

DETERMINAÇÃO DE CLORETOS

MÉTODO ARGENTOMÉTRICO OU MÉTODO DE MOHR

1. Introdução

O cloro, na forma de íon cloreto (Cl^-), é um dos principais ânions inorgânicos em águas naturais e residuárias. Em água potável, o sabor produzido pelo íon Cl^- varia em função da sua concentração, como também da composição química da água. Assim, águas contendo 250 mg Cl^-/L podem ter um sabor salino detectável, se o cátion que propicia o equilíbrio iônico da solução for o sódio (Na^+). Enquanto que, no caso do cátion predominante for cálcio ou magnésio, o gosto salino pode ser perceptível somente a concentração de cloreto acima de 1000 ppm.

Dejetos humanos e de animais possuem teor elevado de cloreto, devido ao cloreto de sódio ser um ingrediente comum nas dietas, que este passa inalterado pelo sistema digestivo. Nas estações de abastecimento de águas, a presença de concentrações anormais de cloreto e material nitrogenado é um indício possível desse tipo de poluição.

A concentração de cloreto em esgoto doméstico varia entre 30 e 100 mg/L.

Água com concentração muito elevada de cloreto causa danos em superfícies metálicas, em estruturas de construção e muitas espécies de plantas.

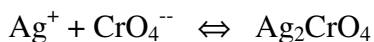
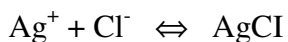
A tolerância dos seres humanos para o cloreto nas zonas áridas, pode chegar a 900 mg/L sem nenhum efeito fisiológico adverso. Para indivíduos acostumados a baixas concentrações, um alto teor de cloreto na água ingerida pode ter efeito laxativo.

Segundo ministério da saúde, em sua Portaria nº. 36/6M de 19.01.90, o teor máximo de cloreto permissível, em águas de abastecimento, é de 250 mg Cl^-/L .

2. Metodologia

O método utilizado para quantificação dos íons cloreto será o Argentométrico com detecção visual do ponto de equivalência. Este procedimento é também conhecido como Método de Mohr, para determinação de cloretos e brometos.

Na titulação de uma solução neutra ou ligeiramente alcalina de íons cloreto com solução padrão de nitrato de prata, adiciona-se uma pequena quantidade de solução de cromato de potássio que age como indicador. No final, quando a precipitação do cloreto for completa, primeiro excesso de íons prata combina-se com os íons cromato (indicador) formando um precipitado de cromato de prata, vermelho, fracamente solúvel.



Na prática, o ponto final ocorre um pouco além do ponto de equivalência, devido a necessidade de se adicionar um excesso de íons Ag^+ para precipitar o Ag_2CrO_4 em quantidade suficiente para ser notada visivelmente na solução amarela que já contém a suspensão de AgCl . Este método requer que uma titulação em branco seja feita para que se possa corrigir o erro cometido na detecção do ponto final. O valor da prova em branco obtido deve ser subtraído do valor da titulação propriamente dita.

2.1. Interferentes

- Substâncias em concentrações usuais de água potável não causam interferências.
- A presença de íons Br, I⁻ e CN⁻ são quantificado como se fossem íons Cl⁻.
- Formas reduzidas de enxofre como íons sulfeto, tiosulfato e sulfito, interferem, mas podem ser eliminados com tratamento oxidativo prévio com peróxido de hidrogênio, H₂O₂, que os leva a sulfato.
- Fosfato em concentrações maiores que 25 mg/L leva a precipitação de fosfato de prata.
- Ferro em concentração maior que 10 mg/L mascara a detecção do ponto final.

2.2. Amostragem

A amostra de água a ser analisada deverá ser coletada em frasco de vidro, polietileno ou polipropileno. A preservação da amostra não é necessária, mas a análise deverá ser efetuada num prazo de no máximo 7 dias.

2.3. Materiais e Equipamentos

A. Materiais

- Erlenmeyer de 250 mL
- Proveta de 100 mL
- Bureta de 50 mL
- Balões volumétricos de 100 mL e 1000 mL

B. Reagentes

- Solução padrão de cloreto 0,0141M (0,0141N): dissolva 824,0 mg NaCl, seco em estufa a 140°, por 2 horas, e diluir a 1000 mL com água destilada em balão volumétrico.
- Solução padrão de nitrato de prata, 0,0141M (0,0141N): dissolva 2,395g, de AgNO₃ em água destilada e dilua para 1000 mL com água destilada em balão volumétrico. Padronizar com a solução padrão de NaCl.
- Solução indicadora de cromato de potássio: dissolva 50g de K₂CrO₄ em um pouco de água destilada e adicione a solução de AgNO₃ até que um precipitado vermelho seja formado.
Deixe descansar por 12 horas, filtre e dilua a 1 litro com água destilada.

C. Reagentes especiais para remoção de interferentes

- Suspensão de hidróxido de alumínio: dissolva 125g de sulfato de alumínio e potássio, AlK, (SO₄)₂12H₂O, ou sulfato de amônio e alumínio, AlNH₄(SO₄)₂ 12H₂O em 1 litro de água destilada.. Aqueça até aproximadamente 60°C e, adicione 55 mL de hidróxido de amônio concentrado (NH₄OH), sob leve agitação. Deixe descansar por 1 hora e lave o precipitado sucessivas vezes com água destilada até este estar livre de íons cloreto. Quando recém preparadas, a suspensão deverá ocupar um volume de aproximadamente 1000 mL.
- Solução indicadora de fenolftaleína.

- Solução de hidróxido de sódio, NaOH, 1N.
- Ácido sulfúrico, H₂SO₄, 1N.
- Peróxido de hidrogênio, H₂O₂, 30%.

2.4. Preparação da amostra

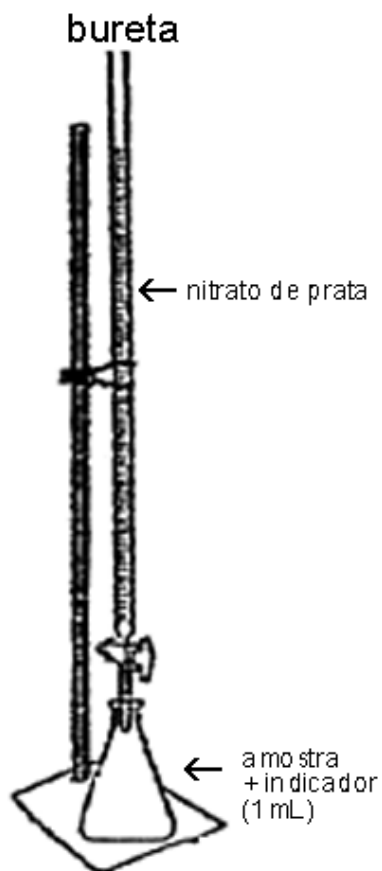
2.4.1. Preparação da amostra

1. Utilize 100 mL de amostra ou de uma quantidade adequada diluída.
2. Se a amostra apresentar cor muito intensa, adicione 3mL da suspensão de hidróxido de alumínio, deixe sedimentar e filtre.
3. Se estiverem presentes na amostra, sulfeto tiosulfeto ou sulfito, adicione 1mL de H₂O₂, 30%.

2.4.2. Titulação da amostra

1. A amostra deve ser titulada numa faixa de pH compreendida entre 7 e 10. Ajuste o pH da amostra, se necessário com H₂SO₄ ou NaOH. Adicione 1 mL da solução indicadora de K₂CrO₄ e titule com a solução de AgNO₃. Faça também em branco, utilizando água destilada deionizada no lugar da amostra.

Titulação da amostra



Amostras:

Água deslilada

Água torneira

Água + NaCl

2. Padronize a solução de AgNO_3 , empregando 1 solução de NaCl como padrão. O valor da concentração da solução de AgNO_3 é dada pela seguinte equação:

$$M_{\text{AgNO}_3} = \frac{100 \times 0,0141M}{V_{\text{AgNO}_3}}$$

Onde:

M_{AgNO_3} : concentração molar de AgNO_3

V_{AgNO_3} : volume da solução de AgNO_3 em mL

3. Cálculos

O valor da concentração de íons cloreto é obtida da seguinte maneira:

$$\text{MgCl}^-/\text{L} = \frac{(A - B) \times M \times 35453}{V_{\text{am}}}$$

Onde:

A = volume da solução de AgNO_3 gasto para titular a amostra, em mL

B = volume da solução de AgNO_3 gasto para titular o branco, em mL

M = concentração molar da solução de AgNO_3

V_{am} = volume utilizado na amostra, em mL

Referências Bibliográficas

VOGEL, A.I. "Análise Química Quantitativa". Editora Guanabara Koogan S.A., 1992. Rio de Janeiro, RJ.

CLESCERI, L. S.; GREENBERGH, A. E.; TRUSSELL, R.R. (Editors). Standard Methods: For Examination of Water and Wastewater, 17th. adiition. Washington, 1989.

BRASIL – Normas, Leis, Portarias: Portaria 36, Ministério da. Saúde. "Padrão de Potabilidade da Água Destinada ao Consumo Humano, 19/11/90. Diário Oficial da União.

MORITA, T., ASSMPÇÃO, R. M. V. 2'. Edição. Editora. Edgard Blucher Ltda, 1972, São Paulo, SP.