

Trabalho prático**DOSEAMENTO POTENCIOMÉTRICO DO FERRO****1-Objectivo**

Titular potenciometricamente uma solução de ferro (II) com dicromato e estudar a influência do pH e a presença de complexantes na titulação.

2-Introdução

O doseamento do ferro em minérios é vulgarmente feito por titulação redox. Um dos métodos de titulação baseia-se na reacção do Fe(II) com o dicromato:



actuando o $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ como oxidante relativamente ao Fe(II).

Para melhor compreender a influência das condições experimentais na curva de titulação do ferro com o dicromato fazem-se, neste trabalho, várias titulações potenciométricas de soluções de sulfato ferroso amoniacal com dicromato de potássio em diferentes condições, estudando-se o efeito da variação do pH e da adição de um agente complexante (ácido fosfórico). Tendo em conta a equação de Nernst, o potencial devido a cada semi-reacção, à temperatura de 25 °C, é dado por:

$$E = E^{0'} - \frac{0,059}{6} \log \frac{[\text{Cr}^{3+}]^2}{[\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}]} - \frac{14}{6} 0,059 \text{ pH} \quad (1)$$

$$E = E^{0*} - \frac{0,059}{1} \log \frac{[\text{Fe}^{2+}]}{[\text{Fe}^{3+}]} \quad (2)$$

onde $E^{0'}$ representa o potencial formal da semi-reacção do cromato, que permite o uso de concentrações em substituição das actividades, e E^{0*} representa o potencial formal da semi-reacção do ferro, tendo em conta o uso de concentrações, e não actividades, e também o efeito do agente complexante.

Na titulação potenciométrica segue-se a variação da diferença de potencial entre dois eléctrodos imersos na solução com a adição de titulante. Neste trabalho, o eléctrodo de medida é o eléctrodo de platina e o eléctrodo de referência é o eléctrodo saturado de calomelanos (ESC).

3-Parte Experimental

3.1-Material

Potenciómetro e eléctrodos de platina e ESC

Agitador electromagnético

Material de vidro corrente de laboratório

3.2-Reagentes

Dicromato de potássio ($K_2Cr_2O_7$)

Sulfato ferroso amoniacal ($(NH_4)_2 Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$)

Ácido sulfúrico (H_2SO_4)

Ácido fosfórico comercial (H_3PO_4)

3.3-Técnica Experimental

3.3.1-Preparação de Soluções

| | |
|--|--------|
| a) Solução aprox. 0,015 M de Dicromato de potássio | 250 ml |
| b) Solução aprox. 0,1 M de Sulfato ferroso amoniacal | 100 ml |
| c) Solução aprox. 4 N de Ácido sulfúrico | 100 ml |
| d) Solução aprox. 18 N de Ácido sulfúrico | 100 ml |

3.3.2-Titulações potenciométricas

Pipete as quantidades indicadas no quadro (em ml) para três copos de 250 ml, depois de ter introduzido os agitadores.

| | Copo 1 | Copo 2 | Copo 3 |
|---------------------------|--------|--------|--------|
| Sulfato ferroso amoniacal | 10 | 10 | 10 |
| Ácido sulfúrico 4 N | 10 | - | 10 |
| Ácido sulfúrico 18 N | - | 25 | - |
| Ácido fosfórico | - | - | 5 |
| Água destilada | 50 | 35 | 45 |

Titule potenciométricamente cada uma das soluções com a solução de dicromato. Na vizinhança do ponto de equivalência reduza ao mínimo o volume adicionado.

Anote o valor da diferença de potencial depois de cada adição de dicromato, após verificada a estabilidade da leitura do potenciómetro.

4-Cálculos

- a) Calcule a concentração exacta da solução de dicromato de potássio.
- b) Trace para cada uma das titulações potenciométricas, a curva de titulação potencial *versus* volume de dicromato adicionado.
- c) Trace para cada um das curvas anteriores as respectivas curvas derivadas, $\Delta E/\Delta v$ *versus* o valor médio do volume correspondente ao intervalo considerado, e determine em cada caso o ponto de equivalência.
- d) Calcule a concentração de sulfato ferroso amoniacal. Comente o resultado obtido.
- e) Compare as curvas obtidas e refira-se aos efeitos do pH e da presença de Ácido fosfórico (complexante) tendo em atenção as equações (1) e (2).
- f) Escolha os indicadores que poderia utilizar se pretendesse efectuar visualmente as titulações.