

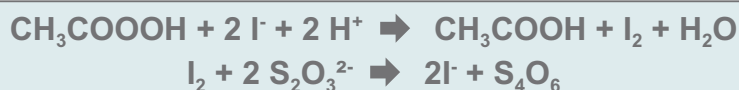
Determinação de Concentração de Peróxido de Hidrogênio e Ácido Peracético por Cerimetria e Iodometria.

Princípio

A amostra é dissolvida em solução de ácido sulfúrico diluído e previamente resfriada a uma temperatura abaixo de 5°C. O peróxido de hidrogênio é titulado com solução padronizada de sulfato cérico, usando-se ferroin como indicador.



Após essa determinação, é adicionada uma solução de iodeto de potássio e o iodo liberado é titulado com solução padronizada de tiosulfato de sódio, usando-se solução de amido como indicador.



Medidas de Segurança

É obrigatório o uso de óculos de segurança (proteção total dos olhos), durante este procedimento.

Material e Aparelhagem

- Pesa-filtro de 2 mL ou similar
- Erlenmeyer de 300 mL com tampa ou similar
- Proveta de 250 mL
- Pipeta graduada de 1,2 e 10 mL
- Bureta de 50 mL
- Balança analítica
- Agitador magnético

Reagentes

Todos os reagentes deverão ser de grau analítico, a menos que seja especificada outra qualidade.

A água, destilada ou desmineralizada.

- Solução padrão de sulfato cérico amoniacal $[(\text{NH}_4)_4 \text{Ce}(\text{SO}_4)_4]$ 0,1N fatorada.
- Solução padrão de tiosulfato de sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) fatorada.
- Solução aquosa de iodeto de potássio (KI), recém-reparada: pesar 50g de iodeto de potássio e dissolver em 500mL de água, adicionar 0,2g de carbonato de sódio (Na_2CO_3). Agitar até dissolver.
- Solução de ácido sulfúrico (H_2SO_4) 2N: diluir 55,5 mL de H_2SO_4 concentrado (36N) em 1.000 mL de água.
- Solução indicadora de ferroin: dissolver 0,1740g de sulfato ferroso heptaidratado ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) em 25 mL de água. Adicionar 0,3712g de 1,10-fenantrolina monoidratada. Agitar até dissolver.
- Solução de amido a 5 g/L: pesar 0,5g de amido em pó em um béquer. Adicionar 1 mL de água e misturar até formar uma pasta homogênea. Em um béquer de 200 mL, aquecer 100 mL de água até a fervura e adicionar, então, a pasta de amido obtida, agitando vigorosamente. Deixar a solução fervendo por aproximadamente 5 minutos. Resfriar, transferir para um balão de 100 mL, completar o volume e acondicionar em frasco âmbar, em geladeira.

Procedimento

- Num copo de 1.000 mL, colocar com proveta 500 mL de solução de H_2SO_4 -2N previamente resfriada a uma temperatura menor que 5°C . Adicionar 20 gotas de solução de indicador de ferroin e neutralizar com solução de sulfato cérico amoniacal - 0,1N até que a coloração passe do laranja para o azul, com permanência da cor por pelo menos 15 segundos.
- Utilizando proveta de 250 mL, tomar 150 mL desta solução e transferir para um erlenmeyer de 300 mL.
- Pesar uma quantidade adequada de amostra (veja tabela) em um pesa-filtro, em balança analítica com precisão de 0,1 mg. Seja M o peso da amostra, em g.
- Com auxílio de uma bureta de 50 mL, titular com solução padronizada de sulfato cérico amoniacal - 0,1N até a mudança da coloração do laranja para o azul, permanecendo assim por pelo menos 15 segundos. Seja A o volume da solução de sulfato cérico amoniacal gasto na titulação, em mL.
- Adicionar, em seguida, com auxílio de pipeta graduada, 10 mL de solução de iodeto de potássio recém-preparada, sendo que os primeiros 3 mL sejam adicionados gota a gota.
- Utilizando uma bureta de 50 mL, titular o iodo liberado com solução padronizada de tiossulfato de sódio 0,1N até que a coloração mude do marrom para o laranja. Neste ponto, adicionar 5 mL de solução de amido e continuar a titulação até a cor laranja (solução límpida). Seja B o volume de titulante gasto nesta etapa, em mL.
NOTA: a coloração poderá voltar a escurecer, porém considere o final da titulação no primeiro ponto de viragem.
- Paralelamente à análise da amostra, efetuar uma prova em branco, consistindo em : 150 mL de ácido sulfúrico 2N neutralizado com sulfato cérico amoniacal e 10 mL de solução de iodeto de potássio. Titular com solução padronizada de tiossulfato de sódio 0,1N. Seja C o volume gasto em mL na prova em branco.

Resultados

Peróxido de hidrogênio

A concentração de peróxido de hidrogênio (H_2O_2) presente na amostra de PAA, expressa em porcentagem em peso, é dada pela seguinte expressão:

$$[\text{H}_2\text{O}_2]_{\%} = \frac{A \times f_1 \times 0,1701}{M}$$

Ácido peracético

A concentração de ácido peracético (CH_3COOOH) presente na amostra de PAA, expressa em porcentagem em peso, é dada pela seguinte expressão:

$$[\text{CH}_3\text{COOOH}]_{\%} = \frac{(B-C) \times f_2 \times 0,3803}{M}$$

Onde:

A = volume da solução de sulfato cérico amoniacal - 0,1N gasto na primeira titulação da amostra, em mL

B = volume da solução de tiossulfato de sódio - 0,1N gasto na segunda titulação da amostra, em mL

C = volume da solução de tiossulfato de sódio - 0,1N gasto na titulação da prova em branco, em mL

f₁ = fator da solução de sulfato cérico amoniacal - 0,1N utilizada

f₂ = fator da solução de tiossulfato de sódio - 0,1N utilizada

M = massa da amostra, em g



PAA	Concentração teórica de ácido peracético (%p)	Quantidade a pesar (g)
0,25	0,2 - 0,4	0,80 a 0,85
020	2,0 - 2,3	0,6 a 0,65
035	3,5 - 3,85	0,2 a 0,25
050	5,2 - 5,5	0,2 a 0,25
150	15,0 - 15,9	0,2 a 0,25

ALLOXY Especialidades Químicas Ltda.

Fone: 41 3383.0233
Central de Vendas: 0800 643 0237
comercial@alloxy.com.br

Rua Rio Miringuava, 245, Campo Largo da Roseira
São José dos Pinhais - PR
CEP: 83.183.000 | Caixa Postal: 377



alloxy.com.br

