

Ivo P. O. SILVA, Jarbas J. R. ROHWEDDER

Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, São Paulo – Brasil.

Agência Financiadora: CNPq

Palavras Chave: Karl Fischer – Gás Natural – Coulometria.

ivo.patrick@gmail.com;



Introdução

Karl Fischer, em 1935, propôs um reagente que possibilitou determinação de pequenas quantidades de água em amostras. O processo pode ser resumido como a ação de dióxido de enxofre sobre solução de iodo numa mistura de piridina anidra e metanol anidro. A reação ocorre em duas etapas, como representado abaixo, onde uma molécula de iodo é consumida para cada molécula de água presente.

Este projeto visa a construção de um sistema para a determinação de umidade em gás natural empregando a reação de Karl Fischer. O sistema será baseado em um coulômetro responsável em gerar o iodo necessário para a reação e de um sistema biamperométrico empregado para a detecção do ponto final da titulação

Experimental

Para o desenvolvimento do equipamento para determinação de água em gás natural por titulação de Karl Fisher foi inicialmente necessário a construção de um coulômetro provido de um sistema de detecção biamperométrico.

Para a realização de testes com o equipamento desenvolvido, a fim de conhecer a sua exatidão na determinação do ponto final da titulação, foi utilizado uma solução aquosa de iodeto de potássio juntamente com uma solução aquosa de ácido ascórbico. O ácido ascórbico causa a redução da espécie I_2 presente na solução, portanto percebe-se que enquanto todo o ácido ascórbico presente na solução não é oxidado, não haverá corrente na solução devido a presença das espécies I_2/I^- . O aparecimento de corrente indica que todo o ácido ascórbico na solução foi consumido.

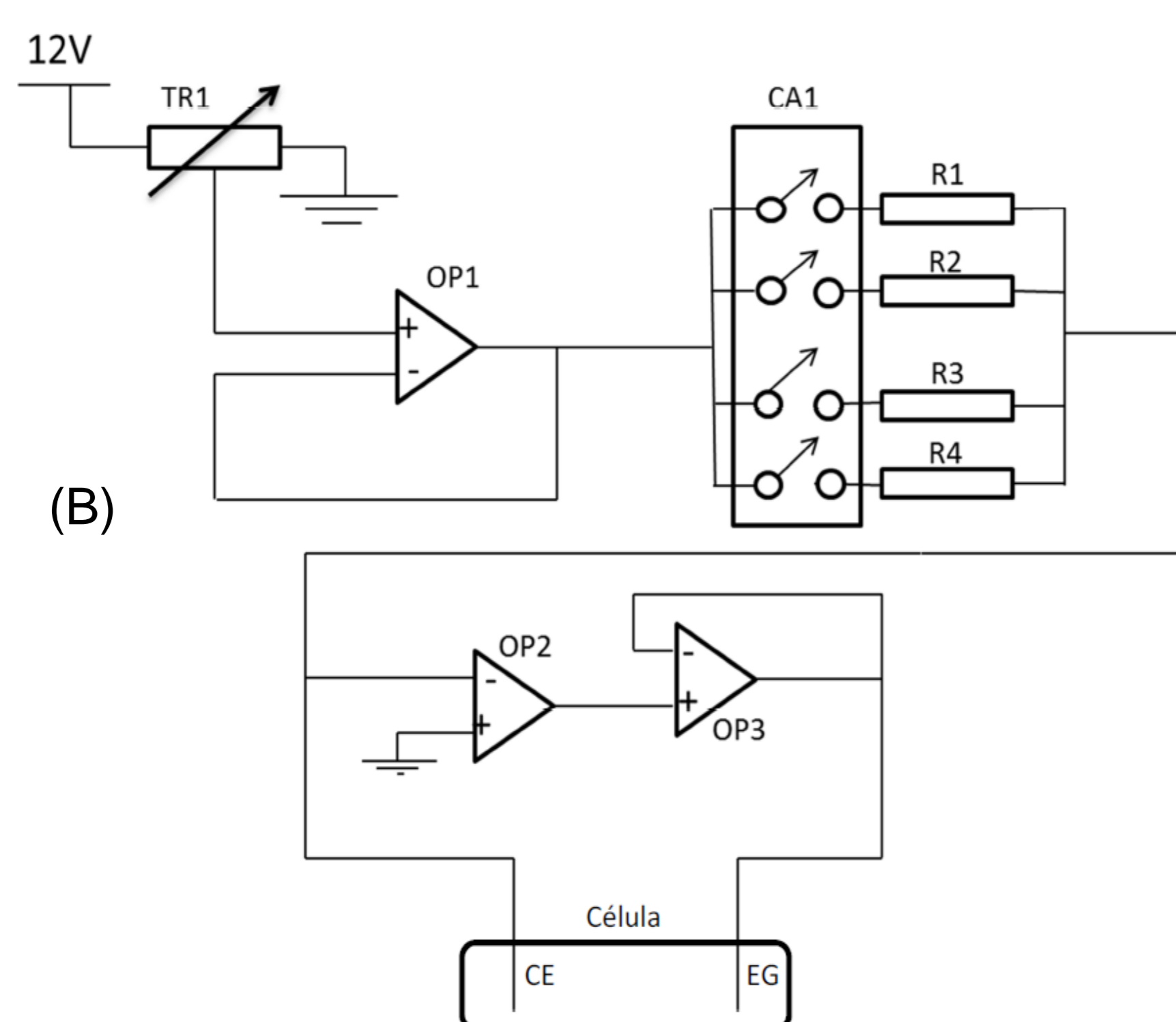
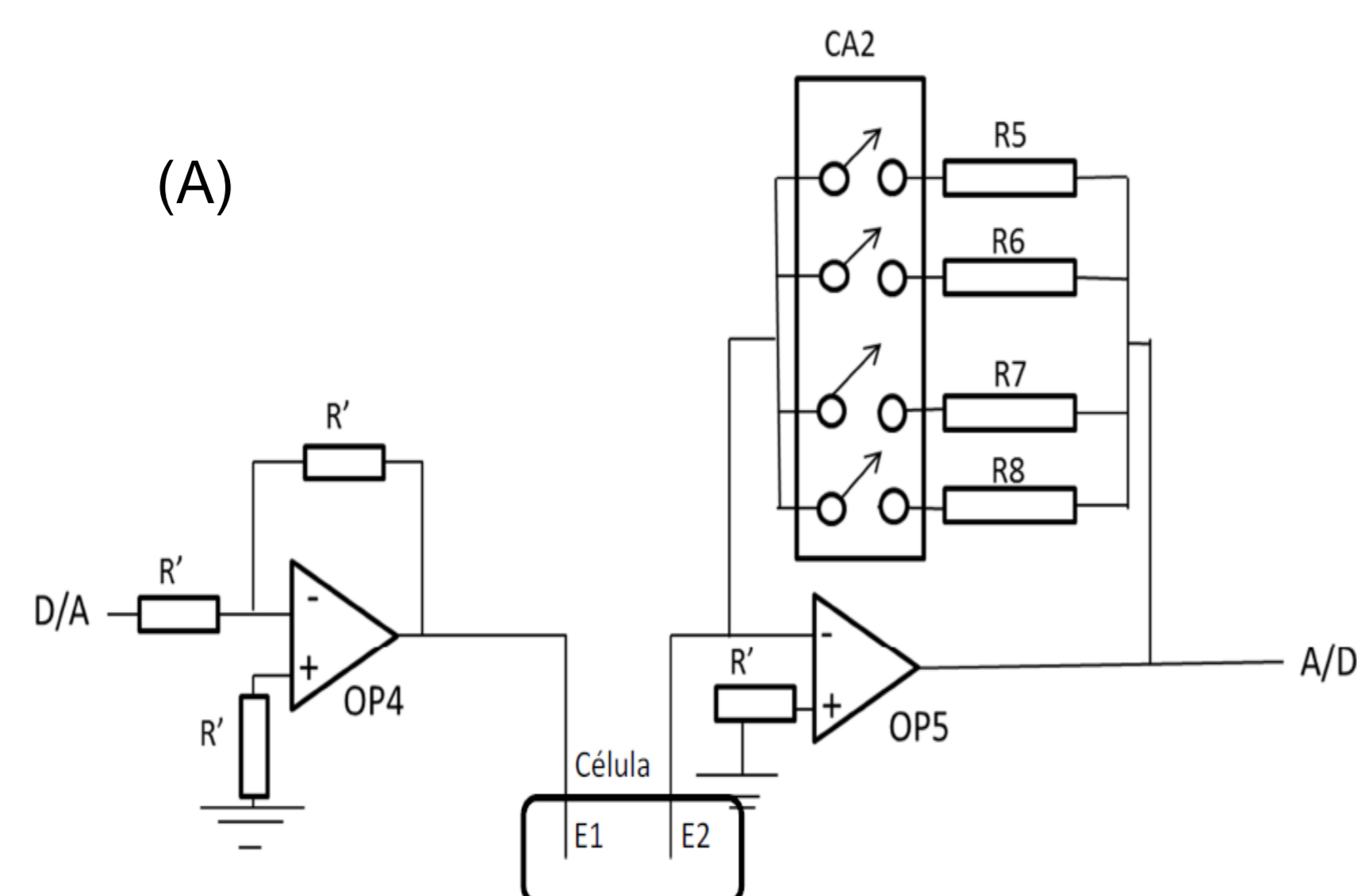


Fig 1. Circuitos do sistema desenvolvido (A) Geração de corrente; (B) Detecção da corrente na célula.

Resultados

Três titulações foram realizadas empregando o tempo de geração de 2 segundos e um menor corrente de geração, no caso 3,5 mA. As curvas de titulação são mostradas na Figura 6, As titulações envolveram 10ml de solução 0,5 mol L⁻¹ de KI e 120µL de uma solução 0,02 mol L⁻¹ de ácido ascórbico.

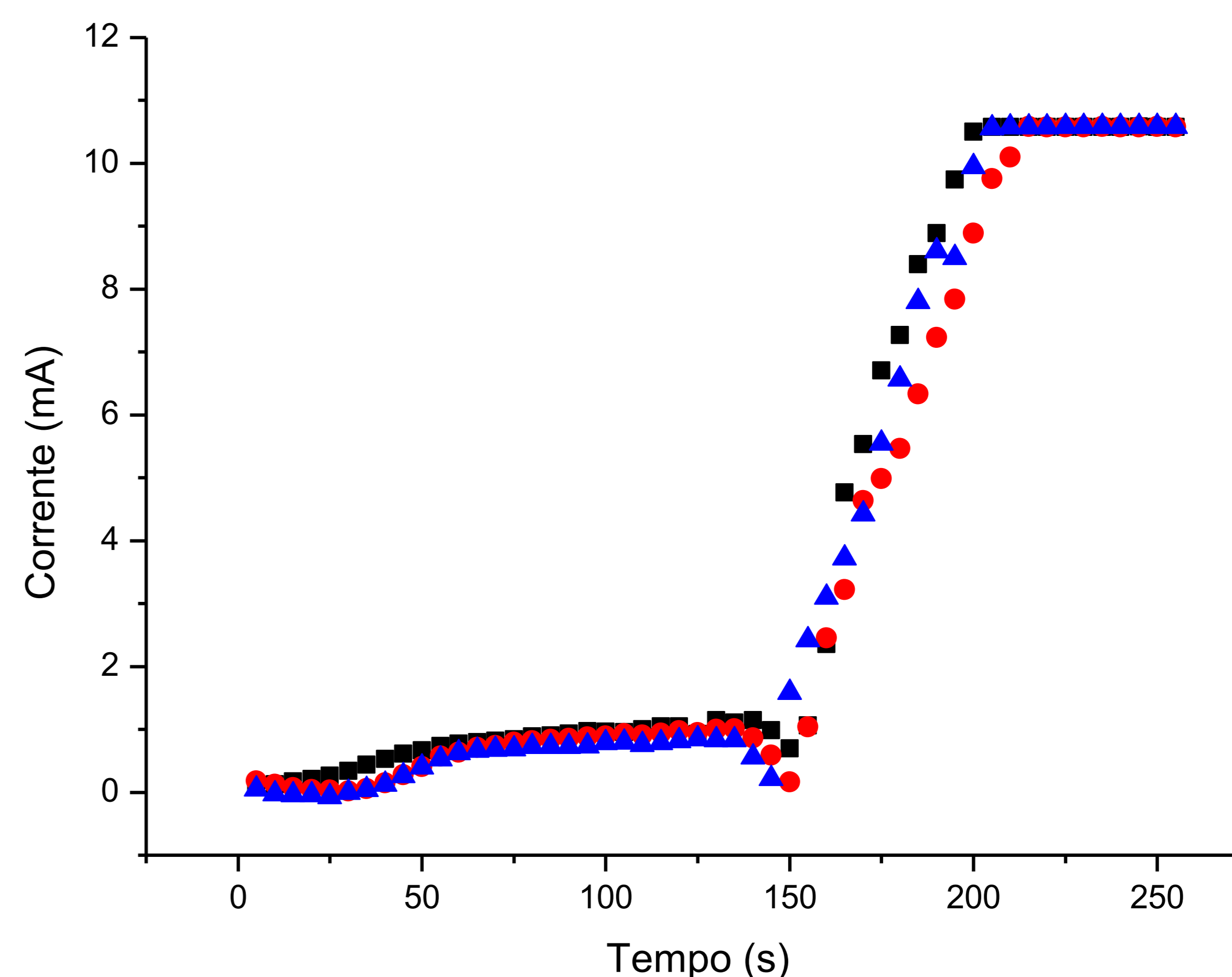


Fig 2. Corrente no sistema de detecção em função do tempo total de geração.

A partir das curvas de titulação foi determinado tempo total de geração para alcançar o ponto final. Os resultados obtidos são mostrados na Tabela 1.

Tabela 1. Número de mols de ácido ascórbico encontrado em função das curvas de titulação.

Medida 1 (mol)	Medida 2 (mol)	Medida 3 (mol)	Média (s)	Desvio Padrão
2,72E-06	2,76E-06	2,68E-06	2,72E-06	3,90E-08

Os resultados indicam um desvio de 1,3 % e um erro de 11,8% em relação ao valor esperado ($2,4 \times 10^{-6}$ mol de ácido ascórbico) encontrado para a partir da solução estoque de ácido ascórbico recém preparada.

Conclusões

Pelos testes realizados com o instrumento, conclui-se que titulações podem ser realizados com precisão melhor que 3% e exatidão de 10 % para soluções cujo analito esteja presente na ordem de mg/l Uma possível fonte de erro na medida é a formação de bolhas de H₂ na superfícies do eletrodo, pois mesmo utilizando o menor valor de corrente foi ainda possível constatar a presença da evolução deste gás.

Agradecimentos: