

Química Analítica IV

1º semestre 2012

Profa. Maria Auxiliadora Costa Matos

INTRODUÇÃO A VOLUMETRIA

VOLUMETRIA

“É um método baseado na determinação do volume de uma solução de concentração conhecida, necessário para reagir quantitativamente com um soluto.”

“Análise química quantitativa na qual o volume de um reagente necessário para reagir com um constituinte em análise é medido.”

Analito é o constituinte em análise.

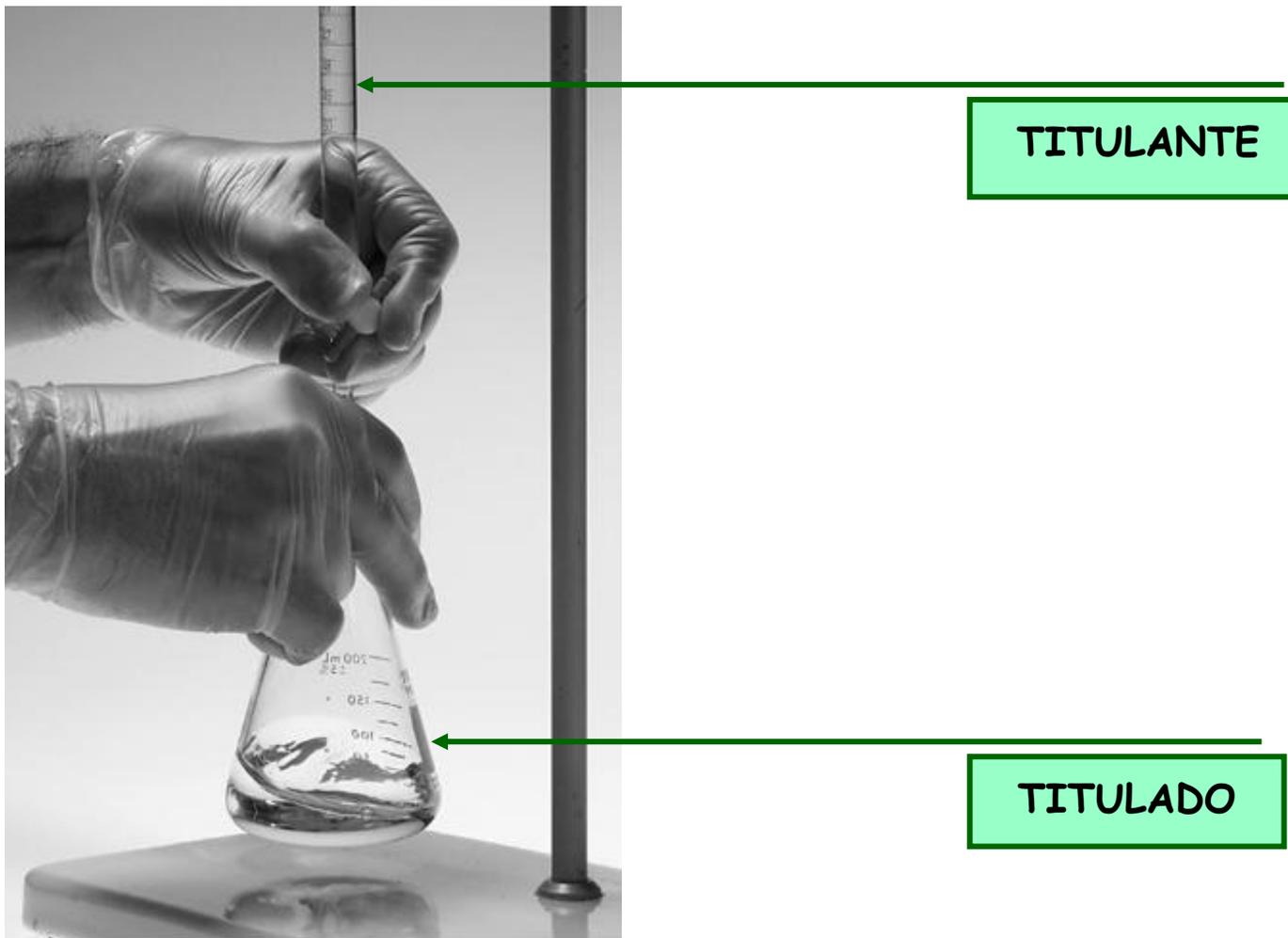
TITULAÇÃO

Processo no qual uma solução padrão ou solução de referência é adicionada a uma solução que contém um soluto, que se deseja analisar, até que se complete a reação.



TITULAÇÃO

Processo no qual uma solução padrão ou solução de referência é adicionada a uma solução que contém um soluto, que se deseja analisar, até que se complete a reação.



TITULAÇÃO

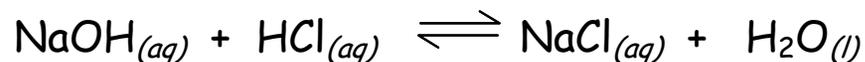
Processo no qual uma solução padrão ou solução de referência é adicionada a uma solução que contém um soluto, que se deseja analisar, até que se complete a reação.



TITULANTE

Em uma **TITULAÇÃO** incrementos da solução reagente chamada de **TITULANTE** são adicionados ao constituinte chamado **TITULADO** até a completa.

TITULADO



Requisitos para uma reação química ser usada como base de um método volumétrico

1. A reação entre o constituinte e o reagente titulante deve ser uma reação capaz de ser descrita por uma única reação bem definida.

Requisitos para uma reação química ser usada como base de um método volumétrico

1. A reação entre o constituinte e o reagente titulante deve ser uma reação capaz de ser descrita por uma única reação bem definida.
2. A reação deve ser rápida.

Requisitos para uma reação química ser usada como base de um método volumétrico

1. A reação entre o constituinte e o reagente titulante deve ser uma reação capaz de ser descrita por uma única reação bem definida.
2. A reação deve ser rápida.
3. O sistema deve oferecer um meio satisfatório para a sinalização do ponto final.

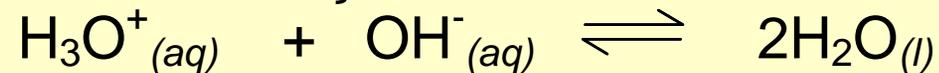
Requisitos para uma reação química ser usada como base de um método volumétrico

1. A reação entre o constituinte e o reagente titulante deve ser uma reação capaz de ser descrita por uma única reação bem definida.
2. A reação deve ser rápida.
3. O sistema deve oferecer um meio satisfatório para a sinalização do ponto final.
4. A reação deve processar-se de forma completa no ponto de equivalência.

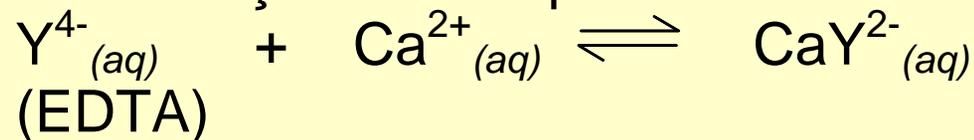
**Alta constante de equilíbrio
&
Rápida**

Classificação das reações empregadas em titulações

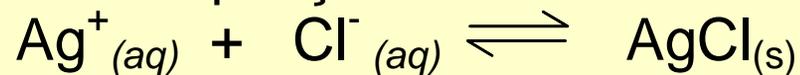
➤ Neutralização:



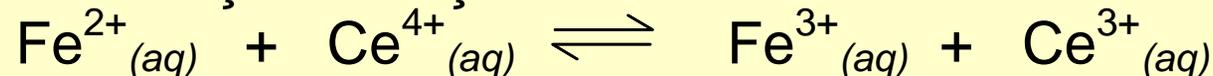
➤ Formação de complexos:



➤ Precipitação:



➤ Oxidação-redução:



SOLUÇÃO PADRÃO

É uma solução de concentração exatamente conhecida, que é indispensável para realizar análises volumétricas. É a solução que será usada para comparação das concentrações.

SOLUÇÃO PADRÃO

É uma solução de concentração exatamente conhecida, que é indispensável para realizar análises volumétricas. É a solução que será usada para comparação das concentrações.

PADRÃO PRIMÁRIO

PADRÃO SECUNDÁRIO

SOLUÇÃO PADRÃO

É uma solução de concentração exatamente conhecida, que é indispensável para realizar análises volumétricas. É a solução que será usada para comparação das concentrações.

PADRÃO PRIMÁRIO



É composto com alto grau de pureza que serve como referência na titulação.

PADRÃO SECUNDÁRIO



É um composto cuja pureza pode ser estabelecida por análise química e que serve como referência na titulação.

PADRÃO PRIMÁRIO

É um **reagente puro** o suficiente para ser **pesado e usado diretamente**.
Apresenta um **alto grau de pureza** que serve como referência na titulação.
A precisão do método é criticamente dependente das propriedades desse composto.

Quando o reagente titulante ou solução padrão é um padrão primário, ele pode ser preparado diretamente, isto é, o reagente é pesado com a maior precisão possível e dissolvido em água destilada ou deionizada, sendo a diluição realizada a um volume definido em balão volumétrico.

PADRÃO PRIMÁRIO

É um **reagente puro** o suficiente para ser **pesado e usado diretamente**.

Apresenta um **alto grau de pureza** que serve como referência na titulação.

A precisão do método é criticamente dependente das propriedades desse composto.

Quando o reagente titulante ou solução padrão é um padrão primário, ele pode ser preparado diretamente, isto é, o reagente é pesado com a maior precisão possível e dissolvido em água destilada ou deionizada, sendo a diluição realizada a um volume definido em balão volumétrico.

Requisitos para um padrão primário:

- 1 Alta pureza (99,9% ou superior)
- 2 Fácil obtenção, dessecação e conservação.
- 3 Estabilidade à atmosfera
- 4 Não deve ser higroscópico.
- 5 Deve ser bastante solúvel.
- 6 Baixo custo
- 7 Massa molar grande para minimizar o erro relativo a pesagem do padrão

PADRÃO PRIMÁRIO

É um reagente puro o suficiente para ser pesado e usado diretamente. Apresenta um alto grau de pureza que serve como referência na titulação. A precisão do método é criticamente dependente das propriedades desse composto.

Quando o reagente titulante ou solução padrão é um padrão primário, ele pode ser preparado diretamente, isto é, o reagente é pesado com a maior precisão possível e dissolvido em água destilada ou deionizada, sendo a diluição realizada a um volume definido em balão volumétrico.

Requisitos para um padrão primário:

1. Alta pureza (99,9% ou superior)
2. Fácil obtenção, dessecação e conservação.
3. Estabilidade à atmosfera
4. Não deve ser higroscópico.
5. Deve ser bastante solúvel.
6. Baixo custo
7. Massa molar grande para minimizar o erro relativo a pesagem do padrão

Oxalato de sódio (99,95 %)

Ácido benzóico (99,985)

Biftalato de potássio (99,99 %)

Dicromato de potássio (99,98 %)

PADRÃO SECUNDÁRIO

São substâncias que tem sua concentração determinada por análise química e também são utilizadas como referência em análises volumétricas.

Quando não há disponível um padrão primário.

Usa-se uma solução de um reagente (padrão secundário) com concentração aproximada da desejada para titular uma massa conhecida de um padrão primário.

PADRÃO SECUNDÁRIO

São substâncias que tem sua concentração determinada por análise química e também são utilizadas como referência em análises volumétricas.

Quando não há disponível um padrão primário.

Usa-se uma solução de um reagente (padrão secundário) com concentração aproximada da desejada para titular uma massa conhecida de um padrão primário.

PADRONIZAÇÃO é a titulação realizada para determinar a concentração do titulante que será utilizado para uma análise.

Após a padronização a solução preparada com o padrão secundário é denominada **SOLUÇÃO PADRÃO**.

PADRÃO SECUNDÁRIO

São substâncias que tem sua concentração determinada por análise química e também são utilizadas como referência em análises volumétricas.

Quando não há disponível um padrão primário.

Usa-se uma solução de um reagente (padrão secundário) com concentração aproximada da desejada para titular uma massa conhecida de um padrão primário.

PADRONIZAÇÃO é a titulação realizada para determinar a concentração do titulante que será utilizado para uma análise.

Após a padronização a solução preparada com o padrão secundário é denominada **SOLUÇÃO PADRÃO**.

Nitrato de prata

Hidróxido de sódio

EDTA

Permanganato de potássio

Como saber que uma reação chegou ao final?

PONTO DE EQUIVALÊNCIA ou **PONTO FINAL TEÓRICO**

Corresponde ao ponto da titulação em que é adicionada a quantidade de reagente padrão exatamente equivalente a quantidade de analito.

É calculado com base na estequiometria da reação envolvida na titulação e não pode ser determinado experimentalmente.

Como saber que uma reação chegou ao final?

PONTO DE EQUIVALÊNCIA ou **PONTO FINAL TEÓRICO**

Corresponde ao ponto da titulação em que é adicionada a quantidade de reagente padrão exatamente equivalente a quantidade de analito.

É calculado com base na estequiometria da reação envolvida na titulação e não pode ser determinado experimentalmente.

PONTO FINAL

Ponto da titulação onde ocorre uma alteração física associada à condição de equivalência. É indicado pela súbita mudança de alguma propriedade física da solução.

É determinado experimentalmente: **VISÍVEL.**

ERRO DA TITULAÇÃO

A diferença entre os volumes do ponto de equivalência (V_{eq}) e do ponto final (V_f) é o ERRO DA TITULAÇÃO (E_t).

$$E_t = V_{eq} - V_f$$

ERRO DA TITULAÇÃO

A diferença entre os volumes do ponto de equivalência (V_{eq}) e do ponto final (V_{fi}) é o ERRO DA TITULAÇÃO (E_t).

$$E_t = V_{eq} - V_{fi}$$

O erro da titulação pode ser estimado através da titulação em **BRANCO**

Branco é uma matriz com quantidades imensuráveis ou negligenciáveis do componente de interesse.

DETERMINAÇÃO DO PONTO FINAL

Indicadores Visuais

Geralmente, causam mudança de cor da solução próximo ao ponto de equivalência.

Métodos Instrumentais

Respondem a certas propriedades da solução que muda de características durante a titulação. Ex: Medida de pH, condutividade, potencial, corrente, temperatura, absorvância, etc.

Tipos de Titulação

Direta

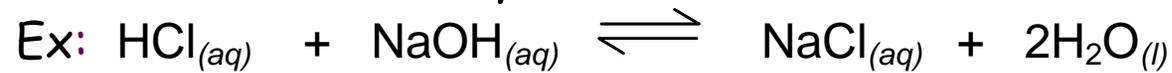
Indireta

Pelo resto ou retorno

Tipos de Titulação

Direta

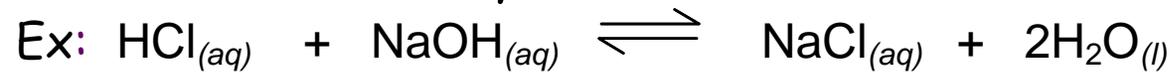
Normalmente a solução padrão é colocada na bureta e adicionada ao titulado no erlenmeyer.



Tipos de Titulação

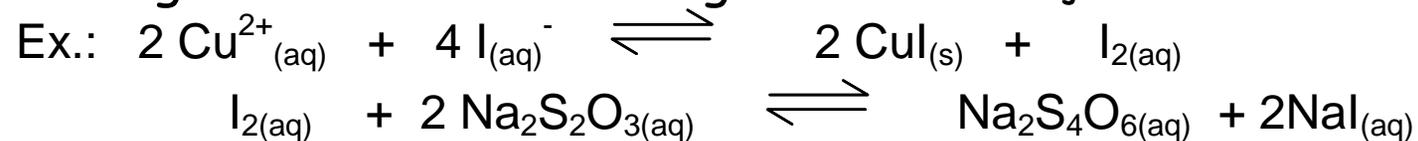
Direta

Normalmente a solução padrão é colocada na bureta e adicionada ao titulado no erlenmeyer.



Indireta

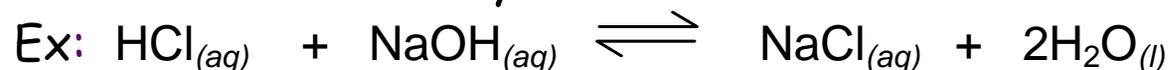
O reagente a ser titulado é gerado na solução.



Tipos de Titulação

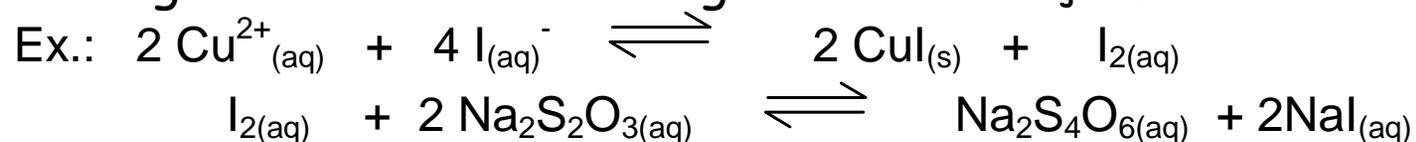
Direta

Normalmente a solução padrão é colocada na bureta e adicionada ao titulado no erlenmeyer.



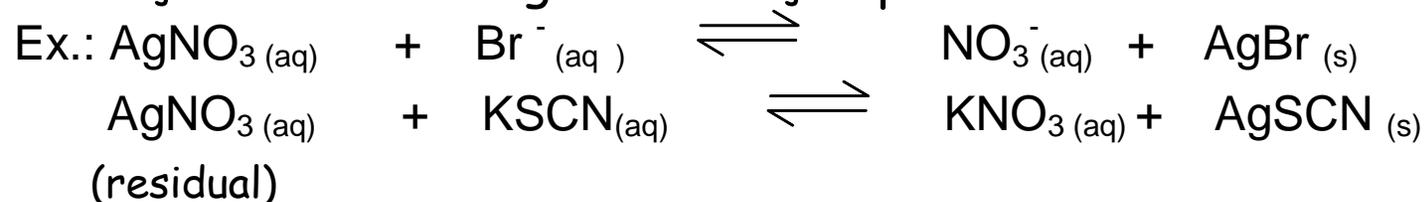
Indireta

O reagente a ser titulado é gerado na solução.



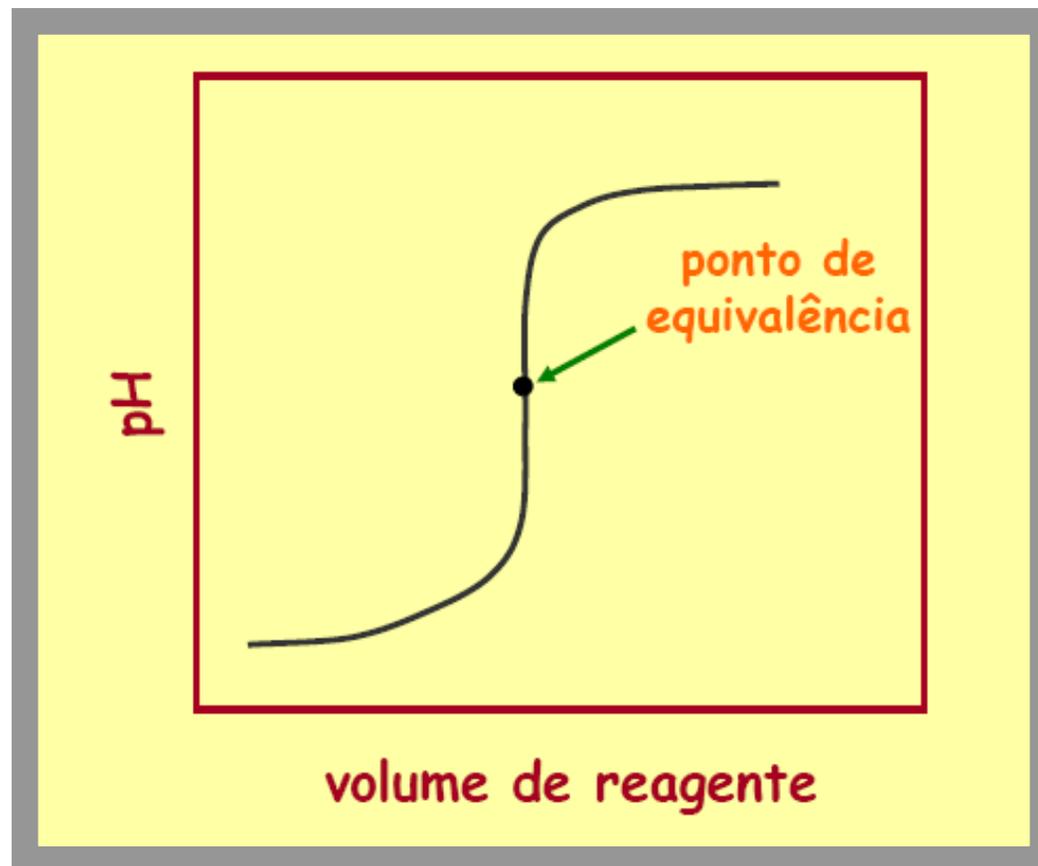
Pelo resto ou retorno

Um excesso, conhecido, de uma solução padrão é adicionado a solução do analito e a quantidade excedente (residual) é determinada por uma titulação com uma segunda solução padrão.



Curvas de Titulação

É a representação gráfica do processo de titulação, que mostra a variação logarítmica de uma determinada propriedade, geralmente concentração, em função do volume do titulante adicionado.



Exemplo de uma curva de titulação - volumetria de neutralização