# Prática 4 – Volumetria de Precipitação

## **Objetivos**

* Preparar uma solução padrão de cloreto de sódio a partir do sal calcinado e padronizar a solução titulante de nitrato de prata fornecida usando como indicador o cromato de potássio (método de Mohr);
* Determinar a concentração de cloreto em uma amostra desconhecida pelo método de Mohr.

## **Introdução**

Nas determinações quantitativas por titulação de precipitação a espécie a ser determinada forma um precipitado pouco solúvel com o reagente titulante. Apesar do grande número de reações conhecidas que produzem um precipitado pouco solúvel, somente uma pequena parte destas reações pode ser utilizada para fins quantitativos. Para que uma reação possa ser utilizada em titulação de precipitação alguns requisitos são necessários. A reação deve ser suficientemente rápida e completa, produzindo um precipitado de composição constante e conhecida e de baixa solubilidade. Um método deve existir para indicação do ponto final da titulação.

Muitos precipitados mostram tendência a adsorver e então co-precipitar a espécie titulada, ou o titulante. O indicador pode também adsorver ao precipitado e se tornar incapaz de funcionar adequadamente no ponto final. Se o precipitado formado é muito colorido a mudança de cor do indicador no ponto final pode ser impossível de ser visualizada. Mesmo quando um precipitado branco é formado a ocorrência de uma solução leitosa (coloidal) pode tornar difícil a determinação exata do ponto final.

Por estes motivos as titulações por precipitação são pouco utilizadas na análise quantitativa convencional, exceto para uma pequena classe de compostos, que incluem as titulações de íons prata, haletos (Cl-, Br-, I-) e pseudo-haletos (SCN-, N3-) denominadas Titulações Argentométricas, e a determinação do íon sulfato por titulação com formação de sulfato de bário. Em 1856, Mohrintroduziu o íon cromato como indicador para a titulação de íons cloreto com íons prata, permitindo visualizar o ponto final.

Neste método o ponto final é determinado pelo aparecimento da cor avermelhada do precipitado Ag2CrO4 ao primeiro excesso de íons prata adicionado. Outros métodos importantes em argentometria dignos de menção são os métodos de Volhard (Fe3+ e SCN-) e de Fajans (diclorofluoresceína).

### *Procedimento Experimental*

Materiais Necessários:

Bureta de 50 mL; Garra metálica para bureta; Suporte universal; Erlenmeyer de 250 mL; Pipeta volumétrica de 25 mL.

Reagentes:

Cloreto de sódio; Solução 0,05 mol L-1 de nitrato de prata; Solução indicadora 0,1 mol L-1 de cromato de potássio.

**Atenção:**

* As soluções devem ser descartadas ao final dos ensaios nos frascos indicados. O AgNO3 é agente oxidante – CUIDADO!

**Parte A - Efeito do pH**

1. A dois tubos de ensaio (tubos 1 e 2), adicione algumas gotas (uma a duas gotas) de solução de Ca2+ 0,1 M. No tubo 1, adicione 4 a 5 gotas de solução de HCl 2 M. Ao tubo 2 adicione mesma quantidade de solução de ácido acético (HAc) 0,1 M e Acetato de sódio (NaAc) 0,1 M, com volume final de adição idêntica ao do tubo 1. Ex: Tubo 1: 4 gotas de Solução de HCl 0,1 M – Tubo 2: 2 gotas de solução de HAc + 2 gotas de solução de NaAc
2. Adicione aos dois tubos (tubos 1 e 2) solução de ácido oxálico 0,1 M, gota a gota e observe as alterações em ambos os tubos.
3. À dois tubos de ensaio (tubos 3 e 4), adicione algumas gotas de solução de MgCl2 0,1 M. Ao tubo 3, adicione gota a gota solução de (NH4)2CO3 0,1 M. Ao tubo 4, adicione gota a gota solução de Na2CO3 0,1 M. Observe o que acontece em ambos os tubos. Em seguida, adicione solução de HCl 2M gota a gota e observe as alterações.
4. Discuta no relatório os fenômenos observados utilizando reações químicas

**Parte B: Padronização da solução de nitrato de prata**

1. Preparar a solução padrão de cloreto de sódio pela pesagem da massa necessária para produzir 100 mL de uma solução de NaCl de aproximadamente 0,05 mol L-1;
2. Adicionar 10 mL desta solução (utilizando uma pipeta volumétrica) em um erlenmeyer de 250 mL, juntamente com 50 mL de água destilada e 1 mL da solução de indicador, K2CrO4 (aproximadamente vinte gotas);
3. Encher uma bureta de 50 mL com solução de aproximadamente 0,05 mol L-1 de AgNO3;
4. Titular a solução de cloreto com agitação até o ponto final. (Repetir a titulação por duas vezes);
5. Calcule a concentração média da solução de AgNO3 para as titulações.

**Parte C: Determinação de cloreto na amostra desconhecida**

**B.1: Método de Mohr**

1. Pipetar 10,0 ml da amostra desconhecida no erlenmeyer;
2. Titular com a solução de prata padronizada no item B seguindo o procedimento como descrito na **Parte B**;
3. Repetir o procedimento por duas vezes;
4. Utilizar a concentração da solução de nitrato de prata para calcular a concentração de cloreto na amostra.

**C.2: Método de Volhard**

5. Pipetar 10,0 ml da amostra desconhecida no erlenmeyer;

6. Pipetar 25,0 ml da solução padronizada de AgNO3 no mesmo erlenmeyer contendo a amostra desconhecida e adicionar 8 mL de HNO3 6 M e 1,0 ml de solução de Fe3+

7. Encher uma bureta de 50 ml com solução de KSCN 0,02 mol L-1M e titular com agitação até o ponto final.

8. Repetir este procedimento por duas vezes, calcular a concentração de cloreto na amostra.