

TitDrop-II – um titulador versátil baseado na contagem de gotas

Alexandre Correa Lima¹(PG); Rodrigo de Maio Almeida²(PG); Astréa F. Souza Silva¹(PQ); André Fernando Oliveira¹(PQ)* ferqa@umc.br

¹Núcleo de Ciências Ambientais – Universidade de Mogi das Cruzes Av. Cândido X.A.Souza, 200 08780-911 – Mogi das Cruzes/SP; ²Núcleo de Pesquisas Tecnológicas– Universidade de Mogi das Cruzes Av. Cândido X.A.Souza, 200 08780-911 – Mogi das Cruzes/SP.

Palavras Chave: titulador, titulação ácido-base, contagem de gotas.

Introdução

A titulação é uma técnica analítica tradicional e muito usada em aplicações específicas, principalmente utilizando indicadores visuais¹. Nos dias atuais, entretanto, há uma demanda por sistemas mais adequados para rotina, em pequenos laboratórios, além de sistemas que minimizem a influência do analista, tanto na etapa do preparo da amostra quanto na obtenção do resultado (para aumentar a confiabilidade e rastreabilidade dos dados).

A titulação por gotas é uma maneira simplificada de obter os pontos da curva analítica sem a complexidade mecânica de tituladores automáticos comerciais baseados em um pistão controlado por motor elétrico. A versão desenvolvida neste trabalho é bastante simples de ser utilizada e robusta, permitindo o uso de pHmetros comerciais e agitação magnética, superando as dificuldades observadas anteriormente².

Resultados e Discussão

O seu diagrama esquemático é mostrado na Fig. 1.

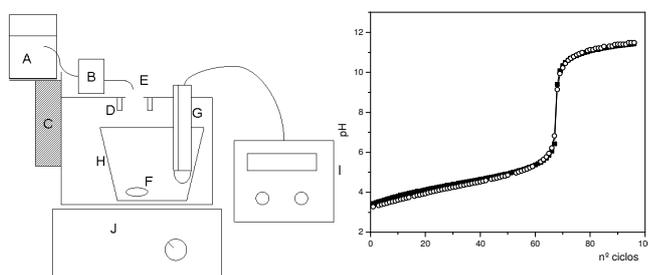


Figura 1. Diagrama esquemático. (A) reservatório de titulante; (B) válvula solenóide; (C) caixa com circuito; (D) detector de gota; (E) capilar; (F) barra magnética; (G) eletrodo de pH; (H) bécquer; (I) pHmetro; (J) agitador magnético.

Figura 2- Curva de titulação obtida para ftalato ácido de potássio (0,598 mmol) com NaOH 0,153mol/L. A linha se refere à simulação no TitGer 4.2³ nas condições experimentais.

O TitDrop II é conectado via paralela a um microcomputador que aciona a válvula solenóide, permitindo a formação e queda da gota, sendo esta última detectada por um *opto-switch* adaptado. Após a queda do número de gotas e um tempo de estabilização definidos previamente pelo usuário, a leitura do pHmetro é enviada via RS-232. O número de ciclo da titulação também é definido pelo usuário.

O sistema é calibrado com padrão primário em número de mols de titulante por gota, não sendo necessário saber o volume da gota, mas apenas garantir seu valor constante.

O tempo de formação/queda (FQ) da gota e seu volume foram estudados em função da altura do reservatório. Observou-se um comportamento linear da frequência de FQ com a altura do reservatório, previsto pela equação de Poiseuille, e o volume é pouco influenciado em pequenas alturas.

Uma curva de titulação típica no equipamento é apresentada na Figura 2, para 120 ciclos de 2 gotas cada e tempo de estabilização de 10 segundos. Foi utilizado o método de Gran II para determinação do ponto de equivalência.

O titulador foi comparado à titulação com indicadores visuais na determinação de acidez acética em vinagre comercial (8 amostras, em triplicata), entre 97,3 e 103,9% (com 2 gotas por ciclo e 5 segundos de estabilização. Nessas condições, a repetibilidade (n=7) foi de 1,5%.

Conclusões

O titulador apresentado é bastante versátil e de fácil uso. A comparação com método visual na determinação de acidez em vinagre foi satisfatória.

Agradecimentos

FAPESP (06/52409-6;05/54617); UMC/FAEP; DAEE/FAEP

¹Terra, J. e Rossi, A.V. *Quim. Nova* **2005**, 28, 166.

²Lima, A.C.; Olivo, S.L.; Silva, A.F.S. e Oliveira, A.F. *XII ENQA* **2003**, OT21.

³ Oliveira, A.F.; Silva, A.F.S. Tenan, M.A.; Olivo, S.L. *Quim.Nova* **2007**, 30, 224.