

Experimento: Análise dos produtos gerados pela eletrólise aquosa de NaCl

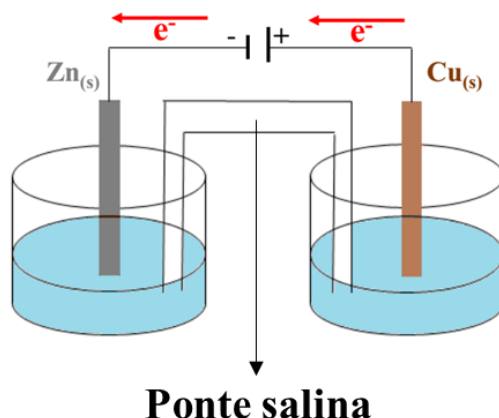
Prof. Fernando Mota de Oliveira
Prof.^a Silvéria Neves de Paula e Souza

1. Introdução

1.1. Eletrólise

Uma célula eletroquímica pode ser classificada como galvânica ou eletrolítica. Se uma reação de oxirredução tende a ocorrer espontaneamente na célula, o que produz uma diferença de potencial, ela é classificada como galvânica. Caso uma reação de oxirredução seja forçada pela aplicação de uma diferença de potencial, a célula é classificada como eletrolítica (Figura 1).

Figura 1: Exemplo de célula eletrolítica na qual a oxidação de $\text{Cu}_{(s)}$ e a redução do $\text{Zn}^{2+}_{(aq)}$ são forçadas.



As células eletrolíticas são amplamente utilizadas na indústria para produção de diversos compostos como $\text{Cl}_{2(g)}$, $\text{NaOH}_{(s)}$, $\text{Al}_{(s)}$, $\text{Mg}_{(s)}$, entre outros.

A lei de Faraday da eletrólise relaciona a quantidade de elétrons envolvidos no processo eletrolítico e a quantidade de produto formado:

“A quantidade de produto formado pela eletrólise é estequiometricamente equivalente à quantidade de elétrons envolvidos”

Como exemplo, considere a semirreação de redução abaixo:



De acordo com a reação acima, “x” mols de elétrons são necessários para reduzir 1 mol de “A” a 1 mol de “B”. Como 1 mol de elétrons possuem 96485 C (constante de Faraday), conhecendo-se a carga envolvida no processo é possível calcular o número de mols de B produzidos:

$$Q = n_e \times F ; n_B = \frac{n_e}{x} \quad (2)$$

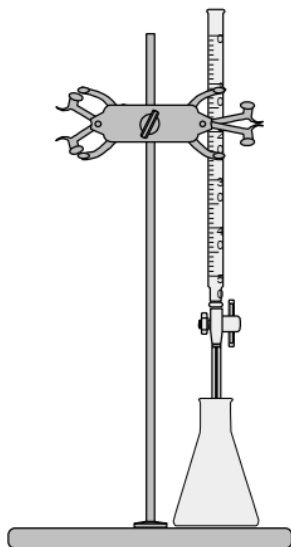
A carga por sua vez, pode ser obtida monitorando a corrente de eletrólise em função do tempo. Sendo constante a corrente, tem-se:

$$Q = I \times t \quad (3)$$

1.2. Titulação

As titulações consistem em procedimentos de análise química, os quais permitem quantificar a concentração de determinada espécie em solução (analito). Este método tem como base a reação, de estequiometria conhecida, entre titulante e titulado. Nas titulações volumétricas o titulante consiste numa solução de concentração conhecida e o titulado consiste da espécie a qual se pretende determinar a quantidade expressa em concentração mol/L, concentração g/L, porcentagem m/m, entre outras.

Figura 2: Arranjo instrumental necessário à aplicação de uma titulação volumétrica. Fonte: software chemsketch freeware.



A equivalência em quantidade de matéria (número de mols) entre as espécies titulante e titulado caracteriza o ponto de equivalência. Tal ponto não pode ser observado em métodos clássicos que utilizam o arranjo acima ilustrado. O ponto final da análise de titulação é alcançado quando da observação visual da mudança de coloração ou formação de precipitados ou complexos coloridos. Para tal são utilizadas substâncias chamadas de indicadores. A diferença entre os volumes do ponto de equivalência (estimado) e do ponto final da titulação (obtido experimentalmente) é conhecida como erro da titulação (equação 4). Quanto maior essa diferença, maior será o erro e menos precisa será a análise.

$$E_t = V_{pf} - V_{pe} \quad (4)$$

Como mencionado, a concentração do titulante deve ser conhecida com exatidão. Portanto, esta solução deve ser preparada utilizando substâncias padrão, as quais podem ser classificadas como padrão primário ou padrão secundário. Um padrão primário consiste numa substância ultrapurificada. Uma substância cuja pureza seja determinada por uma comparação com um padrão primário torna-se um padrão secundário. Então, a pureza de um padrão secundário é conhecida com exatidão. Ambos, padrão primário e padrão secundário, são utilizados em titulações volumétricas.

2. Objetivos

Realizar a eletrólise de uma solução aquosa de NaCl. Detectar o produto da reação anódica e quantificar o produto da reação catódica.

3. Parte Experimental

3.1. Materiais e Reagentes

1 Carregador de celular adaptado.	1 Bureta de 10,0 mL
1 Balança analítica.	1 Erlenmeyer de 125,0 mL
1 Tubo de vidro ou plástico em formato de U.	1 Pipeta de vidro 10,0 mL
1 Cronômetro.	1 Pipeta de vidro de 5,0 mL
1 Pipeta de Pasteur.	1 Pera pipetadora.
2 Bastões de grafite.	1 Proveta de 50,0 mL
2 Tubos de ensaio.	Algodão.
2 Béqueres de 50 mL.	Solução alcoólica de fenolftaleína (0,1 % m/v).
1 Béquer de 100 mL	NaCl _(s) .
1 Balão volumétrico de 50 mL.	Solução aquosa de HCl 0,01 mol/L.
1 Balão volumétrico de 100 mL	Solução aquosa de iodeto de potássio 0,1 mol/L.
1 Espátula.	Amido.
1 Suporte universal.	Vinagre.
2 Mufas	Água sanitária.
1 Bastão de vidro.	Água destilada.

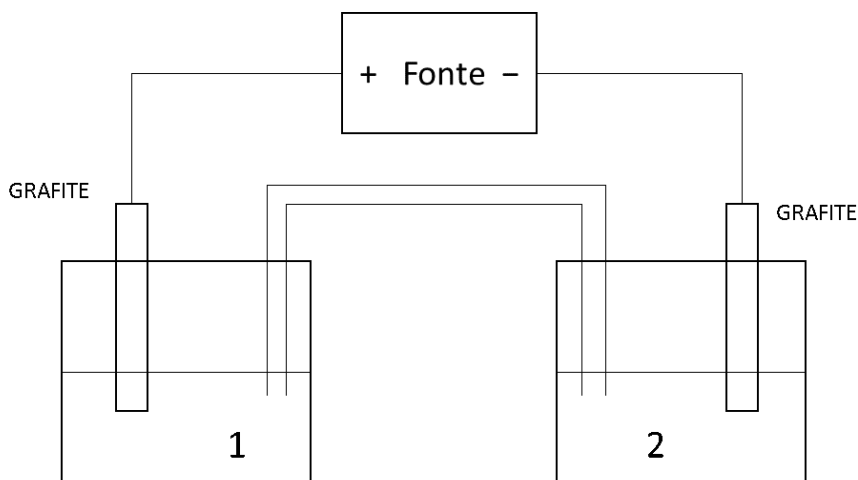
3.2. Procedimentos

3.2.1. Eletrólise

- 1- Prepare 50 mL de uma solução aquosa de NaCl 0,50 mol/L. Para tanto, calcule a massa necessária.
- 2- Em seguida, coloque um béquer sobre a balança analítica e utilize a função “Tara”. Assim, a balança subtrairá automaticamente a massa do béquer.

- 3- Com o auxílio de uma espátula, transfira para o béquer, cuidadosamente, a massa de NaCl calculada anteriormente.
- 4- Dissolva a massa de NaCl no béquer com água destilada ($V < 50 \text{ mL}$) e transfira a solução para o balão volumétrico de 50 mL, cujo volume até o menisco deve ser completado com água destilada. Reserve essa solução.
- 5- Numere dois béqueres como 1 e 2. Transfira para cada um dos béqueres aproximadamente 20 mL da solução aquosa de NaCl 0,50 mol/L preparada inicialmente e, utilizando esta solução, preencha o tubo em forma de U. Feche as extremidades do tubo utilizando algodão umedecido com a solução aquosa de NaCl 0,50 mol/L.
- 6- Monte o sistema mostrado na Figura 3. Para tanto, introduza o eletrodo ligado ao pólo negativo (preto) ao béquer 2 e o eletrodo ligado ao pólo positivo (vermelho) ao béquer 1.
- 7- Ligue o carregador e permita que a eletrólise ocorra durante 30 min.
- 8- Enquanto a eletrólise ocorre, realize a diluição descrita no item 3.2.2.**
- 9- Verifique o odor do béquer 1 após a eletrólise. Neste sentido, movimente o ar, utilizando uma das mãos, acima do béquer em direção ao nariz.
- 10- Observe o que ocorre em cada béquer, registre utilizando o quadro abaixo.

Figura 3: Montagem para realização de eletrólise.



Béquer	Observações
1	
2	

3.2.2. Diluição da solução de HCl

- 1- Calcule o volume de HCl concentrado (0,01 mol/L) necessário para preparar 100 mL de solução 0,001 mol/L.
- 2- Prepare a solução aquosa de HCl 0,001 mol/L com auxílio da pipeta, pera e balão volumétrico. Reserve a solução para utilização no item 3.2.4.

3.2.3. Detecção do produto gerado no béquer 1

- 1- Numere dois tubos de ensaio como 1 e 2.
- 2- Adicione ao tubo 1, na sequência apresentada, aproximadamente 2 mL de água destilada, 5 gotas da solução de iodeto de potássio 0,1 mol/L, 10 gotas de vinagre, uma ponta de espátula de amido e 5 gotas de água sanitária.
- 3- Agite o tubo 1.
- 4- Adicione ao tubo 2 a mesma sequência de reagentes, nas mesmas quantidades, exceto as gotas de água sanitária. Ao invés da água sanitária, transfira para o tubo 2 aproximadamente 1 mL de solução retirada do béquer 1. Este volume deve ser retirado com o auxílio da pipeta de Pasteur em uma região próxima ao eletrodo de grafite.
- 5- Agite o tubo 2. Registre as observações utilizando o quadro abaixo.

Tubo	Observações
1	
2	

3.2.4. Determinação do produto gerado no béquer 2

1- Para a titulação, transfira 5,0 mL, por meio de uma pipeta, da solução do béquer 2 da eletrólise e 15 mL de água destilada, utilizando uma proveta, para um erlenmeyer de 125,0 mL.

2- Adicione à solução do erlenmeyer 3 gotas da solução alcoólica do indicador fenolftaleína.

3- Fixe a bureta em um suporte universal utilizando as mufas. Preencha a bureta, além da marca inicial de volume, com a solução de HCl 0,001 mol/L. Abra a torneira da bureta e deixe escorrer um pouco de solução até que a marca inicial de volume seja alcançada. Posicione o erlenmeyer abaixo da bureta (veja a Figura 2). Abra a torneira da bureta, com uma das mãos, e permita que a solução goteje sobre a solução do erlenmeyer movimentado circularmente o erlenmeyer com a outra mão.

4- Pare a titulação quando a solução do erlenmeyer se tornar incolor. Anote o volume gasto da solução da bureta.

5- Preencha a bureta e realize a titulação mais duas vezes a fim de ter o resultado em triplicata. Preencha a tabela abaixo.

Titulação	Volume do ponto de equivalência
1	
2	
3	

Utilize os resultados da titulação para determinar a quantidade de NaOH(aq) produzido pela eletrólise.

4. Referências

ATKINS, P.; JONES L. Princípios de Química. Tradução Ricardo Bicca de Alencastro, 5ª ed., Bookman: Porto Alegre, 2010.

GROTHEER M.; ALKIRE R.; VARJIAN, R. Industrial Electrolysis and Electrochemical Engineering. The electrochemical Society *Interface*. 2006.

ELETRÓLISE DA SALMOURA – EXPERIMENTOS DE QUÍMICA – PORTAL e-AULAS, **YouTube**. Disponível em <<https://youtu.be/ILiYTIN6w5g>>. Acesso em 28/10/2021.

SKOOG, D. A.; WEST, D. M.; HOOLER, F. J.; CROUCH, S. R. Fundamentos de Química Analítica. Tradução Robson Mendes Matos, 9ª ed., Cengage Learning: São Paulo, 2014.