



UNIVERSIDADE FEDERAL DO PIAUÍ

CENTRO DE CIÊNCIAS DA NATUREZA

DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

DISCIPLINA: QUÍMICA INSTRUMENTAL I

DOCENTE: PROF. DR. EVERSON THIAGO GERÔNICO DA SILVA

apresentar imagem com uma melhor qualidade.

Notas p/ cada item

Nota final: 8,6

Capa (0,0 - 0,5) = 0,3

Resumo (0,0 - 0,5) = 0,4

Introdução (0,0 - 3,0) = 2,8

Objetivos (0,0 - 1,0) = 1,0

Resultados e Discussão (0,0 - 3,0) = 2,3

Conclusões (0,0 - 1,0) = 0,9

Referências (0,0 - 0,5) = 0,5

Anexos (0,0 - 0,5) = 0,4

## DETERMINAÇÃO DO TEOR DE ÁCIDO ACÉTICO EM UMA AMOSTRA DE VINAGRE PELO MÉTODO POTENCIOMÉTRICO

Bianca Letícia de Oliveira Lopes (20209001679)

Francisco Marcelo da Silva Oliveira (20209012449)

Gabriel Vinícius Andrade Rocha (20209024459)

TERESINA – PI, JULHO DE 2023

## RESUMO

A titulação potenciométrica é uma técnica de análise instrumental que usa como meio de análise a medição da diferença de potencial em uma amostra. Em sala foi apresentado um vídeo de uma prática onde foi realizado a calibração do pHmetro e a titulação potenciométrica, com os dados obtidos desta prática foram feitas as plotagens dos gráficos de primeira e segunda derivada, a concentração e o título da amostra de vinagre, sendo estes  $0,68 \text{ g L}^{-1}$  e 4,0% respectivamente.

## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO .....	4
2. OBJETIVOS .....	6
2.1. Objetivo geral .....	6
2.2. Objetivos específicos.....	6
3. PARTE EXPERIMENTAL .....	7
3.1. Materiais .....	7
3.2. Equipamentos .....	7
3.3. Reagentes .....	7
3.4. Procedimento experimental .....	7
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	9
5. CONCLUSÃO .....	13
6. REFERÊNCIAS.....	14
7. ANEXOS .....	15
7.1. Anexo A – Cálculos .....	15
7.2. Anexo B – Questionário.....	16

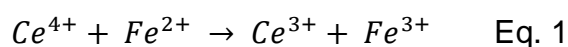
## 1. INTRODUÇÃO

Os métodos analíticos são subdivididos em clássicos e instrumentais. Nos métodos clássicos, atribuída a uma análise qualitativa, determinam-se a presença de um determinado analito em uma amostra desconhecida por meio de parâmetros, como cor, ponto ebulição ou fusão, solubilidade e outros. Já durante uma análise quantitativa, medidas gravimétricas ou volumétricas quantificam e indicam a presença do analito investigado. E, em procedimentos instrumentais, busca-se medir as propriedades físicas do objeto analítico como pH, absorção ou emissão de luz, razão m/z e entre outros. (SKOOG et al, 2009)

As técnicas potenciométricas é um tipo de análise instrumental que tem como base o cálculo do potencial de células eletroquímicas pela diferença de potencial entre o eletrodo de referência e o eletrodo indicador, relacionando a ddp à concentração da substância de interesse na solução. No entanto, as primeiras implicações relacionadas a esse tipo de análise aconteceu em 1890 com a formulação da Lei de Nernst, inicialmente, aplicando a potenciometria apenas a observação de equilíbrios redox. (SKOOG et al, 2006)

Seria interessante trazer informações sobre a titulação envolvida na prática realizada

Dentro das técnicas potenciométricas, tem-se envolvidas as titulações redox, que é baseada em uma reação de oxirredução entre analito e titulante. Um exemplo desse tipo de volumetria é a reação entre  $Fe^{2+}$  (analito) e  $Ce^{4+}$  (titulante):



Início do parágrafo a 2cm da margem

Nesse tipo de reação usa-se um eletrodo indicador de platina e outro de referência de calomelano saturado. Com isso, é possível calcular o potencial da solução formada antes, no e depois do ponto de equivalência. (BACCAN et al, 1979; HARRIS, 2001)

Apesar da prática que foi realizada de maneira virtual abordar conceitos de uma volumetria redox, os reagentes envolvidos geralmente participam de uma reação de neutralização, em que um ácido ( $H_3O^+$ ) e uma base ( $OH^-$ ) reagem formando um sal (ácido, básico ou neutro) e água. O caráter do sal vai depender da força dos íons das soluções envolvidas no processo. Neste

experimento participaram do procedimento solução de soda cáustica (base forte) e ácido acético (ácido fraco). (BACCAN et al, 1979; SKOOG et al, 2006)

O vinagre (substância utilizada na prática –  $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) é um produto líquido de pH que varia na faixa de 3,0 a 3,5, que tem sido usado por milênios como um ingrediente culinário, conservante e agente de limpeza. Ele é produzido por meio da fermentação de carboidratos, geralmente produtos agrícolas como frutas, grãos ou vinhos. (RIZZON; MENEGUZZO, 2002)

## **2. OBJETIVOS**

### **2.1. Objetivo geral**

- Determinar o teor de ácido acético em uma solução de vinagre através do método instrumental potenciométrico.

### **2.2. Objetivos específicos**

- Avaliar o método instrumental potenciométrico;
- Calibrar o pHmetro usando soluções de pHs conhecidos;
- Construir uma curva de calibração que relacione a concentração de íons  $\text{H}_3\text{O}^+/\text{OH}^-$  com o pH;
- Obter o ponto de equivalência da solução a partir da segunda derivada.

### 3. PARTE EXPERIMENTAL

#### 3.1. Materiais

- Balão volumétrico 10 mL
- Béquer 25 mL 100 mL (Célula)
- Bureta 25 mL
- Suporte universal

#### 3.2. Equipamentos

- Agitador magnético
- Barra magnética
- pHmetro portátil

#### 3.3. Reagentes

- Ácido acético (solução de vinagre)
- NaOH 0,1 mol L<sup>-1</sup>

#### 3.4. Procedimento experimental

- *Calibração do pHmetro*

Inicialmente com o pHmetro ligado, o eletrodo de vidro foi lavado com água destilada e, posteriormente enxugado com papel toalha. As soluções de calibração pH 4 e 7 foram colocadas separadamente em béqueres de 25 mL. Em seguida pressionou-se a tecla HOLD para a restauração do pHmetro para que fosse inserido na primeira solução padrão de pH 7. Quando o pH ficou entre 6 e 7, clicou-se a tecla CAL para calibrar o eletrodo de pHmetro. Após isso, o eletrodo foi lavado novamente e, posteriormente colocado em uma solução padronizada de pH 4 repetindo o mesmo passo anterior para calibrá-lo. Seguidamente, o eletrodo de vidro foi lavado mais uma vez para o próximo passo.

- *Titulação potenciométrica*

Nessa etapa do procedimento experimental pipetou-se uma alíquota de 10,0 mL de vinagre em um balão volumétrico de 100 mL e completou-se com água ultrapura até aferir o menisco. Em seguida, a solução foi homogeneizada de forma cuidadosa.

Em uma bureta de 25 mL previamente lavada foi colocada a solução de NaOH  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ . Logo depois, pipetou-se 15 mL da solução diluída de vinagre em um béquer de 100 mL (Célula), colocando-o o sob o agitador magnético. No béquer de 100 mL (célula) inseriu-se o pHmetro de modo que o eletrodo de vidro ficasse submerso a solução diluída de vinagre, em seguida, foi introduzida uma barra magnética e ligou-se o agitador magnético para que a solução fosse bem homogeneizada, sem provocar turbulência.

Por conseguinte, foi medido o pH da solução diluída de vinagre e anotado o valor. Em seguida, titulou-se de 1,0 em 1,0 mL da solução de NaOH ( $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ ) ao béquer em a solução de vinagre estava presente. Após cada adição anotou-se o pH para cada volume adicionado e os valores foram anotados para posteriores tratamento de dados. O procedimento foi repetido até que o ponto de equivalência fosse alcançado e ultrapassado.

#### 4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Durante uma titulação potenciométrica, é comum plotar uma curva característica, na qual os valores de potencial ou pH são representados no eixo vertical (y) e os valores do volume de titulante adicionado são representados no eixo horizontal (x). O ponto final da titulação é identificado quando ocorre uma mudança abrupta no potencial ou pH e para minimizar erros durante a titulação potenciométrica, recomenda-se a adição do titulante em pequenos volumes, o que resulta em um maior número de pontos na curva. Além disso, para uma melhor análise da curva é possível construir novos gráficos a partir de suas 1ª e 2ª derivadas (Figura 1b e c). (SOUSA, 2018)

Por meio da razão entre as variações do potencial ou pH ( $\Delta E$  ou  $\Delta pH$ ) e o volume do titulante ( $\Delta V$ ) é obtida a curva para a primeira derivação em função do volume médio do titulante no eixo das abscissas. Com a variação máxima de  $\Delta pH/\Delta V$ , pode-se determinar o ponto final da titulação através da extrapolação no eixo das abscissas, e a segunda derivada é baseada na derivada da primeira derivada. Nesse caso, são plotados os valores da derivada da primeira derivada ( $\Delta^2 pH/\Delta V^2$ ) em função do volume médio resultante dos volumes utilizados na primeira derivada no eixo das abscissas. (SOUSA, 2018)

É ideal apresentar os resultados em ordem com os objetivos específicos:

Calibração do pHmetro;

Curva de titulação;

1ª e 2ª derivada;

Determinação da amostra.

**Figura 1.** a) Curva característica da titulação potenciométrica; b) Primeira derivada; c) Segunda derivada



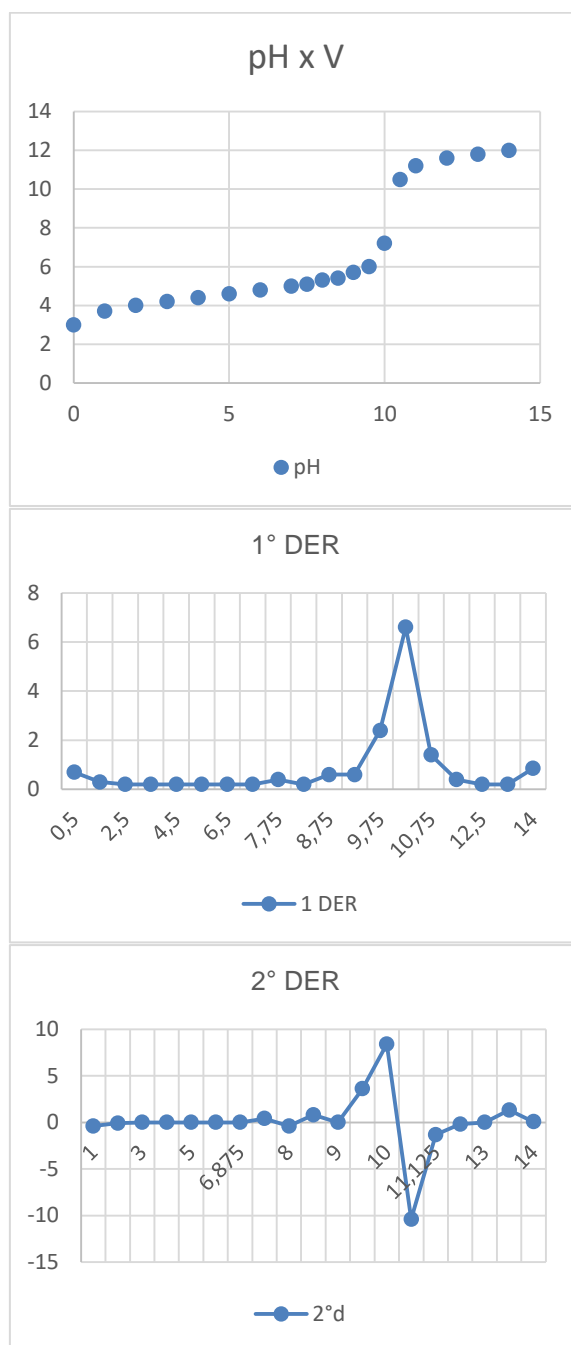
Fonte: Sousa, 2018

Esse parágrafo poderia ser apresentado na introdução.

A titulação ácido-base é uma técnica clássica utilizada na analítica como forma de quantificar a concentração de um ácido ou base através da neutralização, para que seja possível visualizar o ponto de equivalência nesta reação, se utiliza de um indicador colorimétrico que tem como característica apresentar uma mudança de coloração em uma faixa específica de pH, com a adição de um pHmetro não há a necessidade de utilizar um indicador, já que o pH da é verificado no pHmetro. (SKOOG, 2009)

Para cada adição de NaOH que reage com o ácido acético há o aumento do pH já que a reação destes dois forma um sal de ácido-base que é básico, notasse que após a solução de ácido acético apresentar pH 7,2 apenas 0,5 mL de NaOH é o suficiente para elevar o pH da solução para 10,5, isto ocorre porque em pH 7 as concentrações de  $OH^-$  e  $H_3O^+$  são iguais, após isso qualquer volume de NaOH adicionado em solução estará em excesso e por não haver mais ácido para reagir o pH da solução sofre um aumento significativo com a adição de apenas 0,5 mL de titulante após o ponto de equivalência, como mostra o Gráfico 1a.

**Gráfico 1.** a) Curva de calibração; b) Primeira derivada; c) Segunda derivada



Os gráficos aqui apresentados podem ser definidos como figuras.

Essas figuras podem ser melhor organizadas, seguidas de suas discussões, assim facilita o entendimento do leitor nos seus resultados.

Defina-se como figura.

Fonte: Autores, 2023

Como é possível observar, os gráficos presentes na Figura 1 e o Gráfico 1 são similares, o que evidencia um bom tratamento dos dados obtidos. Dessa maneira, por meio do Gráfico 1c é permitido encontrar o ponto final da titulação, que segundo SOUSA (2018) é determinado quando a reta cruza o lado positivo e negativo e passa pelo zero. Com isso, obteve-se aproximadamente 10,2 mL

como ponto de equivalência, e a partir desse valor calculou-se a concentração do ácido acético em uma amostra de vinagre, que foi de 0,68 g L<sup>-1</sup> (Anexo A).

Além disso, utilizando a Eq. 2 calculou-se o título da amostra (Anexo A),

$$\tau = \frac{c}{1000} \quad \text{Eq. 2}$$

encontrou-se um valor de aproximadamente 4,0 % em teor de ácido acético. De acordo com a legislação brasileira, esse resultado obedece a quantidade mínima de CH<sub>3</sub>COOH que é de 4 %.

## 5. CONCLUSÃO

Através da calibração pHmetro, obtenção de sua curva analítica e as 1ª e 2ª derivada pode-se estimar o valor volumétrico do ponto de equivalência. Esse resultado foi de aproximadamente 10,2 ml e, por meio dele conseguiu-se chegar aos valores de concentração e título da amostra de vinagre, que foram respectivamente  $0,68 \text{ g mol}^{-1}$  e 4,0 %. Apesar de ser um método demorado, apresenta boa eficiência na determinação do ponto final em titulações de caráter redox, além de não ser destrutiva.

Exatamente

## 6. REFERÊNCIAS

BACCAN, N.; ANDRADE, J. C.; GODINHO, O. E. S.; BARONE, J. S. **Química analítica quantitativa elementar**. 1ª Ed. Editora Edgard Blucher: Campinas – São Paulo, 1979.

HARRIS, D. C. **Análise Química Quantitativa**. 5ª Ed. Tradução. Editora LTC): Rio de Janeiro, 2001.

RIZZON, L. A.; MENEGUZZO, J.. Elaboração de vinagre. 2002. (ISSN 1516 – 8107)

SOUSA, A. G.; CHAGAS, F. W. M.; GOIS, L. C.; SILVA, J. G. Determinação condutométrica e potenciométrica de ácido acetilsalicílico em aspirina®: uma sugestão de prática para a análise instrumental. **Rev. Virtual Quim**, v. 10, n. 3, p. 502-517, 2018.

SKOOG, D. A.; WEST, M. D.; HOLLER, F. J.; CROUCH, S. R. **Fundamentos de Química Analítica**. 8ª Ed. Editora Pioneira Thomson Learning: São Paulo, 2006

HOLLER, F. J.; SKOOG, D. A.; CROUCH, S. R. **Princípios de análise instrumental**. 6ª Ed. Tradução. Editora Bookman: Porto Alegre, 2009.

## 7. ANEXOS

### 7.1. Anexo A – Cálculos

- *Cálculo da concentração molar ( $C_m$ ) do ácido acético para uma alíquota de 15 mL de vinagre*

$$n_{NaOH} = n_{CH_3COOH}$$

$$c_{NaOH} * V_{NaOH} = c_{CH_3COOH} * V_{CH_3COOH}$$

$$0,1 \text{ mol} * L^{-1} \times 0,0102 \text{ L} = c_{CH_3COOH} * 0,015 \text{ L}$$

$$c_{CH_3COOH} = \mathbf{0,068 \text{ mol} * L^{-1}}$$

- *Cálculo da concentração molar ( $C_m$ ) do ácido acético para o volume original de 100 mL de vinagre*

- $n_{CH_3COOH} = n_{CH_3COOH}$

- $c_{CH_3COOH} * V_{CH_3COOH} = c_{CH_3COOH} * V_{CH_3COOH}$

$$0,068 \text{ mol} * L^{-1} \times 0,1 \text{ L} = c_{CH_3COOH} * 0,01 \text{ L}$$

$$c_{CH_3COOH} = c_m = \mathbf{0,68 \text{ mol} * L^{-1}}$$

- *Cálculo da concentração em  $g L^{-1}$  para 10*

$$c = c_m * MM$$

$$c = 0,68 * 60,05$$

$$c = \mathbf{40,8 \text{ g} * L^{-1}}$$

- *Cálculo do título do vinagre para densidade do vinagre igual 1000  $g L^{-1}$*

$$\tau = \frac{c}{1000}$$

$$\tau = \frac{40,8}{1000}$$

$$\tau = \mathbf{0,040}$$

$$\tau\% = (0,040) \times 100$$

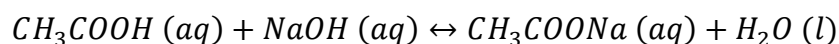
$$\tau\% = \mathbf{4,0 \%}$$

## 7.2. Anexo B – Questionário

1) A titulação potenciométrica permite ter maior precisão no ponto de equivalência da reação comparada a uma técnica clássica, já que em uma técnica clássica o uso de indicador colorimétrico torna a visualização do ponto de equivalência menos precisa e dependente da boa visão do analista.

2) Sim, pois a calibração consiste em medir o pH de soluções conhecidas para garantir que os resultados medidos pelo equipamento estará correto para ser usado em uma titulação.

3) A reação que ocorre nesta titulação é uma reação ácido-base, onde o ácido a ser analisado é neutralizado pela base;



Com as perguntas seguidas de suas respostas, ficaria mais fácil para outro leitor entender.