

PAA

Determinação de Concentração de Peróxido de Hidrogênio e Ácido Peracético em Soluções de Desinfecção por Permanganimetria e Iodometria.

Princípio

A amostra é dissolvida em solução de ácido sulfúrico diluído e resfriado a uma temperatura próxima de 0°C. O peróxido de hidrogênio da amostra é titulado com uma solução padronizada de permanganato de potássio até coloração rósea permanente.



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. Ocorrem as seguintes reações:



Medidas de Segurança

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

Material e Aparelhagem

- Erlenmeyer de 500 mL com tampa, para iodometria
- Pipeta volumétrica de 100 mL
- Pipeta volumétrica de 50 mL
- Pipeta volumétrica de 25 mL
- Pipeta graduada de 10 mL
- Proveta graduada de 250 mL
- Proveta graduada de 500 mL
- Copo de 1.000 mL
- Termômetro de 0 a 50°C
- Bureta de 25 mL
- Bureta de 50 mL
- Agitador magnético
- Banho de Gelo (ou freezer)

Reagentes

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

A água, destilada ou desmineralizada.

- Solução padrão de permanganato de potássio (KMnO_4) 0,5N fatorada.
- Solução padrão de permanganato de potássio (KMnO_4) 0,1N fatorada.
- Solução padrão de tiosulfato de sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 0,1N 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: adicionar, lentamente, sob resfriamento e agitação, 55,5 mL de ácido sulfúrico concentrado (36N) em 1L de água.
- 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 ácido sulfúrico 2N. Adicionar permanganato de potássio 0,1N, gota a gota, até obter uma coloração levemente rósea e a seguir, resfriar utilizando banho de gelo ou freezer, até uma temperatura próxima de 0°C.
- Utilizando proveta de 250 mL, tomar 150 mL desta solução e transferir para um erlenmeyer de 300 mL.
- Com pipeta volumétrica, transferir o volume adequado da amostra (veja tabela) para um erlenmeyer e homogeneizar. Seja V o volume tomado em mL.
- Com auxílio de uma bureta de 50 mL, titular com solução padronizada de permanganato de potássio de normalidade adequada (veja tabela) até uma coloração rósea permanente. Seja A o volume gasto em mL.
Obs.: se a temperatura da mistura da amostra com a solução de ácido sulfúrico for excessivamente baixa, a reação do peróxido de hidrogênio com o permanganato se dará levemente, podendo haver uma falsa viragem.
- 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 25 mL, titular o iodo liberado com solução padronizada de tiosulfato de sódio 0,1N até o desaparecimento da coloração amarelada. Neste ponto, adicionar 5 mL de solução de amido e continuar a titulação até incolor. Seja B o volume gasto em mL.
- Paralelamente à análise da amostra, efetuar uma prova em branco, consistindo em: 150 mL de ácido sulfúrico 2N e 10 mL da solução de iodeto de potássio. Titular com solução padronizada de tiosulfato 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 ppm, é dada pela seguinte expressão:

$$[H_2O_2] = \frac{A \times f_1 \times N_1 \times 17.008}{V}$$

Ácido peracético

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

$$[CH_3COOOH] = \frac{(B-C) \times f_2 \times 3.800}{V}$$

Oxigênio ativo

A concentração de oxigênio ativo da amostra de PAA, expressa em ppm, pode ser calculada a partir das concentrações de peróxido de hidrogênio e ácido peracético, utilizando-se a fórmula abaixo:

$$\text{Oxigênio ativo} = 0,470 \times [H_2O_2] + 0,210 \times [CH_3COOOH]$$

Onde:

V = volume da amostra em mL

B = volume da solução de tiosulfato de sódio ($Na_2S_2O_3$) gasto na titulação do iodo liberado em mL

C = volume da solução de tiosulfato de sódio ($Na_2S_2O_3$) gasto na titulação da prova em branco em mL

N₁ = normalidade da solução de permanganato de potássio ($KMnO_4$)

f₁ = fator da solução de permanganato de potássio ($KMnO_4$) utilizada na titulação de H_2O_2

f₂ = fator da solução de tiosulfato de sódio ($Na_2S_2O_3$) utilizada na titulação do iodo liberado

[H_2O_2] = concentração de peróxido de hidrogênio, em ppm

[CH_3COOOH] = concentração de ácido peracético, em ppm



Tabela orientativa do volume da amostra a ser tomado e da normalidade do permanganato de potássio a empregar

Concentração prevista de ácido peracético (ppm)	Volume da amostra (mL)	Normalidade do Permanganato de Potássio
50	100	0,1
150	50	0,1
300	50	0,1
600	25	0,1
1000	25	0,5
2000	25	0,5

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

