

## PRÁTICA 04 - DETERMINAÇÃO DA DUREZA TOTAL E TEOR DE CÁLCIO E MAGNÉSIO EM ÁGUA

### METAS

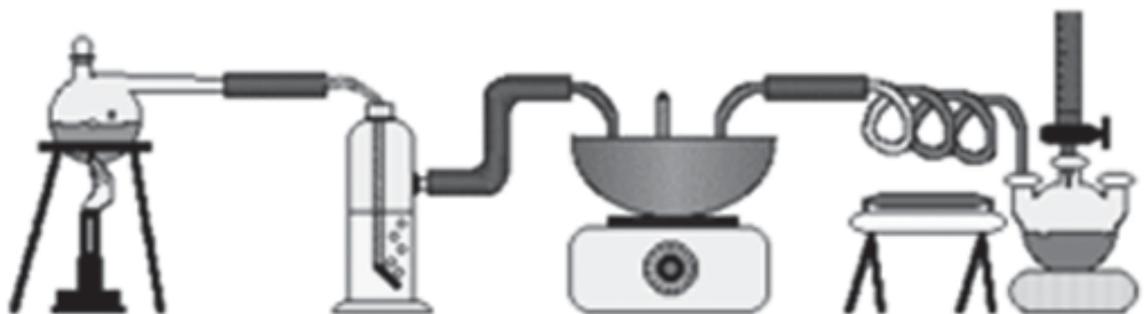
Familiarizar com as técnicas de preparo e padronização de solução de edta;  
determinar a dureza total e o teor de cálcio e magnésio em água.

### OBJETIVOS

Ao final desta aula, o aluno deverá:  
realizar a preparação e padronização de uma solução de EDTA utilizando os materiais adequados para este procedimento;  
determinar a dureza total em amostra de água;  
determinar o teor de cálcio e magnésio em amostra de água.

### PRÉ-REQUISITOS

Saber os fundamentos da titulometria de complexação.

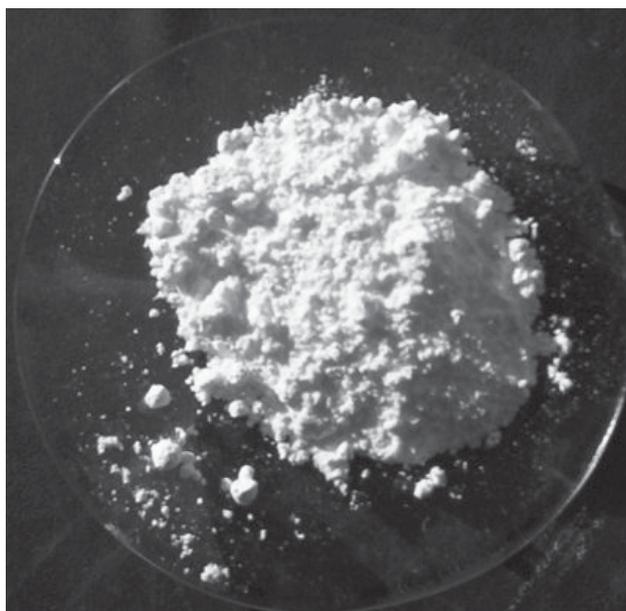


(Fonte: <http://www.utpa.br>)

### INTRODUÇÃO

Na última aula foi preparada e padronizada uma solução de nitrato de prata, usando cloreto de sódio como padrão primário e cromato de potássio como indicador do ponto final da titulação. Em seguida foi determinado o teor de cloreto em amostras de soro fisiológico, utilizando dois métodos argentimétricos diferentes, o direto (Método de Mohr) e o indireto (Método de Fajans).

Ao longo desta aula, discutiremos os princípios da volumetria de complexação e faremos o preparo e a padronização de uma solução de EDTA. Na padronização será empregado carbonato de cálcio como padrão primário. O ponto final será detectado pela mudança de coloração do negro de eriocromo T (éριο T) de vermelho para azul. Em seguida a solução de EDTA foi empregada na determinação da dureza e do teor de cálcio e magnésio em amostra de água. Na determinação da dureza o éριο T foi empregado como indicador, enquanto que na determinação do cálcio foi usada a murexida. O magnésio foi determinado por diferença.



Carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ), o principal componente do calcário (Fonte: <http://upload.wikimedia.org>).

## FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

A titulometria com formação de complexos ou complexometria, compreende as reações que envolvem um íon metálico e um agente ligante multidentado com formação de um complexo suficientemente estável. A complexona mais importante é o etilenodiaminotetracético (EDTA), um ligante hexadentado capaz de coordenar-se com o íon metálico através dos dois átomos de nitrogênio e mais quatro grupos carboxílicos. Devido a esse elevado número de grupos complexantes, o EDTA reage sempre na proporção 1:1 com íons metálicos não acontecendo nenhum tipo de composto intermediário. O EDTA tem diversas aplicações tal como a que vamos estudar nesta aula: determinação da dureza total e teor de cálcio e magnésio em água. Lembre-se que o equilíbrio de complexação de íons metálicos com EDTA depende do pH do meio, pois a espécie ativa ( $Y^{4-}$ ) se encontra na forma predominantes em pH alcalino. Na complexometria com EDTA, os indicadores têm sentido diferente dado aos indicadores ácido-base. Eles também são agentes quelantes, mas complexam de forma seletiva, quando não específica a determinados íons sob determinadas condições, ao contrário do EDTA. O ponto final é acusado mediante a mudança de cor devido a passagem do complexo ao seu estado livre.

O índice de dureza da água (soma das concentrações dos íons polivalentes, geralmente atribuída a presença de cálcio e magnésio) é um dado usado para avaliar a sua qualidade. Ainda não se demonstrou efeitos adversos da dureza sobre a saúde humana, porém a água dura não espuma em presença de uma solução de sabão, causa corrosão e perda de eficiência na transmissão de calor em caldeiras e sistemas de refrigeração.

## PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Antes de partir para determinação, precisamos preparar as soluções que serão utilizadas:

- Solução de EDTA: Dissolver 1,862g do sal sódico de  $Na_2H_2Y \cdot 2H_2O$  previamente seco em estufa a 70-80 °C durante 2h, em água e completar até 500 mL de água em uma proveta. Guardar em um frasco de polietileno;
- Solução padrão de  $CaCO_3$ : Secar 2 g do padrão primário  $CaCO_3$  em estufa a 110°C por 1 hora e esfriar em dessecador. Pesar acuradamente 0,20 a 0,25 g do  $CaCO_3$  e transferir para erlenmeyer. Cuidadosamente adicione 5 mL de HCl concentrado. Após dissolução, adicionar 50 mL de água destilada. Ferver por 5 min. para remover  $CO_2$ . Transferir a solução para balão volumétrico de 500 mL e completar o volume. Rotular.

Como a solução de EDTA não atende aos requisitos de padrão primário, a padronização deve ser realizada. Para isso você deverá:

- Pipetar alíquotas de 25 mL da solução de  $\text{CaCO}_3$  preparada para erlenmeyer de 250 mL, adicionar 2mL de tampão amoniacal pH 10 em cada frasco;
- Adicionar 1mL de trietionolamida;
- Adicionar em cada frasco 3 gotas de Ério T;
- Titular com a solução de EDTA até mudança de cor (vermelho vinho  $\Rightarrow$  azul).

### DETERMINAÇÃO DA DUREZA TOTAL (CÁLCIO + MAGNÉSIO) EM ÁGUA

- Pipetar 3 alíquotas de 50 mL de água e transferir para erlenmeyer de 250 mL;
- Adicionar 2mL de tampão amoniacal pH 10;
- Adicionar 1mL de trietionolamida;
- Adicionar em cada frasco 3 gotas de Ério T;
- Titular com a solução de EDTA até mudança de cor (vermelho vinho  $\Rightarrow$  azul);
- Expressar o resultado em mg de  $\text{CaCO}_3/\text{L}$ ;
- Fazer um branco colocando água destilada no lugar da amostra.

### DETERMINAÇÃO DE CÁLCIO EM ÁGUA

- Pipetar 3 alíquotas de 50 mL de água e transferir para erlenmeyer de 250 mL;
- Adicionar 2 mL de tampão amoniacal pH 12;
- Adicionar 1mL de trietionolamida;
- Adicionar em cada frasco alguns mg de dispersão sólida de murexida;
- Titular com a solução de EDTA até mudança de cor (vermelho  $\Rightarrow$  lilás);
- Expressar o resultado em mg de  $\text{Ca}^{2+}/\text{L}$ ;
- Fazer um branco colocando água destilada no lugar da amostra.

Por diferença calcular o teor de Mg e expressar em mg de  $\text{Mg}^{2+}/\text{L}$ .

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 apresentados os princípios da volumetria de complexação. A solução de EDTA foi preparada pela dissolução do sal sódico de  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$  e sua padronização foi feita com carbonato de cálcio, já que o EDTA não é padrão primário. O ério T foi o indicador escolhido para a visualização do ponto final da titulação de padronização do EDTA e da determinação da dureza em água. A murexida foi o indicador escolhido na determinação do cálcio em água.

## RESUMO

A titulação de complexação baseia-se na reação entre o analito e o titulante para formar um íon complexo. Para a determinação do ponto final são usados indicadores coloridos para íons metálicos (indicadores metalocrômicos). A solução de EDTA é preparada pela dissolução sal disódico em água. A padronização é feita usando carbonato de cálcio como padrão primário. Na detecção do ponto final é empregado o ério T como indicador. A solução de EDTA padronizada foi empregada na determinação da dureza e o cálcio em água. O teor de magnésio é determinado por diferença entre a dureza e o teor de cálcio em água. Todas as determinações são efetuadas em triplicata para o cálculo das variáveis estatísticas.



## PRÓXIMA AULA

AULA 14: PRÁTICA 05 - Determinação de cloro ativo em água sanitária e determinação iodométrica de ácido ascórbico.



## AUTO-AVALIAÇÃO

1. O EDTA é o agente complexante mais empregado na volumetria de complexação por ser barato e reagir na proporção um pra um com cátions metálicos. Um inconveniente na sua aplicação é o controle de pH. Como podemos resolver isso? Explique esse emprego detalhando uma aplicação prática.
2. Descrever o princípio de aplicação dos indicadores metalocrômicos.
3. Porque na determinação do cálcio em água foi empregada para a visualização do ponto final a murexida e não o ério T?



4. Um laboratório de análise ambiental recebeu uma amostra de água mineral para determinação da sua dureza. O químico responsável pela análise tomou uma alíquota de 25 mL e titulou com solução de EDTA, requerendo 1,55mL. Paralelo a isso 25mL de uma solução de  $\text{CaCO}_3$  0,01036mol/L foi titulada com a solução de EDTA, requerendo 25,15mL. Qual a dureza da água em mg/L de  $\text{CaCO}_3$ ?
5. Um químico promoveu uma reação entre uma solução 0,0020mol/L de  $\text{Mg}^{+2}$  e uma solução de EDTA 0,1520 mol/L. Sabe-se que a constante de estabilidade do complexo formado é igual a  $4,90 \times 10^8$  e que o pH do meio é aproximadamente 11. Determine:
- a equação que representa a reação,
  - a concentração de todas as espécies presentes em solução.

### 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.