

DETERMINAÇÃO DO TEOR EM CLORETOS NUMA ÁGUA POR VOLUMETRIA DE PRECIPITAÇÃO

1- Objectivo

Determinar o teor em cloretos em amostras de água da rede e de água do mar, recorrendo ao uso de titulações volumétricas, envolvendo reacções de precipitação.

2- Introdução

A principal aplicação da volumetria por precipitação é a determinação de halogenetos com nitrato de prata, usando os métodos de **Mohr**, **Volhard** ou **Fajans**:

- No método de **Mohr** a titulação dos halogenetos é directa e usa-se como indicador uma solução de cromato de potássio. O ponto final corresponde à formação de um precipitado cor de tijolo.
- No método de **Volhard** a determinação do teor em halogenetos é feita por um processo indirecto - à solução do halogeneto adiciona-se um excesso de nitrato de prata, titulando-se em seguida esse excesso com uma solução aferida de tiocianato, em presença do ião Fe^{3+} , que funciona como indicador. O ponto final é detectado pelo aparecimento da cor vermelha do ião complexo $\text{Fe}(\text{SCN})^{2+}$.
- No método de **Fajans**, o processo de titulação é directo, mas utiliza-se como indicador a fluoresceína ou a diclofluoresceína, que são indicadores de adsorção.

3- Parte experimental

3.1- Material

Material de vidro corrente de laboratório.

3.2- Reagentes

Cloreto de sódio (NaCl)
Nitrato de prata (AgNO_3)
Tiocianato de potássio (KSCN)
Alúmen férrico ($\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)
Ácido nítrico (HNO_3)
Hidróxido de sódio (NaOH)
Ácido sulfúrico (H_2SO_4)

3.3- Técnica

3.3.1- Preparação de soluções

a) Solução padrão de cloreto de sódio (aprox. 0,1M)	250 mL
b) Solução de nitrato de prata (aprox. 0,1M)	500 mL
c) Solução de tiocianato de potássio (aprox. 0,1M)	250 mL
d) Solução de ácido nítrico 6M	100 mL
e) Solução saturada de alúmen férrico (aprox. 0,45M em ião Fe^{3+})	100 mL
f) Solução de cromato de potássio a 5%	100 mL
g) Solução de ácido sulfúrico 1:20	25 mL
h) Solução de hidróxido de sódio 0,25M	25 mL

3.3.2- Aferição de soluções

a) Aferição da solução de nitrato de prata pelo método de Mohr

Faça uma toma de 10,0 mL da solução padrão de cloreto de sódio, para um balão erlenmeyer de 250 mL e dilua a cerca de 100 mL com água destilada. Adicione 2 mL da solução de cromato de potássio a 5% e titule com a solução de nitrato de prata.

Repita o ensaio.

Faça um ensaio em branco, usando a mesma quantidade de indicador e o mesmo volume de água destilada que usou na aferição da solução de nitrato de prata (100mL).

b) Aferição da solução de tiocianato de potássio pelo método de Volhard

Faça uma toma de 10,0 mL da solução de nitrato de prata já aferida para um balão erlenmeyer de 250 mL e dilua a cerca de 50 mL com água destilada. Adicione 5 mL de ácido nítrico 6 M e 1 mL da solução saturada de alúmen férrico. Titule com a solução de tiocianato de potássio.

Repita o ensaio.

3.3.3 - Determinação do teor em cloretos na água

a) Pelo método de Volhard

Faça uma toma de 100 mL da água da torneira, para um balão erlenmeyer de 250 mL, adicione 10 mL de ácido nítrico 6 N e 10,0 mL da solução de nitrato de prata, já aferida.

Agite para coagular o precipitado. Adicione 2 mL do indicador “alúmen férrico” e titule com a solução de tiocianato, já aferida, até ao aparecimento de uma coloração castanho avermelhada, permanente e nítida.

Repita o ensaio.

b) Pelo método de Fajans

Faça uma toma de 100 mL de água da torneira, adicione 10 mL da solução padrão de cloreto de sódio e 20 gotas do indicador diclorofluorosceína.

Titule com a solução aferida de nitrato de prata. Faça a titulação rapidamente, com forte agitação. Na proximidade do ponto de equivalência o precipitado coagula e o ponto de equivalência corresponde ao aparecimento da cor rosa no precipitado.

Repita o ensaio.

3.3.4-Determinação do teor em cloretos na água do mar

a) Pelo método de Volhard

Pipete 10,0 mL de água do mar para um balão aferido de 100 mL e perfaça o volume com água destilada. Faça uma toma de 10,0 mL desta solução para um balão erlenmeyer de 250 mL e dilua a cerca de 100 mL com água destilada; adicione 10 mL de ácido nítrico 6 N e 10,0 mL de solução aferida de nitrato de prata. Titule como foi indicado em 3.3.3 a), usando a mesma quantidade de indicador.

Repita o ensaio

b) Pelo método de Mohr

Faça uma toma de 5,0 mL de água do mar para um balão erlenmeyer de 250 mL e adicione cerca de 100 mL de água destilada.

Acerte o pH a cerca de 8,3 (viragem de fenolftaleína), com H_2SO_4 (1:20) ou NaOH 0,25 M.

Adicione 2 ml de solução de K_2CrO_4 a 5% e titule com a solução de AgNO_3 0,1 M até aparecimento de um precipitado persistente de AgCrO_4 (cor de tijolo).

Repita o ensaio.

4- Cálculos

Determine a concentração exacta das soluções de NaCl, AgNO₃ e de KSCN.

Determine o teor em cloretos (expresso em gramas de ião cloreto por litro) nas águas que analisou. Comente os resultados obtidos.