

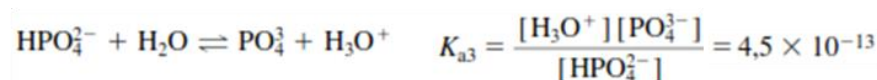
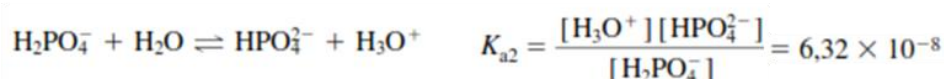
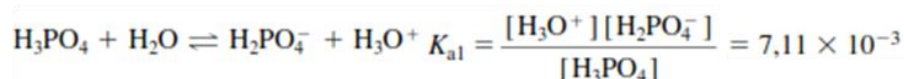
## UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ – DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

**Curso:** Engenharia Química, **Disciplina:** Química Analítica Quantitativa (CQ321), aula prática terça-feira 7:30h – 11:30 h. Profs. Noemi, Patrício e Dênio.

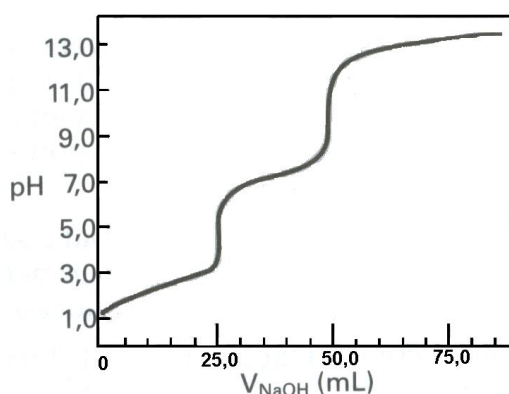
### AULA PRÁTICA 2: Determinação da concentração de ácido fosfórico por método titulométrico

**Objetivo:** Determinar a concentração de ácido fosfórico em uma amostra aquosa, empregando método por titulometria ácido-base.

**Fundamentos teóricos:** O ácido fosfórico  $H_3PO_4$  é um típico ácido polifuncional. Em solução aquosa apresenta as três etapas de dissociação:



Essas etapas proporcionam, teoricamente, três pontos estequiométricos. O primeiro é verificado em pH 4,67, o segundo em pH 9,45 e o terceiro em pH 11,85. Portanto, as etapas de dissociação podem ser determinadas por titulação. Na Figura 1, é mostrada a curva de titulação do  $H_3PO_4$ , que pode ser efetuada por titulação com a escolha do indicador adequado, conforme Tabela 1.



**Figura 1:** Curva de titulação de uma solução de  $H_3PO_4$  com solução de NaOH, ambas em concentração analítica ( $c_A$ ) 0,1000 mol L<sup>-1</sup>.

**Tabela 1:** Indicadores utilizados na titulação do ácido fosfórico.

Indicadores	Faixa de viragem de pH	Cores
Alaranjado de metila	3,1 – 4,4	Vermelho - amarelo
Fenolftaleína	8,2 – 9,6	Incolor - rosa claro
Amarelo de alizarina	10,1 – 12,0	Amarelo - violeta

**Reações químicas:**  $H_3PO_4 + NaOH \xrightarrow{\text{alaranjado de metila pH } 3,1-4,4} NaH_2PO_4 + H_2O$

$H_3PO_4 + 2 NaOH \xrightarrow{\text{fenolftaleína pH } 8,2-9,6} Na_2HPO_4 + 2 H_2O$

$H_3PO_4 + 3 NaOH \xrightarrow{\text{amarelo de alizarina pH } 10,1-12,0} Na_3PO_4 + 3 H_2O$

A primeira dissociação envolve a separação de uma única carga positiva de um ânion de carga negativa. Na segunda etapa, o próton é separado de um ânion duplamente carregado, um processo que envolve maior

## UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ – DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

**Curso:** Engenharia Química, **Disciplina:** Química Analítica Quantitativa (CQ321), aula prática terça-feira 7:30h – 11:30 h. Profs. Noemi, Patrício e Dênio.

quantidade de energia. As constantes de dissociação do  $\text{H}_3\text{PO}_4$  são muito diferentes por um fator de  $\sim 10^5$ , como as duas primeiras constantes são relativamente elevadas, isso significa que o  $\text{H}_3\text{PO}_4$  pode ser titulado como monoprótico ou diprótico. A última reação não pode ser utilizada na prática, porque a terceira constante de dissociação do  $\text{H}_3\text{PO}_4$  é muito pequena. Além disso, o  $\text{Na}_3\text{PO}_4$  em solução sofre acentuada hidrólise que interfere na viragem dos indicadores, desta forma não possui interesse analítico.

### PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL:

#### 1) Padronização da solução de NaOH 0,1000 mol L<sup>-1</sup> com biftalato de potássio

- a) Pesar em balança analítica cerca de 0,30 g de biftalato de potássio (MM 204,2215 g mol<sup>-1</sup>), previamente seco em estufa.
- b) Transferir para um erlenmeyer de 250 mL e adicionar aproximadamente 100 mL de água destilada. Agitar até total dissolução do sal.
- c) Preencher a bureta (25 ou 50 mL) com a solução de NaOH a ser padronizada, eliminando as bolhas.
- d) Adicionar de três a cinco gotas do indicador fenolftaleína.
- e) Proceder a titulação até que a solução mude a coloração de incolor para levemente rosa.
- f) Anotar o volume de NaOH gasto na bureta e calcular a concentração analítica ( $c_A$ ) desta solução.

**Observação:** Eliminar qualquer bolha presente, em especial abaixo da torneira da bureta.

#### 2) Determinação da concentração da solução de ácido fosfórico (indicador misto)

- a) Transferir, com auxílio de uma pipeta volumétrica, 10,00 mL da solução de  $\text{H}_3\text{PO}_4$  a ser titulada para um Erlenmeyer de 250 mL limpo. Completar com cerca de 100 mL com água destilada.
- b) Adicionar entre três e cinco gotas do indicador misto, que é composto por alaranjado de metila (faixa: 3,1-4,4, muda de alaranjado para amarelo) e verde de bromocresol (faixa: 3,8-5,4, muda de amarelo para azul).
- c) Preencher a bureta de 25 mL com a solução de NaOH padronizada conforme item 1.
- d) Efetuar a titulação até que a solução mude para uma cor verde azulada.
- e) Anotar o volume de NaOH gasto.

OBS: Análise em duplicata = repetir o procedimento e anotar a média dos valores encontrados.

#### 3) Determinação da concentração da solução de ácido fosfórico (indicador fenolftaleína)

- a) Repetir o mesmo procedimento, porém empregando entre três e cinco gotas do indicador fenolftaleína.
- b) Efetuar a titulação até que a solução mude para coloração levemente rosa.
- c) Anotar o volume de NaOH gasto.

OBS: Análise em duplicata = repetir o procedimento e anotar a média dos valores encontrados.

#### 4) Resultado

Calcular a concentração da solução de  $\text{H}_3\text{PO}_4$  (MM = 97,994 g mol<sup>-1</sup>) em g L<sup>-1</sup> para cada titulação realizada (uso do indicador misto e da fenolftaleína)

## UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ – DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

**Curso:** Engenharia Química, **Disciplina:** Química Analítica Quantitativa (CQ321), aula prática terça-feira 7:30h – 11:30 h. Profs. Noemi, Patrício e Dênio.

### AULA PRÁTICA 3: Determinação da concentração de hidróxido de magnésio por retrotitulação

**Objetivo:** Determinar a concentração de hidróxido de magnésio em uma suspensão, empregando o método da titulação de retorno (retrotitulação) ácido-base.

**Fundamentos Teóricos:** Para que uma reação seja empregada em um procedimento de titulação é necessário que ela cumpra alguns requisitos: ser quantitativa, ser estequiométrica e rápida. Algumas reações não atendem todos os aspectos recomendados, como é o caso da reação do hidróxido de magnésio com ácido clorídrico. O  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  é pouco solúvel e isso faz com que a reação entre ele e o ácido não ocorra com uma velocidade apreciável, dificultando a determinação do ponto final da titulação, impedindo o uso do procedimento titulométrico tradicional. Para evitar esse problema, a reação de neutralização do  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  ocorre mediante a adição de um excesso (exatamente conhecido) de uma solução padrão de HCl. Em seguida, a quantidade de HCl que não reagiu é titulada com uma solução padrão de NaOH; com base na quantidade de HCl adicionada e remanescente em solução, é possível determinar a quantidade de  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  presente na amostra. As etapas envolvidas podem ser representadas pelas reações:



#### Procedimento:

##### 1) Padronização da solução de NaOH 0,1000 mol L<sup>-1</sup> (ETAPA JÁ REALIZADA)

- Pesar em balança analítica cerca de 0,2 g de hidrogenoftalato de potássio (M.M. 204,22 g mol<sup>-1</sup>), com precisão de 0,1 mg.
- Transferir quantitativamente a massa de hidrogenoftalato para um Erlenmeyer de 250 mL, adicionar cerca de 100 mL de água destilada e 5 gotas do indicador fenolftaleína.
- Preencher a bureta com a solução de NaOH, e ajustar o volume na marca do zero da bureta.
- Titular a solução, adicionando o NaOH aos poucos até mudança de cor da solução, de incolor para rosa claro (persistente por 30 s).
- Com base no volume gasto de NaOH calcular a concentração analítica ( $c_A$ ) dessa solução padrão.

**Observação:** Eliminar qualquer bolha presente, em especial abaixo da torneira da bureta.

##### 2) Padronização da solução de HCl 0,1000 mol L<sup>-1</sup>

- Pipetar 10,00 mL da solução de HCl, transferir para um Erlenmeyer de 250 mL, ajustar o volume até cerca de 100 mL de água destilada e adicionar 5 gotas de fenolftaleína.
- Titular com a solução padrão de NaOH até uma coloração rosa clara persistente por 30 s.
- Com base no volume gasto de NaOH, calcular a  $c_A$  da solução padrão de HCl (mol L<sup>-1</sup>).

##### 3) Determinação da concentração de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ em uma amostra comercial de leite de magnésia

- Inicialmente, agitar o frasco que contém o  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  para homogeneizar a suspensão e transferir um pouco para um béquer pequeno.
- Pesar ao redor de 0,50 g da suspensão em um Erlenmeyer de 250 mL, com precisão de 0,1 mg.
- Adicionar 25,0 mL da solução padrão de HCl, homogeneizar a solução resultante e aguardar 5 minutos. Ajustar o volume até cerca de 100 mL de água destilada e adicionar 5 gotas de fenolftaleína.
- Titular o HCl remanescente com a solução padrão de NaOH, até o aparecimento de uma coloração rosa clara persistente por 30 s, e anotar o volume gasto.

#### 4) Resultado

Com base na  $c_A$  da solução de HCl e no volume de 25,0 mL utilizado, na  $c_A$  da solução de NaOH e no volume gasto na bureta, e na massa da suspensão do leite de magnésia empregada, calcular a concentração de  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  (MM = 58,32 g/mol) na suspensão em **mg g<sup>-1</sup>**.