

TITULAÇÃO COMPLEXOMÉTRICA DE COBALTO, NÍQUEL
E COBRE EM MEIO DE ETANOL ABSOLUTO E NA
PRESENÇA DE ÁCIDO CÍTRICO
NOTA PRÉVIA

Lauro T. KUBOTA*
Massao IONASHIRO*
José C. MOREIRA*

RESUMO: Neste trabalho foram estudadas as determinações de cobalto, níquel e cobre em meio de etanol absoluto e na presença de ácido cítrico utilizando-se a murexida (Co²⁺, Ni²⁺) e PAN (Cu²⁺) como indicadores.

UNITERMOS: Complexometria com EDTA de cobalto, níquel e cobre; murexida e PAN; meio etanólico, presença de ácido cítrico.

INTRODUÇÃO

Muitos trabalhos sobre determinação complexométrica de cobalto, níquel e cobre com EDTA, encontram-se descritos na literatura^{1 a 6}. Nesses trabalhos as determinações são efetuadas em meio aquoso ou em misturas água-solventes orgânicos, através de titulação direta ou de retorno em meio tamponado e com vários indicadores.

Nenhum estudo sobre a titulação desses íons em meio de etanol absoluto com EDTA, utilizando-se a murexida (Co²⁺, Ni²⁺) e PAN (Cu²⁺) como indicadores, foi encontrado na literatura.

Os objetivos do presente trabalho são: o estudo da titulação de Co²⁺, Ni²⁺ e Cu²⁺ com EDTA em meio de etanol absoluto, da variação do pH nesse meio

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

em função da concentração desses íons, da influência da concentração de ácido cítrico nessas determinações e o estabelecimento de condições adequadas para a determinação de Co^{2+} , Ni^{2+} e Cu^{2+} em etanol absoluto.

PARTE EXPERIMENTAL

- Soluções 1.10^{-2} mol.l $^{-1}$ de Co^{2+} , Ni^{2+} e Cu^{2+} ; obtidas pelas dissoluções dos respectivos cloretos, p.a. (Merck) em etanol absoluto.
- Solução $1.000.10^{-2}$ mol.l $^{-1}$ de EDTA: 3,7225g do sal dissódico dihidratado, seco a 80°C, foram dissolvidos em água e o volume completado e homogeneizado a um litro em balão volumétrico.
- Alcool etílico absoluto: purificado através de tratamento com 5g de Magnésio (Merck), limpo e seco e 0,5g de Iodo ressublimado (Merck) para 1 litro de álcool.
- PAN (Merck): 0,1% (m/v) em etanol absoluto.
- Murexida: 0,1% (m/v) em água destilada.
- Solução de ácido cítrico (Baker): 1 mol.l $^{-1}$ em etanol absoluto.

PROCEDIMENTO

Foram preparadas soluções de amostras com quantidades de 5.10^{-2} , 5.10^{-3} , 1.10^{-3} e 1.10^{-4} mmol dos respectivos cátions num volume de 30ml com álcool etílico absoluto. Imediatamente antes da titulação, foram adicionadas três gotas dos respectivos indicadores murexida (Co^{2+} e Ni^{2+}) e PAN (Cu^{2+}) e titulou-se com solução de $1.000.10^{-2}$ mol.l $^{-1}$ de EDTA.

Segundo o mesmo procedimento, também foram preparadas as mesmas soluções, porém, contendo ácido cítrico em várias concentrações. Todas as determinações foram feitas com três repetições, tendo as variações de pH no decorrer das titulações sido acompanhadas no pHmetro Micronal B 222, acoplado a um eletrodo de vidro combinado.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados das determinações de Co^{2+} , Ni^{2+} e Cu^{2+} em meio de etanol absoluto mostraram-se concordantes com os resultados obtidos através dos métodos descritos na literatura^{5,6}. Em meio aquoso, na presença de ácido cítrico, não foi possível determinar esses íons, devido à interferência desse ácido na formação do complexo Metal-Indicador. Porém, em meio de etanol absoluto as determinações

foram possíveis, mesmo na presença de ácido cítrico em concentrações inferiores a 1M (Cu^{2+}) e 0,1M (Co^{2+} e Ni^{2+}). Os resultados obtidos nessas determinações mostraram-se concordantes com os valores obtidos sem a presença do referido ácido. Em concentrações de ácido cítrico superiores às mencionadas anteriormente, verificou-se que a viragem do indicador tornou-se mais lenta, dificultando a percepção do ponto final. Os resultados dessas determinações encontram-se nas Tabelas 1, 2 e 3.

Durante as titulações em meio de etanol absoluto, o pH variou de 3,7 e 3,5 e na presença de ácido cítrico de 2,7 a 2,6, nas soluções mais concentradas evidenciando que esse meio permanece praticamente tamponado. Deve-se ressaltar que nas titulações efetuadas nessas condições, a viragem dos indicadores foi nítida, mesmo em concentrações de até 0,1M de Co^{2+} , Ni^{2+} e Cu^{2+} .

Conclui-se portanto pela vantagem do método proposto, pois em meio de etanol absoluto, é possível determinar esses íons mesmo na presença de ácido cítrico nas concentrações mencionadas, além de não haver necessidade de controlar o pH do meio através da utilização de soluções tampão.

TABELA 1 — Resultados das determinações por titulação complexométrica de cobre com EDTA.

Convencional ^a mol.l $^{-1}$	Meio alcoólico mol.l $^{-1}$	Meio alcoólico na presença de ácido cítrico mol.l $^{-1}$
$1.006 \cdot 10^{-2}$	$1.005 \cdot 10^{-2}$	$1.005 \cdot 10^{-2}$
$1.008 \cdot 10^{-3}$	$1.005 \cdot 10^{-3}$	$1.007 \cdot 10^{-3}$
$5.450 \cdot 10^{-4}$	$5.400 \cdot 10^{-4}$	$1.450 \cdot 10^{-4}$
$5.450 \cdot 10^{-5}$	$5.400 \cdot 10^{-5}$	$5.450 \cdot 10^{-5}$

TABELA 2 — Resultados das determinações por titulação complexométrica de Cobalto com EDTA.

Convencional ^b mol.l $^{-1}$	Meio alcoólico mol.l $^{-1}$	Meio alcoólico na presença de ácido cítrico mol.l $^{-1}$
$1.000 \cdot 10^{-2}$	$1.008 \cdot 10^{-2}$	$1.005 \cdot 10^{-2}$
$1.003 \cdot 10^{-3}$	$1.005 \cdot 10^{-3}$	$1.010 \cdot 10^{-3}$
$5.070 \cdot 10^{-4}$	$5.170 \cdot 10^{-4}$	$5.140 \cdot 10^{-4}$
$5.200 \cdot 10^{-5}$	$5.340 \cdot 10^{-5}$	$5.200 \cdot 10^{-5}$

TABELA 3 — Resultados das determinações por titulação complexométrica de níquel com EDTA.

Convencional ^{1b} mol.l ⁻¹	Meio alcoólico mol.l ⁻¹	Meio alcoólico na presença de ácido cítrico mol.l ⁻¹
0,957 . 10 ⁻²	0,980 . 10 ⁻²	0,960 . 10 ⁻²
0,983 . 10 ⁻³	0,977 . 10 ⁻³	0,987 . 10 ⁻³
5,003 . 10 ⁻⁴	5,000 . 10 ⁻⁴	5,010 . 10 ⁻⁴
5,000 . 10 ⁻⁵	4,960 . 10 ⁻⁵	5,140 . 10 ⁻⁵

KUBOTA, L.T. *et alii* — Complexometric titration of cobalt, nickel and copper in absolute ethanol medium containing citric acid. Preliminary report. *Ecl. Quím.*, São Paulo, **11/12:89-92**, 1986/87.

ABSTRACT: *In this work were studied the determinations of cobalt, nickel and copper in ethanol and citric acid using murexide (Co²⁺, Ni²⁺) and PAN (Cu²⁺) as indicators.*

KEY-WORDS: Cobalt, nickel and copper complexometry with EDTA; murexide and PAN; ethanolic medium; citric acid presence.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. FLASCHKA, H. — *Mikrochim. Acta*, 35, 1974 (1952).
2. SCHWARZENBACH, G. — *Komplexon-Methoden*, Sigfried and Co., Zofingen, 1948.
3. FLASCHKA, H. & ABDINE, H. — *Chem. Analyst*, 45, 2 (1956).
4. CHENG, K.L. & BRAY, R.H. — *Analytical Chemistry*, 27, 782 (1955).
5. FLASCHKA, H.A. — *EDTA Titrations*, 2^a ed., Pergamon Press, Oxford, 1964.
6. SCHWARZENBACH, G. & FLASCHKA, H. — *Complexometric Titrations*, Second English Edition, Methuen & Co. Ltd., London, 1969.

Recebido para publicação em 20.11.87.