

TITULAÇÃO COMPLEXOMÉTRICA DE ZINCO(II) E CÁDMIO(II) EM MEIO DE ETANOL ABSOLUTO NA PRESENÇA DE ÁCIDO CÍTRICO

Lauro Tatsuo KUBOTA*
José Celso MOREIRA**
Massao IONASHIRO***

RESUMO: Foram estudadas as determinações de zinco(II) e cádmio(II) em meio de etanol absoluto e na presença de ácido cítrico, utilizando-se a ditizona como indicador. Esses estudos foram realizados em várias concentrações dos íons metálicos e em diferentes pHs do meio.

UNTERMOS: Complexometria com EDTA; zinco(II); cádmio(II); ditizona; presença de ácido cítrico; meio etanólico.

INTRODUÇÃO

Vários trabalhos com respeito à determinação de zinco(II) e cádmio(II) baseados na complexometria com EDTA, e em diferentes condições, encontram-se descritos na literatura¹⁻⁵. Nesses procedimentos, as determinações são efetuadas em meio aquoso ou misturas de solventes (água-álcool), utilizando-se vários indicadores metalocromômicos.

Utilizando-se os métodos já descritos, não foi possível determinar os íons de zinco (II) e cádmio(II) na presença de ácido cítrico, tanto em meio aquoso como em meio aquo-

* Bolsista de Mestrado - CNPq - Instituto de Química - UNESP - 14800 - Araraquara - SP.

** Departamento de Química Tecnológica e de Aplicação - Instituto de Química - UNESP - 14800 - Araraquara - SP.

*** Departamento de Química Analítica - Instituto de Química - UNESP - 14800 - Araraquara - SP.

etanólico empregando-se indicadores como a murexida, alaranjado de xilenol, erio-T e ditizona.

Verificou-se também que nenhuma referência foi encontrada com respeito à determinação desses íons em meio de etanol absoluto, como os propostos por KUBOTA *et alii*⁶ para o níquel(II), cobre(II) e cobalto(II).

O objetivo do presente trabalho foi estudar a interferência de ácido cítrico na determinação de zinco(II) e cádmio(II) através da complexometria com EDTA em meio de etanol absoluto, verificar a influência do pH do meio, da concentração de ácido cítrico e o emprego dos indicadores já mencionados.

PARTE EXPERIMENTAL

- Soluções $1 \cdot 10^{-2}$ mol \cdot l⁻¹ de zinco(II) e cádmio(II): obtidas pelas dissoluções dos respectivos cloretos, p.a. (Baker) em etanol absoluto.
- Solução $1,000 \cdot 10^{-2}$ mol \cdot l⁻¹ de EDTA: $3,7725$ g do sal dissódico dihidratado, seco a 80°C , foram dissolvidos em água bidestilada e o volume completado e homogeneizado a um litro em balão volumétrico.
- Ditizona (Merck): mistura a $0,1\%$ (m/m) com nitrato de potássio.
- Solução de ácido cítrico (Baker): 1 mol \cdot l⁻¹ em etanol absoluto.
- Álcool etílico absoluto: purificado através de tratamento com 5 g de raspa de magnésio (Merck), limpo e seco, e $0,5$ g de iodo sublimado (Merck) para 1 litro de álcool.

PROCEDIMENTO

Foram preparadas soluções de amostras com quantidades de $1 \cdot 10^{-1}$, $1 \cdot 10^{-2}$, $1 \cdot 10^{-3}$ e $5 \cdot 10^{-4}$ mmol dos respectivos cátions num volume de 30 ml com álcool etílico absoluto. Imediatamente antes da titulação foram adicionadas $5 \cdot 10^{-3}$ g do indicador (ditizona/ KNO_3) e titulou-se com solução $1,000 \cdot 10^{-2}$ mol \cdot l⁻¹ de EDTA.

Seguindo o mesmo procedimento, foram preparadas as mesmas soluções, porém, contendo ácido cítrico em várias concentrações.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

No presente estudo, verificou-se que a determinação de zinco(II) e cádmio(II) com EDTA em meio de etanol absoluto e na ausência de ácido cítrico, utilizando-se como indicadores a murexida, alaranjado de xilenol, erio-T e ditizona, controlando-se o pH em

condições adequadas a viragem dos mesmos foram nítidas, exceto no caso do cádmio(II) com a ditizona.

Na determinação desses íons, utilizando as mesmas condições já discutidas e na presença de ácido cítrico, verificou-se que apenas a ditizona como indicador apresentou viragem nítida, enquanto que os demais nas mesmas condições não apresentaram a formação de complexos com zinco(II) e cádmio(II), não permitindo assim o uso desses indicadores.

Nesses estudos, verificou-se também que na determinação do zinco(II) com EDTA em presença de ácido cítrico nas concentrações de $1,0$ a $1,0 \cdot 10^{-3}$ M em meio de etanol absoluto, utilizando a ditizona como indicador, a viragem apresentou-se nítida no intervalo de pH 1 a 6 , enquanto no caso do cádmio(II) nas mesmas condições o intervalo de pH foi de 1 a 3 . Nessas determinações, utilizando-se as condições experimentais estudadas, os resultados obtidos apresentaram-se concordantes com os valores esperados e com os resultados obtidos pelos métodos convencionais⁴ na ausência de ácido cítrico.

Todas as determinações foram feitas com oito repetições e os resultados encontram-se nas Tabelas 1 e 2.

Conclui-se, portanto, que em meio de etanol absoluto, utilizando-se a ditizona como indicador, e nas condições experimentais descritas é possível determinar zinco(II) e cádmio(II), mesmo na presença de ácido cítrico, utilizando o próprio ácido no ajuste do pH do meio.

TABELA 1 - Resultados das determinações de zinco(II) por titulação complexométrica com EDTA

Métodos	Quantidades encontradas		
	mmol \cdot l ⁰⁴	mmol \cdot l ⁰³	mmol \cdot l ⁰²
Convencional	$4,59 \pm 0,32$	$0,869 \pm 0,037$	$0,878 \pm 0,007$
Meio Alcoólico	$4,53 \pm 0,21$	$0,874 \pm 0,023$	$0,875 \pm 0,009$
Meio Alcoólico na presença de Ácido Cítrico	$4,50 \pm 0,19$	$0,872 \pm 0,021$	$0,877 \pm 0,006$
			$0,855 \pm 0,002$
			$0,855 \pm 0,001$

TABELA 2 - Resultados das determinações de cádmio(II) por titulação complexométrica com EDTA

Métodos	Quantidades encontradas		
	mmol . 10 ⁴	mmol . 10 ³	mmol . 10 ²
Convencional	5,06 ± 0,42	1,006 ± 0,078	0,999 ± 0,013
Meio Alcoólico			
na presença de	5,00 ± 0,46	1,025 ± 0,060	0,999 ± 0,011
Ácido Cítrico			0,977 ± 0,003

KUBOTA, L. T. *et alii* - Complexometric titration of zinc(II) and cadmium(II) in ethanolic medium in the presence of citric acid. *Ecl. Quím.*, São Paulo, **13**: 19-22, 1988.

ABSTRACT: *The determinations of Zinc(II) and Cadmium(II), in ethanolic medium, were studied in the presence of citric acid, using diethizone as indicator. These studies were made in several concentrations of the metallic ions and at different pHs of the medium.*

KEY-WORDS: *Complexometry with EDTA; zinc(II); cadmium(II); diethizone; citric acid presence; ethanolic medium.*

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. KORBL, J. & PRIBIL, R. - *Chem. Analyst*, **45**, 102 (1956).
2. ASHTON, A. A. - *Anal. Chim. Acta*, **28**, 296 (1963).
3. OLIVEIRA, C. N.; IONASHIRO, M. & GRANER, C. A. F. - *Ecl. Quím.*, **10**, 7 (1985).
4. FLASCHKA, H. A. - *EDTA Titrations*, 2^a ed., Pergamon Press, Oxford, 1964.
5. SCHWARZENBACH, G. & FLASCHKA, H. A. - *Complexometric Titrations*, Second English Edition, Methuen & Co. Ltd., London, 1969.
6. KUBOTA, L. T.; IONASHIRO, M. & MOREIRA, J. C. - *Ecl. Quím.*, **11/12**, 89 (1986/87).

Recebido em 24/05/88