TITULAÇÃO CONDUTOMÉTRICA DE Ag+ COM TIOACETAMIDA

Ilzemaro Schneider, Antonio Gilberto Pedroso e Paulo Augusto M. da Silva Departamento de Química. Centro de Ciências Naturais e Exatas.UFSM. Santa Maria, RS.

RESUMO

Demonstrou-se a viabilidade da titulação condutométrica de Ag⁺, em meio aquoso, com a tioacetamida. O erro relativo foi de 0,12%.

Inicialmente se comprovou a estabilidade da tioacetamida em solução aquosa. Análises efetuadas durante 5 semanas, a intervalos de uma semana, não acusaram alteração de concentração numa solucão de tioacetamida.

Para obter-se melhor precisão nas determinações, foram us \underline{a} das diferentes concentrações de titulante e titulado. O menor erro relativo (0,12%) ocorreu com solução 0,1 N de tioacetamida e solução 0,01 N de nitrato de prata.

SUMMARY

SCHNEIDER, I., PEDROSO, A.G. and DA SILVA, P.A.M., 1981. Conductome tric titration of ${\rm Ag}^+$ with thioacetamide. Ciência e Natura (3):35-40.

This work shows the viability of conductometric titration of ${\rm Ag}^+$ in aqueous medium, with thioacetamide. First, the stability of thioacetamide in aqueous solution was tested. Analysis during 5 weeks did not show any concentration change in a thioacetamide solution.

To get better accuracy in the results of our analysis, the titrating and titrated solutions were used in different concentrations. The lowest relative error (0.12 %) was found in the titration of a 0.01 N solution of silver nitrate with a 0.1 N solution of thioacetamide.

INTRODUÇÃO

0 uso da tioacetamida na análise qualitativa de metais , com formação de sulfetos, foi estudado por MENEZES (15), em 1970, com citação de 66 referências bibliográficas. Após esta data, as publicações sucederam-se em número bastante grande, com o estudo do mecanismo destas reações e outros parâmetros relacionados.

O uso da tioacetamida na análise quantitativa de metais, também é bastante difundido. Na literatura foram encontradas determinações de metais pela tioacetamida com aplicações dos seguintes

métodos de análise: gravimétrico (2,3,4,5,11,14,23,26,30,31,33), potenciométrico (1,7,12,13,16,18,29,32), amperométrico (6,19,20,21,22,24,25), volumétrico (27,28), fotométrico (9), voltamétrico (10) e coulométrico (8).

Como não foram encontradas referências sobre o emprego do método condutométrico, resolveu-se, neste trabalho, estudar a aplicação deste na análise de ${\rm Ag}^+.$

MATERIAL E METODOS

O material analisado foi nitrato de prata em diferentes concentrações. Foram preparadas soluções 0,1 N; 0,05 N; 0,01 N;0,001 N e 0,0001 N, a partir de uma ampola titrisol MERCK.

Para efetuar a análise condutométrica, foram pipetados 50,0 ml de cada uma das soluções de nitrato de prata para copo béquer e acrescentados 50,0 ml de água desionizada.

As titulações foram realizadas com solução da tioacetam<u>i</u> da de concentração 10 vezes superior, ou seja, respectivamente, lN; 0,5 N; 0,1 N; 0,01 N e 0,001 N. As soluções de tioacetamida foram vertidas de uma bureta, sobre as de nitrato de prata, em porções de 0,5 ml. Apos cada acréscimo, agitou-se e leu-se a condutância rel<u>a</u>tiva. Todas as análises foram efetuadas em triplicata.

A estabilidade da tioacetamida, em solução, foi verifica da através de titulações semelhantes, usando-se uma concentração de 0,1 N para a tioacetamida e de 0,01 N para a solução de nitrato de prata. Este estudo prolongou-se por 5 semanas, efetuando-se as an $\underline{\tilde{a}}$ lises, também em triplicata, com intervalos de uma semana.

RESULTADOS

A partir das condutâncias relativas, obtidas durante as titulações, foi determinado o ponto de equivalência para cada caso.

Os resultados referentes ao estudo da estabilidade da tio $\underline{\mathtt{a}}$ cetamida constam na Tabela I.

TABELA I. VALORES, NO PONTO DE EQUIVALENCIA, DAS TITULAÇÕES DE 50,0ml DE NITRATO DE PRATA 0,01 N POR SOLUÇÃO 0,1 N DE TIDACETAMIDA.

Semana	Volume na anāl a	gasto ise das al	em ml [quotas: c	Media	Valor Teórico	Erro Relativo
1 a	5,00	4,93	5,00	4,977	5,00	- 0,56 %
2.ª	4,92	5,04	5,03	4,977	5,00	- 0,06 %
3.ª	5,02	5,00	5,00	5,007	5,00	+ 0,14 %
4.ª	5,01	5,00	5,00	5,003	5,00	+ 0,06 %
5 a	5,03	5,04	5,02	5,030	5,00	+ 0,60 %

Os resultados referentes ao estudo da concentração ideal com a ocorrência do menor erro relativo, estão expressos na Tabela II.

TABELA II. VALORES, NO PONTO DE EQUIVALÊNCIA, DAS TITULAÇÕES DE 50,0ml DE NITRATO DE PRATA, EM DIFERENTES CONCENTRAÇÕES, POR SO LUÇÃO DE TIDACETAMIDA DE CONCENTRAÇÃO 10 VEZES MAIOR.

Nitrato de prata Concentração	Conce <u>n</u> tração	Volum	oacetami e gasto analise liquotas b	em ml	Media	Valor Teórico	Erro Relativo
0,1000 N	1,000 N	4,98	4,80	4,90	4,893	5,00	-2,14%
0,0500 N	0,500 N	5,01	4,96	5,00	4,990	5,00	-0,20%
0,0100 N	0,100 N	5,00	5,01	5,01	5,006	5,00	+0,12%
0,0010 N	0,010 N	5,00	5,06	5,00	5,020	5,00	+0,40%
0,0001 N	0,001 N	5,00	4,96	4,96	4,973	5,00	+0,54%

A Figura l representa uma das determinações com o fim de ilustrar o tipo de gráfico resultante.

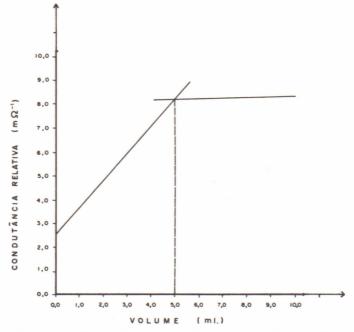


Figura 1. Titulação condutométrica de 50 ml de ${\rm A_gNO_3}$ 0,01 com solução 0,1 N de tioacetamida.

DISCUSSÃO

Segundo OHLWEILLER (17), o erro relativo do método condu tométrico de análise é estimado em 0,5%. Observando as Tabelas I e II, nota-se que apenas uma vez aparece erro relativo bem maior (2,14%). Justifica-se este caso pela elevada concentração das soluções reagentes. Na Tabela II, o menor erro relativo (0,12%) ocorre com soluções 0,01 N de nitrato de prata e 0,10 de tioacetamida o que indica a concentração ideal para o método proposto. Para concentrações maiores ou menores o erro relativo cresce.

Observa-se ainda na Tabela I que o erro relativo, durante as 5 semanas de análise, de uma mesma solução de tioacetamida, não ultrapassou, significativamente, o valor proposto por OHLWEILLER (17), confirmando a estabilidade de uma solução de tioacetamida no período utilizado.

CONCLUSÕES

A titulação condutométrica de Ag⁺ com tioacetamida mostrou ser um método analítico preciso.

A concentração ideal dos reagentes com o menor erro relativo (0,12%) foi de 0,1 N para a tioacetamida e de 0,01 N para o nitrato de prata.

BIBLIOGRAFIA CITADA*

- ANDREASOV, L.M., VAIL, E.I., KREMER, V.A. and SHELIKHOVSKII, V.A.
 Zhur. Anal. Khim., 13, 657(1958); Chem. Abstr., 53,5967h(1959).
- CYGANSHY, A. Talanta, 23, 868 (1976); Chem. Abstr., 86, 182671a (1977).
- DELGADO, M.J.S., VIDAN, A.M. and MARTI, B.F. An. Quim., 70, 591 (1974); Chem. Abstr., 82, 38209f (1975).
- FLASCHKA, H. and JAKOBLJEVICH, H. Anal. Chim. Acta., 5, 60(1951);
 Chem. Abstr., 45, 3755d (1951).
- FLASCHKA, H. and JAKOBLJEVICH, H. Anal. Chim. Acta., 5, 152(1951);
 Chem. Abstr., 46, 4419b (1952).
- IWANOWSKA, L. Zesz. Nauk. Politech. Szczecim. Chem., 10, 61(1972);
 Chem. Abstr., 80, 55520b (1974).
- KALINKA, J. and PETRI, S. Chem. Anal. (Warsow), 11, 1007 (1966);
 Chem. Abstr., 67, 7715d (1967).
- 8. KING, D.M. and EATON, W.S. Talanta, 15, 347 (1968); Chem. Abstr., 68, 92820x (1968).
- LAZAREV, A.I. Zh. Anal. Khim., 27, 1050 (1968); Chem. Abstr., 70, 8634a (1969).
- LENHARDT, K. Erzmetall, 28, 172 (1975); Chem. Abstr., 83, 141339f (1975).

- LOPE, M.J.M., VIDAN, A.M. and MARTI, F.B. An. Quim., 71,84(1975);
 Chem. Abstr., 83, 187850f (1975).
- 12. MARTI, F.B., VIDAN, A.M. and BOISSIER, A.E. An. Quim., 70, 218 (1974); Chem. Abstr., 81, 30298t (1974).
- MARTI, F.B., VIDAN, A.M. and BOISSIER, A.E. An. Quim., 70, 349 (1974); Chem. Abstr., 81, 6730g (1974).
- MCNERNEY, W.N. and WAGNER, W.F. Anal. Chem., 29, 1177(1957); Chem. Abstr., 53, 12944f (1959).
- 15. MENEZES, E.M.P. Rev. Fac. Farm. Bioq. UFSM, 16, 53 (1970).
- MILCZARSKA, A. and PETRI, S. Ann. Acad. Med. Lodz., 8, 157(1966);
 Chem. Abstr., 70, 64176q (1969).
- OHLWEILLER, O.A. Química Analítica Quantitativa, Vol. 3, Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., Rio de Janeiro, 1976,p. 901.
- PAPAY, M.K., TOTH, K., IZVEKOV, V. and PUNGOR, E. Anal. Chim. Acta, 64, 409 (1973).
- PRYSZCZEWSKA, M. Acta. Chim. Acad. Sci. Hung., 34, 365 (1962);
 Chem. Abstr., 58, 8400g (1963).
- PRYSZCZEWSKA, M. Proc. Conf. Appl. Phys-Chem. Methods Chem. Anal., Budapest, 1, 256 (1966); Chem. Abstr., 69, 8120j (1968).
- PRYSZCZEWSKA, M. Talanta, 13, 1700 (1966); Chem. Abstr.,66 25950k
 (1967).
- PRYSZCZEWSKA, M. and IWANOWSKA, L. Zesz. Nauk. Politech. Szczecin. Chem., 7, 25 (1967); Chem. Abstr., 69, 24217b (1968).
- 23. PRYSZCZEWSKA, M. and KRZESZOWSKA, E. Zesz. Nauk. Politech. Szczecin. Chem., 6, 15 (1965); Chem. Abstr., 65, 14433h (1966).
- PRYSZCZEWSKA, M. and KRZESZOWSKA, E. Zesz. Nauk. Politech. Szczecin. Chem., 7, 31 (1967); Chem. Abstr., 69, 24216a (1968).
- PRYSZCZEWSKA, M. and KRZESZOWSKA, E. Talanta, 18, 638 (1971);
 Chem. Abstr., 75, 58348j (1971).
- RAM, P.C., GURDEV, S. and MALHOTRA, P.K. Indian J. Chem., 7, 73 (1969); Chem. Abstr., 70, 84007p (1969).
- RAMACHANDRAN, N.C.G., GEETHA, S. and JOSEPH, P.T. Indian J. Appl. Chem., 30, 60 (1967); Chem. Abstr., 67, 122063b (1967).
- SHEN, S.I. and TENG, L.I. Chemistry, 41, 27 (1968); Chem. Abstr.,
 69, 15591s (1968).
- VAIL, E.I., KREMER, V.A. and CHERNYAEVA, Z.N. Zavod. Lab., 34, 784 (1968); Chem. Abstr., 69, 102753q (1968).
- VALENTIN, J., STEHWIEN, D. and FÜRTY, W. Pharmazie, 8, 638 (1953);
 Chem. Abstr., 53, 17327g (1959).
- WEBB, J.A.V., GROENEWALD, I.D. and MUNRO, G.R. S. African Ind. Chemist, 10, 86 (1956); Chem. Abstr., 50, 13652b (1956).

32. WILLIAMS, T.R., PIEKARSKI, S. and MANNING, C. Talanta, 18, 951 (1971); Chem. Abstr., 75, 147386n (1971).

33. ZINOV'EVA, L.D. GLADYSHEVA, K.F. and KAZAKOVA, A.I. Zavod.Lab., 32, 1460 (1966); Chem. Abstr., 66, 101333d (1967).

Recebido em maio, 1981; aceito em setembro, 1981.

^{*} Segundo normas da IUPAC.