

PONTOS CRÍTICOS NA EXECUÇÃO DO MÉTODO DE DETERMINAÇÃO DA ACIDEZ TOTAL POR TITULAÇÃO COM INDICADOR DE FIM DE REAÇÃO E TITULAÇÃO POR POTENCIOMETRIA (OIV-MA-AS313-01)

Equipamento	⇕	POTENCIÓMETRO [3]	
		Existem várias causas:	
			<p>a) <i>Calibração inadequada</i></p> <p>b) <i>Má resposta do eletrodo. Baixa sensibilidade por falta de eletrólito, mau acondicionamento, má manipulação ou envelhecimento.</i></p> <p>c) <i>Temperatura não controlada</i></p>
	Atuação	<p>a) <i>Calibrar periodicamente o equipamento; Recomenda-se calibração antes de utilização. Efetuar a calibração com uma ligeira agitação. Verificar que o volume de solução utilizada cumpre o estabelecido nas especificações do eletrodo quanto ao volume mínimo necessário. Assegurar que o declive cumpre as especificações do equipamento/eletrodo. Utilizar pelo menos duas soluções de calibração que incluam a gama de medição. Verificar a resposta após calibração com recurso a uma solução tampão, independente das de calibração, ou uma amostra de controlo na gama de medição das amostras.</i></p> <p>b) <i>Verificar o nível de eletrólito. Verificar se existem bolhas de ar no interior do eletrodo junto da membrana. Acondicionar o eletrodo em solução de eletrólito recomendada pelo fabricante. Manusear cuidadosamente evitando friccionar ao secar.</i></p> <p><i>Para controlar o funcionamento do eletrodo recomenda-se realizar o seguinte teste: ler o valor em mV das soluções tampão pH 4 e 7. A diferença entre as leituras deve estar compreendida entre 160 a 180mV.</i></p> <p>c) <i>O pH depende diretamente da temperatura. Assegurar que a temperatura do sistema está controlada por sonda calibrada. Assegurar que a temperatura de calibração está entre 20 e 25 °C.</i></p>	
Equipamento	⇕	MATERIAL VOLUMÉTRICO - PIPETA E BURETA	
		Existem várias causas.	
			<p>a) <i>Equipamento de medição inadequado quanto ao volume e/ou especificidade (tolerância)</i></p> <p>b) <i>Equipamento de medição não íntegro</i></p> <p>c) <i>Equipamento de medição sujo</i></p>
Atuação	<p>a) <i>Utilizar material volumétrico preferencialmente Classe A (pipeta) e AS (bureta); Utilizar para a medição da amostra uma pipeta de 10 ml volumétrica. Utilizar uma bureta para medição da solução titulante com capacidade adequada ao volume a usar. Recomenda-se conhecer o comportamento da bureta, quanto ao erro de medição, em toda a sua escala. Ter em atenção que o material volumétrico não deve estar em utilização mais do que 5 anos.</i></p> <p>b) <i>Efetuar periodicamente uma inspeção visual do equipamento no sentido de avaliar a sua integridade física e detetar alguma fragilidade e/ou possível quebra. Dar especial atenção à extremidade da pipeta.</i></p> <p>c) <i>Lavar sempre a pipeta volumétrica, após utilização, com um detergente de lavagem específico para material de vidro. Periodicamente efetuar uma lavagem mais intensa à bureta para assegurar a inexistência de gordura o que compromete a correta leitura dos volumes. Podem ser utilizadas diferentes soluções de lavagem. A título indicativo refere-se uma solução a cerca de 280 g/l de hidróxido de sódio preparada em solução hidroalcoólica a cerca de 30 % (v/v). A frequência de limpeza bem como o tempo de contacto devem ser estabelecidos função da utilização do equipamento.</i></p>		

Reagentes	↕	SOLUÇÃO TAMPÃO PH7 [4.1]	
		Se o pH da solução não for rigorosamente 7 fica comprometido o valor da Acidez total uma vez que é esta solução que fixa a coloração no ponto de equivalência a pH7.	
		Atuação	<ul style="list-style-type: none"> • Preparar a solução com o rigor descrito no procedimento; • Em caso de dúvida confirmar o valor do pH da solução preparada com recurso a papel de pH ou à leitura por potenciometria; • Utilizar uma solução tampão de pH7 comercial.
	↕	SOLUÇÃO DE HIDRÓXIDO DE SÓDIO [4.2]	
		O título da solução de hidróxido de sódio determina o valor de Acidez Total. Não conhecer este título com rigor leva a resultados falseados por defeito ou por excesso.	
		Atuação	<ul style="list-style-type: none"> • Controlar o título da solução através da utilização de um padrão primário; recomenda-se recorrer à norma ASTM-200 de 2008 ou utilizar solução de hidróxido de sódio comercial com certificado de análise. • Estabelecer uma validade para o título da solução; • Nos cálculos para a determinação da Acidez Total utilizar um fator de correção correspondente ao título da solução utilizada.
SOLUÇÃO DE AZUL DE BROMOTIMOL – REAGENTE INDICADOR [4.3]			
ⓘ	Preparação do reagente - qualidade da água.		
	Atuação	<ul style="list-style-type: none"> • Preparar a solução com o rigor descrito no procedimento, nomeadamente quanto á utilização de água isenta de CO2. Recomenda-se ferver a água a utilizar durante pelo menos 20 minutos (Norma ASTM- E200) e deixar arrefecer completamente antes de utilizar. 	

Modo Operatório	PREPARAÇÃO DA AMOSTRA - DESGASEIFICAÇÃO [5.1]	
	ⓘ	Se a degaseificação da amostra for insuficiente o CO ₂ remanescente, que tem carácter ácido, interfere no valor da Acidez Total da amostra originando resultados por excesso.
	Atuação	<p>Ajustar o procedimento de degaseificação ao tipo de amostra. A título indicativo:</p> <ul style="list-style-type: none"> • vinho espumante: 4 minutos por vácuo; borbulhar gás inerte durante 10 min. • vinho frisante: 3 minutos por vácuo; borbulhar gás inerte durante 10 min. • vinho: 1-2 minutos por vácuo; borbulhar gás inerte durante 5 min.
	TITULAÇÃO POTENCIOMÉTRICA [5.2]	
	↕	<p>Existem várias causas:</p> <ol style="list-style-type: none"> a) Leitura correta do valor do pH b) Agitação adequada da amostra c) Utilização de água isenta de CO₂ d) Velocidade de adição do titulante
	Atuação	<ol style="list-style-type: none"> a) Recomenda-se antes de iniciar a titulação das amostras fazer a leitura de uma solução tampão a pH 7 para verificar o correto funcionamento do equipamento. (ver em Equipamento [3]) b) Recomenda-se a utilização de um agitador automático que imponha uma agitação uniforme assegurando assim a correta homogeneização do conteúdo do vaso de titulação. c) Recomenda-se a utilização de água isenta de CO₂ de acordo com as indicações da ASTM-E200 (ver solução de azul de bromotimol – reagente indicador [4.3]). d) A adição do titulante deve ser lenta devendo ser ajustada à velocidade de leitura do potenciómetro. Recomenda-se que antes de iniciar a titulação das amostras sejam efetuados alguns ensaios para adequar a velocidade de adição de titulante, ao sistema de medição em uso.
TITULAÇÃO COM INDICADOR [5.3]		
↕	<p>Existem várias causas:</p> <ol style="list-style-type: none"> a) Coloração da amostra dificulta deteção do ponto de equivalência b) Agitação adequada da amostra c) Utilização de água isenta de CO₂ d) Velocidade de adição do titulante 	
Atuação	<ol style="list-style-type: none"> a) É imperativa a realização do ensaio prévio para estabelecer a cor no ponto de equivalência. Este ensaio prévio é efetuado para cada amostra a analisar. Deve recorrer-se a um vaso de titulação que permita mais facilmente visualizar a cor. A título indicativo pode ser usada uma cápsula de porcelana branca de 11 cm de diâmetro e cerca de 2.5 cm de altura de bordo. a) Recomenda-se a utilização de um sistema de agitação (manual ou automático) que assegure a correta homogeneização do conteúdo do vaso de titulação. Na utilização de uma cápsula de porcelana branca como vaso de titulação, recorrer a uma vareta de vidro com ponteira de borracha para homogeneizar o conteúdo do vaso, durante a titulação. b) Recomenda-se que sejam seguidas as indicações da ASTM-E200, quanto ao tempo de fervura para assegurar a isenção total do CO₂ (ver solução de azul de bromotimol – reagente indicador [4.3]). c) A velocidade de adição de titulante é determinada pela destreza do operador. 	