

Estudo experimental de solubilidade empregando uma técnica de saturação do soluto em fase líquida

Experimental study of solubility using the saturation technique of solute in liquid phase

Moilton R. Franco Júnior¹, Nattácia R. A. F. Rocha², Nadine P. Merlo² e Warley A. Pereira²

¹ UFU – Universidade Federal de Uberlândia. Avenida João Naves de Avila, 2121- Uberlândia - Minas Gerais-
Brazil

² UniRV – Universidade de Rio Verde – Fazenda Fontes do Saber – Rio Verde - Goiás Brazil
E-mail: moilton@ufu.br

Resumo

Uma das tarefas do docente que ministra aulas para alunos de graduação da área de exatas, seja no campo de Química ou correlatas, é a introdução do conceito de saturação de um soluto na solução, bem como a determinação de sua solubilidade limite, naquela condição termodinâmica. Neste trabalho, será apresentada uma técnica simples para determinação da condição de saturação do ácido bórico e sua solubilidade em água pura. Resultados experimentais foram obtidos para faixa de temperatura de 293,15 até 323,15 K, e comparados com a literatura. A solubilidade foi obtida, indiretamente, com medidas de espectrofotometria com número de amostras maiores que quatro.

Palavras-chave: solubilidade; ensino de graduação; saturação; fase líquida; ácido bórico.

Abstract

One of the tasks of the teacher who teaches to undergraduate students in the exact sciences, either in the field of chemistry or related, is the introduction of the concept of saturation of a solute in the solution, as well as the determination of its limit solubility in that thermodynamic condition. . In this work, a simple technique to obtain the saturation condition of boric acid and its solubility in pure water will be presented. Experimental results were obtained for temperature range from 293.15 to 323.15 K, and compared with the literature. Solubility was obtained indirectly with spectrophotometric and electrical conductivity measurements of the solution.

Keywords: solubility; graduation teaching; saturation; liquid phase; boric acid.

Introdução

O conhecimento da solubilidade de substâncias sejam elas orgânicas [1] ou não, tóxicas ao meio ambiente aquático [2] ou naturais à ele, é de extrema importância para graduandos da área de ciências exatas de uma maneira geral. Estudos de solubilidade de compostos, em outros solventes diferentes da água, [3,4] também fazem parte de pesquisas e para serem desenvolvidos possuem como pré-requisito a habilidade de entendimento de saturação de um composto na fase líquida. Considera-se casos mais complicados quando o soluto está infinitamente diluído no solvente [5,6] o que requer o conhecimento de técnicas experimentais [7] relativamente mais complicadas.

Nesse trabalho, o soluto a ser utilizados será o ácido bórico (H_3BO_3). Este é uma substância que age como antisséptico, bacteriostático e fungistático, é utilizado como inseticida, antisséptico, ou produtos da farmácia. Encontrado ainda em outros produtos e com finalidades variadas. Esse composto existe na forma de cristais incolores ou sob a forma de um pó branco ou incolor, sua toxicidade é relativamente baixa. (Ácido bórico, online) [8].

A solubilidade é a capacidade que uma substância possui de se dissolver em outra, e é medida a partir da quantidade de soluto capaz de ser dissolvida por determinado solvente, formando, assim, uma solução saturada. Uma solução saturada se trata de um sistema que alcançou a quantidade máxima de soluto e não permite mais sua dissolução [9].

A solubilidade ou coeficiente de solubilidade (Cs), baseia-se na quantidade necessária do soluto para formar com o solvente uma solução saturada, levando em consideração determinadas condições de temperatura e pressão. Se a quantidade de soluto for inferior ao coeficiente de solubilidade, a solução pode ser considerada insaturada. Uma solução é a mistura de duas ou mais substâncias de forma homogênea, sendo essas substâncias presentes, um soluto e o solvente, desse modo, esse contexto se faz presente na definição de solubilidade. Esta grandeza pode variar de acordo com várias propriedades, como por exemplo, tem-se a polaridade: substâncias polares tendem a ser solúveis em solventes polares e substâncias apolares funcionam de forma análoga; Temperatura: normalmente o coeficiente de solubilidade aumenta quando há o aumento da temperatura; O tamanho das moléculas também influencia na solubilidade de um composto, dentre outras propriedades.

O termo solubilidade designa tanto fenômeno qualitativo do processo (dissolução), como expressa quantitativamente a concentração das soluções. A solubilidade de uma substância depende da natureza do soluto e do solvente, assim como da temperatura e da pressão às quais o sistema é submetido. Ela é representada em mols por litro, gramas por litro ou em porcentagem de soluto/solvente.

Os valores de solubilidade do ácido bórico podem ser estimados através da análise da condutividade e do pH da amostra [9,10]. Essa análise é feita a partir da liberação de íons pelo composto, quando em solução. A liberação desses íons pelo ácido bórico indicam a quantidade de soluto que foi dissolvida pelo solvente e, conseqüentemente, possibilitam a estimativa da propriedade de interesse, ou seja, a solubilidade desse ácido em água.

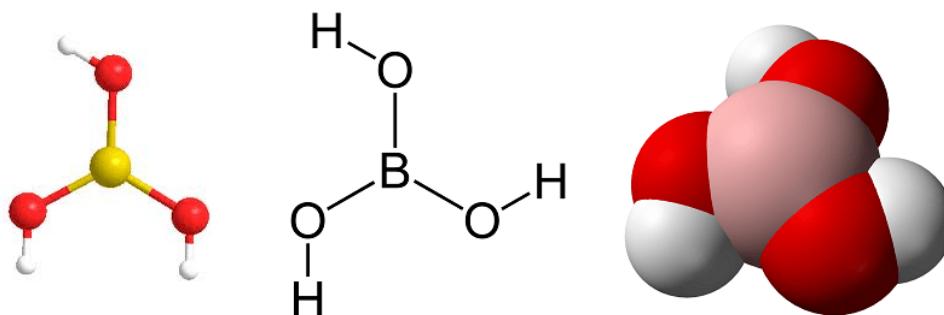


Figura 1 - Fórmula estrutural do ácido bórico Fonte: Acidoborico.org, acesso em 19/04/2019.

Nesse trabalho experimental será obtida a solubilidade do ácido bórico, à temperatura constante, empregando uma técnica de saturação gradual da solução ou do solvente puro. Dessa forma, o graduando terá a possibilidade de perceber visualmente, bem como através da medida de absorbância que o soluto que é acrescido ao líquido irá desaparecendo a cada adição, causando aumento da absorbância da fase líquida analisada. Finalmente, será possível perceber que a adição de soluto não provocará mudança no valor de saturação, que permanecerá constante.

Material e Métodos

A Figura 2 mostra um esquema da célula de equilíbrio utilizada neste trabalho experimental. Maiores detalhes da célula e da metodologia para coleta de dados de equilíbrio, podem ser conferidos no trabalho de Brunetto et al, 2004 [2] e Oliveira *et al.* 2006 [6].

No esquema apresentado existem dois pontos de amostragem (I e II), uma entrada (III) e uma (IV) saída de água proveniente do banho ultratermostático. Um termopar calibrado ($\pm 0,5^{\circ}\text{C}$) está inserido no seio da mistura. Este vaso é apoiado sobre um agitador magnético que providencia a troca de massa entre as fases.

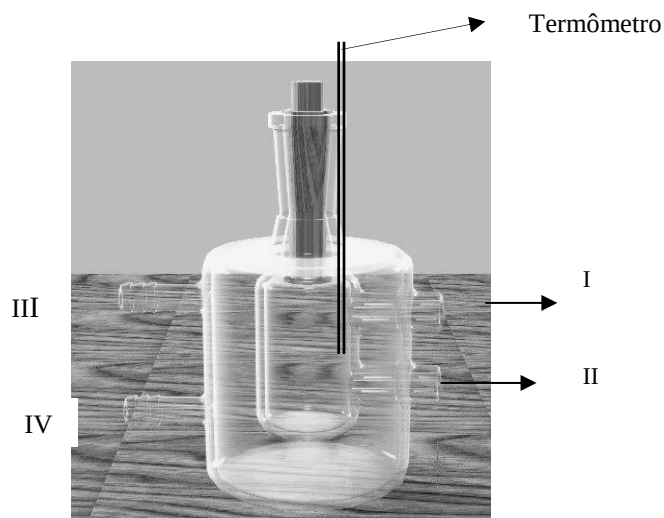


Figura 2. Vista esquemática da célula de equilíbrio.

MATERIAIS UTILIZADOS

- Ácido bórico (H_3BO_3) (VETEC Química, 99,5 %);
- Água destilada (H_2O);
- Agitador magnético (frequência de 100 a 2000 rpm,) (IKA, RH Basic);
- Balança semi-analítica (precisão de 0,01 g) (SHIMADZU, AUW Series);
- Béquer graduado (capacidade 150 mL, escala de 50 mL) (VIDROLABOR®);
- Espectrofotômetro (precisão de controle de $\pm 0,001$, Shimadzu);
- Cronômetro digital (0,01 s);
- Espátulas;
- Vidro de relógio.

Experimental

O ácido bórico (pureza maior que 99,9%) foi obtido de VETEC Química Fina LTDA, e foi usado sem nenhuma purificação adicional. A água destilada é proveniente do destilador do laboratório de ensino.

Procedimento experimental:

Uma técnica simples será usada nesta aula experimental de graduação, da disciplina LEQ 1. Será adotada a metodologia de saturação da fase líquida, no caso água pura, com o ácido, através de adições consecutivas, ou alternadas, de ácido bórico.

Utilizando-se balança semi-analítica (10^{-2} g), pesar 50-100 g, ou medir com proveta 50 -100 mL, de água, num béquer de 250 mL de volume. Acrescentar a barra magnética para agitação do sistema e fixar o termômetro no seio do líquido. Caso o laboratório possua a célula citada na Figura 1, a água é adicionada ao vaso interno e todo o experimento pode ser termostatizado por um banho em temperaturas

determinadas. Por outro lado, o experimento pode ser conduzido em bécher, à temperatura ambiente. Prepara-se, utilizando vidro de relógio, quatro amostras de 0,5 g de ácido bórico. Faz-se uma adição à célula de 0,5 g de ácido bórico – agita-se 2-3 minutos. Desligue a agitação por 1 minuto e leia a absorbância e a condutividade da solução. Anotar os valores. Repita o procedimento por mais 3 vezes até que 2,0 gramas tenham sido adicionadas. Depois acrescente excesso de ácido bórico que está por volta de +1,5 gramas, aproximadamente. Agite mais três minutos e desligue. Nesse último, serão aferidas a condutividade e a absorbância na saturação. O aluno deve observar se existe sólido no fundo do bécher ou da célula. Isso caracteriza que atingiu-se a saturação da fase líquida naquela condição de temperatura.

Resultados e Discussões

Os resultados de alguns experimentos de solubilidade realizados com o ácido bórico em água, antes e após a saturação estão apresentados nas Tabelas 1-4. Por segurança, no caso dos experimentos em que se desejava coletar a medida na saturação, um tempo de agitação de 120 minutos foi utilizado, entretanto para uma aula didática para graduandos isso não seria recomendado pois dificultaria a gestão de tempo de laboratório. O uso de processos contínuos para adsorção [12] também são recomendados para o caso em que o tempo é fator importante.

As leituras realizadas no espectrofotômetro estão registradas nas Tabelas, sendo que na maioria dos casos, foram feitas três ou mais amostragens de 1,8 mL de solução a ser lida em cubeta de quartzo com o equipamento fixado para o comprimento de onda desse ácido de 248 nm.

Os resultados empregados para a curva de calibração estão apresentados na Tabela 1, em que os experimentos foram realizados com a adição de uma quantidade de ácido que não permitisse a saturação do ácido em água. A legenda que se encontra abaixo da Tabela 1 deve ser seguida para todos os casos estudados neste trabalho.

Tabela 1: Resultados de concentração e absorbância da solução para ácido bórico em água, antes da saturação (SAT) da solução. ($\bar{T} = 20,15 \pm 0,13$ °C)

V^{AG} : Volume de água (mL); α_i : Absorbâncias das amostras coletadas; $\bar{\alpha}$: Absorbância média; T_i : temperatura média dos experimentos (°C); C^{AC} : Concentração do ácido antes da saturação (g/L); M^{AC} : Massa de ácido (g) ; C^{sat} : Concentração de Saturação do ácido (g/L).

i	M^{AC} (g)	V^{AG} (mL)	C^{AC} (g/L)	T_i (°C)	α_i	$\bar{\alpha}$
1	0,8118	100	8,118	20,0	0,009;0,009;0,009;0,008;0,008	0,0086±0,0006
2	1,0628	90	11,809	20,1	0,010;0,010;0,011;0,012;0,013	0,0112±0,0013
3	2,0163	100	20,163	20,2	0,018;0,018;0,018;0,019	0,0183±0,0005
4	1,6550	60	27,600	20,3	0,022;0,021;0,021;0,031	0,0238±0,0049

A curva de calibração para os dados da Tabela 1 é a seguinte: $C_{g/L}^{Ac.Borico} = 1274,9\alpha - 2,9016$.

Tabela 2: Solubilidade do ácido bórico em água, após a saturação da solução. ($\bar{T} = 20,3 \pm 0,3$ °C)

i	M ^{AC} (g)	V ^{AG} (ml)	C ^{sat} (g/L)	T _i (°C)	α _i	$\bar{\alpha}$
1	-	-	SAT	20,5	0,030;0,035;0,032;0,032	0,032±0,002
2	-	-	SAT	20,0	0,043;0,041;0,040;0,040	0,041±0,001
3	-	-	SAT	20,5	0,033;0,039;0,032;0,042;0,029;0,031	0,034±0,005
4	-	-	SAT	20,5	0,036;0,035;0,039;0,040;0,031	0,036±0,004
5	Média Final	→	43,0	20,3±0,3	-	0,036±0,004

O valor médio de concentração do ácido bórico foi de C = 43,0 g/L na temperatura média de 20,3±0,25 °C. (C^{literatura} = 47,2 g/L a 20,0 °C - 8,5 % de erro)

Tabela 3: Solubilidade do ácido bórico em água, após a saturação da solução. ($\bar{T} = 25,2 \pm 0,096$ °C)

REFERÊNCIA (International Chemical Safety Cards (ICSC)): $C_{SAT}^{Ac. Borico} = 50$ g/L a 21°C [11]

i	M ^{AC} (g)	V ^{AG} (mL)	C ^{Sat} (g/L)	T _i (°C)	α _i	$\bar{\alpha}$
1	6,642	100	SAT	25,2	0,036;0,043;0,041;0,041	0,0403±0,003
2	7,826	100	SAT	25,1	0,044; 0,044; 0,042;0,044	0,0435±0,001
3	6,542	100	SAT	25,1	0,047;0,044;0,051;0,051	0,049±0,003
4	8,631	100	SAT	25,3	0,049;0,045;0,051;0,051;0,051	0,051±0,003
5	Média Final	→	55,68	25,2±0,096		0,046±0,005

Substituindo-se o valor da absorbância na curva de calibração com o valor médio dos cinco pontos conduzidos nos experimentos, obtém-se o resultado médio de solubilidade do ácido bórico obtido, dos quatro experimentos da Tabela 02 que foi de C^{sat} = 55,68 g/L na temperatura média de 20,2±0,1 °C. Este resultado revela uma ótima concordância com a referência (ICSC) [11] em que o valor a 20 °C é de 50,0 g.L⁻¹.

Tabela 4: Solubilidade do ácido bórico em água, após a saturação da solução. ($\bar{T} = 34,1 \pm 0,1$ °C)

i	M ^{AC} (g)	V ^{AG} (ml)	C ^{sat} (g/L)	T _i (°C)	α _i	$\bar{\alpha}$
1	-	-	SAT	34,1	0,069;0,067;0,058;0,060	0,064±0,05
2	-	-	SAT	34,0	0,062;0,068;0,069;0,063;0,058	0,064±0,005
3	-	-	SAT	34,2	0,063;0,060;0,059;0,058	0,060±0,002
4	Media Final	→	77,42	34,1±0,1	-	0,063±0,002

O valor médio de concentração do ácido bórico foi de C = 77,42g/L na temperatura média de 34,1±0,1 °C. (C^{literatura} = 69,70 g/L [11] interpolado a 34,1 °C - 9,97% de erro)

Conclusão

Verificou-se que é possível demonstrar, através de dados experimentais, que a absorvência do sistema ácido bórico + água cresce com a adição de soluto à fase líquida. Ademais, quando se adicionava diferentes massas de excesso do ácido ao mesmo volume de água não havia mudança efetiva no valor da absorvência de saturação, comprovando a saturação da solução naquela temperatura. Finalmente, a comparação dos resultados experimentais de solubilidade com aqueles já publicados na literatura confirmam a eficácia da técnica.

Agradecimentos

Os autores agradecem à UniRV – Rio Verde – Goiás pelo apoio da bolsa concedida em 2018, contrato no. 11.2018.3.05, para desenvolvimento de projetos de ensino e pesquisa em Exatas. O projeto intitulado “Contribuição ao estudo da aplicação de adsorventes e combustíveis na otimização de sistemas e processos” contribuiu na produção deste trabalho de ensino experimental.

Referências

- [1] A. Apelblat, E. Manzurola, e N. A. Balal, The solubilities of benzene polycarboxylic acids in water. *J. Chem. Thermodynamics*. 2005.
- [2] R. S. Brunetto, M. R. Franco Júnior, Determinação experimental da solubilidade de substâncias tóxicas ao meio ambiente aquático. In: SIMPÓSIO INTERNACIONAL DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA DA USP, 12º, 2004, São Paulo. Anais do 12º SICUSP: USP, 2004.
- [3] L. Dian-Qing, L. Jiang-Chu, L., Da-Zhuang, L. e W. Fu-An, Solubilities of terephthalaldehydic, p-toluic, benzoic, terephthalic and isophthalic acids in N,N-dimethylformamide from 294,75 to 370,35 K. *Fluid Phase Equilibria* 200 (2002) 69-74.
- [4] S. H. Yalkovsky e Y. He, *Handbook of Aqueous Solubility Data*, CRC Press, Boca Raton, FL, 2003.
- [5] C. Marche, C. Ferronato e J. Jose, Solubilities of alkylcyclohexanes in water from 30 °C to 180 °C. *J. Chem. Eng. Data*, v. 49, p. 937-940, 2004.
- [6] M. L. N. Oliveira, Desenvolvimento de um equipamento experimental para o estudo do equilíbrio líquido-líquido. 2004. 69p. Dissertação de Mestrado, Faculdade de Engenharia Química, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2004.
- [7] M. Chanson e F. J. Millero, **A solubilidade do ácido bórico em soluções eletrolíticas**. *Journal of Solution Chemistry*, 2006.
- [8] D. F. Shriver, P. W. Atkins, **Química Inorgânica**. 3ª edição. São Paulo. Ed. Bookman, 2003. Disponível em <<https://www.acidoborico.org/>>. Acesso em 19/09/2019.
- [9] C. M. Park, R. J. Sheehan, , in: B. Elvers, S. Hawkins, G. Shultz (Eds.), *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, fifth rev. ed. Vol. 18, Basel, 1991, pag. 991-1043.
- [10] O. Ino-Garcia, A. C. Rasmuson, Solubility of lobenzarit disodium salt in ethanol – water mixtures. *J. Chem. Eng. Data*, v. 43, p. 681-682, 1998.
- [11] <https://www.ilo.org/dyn/icsc/showcard> (acesso em fevereiro 2019).
- [12] M. R. Franco Júnior, N. R. A. F. Rocha, W. A. Pereira e N.P. Merlo. Removal of LAS from water by activated carbon and resins in a continuous process. *Bulgarian Chemical Communications*. Vol. 51, no. 3, 2019.