

EXP. 6 DETERMINAÇÃO DA CONCENTRAÇÃO DE UMA SOLUÇÃO DE NITRATO DE CHUMBO UTILIZANDO TITULAÇÃO GRAVIMÉTRICA

OBJETIVOS

- Utilizar cálculos estequiométricos na determinação da concentração de uma solução.
- Mostrar a utilização de reações de precipitação na determinação quantitativa de um soluto.
- Ilustrar e comparar a utilização das técnicas de gravimetria e da titulação gravimétrica na determinação da concentração de uma solução problema.

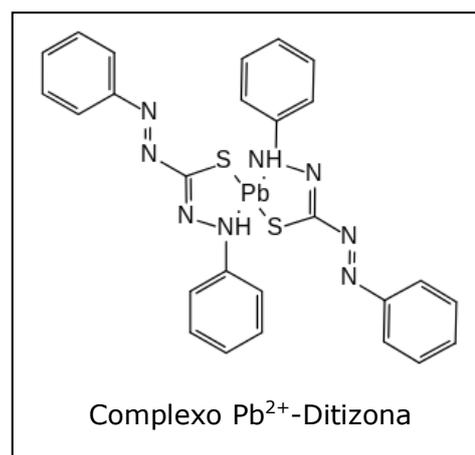
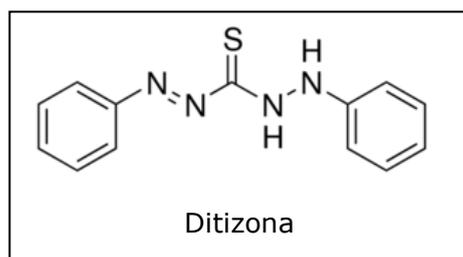
INTRODUÇÃO

Métodos gravimétricos são baseados na ocorrência de reações de precipitação. Geralmente um sal solúvel é precipitado pela adição de outra solução que possui um contra-íon que resulta em um sal pouco solúvel. Nas Experiências 1 e 2 este tipo de reação foi ilustrada em vários testes, por exemplo, na precipitação de cromato de bário e na precipitação do hidróxido de alumínio. Na técnica gravimétrica o precipitado é recuperado por filtração, lavado de forma conveniente para retirar impurezas e o excesso de solvente, seco e então pesado. A partir da massa da substância obtida se determina a concentração e/ou a quantidade da espécie contida na amostra original. A ocorrência de reações de precipitação também pode ser utilizada na determinação de uma espécie (analito) por volumetria. Procede-se uma titulação em que se forma um produto pouco solúvel e se determina o volume necessário de uma solução de concentração conhecida para precipitar o analito em um volume conhecido da solução problema. Portanto, neste caso, não é necessário isolar o precipitado e pesá-lo para a determinação quantitativa. Como toda técnica volumétrica é importante determinar o ponto de equivalência durante a titulação. Em princípio na titulação gravimétrica o ponto de equivalência é obtido quando não ocorre mais precipitação, porém este tipo de visualização na prática é difícil, uma vez que o sistema está em agitação (manual ou mecânica) e temos sólido já precipitado em suspensão. Utilizam-se então indicadores para determinar o ponto de equivalência.

Exemplificando, pequenas quantidades de íons Fe^{3+} são usados como indicador na titulação de íons prata com solução de tiocianato ($\text{Ag}^+ + \text{SCN}^- \rightarrow \text{AgSCN}_{(s)}$), uma vez que os íons Fe^{3+} reagem com a primeira quantidade excedente de íons SCN^- formando o composto vermelho FeSCN^- sinalizando o término da reação. Esta determinação de prata usando Fe^{3+} como indicador é conhecida como método de Volhard.

Neste experimento será determinada a concentração de uma solução desconhecida de nitrato de chumbo ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$) pela formação do correspondente sulfato de chumbo (PbSO_4).

Nesta titulação gravimétrica é utilizado o indicador difenil-tiocarbazona (ditizona). A ditizona é um indicador metalocrômico, ou seja, quando se liga ao metal apresenta uma cor diferente da forma livre. Em nosso experimento a ditizona forma um complexo com íons chumbo (cor A). No ponto de equivalência não existe mais quantidade apreciável de íons Pb^{2+} em solução que possibilite a existência do complexo e a ditizona se apresenta na forma livre (cor B).



A determinação de chumbo utilizando ditizona é considerada o primeiro método realmente sensível para a determinação de chumbo. A adoção deste método permitiu descobrir na década de 1930 que chumbo era o responsável por uma ampla intoxicação que atingia as crianças na cidade de Baltimore nos Estados Unidos. Recentemente, um método espectrofotométrico UV-Vis baseado na utilização de ditizona foi desenvolvido para determinar contaminação de traços de chumbo no soro sanguíneo (Bibliografia 5).

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

TITULAÇÃO GRAVIMÉTRICA

Acondicione uma bureta de 50 mL com solução de Na_2SO_4 padrão (aproximadamente 0,03 M; a concentração correta será fornecida no dia da aula) lavando-a com três porções (aproximadamente 5 mL cada) da solução de Na_2SO_4 . Após a lavagem complete a bureta com esta solução e verifique se porventura existem bolhas ou vazamentos na torneira.

Utilizando a bureta na bancada lateral que contém a solução problema de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ transfira 15 mL para um Erlenmeyer de 125 mL (preferencialmente) ou 250 mL. Anote o valor transferido utilizando a precisão da bureta. Adicione ao Erlenmeyer 30 mL de acetona e agite. *Observação: A acetona se encontra na capela; leve o Erlenmeyer até a capela e faça a transferência.* Adicione então 0,5 mL (500 μL) da solução de ditizona utilizando uma micropipeta e agite novamente. *Observação 1: O frasco contendo solução do indicador e a micropipeta estarão na capela.*

Observação 2: Nunca adicione o indicador antes da adição da acetona, uma vez que o indicador é pouco solúvel em água na condição do experimento.

Proceda à titulação gotejando a solução de Na_2SO_4 sobre a solução problema agitando constantemente (a técnica será demonstrada em aula). Inicialmente a solução com o indicador apresenta uma coloração alaranjada e à medida que ocorre a formação do precipitado o sistema adquire uma coloração salmão. Quando a coloração salmão começa a desaparecer adicione o titulante mais lentamente até a viragem em que se observa a cor violeta da ditizona livre.



Solução problema contendo o indicador antes da titulação e no ponto de equivalência com precipitado em suspensão.



Solução problema contendo o indicador antes da titulação e no ponto de equivalência com precipitado parcialmente decantado (3-5 min).

Anote o volume utilizado para atingir o ponto de equivalência. Caso tenha dúvidas sobre o ponto de viragem volte na bancada lateral adicione de 0,5 a 1 mL da solução problema no Erlenmeyer da titulação agite e observe se a cor salmão é restabelecida. Anote o valor adicionado com a precisão da bureta e volte a titular lentamente até confirmar o ponto de equivalência e anote o novo volume. Para o efeito dos cálculos lembre-se de considerar o volume total da solução problema contida no Erlenmeyer.

Repita esta titulação mais duas vezes utilizando o procedimento descrito acima.

BIBLIOGRAFIA:

- 1) David S. Hage e James D. Carr, “Química Analítica e Análise Quantitativa” Capítulos 7, 11 e 13. Pearson Education do Brasil, 2012.
- 2) Arthur I. Vogel “Química Analítica Cuantitativa” Capitulo IV Gravimetria – pgs. 583-587 Determinacion de Plomo.
- 3) J.C. Kotz, P. M. Treichel, G.C. Weaver; Química Geral e Reações Químicas, 6ª. Edição, Cengage Learning, São Paulo, 2009. Capítulos 19.
- 4) Metrohm: Application Bulletin 140/4 Titrimetric determination of sulfate. Method 4 – Optrode, pg 8-10
- 5) R. Mahjub et al. “*Environ. Monit. Assess.*” (2016) 188:7 (DOI 10.1007/s10661-015-4921-8)