

PRÁTICA 03 - DETERMINAÇÃO DE CLORETO PELO MÉTODO DE MOHR E FAJANS

METAS

Familiarizar com as técnicas de preparo e padronização de uma solução de AgNO_3 ; determinar a concentração de cloreto em soro fisiológico.

OBJETIVOS

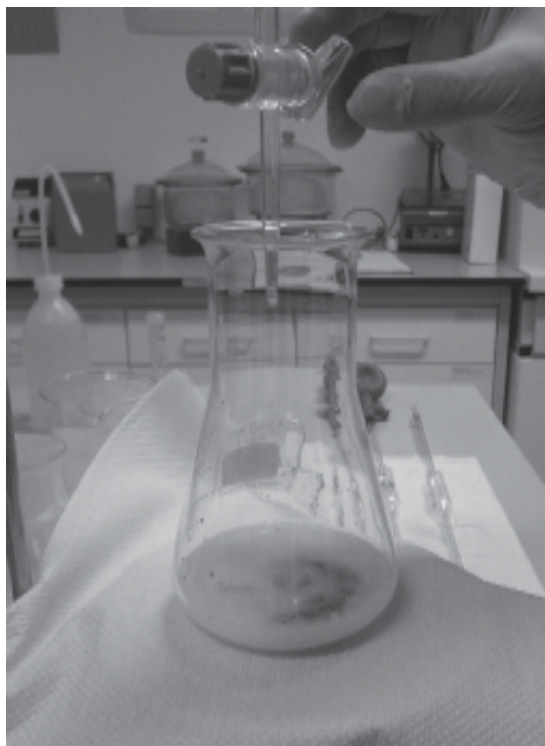
Ao final desta aula, o aluno deverá:

realizar a preparação e padronização de uma solução de nitrato de prata utilizando os materiais adequados para este procedimento;

determinar o teor cloreto em amostra de soro fisiológico pelos Métodos de Mohr e Fajans.

PRÉ-REQUISITOS

Saber os fundamentos da Titulometria de Precipitação.



Estudante realizando a titulação de padronização do Nitrato de Prata, uma das etapas do processo de determinação de cloretos num sal de cozinha pelo Método de Mohr (Fonte: <http://tal57.blogspot.com>).

INTRODUÇÃO

Na última aula foram realizadas duas práticas relacionadas à análise volumétrica de neutralização: a determinação da acidez volátil em amostra de vinagre (ácido monoprotico) e o teor de ácido fosfórico (ácido poliprotico) presente em reagente comercial pela titulação com NaOH utilizando indicadores diferentes para detecção do ponto final.

Ao longo desta aula, analisaremos a presença de cloreto em amostras de soro fisiológico utilizando dois métodos argentimétricos diferentes, o direto (Método de Mohr) e o indireto (Método de Fajans). Para tanto é necessário preparar e padronizar a solução de nitrato de prata, AgNO_3 , usando cloreto de sódio como padrão primário em presença de cromato de potássio como indicador até o aparecimento do precipitado avermelhado e uma mudança de cor na solução. É importante ressaltar que o indicador cromato de potássio deve ter concentração mais fraca para que não dificulte a percepção do ponto final.



(Fonte: <http://upload.wikimedia.org>)

FUNDAMENTOS TEÓRICOS

A titulação de precipitação é um método volumétrico baseado em reações de formação de compostos pouco ionizáveis, pouco solúveis e complexos; onde a reação de precipitação deve processar-se instantaneamente e proporcionar condições para uma conveniente sinalização do ponto final. O ponto final é frequentemente determinado com o auxílio de indicadores específicos para as reações envolvidas. Um aspecto importante nas titulações que envolvem o cromato como indicador é a concentração do mesmo, pois as soluções mais concentradas são bastante intensamente amarelas e dificultam a percepção do ponto final.

Dentre os métodos volumétricos de precipitação, os mais importantes são os que empregam solução padrão de nitrato de prata; são os chamados métodos argentimétricos, que se baseiam na formação de sais pouco solúveis (haletos, cianetos, tiocianato) de prata. O nitrato de prata é disponível comercialmente com elevado grau de pureza, sendo considerado como um padrão primário, mas seu custo é bastante elevado. Por isso, soluções de AgNO_3 preparadas usando o sal de pureza menor, devem ser padronizadas. Além disso, baseados nos diferentes tipos de indicadores disponíveis, a argentimetria compreende três distintos métodos para determinação volumétrica de cloreto com íons prata, conforme a titulação seja direta ou indireta. Nesta aula estudaremos apenas dois deles: o método de Mohr, baseado na formação de um sólido colorido (princípio da precipitação fracionada) e método de Fajans, baseado na mudança de cor associada com a adsorção de um indicador sobre a superfície de um sólido.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Nesta aula, vamos analisar a presença de cloreto em amostras de soro fisiológico. Para tanto é necessário preparar e padronizar a solução de nitrato de prata, AgNO_3 $0,05 \text{ mol L}^{-1}$ ($\text{MM} = 170\text{g/mol}$) antes das determinações nas amostras de acordo com o procedimento:

- a) Pesar, aproximadamente, 4,25 g de AgNO_3 p.a. e dissolver em 200 mL de água destilada livre de cloreto. Transferir para uma proveta de 500 mL. Completar o volume com água destilada e homogeneizar a solução com um bastão de vidro;
- b) Guardar a solução em frasco escuro limpo e lavado com pequenas porções da solução preparada. Rotular.

Para padronizar a solução de AgNO_3 , usaremos o padrão primário cloreto de sódio, NaCl ($\text{MM} = 58,5\text{g/mol}$):

- Pesar, exatamente, de 0,7400 a 0,7500 g de NaCl , seco na estufa a $250\text{-}300^\circ\text{C}$ durante 30 minutos e, transferir para um balão volumétrico de 250 mL;
- Dissolver em água destilada e completar o volume do balão;
- Pipetar 25,00 mL da solução do balão para um erlenmeyer de 250 mL, juntar 0,5 g de CaCO_3 e 1 mL de K_2CrO_4 a 5 %;
- Lavar a bureta 3 vezes com porções de 5 mL da solução de AgNO_3 preparada. Encher a bureta até 1 a 2 cm acima do zero e ajustar o volume a 0 mL;
- Titular com a solução de AgNO_3 preparada até que se inicie a precipitação do Ag_2CrO_4 , vermelho tijolo.

As determinações devem ser efetuadas em triplicata. A titulação deve ser conduzida lentamente, gota a gota, controlando o fluxo do titulante contido na bureta com a mão esquerda.

Para maior precisão da análise, é conveniente efetuar um ensaio em branco que consiste em tomar 50 mL de água destilada, 0,5 g de CaCO_3 , 1 mL de K_2CrO_4 a 5 % e algumas gotas de AgNO_3 titular até que se inicie a precipitação do Ag_2CrO_4 , vermelho tijolo. Anotar o volume do AgNO_3 .

Cálculos Envolvidos:

- A partir da massa de NaCl e do volume do balão calcular a molaridade da solução de NaCl ;
- A partir dos volumes gastos na titulação de NaCl , calcular a molaridade da solução de AgNO_3 ;
- A partir da molaridade média da solução de AgNO_3 expressar os resultados em termos de intervalo de confiança;
- Ajustar a concentração da solução, se necessário.

DETERMINAÇÃO DE CLORETO EM SORO FISIOLÓGICO PELO MÉTODO DE MOHR

- Pipetar cuidadosamente uma alíquota de 25,00 mL da amostra para um balão volumétrico de 250 mL e diluir até a marca;
- Dessa solução, pipetar alíquota de 25,00 mL para erlenmeyer, adicionar três gotas do indicador K_2CrO_4 5%;
- Titular a amostra com solução padronizada de AgNO_3 até o aparecimento de precipitado amarelo.

As determinações devem ser efetuadas em triplicata. A titulação deve ser conduzida lentamente, gota a gota, controlando o fluxo do titulante contido na bureta com a mão esquerda. Os resultados devem ser expressar em termos de intervalo de confiança a 95%.

DETERMINAÇÃO DE CLORETO EM SORO FISIOLÓGICO PELO MÉTODO DE FAJANS

- a) Pipetar cuidadosamente uma alíquota de 25,00 mL da amostra para um balão volumétrico de 250 mL e diluir até a marca;
- b) Dessa solução, pipetar alíquota de 25,00 mL para erlenmeyer, adicionar três gotas do indicador fluoresceína e 10 mL de uma suspensão 10% de dextrina.

Titular a amostra com solução padronizada de AgNO_3 até o aparecimento de uma nova coloração sobre o precipitado.

As determinações devem ser efetuadas em triplicata. A titulação deve ser conduzida lentamente, gota a gota, controlando o fluxo do titulante contido na bureta com a mão esquerda. Os resultados devem ser expressar em termos de intervalo de confiança a 95%.

CONCLUSÃO

Nesta aula foram apresentadas aplicações práticas da volumetria de precipitação. A determinação de cloreto em soro fisiológico foi realizada pelos métodos argentimétricos de Mohr e Fajans com dicromato de potássio e fluoresceína como indicadores do ponto final, respectivamente. No método de Mohr é necessário manter a concentração do indicador baixa para que não dificulte a visualização do ponto final.

RESUMO

A titulação de precipitação é baseada em reações de formação de compostos pouco ionizáveis, pouco solúveis e complexos. O ponto final é frequentemente determinado com o auxílio de indicadores específicos. Os métodos argentimétricos, que empregam solução padrão de nitrato de prata, são os mais importantes métodos volumétricos de precipitação. A argentimetria compreende três distintos métodos para determinação volumétrica de cloreto com íons prata: Mohr, Fajans e Volhard. Dois deles, o método de Mohr e método de Fajans são baseados na formação de um sólido colorido e na mudança de cor associada com a adsorção de um indicador sobre a superfície de um sólido, respectivamente. Todas as determinações são efetuadas em triplicata para o cálculo das variáveis estatísticas.





PRÓXIMA AULA

AULA 14: PRÁTICA 04 - Determinação da dureza total e teor de cálcio e magnésio em água.



AUTO-AVALIAÇÃO

1. Um laboratório de análise ambiental recebeu uma amostra de água para determinação do teor de cloreto. O analista tomou 2 L dessa água e evaporou até obter um volume de aproximadamente 10mL. Em seguida a análise foi conduzida pelo método de Mohr, gastando-se um volume 14,80mL de uma solução de nitrato de prata 0,1012mol/L. Calcular o teor de cloreto na amostra original e dar o resultado em mg de cloreto por litro de solução.
2. Uma solução de cloreto de sódio foi preparada a partir da dissolução de 58,5g do sal, seco em estufa por 2h a 105°C, em água destilada e o volume final foi aferido em 1000mL. Em seguida tomou-se uma alíquota de 10 mL dessa solução e levou a um volume final de 100mL. Para titular uma alíquota de 25 mL da última solução preparada foram gastos 24,1245 mL de uma solução padrão de nitrato de prata. Esquematize a titulação envolvida nesse problema e determine a concentração da solução nitrato de prata.
3. A solubilidade é dependente de alguns fatores. Cite e explique pelo menos quatro fatores que afetam solubilidade de um precipitado.
4. A argentimetria compreende três distintos métodos para determinação volumétrica de cloreto com íons prata: Mohr, Fajans e Volhard. Diferencie e exemplifique cada um desses métodos.

REFERÊNCIAS

- BACCAN, N.; DE ANDRADE, J. C.; GODINHO, O. E. S.; BARONE, J. S. **Química Analítica Quantitativa Elementar**. 3 ed. São Paulo: Edgard Blucher, 2001.
- CHRISTIAN, G. D. **Analytical chemistry**. 5 ed. EUA: Ed. John Wiley & Sons, Inc., 1994.
- HARRIS, D. C. **Análise Química Quantitativa**. 7 ed. Tradução de Bordinhão, J. [et al.]. Rio de Janeiro: LTC, 2008.
- SKOOG, D. A.; WEST, D. M.; HOLLER, F. J.; CROUCH, S. R. **Fundamentos de Química Analítica**. Tradução da 8 ed. americana. São Paulo: Ed. Thomson, 2007.