

## TITULAÇÃO CONDUTOMÉTRICA DE $Ni^{2+}$ POR COMPLEXAÇÃO COM DIMETILGLIOXIMA DISSÔDICA

Ilzamaro Schneider e Neiva Aparecida Grazziotin  
Departamento de Química. Centro de Ciências Naturais e Exatas. UFSM.  
Santa Maria, RS.

### RESUMO

Preparou-se uma solução aquosa 0,01M de dimetilgloxima dissódica que foi padronizada com solução 0,1 N de ácido sulfúrico (titrisol MERCK) por titulação condutométrica. Também, preparou-se uma solução 0,001M de cloreto de níquel II que foi titulada com titriplex III. Logo após, procedeu-se a titulação condutométrica do cloreto de níquel II com a solução padronizada de dimetilgloxima dissódica. A diferença entre os resultados dos dois métodos é de 1,6%.

### SUMMARY

SCHNEIDER, I. and GRAZZIOTIN, N.A., 1979. Conductometric titration of  $Ni^{2+}$  by complexation with di-sodium dimethylglyoxime. *Ciência e Natura* (1): 39-43.

An aqueous solution of 0.01M di-sodium dimethylglyoxime was prepared and standardized with 0.1N sulfuric acid (titrisol MERCK) by conductometric titration. Also a solution of 0.001M nickel dichloride was prepared and titrated with titriplex III. Then the nickel dichloride was determined by conductometric titration with the standardized di-sodium dimethylglyoxime. The difference between the results was 1.6%.

### INTRODUÇÃO

A dimetilgloxima é o agente complexante mais empregado para a determinação de  $Ni^{2+}$  por gravimetria. Como este procedimento é bastante demorado, resolveu-se verificar a viabilidade da aplicação de outro método que fosse mais rápido.

Encontrou-se, na literatura, a determinação condutométrica de  $Ni^{2+}$  por complexão com dimetilgloxima na forma ácida o que, no entanto, exige os seguintes cuidados especiais: utilização de um condutômetro de altíssima frequência (2 a 10 Megaciclos/s) de acordo com NAKANO, HARA & YASHIRO (5) ou o emprego de soluções hidroalcoólicas de dimetilgloxima que, posteriormente, requerem alcalinização com amônia, conforme HALL, GIBSON, PHILIPS & WILKINSON (2), ou a titulação condutométrica inversa, segundo DIEZ & MATEOS (1).

Por estas razões, tentou-se simplificar os métodos condu

tométricos acima referidos e efetuar as titulações, pelo método direto em meio aquoso e com condutômetro cuja frequência é de 200 ou 2000 ciclos/s. Levando-se em conta que os sais de  $\text{Ni}^{2+}$  apresentam boa solubilidade em água e que a dimetilgloxima na forma ácida é insolúvel, e solúvel na forma salina, preferiu-se usar o sal dissódico da dimetilgloxima.

#### MATERIAL E MÉTODOS

O material analisado foi o cloreto de níquel II hexahidratado que foi colocado em estufa numa temperatura de  $200^{\circ}\text{C}$  durante 4 a 6 horas para eliminar toda a água de cristalização conforme OHLWEILER (6). Num frasco de tara, pesou-se certa quantidade do sal anidro e adicionou-se água desionizada até obter-se uma solução 0,001M. Esta foi titulada com uma solução 0,01M de titriplex III, segundo MERCK (3).

Após preparou-se uma solução aquosa, aproximadamente 0,01M de dimetilgloxima dissódica e uma solução 0,1N ou 0,05M de ácido sulfúrico a partir de uma ampola titrisol MERCK. Colocou-se 100ml da solução do sal de dimetilgloxima em erlenmeyer e, através de uma bureta, acrescentou-se porções de 1ml da solução de ácido sulfúrico para efetuar a titulação condutométrica\*. Embora este método não foi encontrado na literatura a sua aplicação baseou-se no trabalho de MORI & SCHNEIDER (4) que, analogamente, dosaram sais de ácidos fracos (ácidos barbitúricos) com ácido sulfúrico. A seguir, efetuou-se a titulação condutométrica do cloreto de níquel II. Colocou-se, num erlenmeyer, 50 ml da solução de cloreto de níquel II com mais 50 ml de água desionizada e, sendo a solução de dimetilgloxima dissódica transferida de uma bureta, em porções de 1ml.

#### RESULTADOS

Os resultados da titulação da solução de cloreto de níquel II foram obtidos a partir de três análises de 100ml desta. Em cada volumetria, gastou-se 9,25ml de titriplex III 0,01M. A concentração resultante para a solução de cloreto de níquel II foi de 0,000925M.

A padronização da solução de dimetilgloxima dissódica, realizada por condutometria, foi efetuada em triplicata e a Tabela I contém os valores das condutâncias relativas das três análises.

Os valores das condutâncias relativas foram lançados em gráficos e então, determinou-se o ponto de equivalência experimental. Os valores encontrados para cada alíquota foram: a=14,19ml, b=14,18ml e c=14,13ml, correspondendo a média de 14,17ml. O resultado da concentração da solução de dimetilgloxima dissódica foi de 0,0071M.

\* Condutômetro Philips, Tipo PW9501; Célula Philips PW9510 e agitador magnético Ika Combimag, Tipo RCT.

TABELA I. VALORES DAS CONDUTÂNCIAS RELATIVAS DA TITULAÇÃO DA SOLUÇÃO DE DIMETILGLIOXIMA DISSÓDICA COM SOLUÇÃO 0,1N OU 0,05M DE ÁCIDO SULFÚRICO.

H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,05M (ml)	Condutância relativa em mS da análise das alíquotas de Na <sub>2</sub> DMG		
	a	b	c
0,0	3,000	3,000	3,000
1,0	3,030	3,030	3,030
2,0	3,060	3,060	3,060
3,0	3,090	3,090	3,090
4,0	3,120	3,120	3,120
5,0	3,150	3,150	3,150
6,0	3,212	3,201	3,201
7,0	3,264	3,264	3,253
8,0	3,326	3,316	3,305
9,0	3,379	3,368	3,346
10,0	3,421	3,410	3,399
11,0	3,485	3,463	3,452
12,0	3,573	3,528	3,528
13,0	3,627	3,605	3,605
14,0	3,705	3,659	3,671
15,0	4,290	4,232	4,290
16,0	5,058	4,965	5,034
17,0	5,815	5,686	5,768
18,0	6,549	6,396	6,502
19,0	7,271	7,116	7,223
20,0	8,004	7,800	7,920
21,0	8,664	8,434	8,579
22,0	9,272	9,004	9,150
23,0	9,828	9,557	9,705
24,0	10,329	9,970	10,168
25,0	10,850	10,500	10,625

A Figura 1 (Gráfico 1) representa a análise da alíquota "a", com a finalidade de ilustrar o tipo de gráfico resultante.

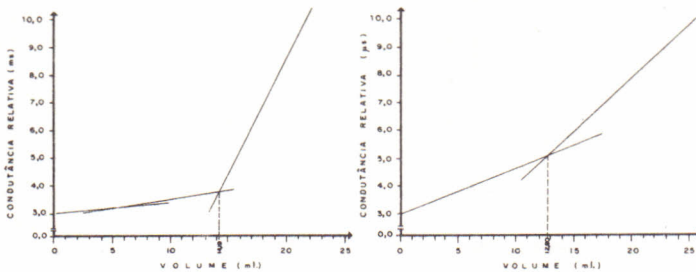


Figura 1.

Na Tabela II, encontram-se os valores das condutâncias relativas das três análises efetuadas com a solução de cloreto de ní

quel II.

De maneira análoga ao caso anterior, os valores das condutâncias relativas foram lançados em gráficos para determinar o ponto de equivalência experimental. Assim, os valores encontrados para cada alíquota foram: a = 12,80ml, b = 12,80ml e c = 12,77ml, correspondendo a média de 12,79 ml. O resultado da concentração da solução de dimetilgloxima foi de 0,0071M.

A Figura 1 (Gráfico 2) ilustra a análise da alíquota "a" para se ter uma idéia do tipo de gráfico resultante neste procedimento.

TABELA II. VALORES DAS CONDUTÂNCIAS RELATIVAS DA ANÁLISE DA SOLUÇÃO DE CLORETO DE NÍQUEL II COM SOLUÇÃO 0,0071M DE DIMETILGLOXIMA DISSÔDICA ( $\text{Na}_2\text{DMG}$ ).

$\text{Na}_2\text{DMG}$ 0,0071M (ml)	Condutância relativa em $\mu\text{S}$ das análises das alíquotas de cloreto de níquel II		
	a	b	c
0,0	3,000	3,000	3,000
1,0	3,182	3,182	3,161
2,0	3,346	3,356	3,325
3,0	3,502	3,502	3,492
4,0	3,671	3,661	3,650
5,0	3,833	3,812	3,812
6,0	3,996	3,954	3,964
7,0	4,173	4,087	4,120
8,0	4,352	4,212	4,298
9,0	4,545	4,382	4,469
10,0	4,730	4,532	4,642
11,0	4,940	4,662	4,851
12,0	5,152	4,883	5,062
13,0	5,390	5,085	5,288
14,0	5,723	5,381	5,586
15,0	6,095	5,727	5,957
16,0	6,461	6,090	6,357
17,0	6,845	6,435	6,728
18,0	7,222	6,761	7,092
19,0	7,616	7,259	7,485
20,0	8,016	7,632	7,896
21,0	8,434	7,998	8,276
22,0	8,821	8,369	8,662
23,0	9,225	8,721	9,077
24,0	9,610	9,102	9,424
25,0	10,000	9,450	9,800

A diferença percentual entre os resultados dos dois métodos de análise da solução de cloreto de níquel II (0,000925M por volumetria com titriplex III e 0,00091M por condutometria com dimetilgloxima dissôdica) foi de 1,6%.

#### DISCUSSÃO

Comparando os resultados entre os dois métodos de titulação

do cloreto de níquel II (volumetria e condutometria), cuja diferença foi de apenas 1,6%, pode-se verificar que o método condutométrico é perfeitamente viável, podendo, também, ser aplicado a outros sais de  $Ni^{2+}$  que sejam solúveis em água. Sua vantagem em relação à volumetria com titriplex III é a maior seletividade da dimetilglioxima para com o  $Ni^{2+}$ , já que o EDTA não apresenta nenhuma seletividade.

Conforme se pode observar, no gráfico 2, tem-se apenas um único ponto de inflexão, bastante nítido, quando a relação molar é de 1:2 entre o  $Ni^{2+}$  e a dimetilglioxima. DIEZ & MATEOS (1) aplicando a titulação condutométrica inversa obtiveram gráficos com ângulos mais suaves.

Dentre as principais vantagens fornecidas pelo método condutométrico empregado no presente trabalho para a titulação de  $Ni^{2+}$  destaca-se a sua simplicidade, a precisão dos resultados, a dispensa do uso de condutômetro de altíssima frequência (5) e a desnecessária utilização de soluções hidroalcoólicas de dimetilglioxima, recomendadas por HALL et al (2), cuja posterior alcalinização com amônia pode comprometer os resultados pelo aumento da condutância de fundo. Conquanto a amônia seja acrescentada para aumentar a precipitação, no método estudado a precipitação é bem visível pela adição da primeira gota da solução de dimetilglioxima dissódica à solução de cloreto de níquel II.

#### CONCLUSÃO

A titulação condutométrica de  $Ni^{2+}$  por complexação com dimetilglioxima dissódica, empregada neste trabalho, é um método simples, apresenta boa reprodutibilidade e os resultados analíticos diferiram de apenas 1,6%, daqueles obtidos pelo já consagrado método volumétrico com titriplex III.

#### BIBLIOGRAFIA CITADA\*

1. DIEZ, L.M.P.; MATEOS, M.V.C. *Acta Salmant., Cienc.*, 54, 89 (1975).
2. HALL, J.L.; GIBSON Jr., J.A.; PHILIPS, H.O. and WILKINSON, P.R. *Anal. Chem.*, 27, 1504 (1955).
3. MERCK, E. *Métodos complexométricos de valoración con Titriplex*, 3<sup>a</sup> ed., Darmstadt, 1961 p. 43.
4. MORI, R.F. e SCHNEIDER, I. *Rev. CCS-UFMS*, 6, 107 (1978).
5. NAKANO, K.; HARA, R. and YASHIRO, K. *Anal. Chem.*, 26, 636 (1954).
6. OHLWEILER, O.A. *Química Inorgânica*, Vol. II, Edgar Blücher Ltda., São Paulo, 1971, p. 654.

Recebido em setembro, 1979; aceito em outubro, 1979.

\* Segundo normas da IUPAC.

