionar, sob supervisão do responsável, solução de KCl 3,5 mol L⁻¹ saturada em AgCl. Fixar cuidadosamente o eletrodo num suporte com garra pela sua parte superior e conectá-lo ao potenciômetro (pH-metro ou peagômetro). Antes e após cada medição, lavar o eletrodo com jatos de água destilada e, ao final, retirar as gotas d'água tocando-as com papel absorvente.

Com o pH-metro ligado, efetuar a calibração do eletrodo de vidro com solução-tampão de pH 7 (ou próximo, lembrando que a temperatura afeta tanto o pH do tampão como a resposta do eletrodo). Imergir o eletrodo numa pequena porção de tampão, suficiente para cobrir a junção porosa. Passar o pH-metro para a posição de medida, movimentar suavemente a solução tampão, aguardar a estabilização e ajustar a calibração, se necessário. Lavar o eletrodo algumas vezes e imergi-lo em tampão pH 4, desta vez ajustando a sensibilidade. Se estiver fora de 100±5%, recorrer a um 3º tampão (p.ex., pH 10) para diagnosticar se o problema é do eletrodo ou dos padrões.

A calibração da célula de condutância se faz por imersão em solução padronizada de KCl (anotar condutividade indicada no rótulo, válida para determinada temperatura).

Titulação potenciométrica e condutométrica

Determinação de ácido ascórbico (AA) e avaliação de pKa

O equipamento para as titulações consiste de uma bureta de 50,0 mL, um béquer de 150 mL (ou 250 mL) contendo barra magnética, colocado sobre um agitador magnético, potenciômetro com eletrodo de vidro combinado e condutivímetro. Ajustar a altura da célula condutométrica e do eletrodo de vidro próximo ao fundo do béquer, sem tocar na barra magnética. O agitador pode aquecer com o uso e convém colocar isolante térmico (papelão, plástico de bolhas, espuma ou isopor) sob o béquer.

Dissolver, em um béquer de 100 mL, o comprimido de vitamina C em aproximadamente 50 mL HCl 0,2 mol L⁻¹, com o auxílio do banho de ultrassom por 5 min. Transferir o conteúdo para um balão de 100 mL e completar o balão, até o menisco, com o mesmo HCl utilizado na dissolução da amostra. Transferir, com auxílio de pipeta volumétrica, 25 mL da amostra para um béquer de 150 mL. Adicionar um volume conhecido de água destilada suficiente para garantir que junção do eletrodo de vidro combinado e o orifício superior da célula de condutância estejam submersos, sem que a barra magnética toque nos eletrodos. Anotar o volume de água adicionado.

Medir o pH e a condutividade iniciais e titular com solução de NaOH 0,2 mol L⁻¹ previamente padronizada. Efetuar adições de 1 mL de titulante no início, variando este volume ao longo da curva; na proximidade de cada ponto estequiométrico os volumes adicionados deverão ser menores (0,10 mL) de modo a produzir incrementos de pH entre 0,2 e 0,3. A cada adição, homogeneizar a solução acionando o agitador numa rotação que não cause deposição

de bolhas de ar nos eletrodos (se o agitador não provocar oscilação nas leituras, pode permanecer ligado todo o tempo).

Anotar cada volume, medida de pH e condutividade, após a estabilização, no caderno ou planilha eletrônica. Realizar a titulação em triplicata.

Tratamento dos Dados

Obs.: o tratamento de dados pode ser realizado nos mais diversos softwares disponíveis, conforme preferência de cada um. Porém, recomenda-se o uso a planilha desenvolvida pelo Prof. Dr. Ivano G. R. Gutz, pois já está configurada de uma forma adequada para fins analítico.

Abrir o programa CurTiPot-Cond* na aba Analise_I, clicar em Limpar, preencher a célula I5 (volume de amostra + água para cobrir os eletrodos). Anotar os dados, observando diretamente a construção automática dos gráficos de:

- a) pH vs. Volume de titulante;
- b) Condutividade vs. Volume de titulante.

Utilizando a mesma planilha, (I) determinar as inflexões das curvas de pH vs. Volume, utilizando a derivada primeira com interpolação e alisamento*; (II) observar a diferença entre a condutância medida e a corrigida***, ajustando os segmentos de reta nas regiões lineares dos dados antes e depois do PE e usar a intersecção destes segmentos para determinar o volume do ponto estequiométrico.

*Baixar o programa CurTiPot-Cond do Repositório da QFL0241 no moodle e abrir no Excel, habilitando a edição e as macros. Somente o programa CurTiPot (sem condutividade) pode ser baixado grátis por qualquer pessoa via busca por CurTiPot no Google.

**Variar a intensidade do alisamento [célula I3] até conseguir minimizar a dispersão sem deformar a curva. Escolher [Q3] de forma a alterar a amplitude mínima dos picos para serem identificados.

*** $L_{\text{corrigido}} = L_{\text{medido}} \cdot (V_{\text{inicial}} + V_{\text{adicionado}}) / V_{\text{inicial}}$

Roteiro para o Relatório

✓ O relatório deve conter os gráficos da análise potenciométrica e condutométrica (não precisa fazer um novo, basta copiar do CurTiPot). Lembre-se que em um gráfico deve ser formatado para conter todas as informações pertinentes: legendas, nome do gráfico, unidades, escala adequada, etc. Isso será levado em conta na correção.

✓ Determinar (I) a concentração média de AA no suplemento vitamínico, com o respectivo desvio padrão; (II) o(s) pKa(s) do AA. Apresentar o valores com a quantidade adequada de algarismos significativos, o erro em relação ao valor teórico, além dos principais passos nos cálculos efetuados. Caso não tenha efetuado cálculos, indicar em qual célula da planilha que o resultado foi retirado. Indicar de usou os dados da potenciométrica, da condutometria ou ambos.

✓ Análise crítica dos resultados: indicar possíveis fontes de erros para a divergência do resultado.

O relatório precisa conter apenas estas informações, portanto basta ter uma capa, objetivo do experimento, resultados e discussão, e referências. Apenas a capa deve ser numa folha a parte.

Enviar o relatório, em formato pdf, além da planilha CurTiPot para os e-mails dos estagiários Valdomiro Conceição e Guilherme Pereira até terça-feira, após o experimento

Nomear os arquivos da seguinte forma:

Relatório: Rel_Pot_Cond_Grupo XX Período YY

Planilha: CurTi_Pot_Cond_Grupo XX Período YY