TITULAÇÕES POTENCIOMÉTRICAS DE CÁTIONS METÁLICOS EM MEIO NÃO AQUOSO

Anderson Martin dos Santos[1]; Edemar Benedetti Filho[2]

[1]Estudante do Curso de Química Industrial da UEMS, Unidade Universitária de Dourados; E-mail: andersin_ms@hotmail.com; bolsista UEMS

[2]Professor do Curso de Química da UEMS, Unidade Universitária de Dourados; E-mail: edemar@uems.br

Palavras chave: Potenciometria, interação soluto-solvente, eletrodo de vidro.

RESUMO

O comportamento do eletrodo de vidro difere em um meio não aquoso, modificando a influência do potencial de junção e a resposta do eletrodo de vidro[1]. Através destas mudanças comportamentais do eletrodo de vidro, a proposta deste projeto, foi utilizar-se de titulações potenciométricas para a determinação de cátions metálicos modificando o meio aquoso do eletrodo de vidro, no qual a resposta obtida pelo eletrodo de vidro partindo para o meio não-aquoso promoveu uma melhor inflexão da curva de titulação, aumentando a confiabilidade do valor de equivalência.

1. INTRODUÇÃO

Para um vasto número de aplicações na industria a água dura pode ser indesejável, a dureza da água é relacionada com a concentração de íons de determinados minerais dissolvidos nesta substancia, como a presença de sais de Cálcio e Magnésio[2]. Na titulação com carbonato e da neutralização do EDTA[3], a alta afinidade destes dois ânions hidrolisáveis para íons de cálcio e magnésio, por exemplo, leva a curvas de titulações bem definidas, como resultantes de uma estequiometria de reação 1:1 entre moles de titulante e titulado, seguida de significativa hidrólise do ânion titulante com aumento de pH. Porém, ocorre um problema de separação analítica entre Ca^{2+} e o Mg^{2+}, prejudicando a análise, onde ocorre uma neutralização simultânea destes cátions, levando assim a erros experimentais. Contudo, utilizando titulações potenciométricas em meio aquoso/não-aquoso, podem melhorar a separação destes cátions (Ca^{2+} e Mg^{2+}), tornando possíveis suas determinações simultâneas livre de interferência entre esses cátions, e o resultado pode ser melhorado para a sua

detecção. O objetivo deste trabalho é promover um meio não aquoso para melhorar a inflexão da curva potenciométrica para obter uma melhor resposta do eletrodo de vidro para os cátions analisados.

2. MATERIAIS E MÉTODOLOGIA

As soluções padrões utilizadas foram preparadas utilizando água destilada e os seguintes sais, $CaCl_2$ (CIRQ, P.A.), $MgCl_2.6H_2O$ (Synth, P.A.), $BaCl_2.2H_2O$ (Nuclear, P.A.), $SrCl_2.6H_2O$ (Vetec, P.A.), Na_2CO_3 (CIRQ, P.A.), EDTA (CIRQ, P.A.). Todos os reagentes utilizados foram de grau analítico (P.A.), e com isso apresentaram uma pureza superior a 95%. Para o meio não aquoso utilizou-se solução de etanol. Para realização das medidas potenciométricas utilizou-se o pHmetro digital (B474 da MICRONAL), acoplado a um eletrodo de vidro e sensor de temperatura em aço inox, um agitador magnético HANNA (modelo HI 190 M).

2.1 Titulações em meio não aquoso utilizando etanol

Para a adição dos volumes da solução titulante (Na_2CO_3 0,20 mol.L^{-1}) foi utilizada uma bureta com 25,0 mL de capacidade, e a agitação da solução foi feita com um agitador magnético. Foi utilizado um béquer de vidro com capacidade de 150,0 mL. A amostra Xy^{2+} (uma das seguintes soluções contendo os sais Ca^{2+} e Mg^{2+} de concentração 0,1 mol.L^{-1}), foi introduzida diretamente no béquer, no qual cada amostra foi titulada como mostrado na tabela 01, no qual para o meio não aquoso utilizou-se variações das concentrações das soluções de etanol.

Tabela 01: Variação do volume de etanol na solução a ser titulada

Teste	Xy^{2+} 0,1 mol.L^{-1}	Água destilada	Etanol
1º	20,0 ml	20,0 ml	0,0 ml
2º	20,0 ml	17,0 ml	3,0 ml
3º	20,0 ml	15,0 ml	5,0 ml
4º	20,0 ml	12,0 ml	8,0 ml
5º	20,0 ml	10,0 ml	10,0 ml

As titulações ficaram sobre agitação até obter uma leitura constante após cada incremento de titulante (cerca de 25s) e as leituras de potencial foram anotadas em função do respectivo volume de titulante adicionado.

A titulação utilizando EDTA 0,01 $mol.L^{-1}$ como titulante, foi efetuado do mesmo modo que o anterior com Na_2CO_3, porem a concentração do titulado (amostra) passou de 0,1 para 0,001 $mol.L^{-1}$, e o volume a ser titulado passou para 50,0 ml ao invés de 20,0 ml.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Este estudo começou levando em consideração alguns problemas de visualização na mudança de coloração das soluções que ocorrem durante a titulação, como a turvação das amostras após a adição de água e à própria mudança de cor do indicador que começa com uma determinada tonalidade passando para outra, no qual geralmente a cor desaparece com a agitação da solução e a norma de titulação visual estabelece como ponto final, a permanência da coloração desejada, e esta coloração se intensificam com o decorrer da titulação. Estes problemas de visualização causam baixa reprodutibilidade nos ensaios afetando, inevitavelmente, a sua exatidão. A adição do solvente não-aquoso tem por objetivo melhorar a "visualização da viragem" (a mudança da solução em análise), devido ao aumento da inflexão da curva de titulação, onde o indicador na proporção 1:10, promove sua "viragem" mais intensamente. Solventes como o etanol, diminuem a constante de ionização de ácidos e bases fracas, a titulação em meio não-aquoso baseia-se no conceito acido básico de Bronsted – Lowry[4] e assim o solvente desempenha papel muito importante na determinação do caráter ácido-básico de uma substância. Um fato a caracterizar, é que a resposta dos eletrodos utilizados tem a capacidade de "perceber" a melhora na interação soluto/solvente e, desta forma, promover uma resposta mais adequada, intensificando seus sinais potenciométricos para os meios não-aquosos.

Foram efetuados vários testes partindo para o meio aquoso/não-aquoso como demonstrado na figura 01. Através da observação da figura 01, tornou-se evidente que a titulação para o meio aquoso/não-aquoso utilizando o etanol, apresentou uma melhora na resposta da titulação potenciométrica com uma inflexão bem definida em torno do ponto de equivalência. Com a adição progressiva do etanol, este fato foi mais bem observado, indicando assim a sua viabilidade, e com isso podendo ter uma melhor visualização do ponto de equivalência.

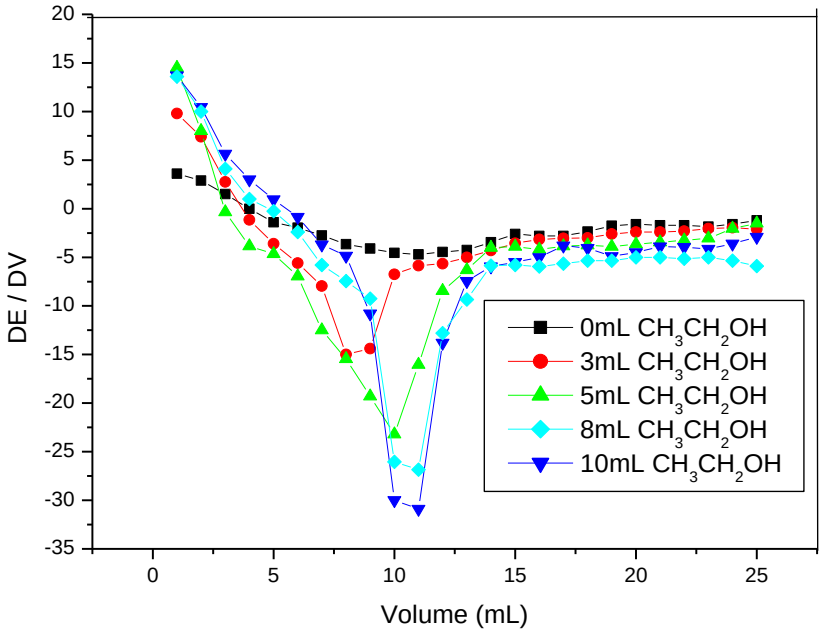

Figura 01: Curvas de titulação potenciométrica para diferentes concentrações de etanol, para uma amostra de 20,0mL de $CaCl_2$ + $MgCl_2$ 0,1 mol.L^{-1} , titulada com Na_2CO_3 0,2 mol.L^{-1}.

A figura 01 ilustra um aumento na interação entre o álcool adicionado nas soluções e a resposta do eletrodo de vidro. Este aumento de interação vem a ser benéfico para a idéia das titulações envolvendo dois cátions metálicos e sua determinação conjunta, diminuindo assim a interferência entre estes dois cátions com a resposta do eletrodo de vidro.

Efetuaram-se testes partindo para o meio aquoso/não-aquoso, com a adição do etanol, para as titulações potenciométricas com EDTA para a separação dos cátions (Ca^{2+} e Mg^{2+}), tornando possível uma melhora nas determinações simultâneas, tornando o sistema mais livre de interferência entre esses cátions, sendo assim satisfatório para a determinação dos cátions (Ca^{2+} e Mg^{2+}), de modo simultâneo.

4. CONCLUSÃO

O procedimento analítico desenvolvido apresentou uma boa adequação para a determinação da aplicação da técnica de titulação potenciométrica, partindo para o meio não-aquoso utilizando o etanol como solvente. Este procedimento tornou-se uma alternativa segura, de baixo custo, rápida, pratica e de fácil aplicação, para a obtenção de uma inflexão

bem definida em torno do ponto de equivalência para as detecções conjuntas de cátions metálicos.

5. AGRADECIMENTOS

A UEMS, pela bolsa de IC concedida.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRAFICAS

01 NEVES, E. A.; SUÁREZ, M. E. V. & ROSSI, M. V., *Programas em BASIC para análise de dados potenciométricos de calibração de eletrodo de vidro*. Anais do VI Simpósio Brasileiro de Eletroquímica e Eletroanalítica, 1988.

02 MASSE, L. & MASSE, D. I. *The effect of environmental and process parameters on flocculation treatment of high dry matter swine manure with polymers*. Bioresource Technology, 101(16), 2010.

03 ALEIXO, L. M. & GODINHO, O. E. S., *Discussão sobre o uso de funções de Gran modificadas em titulações potenciométricas ácido-base aplicadas à titulação da mistura de ácidos clorídricos e cítricos com base forte*. Química Nova, **10**(2), 1987.

04 PANIAGO, E. B.; CAMPOS, F. F.; CARVALHO, S. & COUTO, B. R. G. M., *Um sistema computacional para cálculos de pH e simulação de curvas de titulações ácido-base*. Química Nova, 14(1), 1991.