

## **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 aniónica 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 obtém-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 aniónica 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.

$$\text{MM do KOH} = 56,11 \text{ g/mol}$$

M.A = matéria ativa aniónica

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 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> com o peso molecular do KOH KOH 56,1 e H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 98 / 2 = 49

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

1,45 = Proveniente da divisão do peso molecular do H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> com o do Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>  
H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 98

Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 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<sup>-1</sup>
- 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%:

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

Onde:

V = volume de NaOH gasto em mL.

M = molaridade da solução de NaOH.

f<sub>c</sub> = fator de correção da solução de NaOH.

m = massa da amostra, em g.

M<sub>M</sub> = Massa Molar de NaOH = 40,0 g/mol.

Para o ácido sulfônico 90%:

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

Onde:

V = volume de NaOH gasto em mL.

M = Molaridade da solução de NaOH.

f<sub>c</sub> = fator de correção da solução de NaOH.

m = massa da amostra, em g.

M<sub>M</sub> = 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 beckre 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