

MÉTODOS DE ENSAIOS DE QUALIDADE

• CÁLCULO DO TEOR DE ÁCIDO SULFÚRICO LIVRE

1. OBJETIVO

- 1.1. Determinar a porcentagem de ácido sulfúrico livre contido no ácido sulfônico.

2. APLICAÇÃO

- 2.1. Amostras de ácido sulfônico

3. RESUMO DO MÉTODO

Para determinação do teor de ácido sulfúrico livre, utiliza-se a metodologia para determinação de matéria ativa aniônica em tensoativo (LAB MA 02) e a metodologia para determinação do índice de acidez (LAB MA 04) e, através de cálculos com os resultados obtidos nas análises citadas obtêm-se a teor de ácido sulfúrico livre.

4. REAGENTES

- 4.1. Os reagentes utilizados nas análises LAB MA 02 e LAB MA 04

5. CÁLCULOS

Calcular o teor de ácido sulfúrico livre pela fórmula:

Para o ácido sulfônico 96%:

$$\% \text{H}_2\text{SO}_4 = (\text{I.A.} \times 49 / \text{MM do NaOH} \times 10) - (\text{M.A.} \times 49 / \text{PMM do LAS})$$

Onde: I.A. = índice de acidez. 49 = massa molar do ácido sulfúrico. MM do NaOH = 40 g/mol M.A = matéria ativa aniônica PMMLAS = peso molecular médio do ácido sulfônico (aproximadamente 320 g/mol).

Para o ácido sulfônico 90%:

$$\% \text{H}_2\text{SO}_4 = \{ \text{I.A.} - (\text{Mat Ativa} \times 1,731) \} \times 0,08734$$

$$\% \text{Na}_2\text{SO}_4 = \text{H}_2\text{SO}_4 \text{ LIVRE} \times 1,45$$

Onde: I.A. = índice de acidez.

49 = massa molar do ácido sulfúrico.

MM do KOH = 56,11 g/mol

M.A = matéria ativa aniônica

MM = massa molecular média do ácido sulfônico (aproximadamente 320 g/mol)

1,731 = Conversão do peso molecular do KOH com o teor do peso molecular do LAS tendo como média 324 KOH 56,1

Ex : $56,1 / 324 \times 10 = 1,731481$

0,08734 = Proveniente da massa molecular de H₂SO₄ com o peso molecular do KOH KOH 56,1 e H₂SO₄ 98 / 2 = 49

Ex: $49 / 56,1 / 10 = 0,087344$

1,45 = Proveniente da divisão do peso molecular do H₂SO₄ com o do Na₂SO₄

H₂SO₄ 98

Na₂SO₄ 142 Ex : $142 / 98 =$

6. PRECAUÇÕES DE SEGURANÇA

6.1. Utilizar luvas, máscaras e óculos de segurança.

7. REFERÊNCIA

7.1. Laboratório Deten

8. HISTÓRICO DE ALTERAÇÃO

8.1. Esta é a revisão nº 03 deste documento.

- **DETERMINAÇÃO DO ÍNDICE DE ACIDEZ**

1. OBJETIVO

1.1. Determinar a acidez somatória do ácido sulfônico e do ácido sulfúrico, através de titulação com hidróxido de sódio utilizando-se fenolfetaleína como indicador e etanol como veículo.

2. APLICAÇÃO

2.1. Amostras de ácido sulfônico

3. RESUMO DO MÉTODO

O método consiste em uma titulação ácido-base baseada na neutralização de dois ácidos fortes e uma base forte. A utilização do etanol facilita análise porque impede a formação de espuma.

4. REAÇÕES



5. REAGENTES

5.1. Solução de Hidróxido de Sódio 0,1 mol L⁻¹

5.2. Etanol 50% v/v

5.3. Fenolfetaleína solução 0,1% em etanol

6. APARELHAGEM

6.1. Balança Analítica, 0,1 mg de precisão.

6.2. Bureta de 50 mL

6.3. Erlenmeyer 250 mL

6.4. Proveta de 100 mL

7. PROCEDIMENTOS

7.1. Em um erlenmeyer de 250 mL, pesar entre 0,1 a 0,5 g. da amostra a ser analisada.

7.2. Adicionar 100 mL de solução de etanol 50% v/v e homogeneizar cuidadosamente até completa dissolução, em seguida adicionar 3 a 4 gotas de fenolfetaleína.

7.3. Titular com hidróxido de sódio 0,1 mol L⁻¹ até a primeira coloração rósea clara que perdure por no mínimo 30 segundos.

8. CÁLCULOS

Calcular o índice de acidez total pela fórmula:

- Para o ácido sulfônico 96%:

$$\text{Índice de acidez (mg NaOH / g)} = V \times M \times fc \times MM / m$$

Onde:

V = volume de NaOH gasto em mL.

M = molaridade da solução de NaOH.

fc = fator de correção da solução de NaOH.

m = massa da amostra, em g.

MM = Massa Molar de NaOH = 40,0 g/mol.

Para o ácido sulfônico 90%:

$$\text{Índice de acidez (mg KOH / g)} = V \times M \times fc \times MM / m$$

Onde:

V = volume de NaOH gasto em mL.

M = Molaridade da solução de NaOH.

fc = fator de correção da solução de NaOH.

m = massa da amostra, em g.

MM= massa Molar de KOH = 56,11 g/mol.

10. PRECAUÇÕES DE SEGURANÇA

10.1. Utilizar luvas, máscaras e óculos de segurança.

11. HISTÓRICO DE ALTERAÇÃO

11.1. Esta é a revisão nº 03 deste documento.

- **DETERMINAÇÃO DO TEOR DE INSULFONADOS**

1. OBJETIVO

1.1 Determinar o teor de insulfonáveis (material orgânico não-detergente) presente no ácido sulfônico.

2. APLICAÇÃO

2.1. Amostras de ácido sulfônico.

3. RESUMO DO MÉTODO

O Material Orgânico Não-Detergente é extraído com éter de petróleo, proveniente de uma solução contendo ácido sulfônico, usando água/etanol como solvente.

4. REAGENTES

- Éter de Petróleo PA - Etanol

5. MATERIAIS

- Becker de 100 mL - Funil decantação tipo pêra com tampa de teflon - Pérolas de vidro - Proveta graduada de 25 mL - Dessecador - Banho Maria - Balança analítica – Estufa

6. PROCEDIMENTOS

- Pesar de 3,000 a 5,000 gramas de amostra em um Becker de 100 mL e adicionar 100 mL de etanol 1:1, Homogeneizar e transferir a solução quantitativamente para o Funil de decantação tipo pêra, em seguida adicionar 80 mL de Éter de Petróleo, tampar o funil de decantação e agitar bem, aproximadamente 20 vezes, soltando a tampa eventualmente para aliviar a pressão;

- Deixar em repouso para separação das fases por aproximadamente 5 min , em seguida coletar a fase inferior em Becker que foi dissolvido o LAS e a fase superior (fase etérea) em becke de 100 mL previamente tarado com pérolas de vidro.

- Em seguida repetir o processo anterior : Adicionar o Las dissolvido em etanol 1:1 novamente no Funil de decantação tipo pêra, em seguida adicionar 80 mL de Éter de petróleo , tampar o funil de decantação e agitar bem, por aproximadamente 20 vezes, soltando a tampa eventualmente para aliviar a pressão; Deixar em repouso para separação das fases por aproximadamente 5 min , em

seguida coletar a fase inferior em Becker que foi dissolvido o LAS e este pode ser desprezado , e a fase superior, recolher juntamente com a primeira fase do Éter de petróleo em Becker previamente tarado e em seguida evaporar em banho-maria até completa evaporação do Éter de Petróleo;

- Colocar na estufa por alguns minutos, levar ao dessecador até atingir temperatura ambiente e pesar logo em seguida.

Nota 1: Caso haja formação de emulsão, adicionar um pouco de água destilada ou etanol. Se a emulsão persistir, adicionar um pouco de cloreto de sódio.

7. CÁLCULOS

Dedução da fórmula: $\%INS = (P2 - P1) \times 100 / M$ Onde: M = massa da Amostra (g) P1 = Tara do Becker (g) P2 = Peso do Becker contendo o teor de insulfonáveis após dessecador

8. PRECAUÇÕES DE SEGURANÇA

8.1. Utilizar luvas, máscaras e óculos de segurança.

9. REFERÊNCIA

9.1. Laboratório Deten (Método Chemithon 1201.4)

10. HISTÓRICO DE ALTERAÇÃO

10.1 Esta é a revisão nº 04 deste documento