

DESENVOLVIMENTO DE UM MICROCOMPUTADOR DEDICADO PARA CONTROLE E AQUISIÇÃO DE DADOS EM TITULAÇÃO POTENCIOMÉTRICA

B.F. dos Reis, O.E.S. Godinho, W.F. da Costa e L.M. Aleixo

*Centro de Energia Nuclear na Agricultura – USP
13400: Piracicaba (SP).
Instituto de Química – UNICAMP
13081: Campinas (SP).*

(Recebido em 1/7/87)

ABSTRACT

A microcomputer based on a SDK – 85 kit from INTEL to automate potentiometric titrations was developed. The memory was expanded from 2.256 to 16.0 kbytes, analog/digital interfacing and other peripheral devices were included.

With this microcomputer it is possible to access 4 potentiometers. The fluid propelling, used to add the aliquots of titrant, and all the other steps of potentiometric titrations were controlled by a software developed in the 8085 microprocessor assemble language. The software includes a routine for data transference to Prologica, model CP-500, microcomputer. The results obtained for the titration of hydrochloric, acetic and boric acid mixtures agree well with that obtained by manual titration.

INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de novos métodos de cálculo aplicados aos dados de titulações potenciométricas, aliado à grande disponibilidade dos microcomputadores nos dias atuais, tem permitido uma efetiva ampliação do campo de aplicação desta técnica. Assim, estes métodos tem tornado possível a titulação de ácidos muito fracos ou muito diluídos (1,2), além de mistura de ácidos de pKa muito próximos (3,4), não possíveis de serem resolvidos pelos métodos comumente utilizados até então.

Uma vantagem adicional destes métodos é a possibilidade de se fazer a titulação com um pequeno número de pontos, que é relevante quando se pensa em termos de automação. Entretanto deve-se considerar que, dependendo da complexidade da amostra, um maior número de pontos devem ser tomados. Para isso é necessário que a titulação seja representada por um grande número de dados tomados ponto a ponto. Esta etapa de aquisição de dados, que se resume em se adicionar o titulante e anotar números, implica em um considerável dispêndio de tempo, o que pode desencorajar o uso destes métodos para análises de rotina. Assim, seria desejável que a tarefa do pesquisador, nesta etapa de aquisição de dados fosse realizada por uma máquina.

Levando-se em conta este fato, desenvolveu-se um microcomputador dedicado para controle e aquisição de dados em titulações potenciométricas. O mesmo é baseado no microprocessador 8085 e foi projetado para realizar simultaneamente 04 titulações.

Para demonstrar o emprego do microcomputador desenvolvido, foram realizadas titulações de misturas dos ácidos clorídrico, acético e bórico e os resultados foram comparados com aqueles obtidos através da titulação manual. Para cada amostra foram realizadas 03 titulações simultâneas, e os volumes de equivalência e os valores de pKa dos ácidos titulados foram determinados, através de um método baseado na linearização de curvas de titulação (3,4).

ESTRUTURA FÍSICA DO MICROCOMPUTADOR "HARDWARE".

O microcomputador foi desenvolvido a partir do kit SDK-85 da INTEL, que é um sistema mínimo para ensino, o qual foi expandido para a estrutura mostrada na figura 1. O "hardware" final do mesmo é composto pela unidade central de processamento (CPU), que é o microprocessador 8085, 6k "bytes" de memórias EPROM (Erasable Read Only Memory) e 10,5k "bytes" de memórias de dados RAM (Random Access Memory). O teclado é composto por 24 teclas e o "display" por 6 dígitos de LEDs, sendo que esses dois últimos dispositivos constituem o meio de comunicação entre o usuário e o microcomputador.

A interface analógica/digital cobre a faixa de diferenças de potenciais de ± 800 mV, com fundos de escala de ± 200 , ± 400 , e ± 800 mV e resolução de décimos de milivolts. O componente básico dessa interface é o conversor analógico/digital (A/D) 7107, o qual foi ajustado para uma taxa de 3 conversões por segundo, que é suficiente para aquisição de dados em titulação potenciométrica, pois neste caso o intervalo de tempo necessário para o sistema estabilizar-se, após a adição do titulante, é maior que o tempo de conversão da leitura de analógico para digital.

O acoplamento do conversor A/D ao "bus" do microcomputador é feito através de um circuito integrado programável (8255). A seleção dos potencíômetros a serem lidos

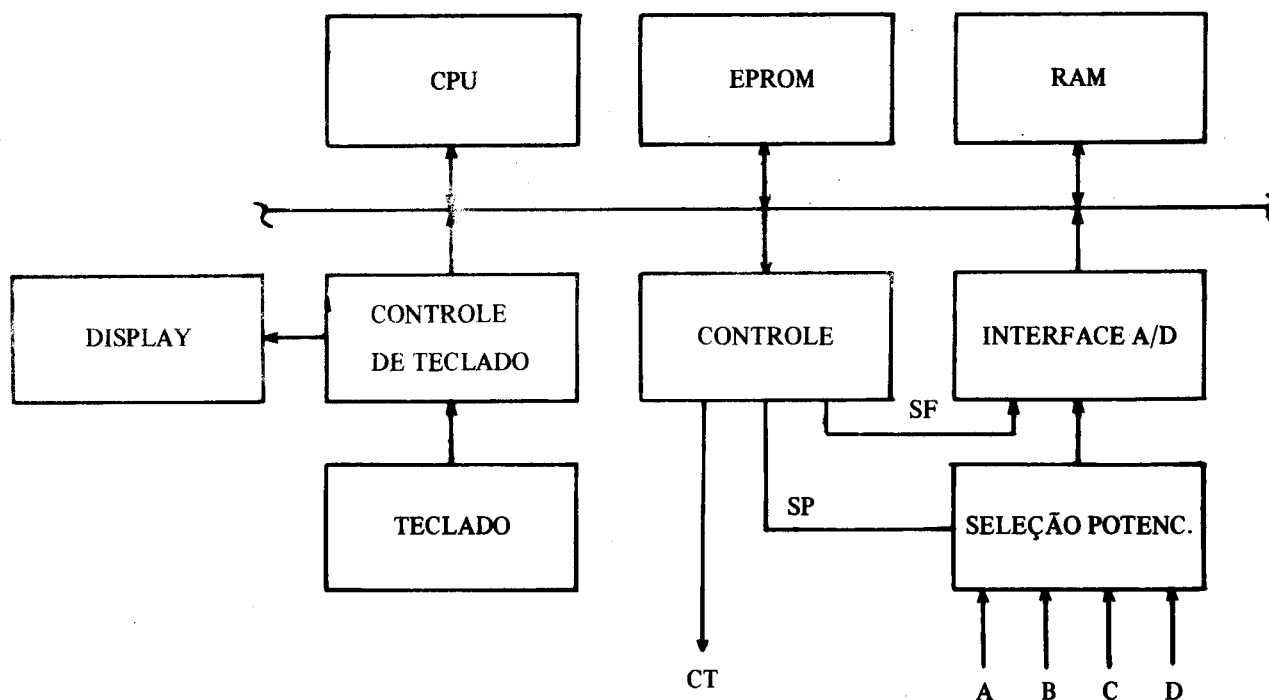


Figura 1. Diagrama de blocos do microcomputador para controle e aquisição de dados em titulação potenciométrica. A, B, C e D entrada para potenciômetro, SP – vias de controle para seleção do potenciômetro a ser lido, SF – via de controle para seleção do fundo de escala do conversor analógico/digital (A/D), CT – vias de controle do propulsor de fluido.

e a escolha do fundo de escala, são feitos por “software”. Mais detalhes e também o esquema da interface pode ser solicitado aos autores.

A interface de controle é formada por um circuito programável e é por meio dela que o microcomputador seleciona o fundo de escala e controla a adição do titulante na cela de titulação. Para que o microcomputador possa controlar o volume das alíquotas da solução titulante, é necessário que se empregue bureta motorizada, ou outro servo-mecanismo que possa ser ligado e desligado pelo microcomputador.

PROGRAMA DE CONTROLE A AQUISIÇÃO DE DADOS “SOFTWARE”

O programa de controle e aquisição de dados, cujo fluxo-grama é mostrado na figura 2, foi escrito em assembler do microprocessador 8085, e tem aproximadamente 3K “bytes” de extensão. Esse programa foi elaborado de modo a tornar bastante simples o emprego do microcomputador em titulação potenciométrica. Assim, para se colocar o mesmo em operação, basta introduzir-se, via teclado, os parâmetros de controle do programa. É por meio desses parâmetros que o usuário determina quais poten-

ciômetros vão ser empregados na titulação, quantos dados devem ser tomados e qual o intervalo de tempo entre leituras consecutivas do mesmo instrumento. É também por meio desses parâmetros que o operador estabelece os volumes das alíquotas das soluções titulantes a serem adicionadas em cada potenciômetro.

Observa-se que é necessário fornecer ao microcomputador apenas algumas informações, para que o mesmo controle todo o processo, sendo possível realizar até quatro titulações por vez. O número de leituras a serem feitas por potenciômetro, em cada edição de titulante, pode ser programado de 01 a 09 e o resultado guardado pelo microcomputador é a média dessas leituras.

O programa foi elaborado de modo que o microcomputador aceite as leituras somente a partir do instante em que a diferença entre a leitura de maior e de menor valor for, no máximo, de 0,2 mV. Assim, as leituras são aceitas somente depois que o sistema entra em equilíbrio.

O intervalo de tempo esperado pelo microcomputador entre duas leituras consecutivas é programado em múltiplos de 0,5 s, o que dá uma grande flexibilidade ao emprego do microcomputador em titulação potenciométrica, pois a duração da mesma pode ser definida em função de velocidade da reação, o que resulta em ganho de tempo quando a reação é rápida e garante a estabilização da leitura, quando a reação é lenta.

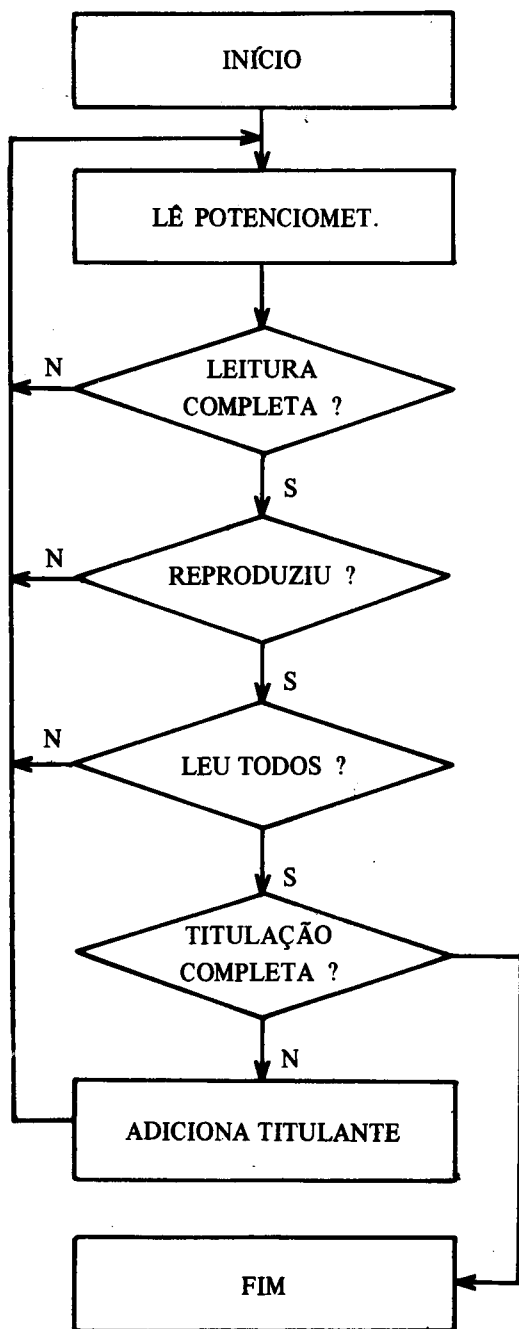


Figura 2. Fluxograma do algoritmo do programa de controle e aquisição de dados em titulação potenciométrica.

PARTE EXPERIMENTAL

Nas três titulações simultâneas utilizaram-se 02 pHmêtros marca Micronal, modelo B375 e um pHmêtro marca Orion, modelo 701A. Utilizaram-se eletrodos de vidro marca Metrohm, modelo EA109, como eletrodo indicador nos 03 pHmêtros. Como eletrodo de referência utilizou-se o eletrodo de dupla junção, marca Orion, modelo 90-01, no pHmetro marca Orion e eletrodos de calomelano, marca Metrohm, modelo EA-404 nos pHmetros marca Micronal. As titulações foram realizadas em celas com cami-

sa externa para circulação de água termostatizada. As soluções a serem tituladas e a solução titulante foram feitas 0,1M em KCl.

Antes de se iniciar a titulação, borbulhou-se nitrogênio no interior da solução e se manteve uma corrente do mesmo acima da solução durante a titulação. O procedimento da calibração dos eletrodos foi feita conforme sugerido na literatura (4).

Como alíquotador empregou-se um propulsor de flúidos desenvolvido em nosso laboratório (5), o qual pode alimentar até 06 celas de titulação simultaneamente.

MÉTODO DE CÁLCULO

O método de cálculo utilizado para determinação dos pontos de equivalência e dos valores de pKa dos ácidos titulados é baseado na linearização de curvas de titulação, cuja descrição pode ser encontrada na literatura, (3,4), o programa de computador para aplicação do método pode ser fornecido, se requisitado.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Testou-se o desempenho do microcomputador desenvolvido, efetuando-se um conjunto de titulações cujos resultados são mostrados na tabela I.

Conforme mostra a tabela I, foram executados 03 titulações simultâneas de misturas de ácido clorídrico, ácido acético e ácido bórico, com solução de NaOH. Os resultados obtidos para estequiometria e para os valores de pKa foram comparados com os obtidos para a titulação da mesma mistura realizada com a adição manual do titulante. Como se pode observar, os resultados das titulações realizadas simultaneamente com o emprego do microcomputador apresentaram boa concordância entre si e também com os resultados obtidos pela titulação manual.

O "hardware" desse microcomputador e o "software" que o controla foram desenvolvidos para controlar a adição de titulantes em 04 celas de titulação e fazer a aquisição de dados em até 04 potenciômetros com saída analógica. O tempo dispendido por esse microcomputador para realizar um conjunto de titulações é aproximadamente o mesmo necessário para se realizar uma titulação manual. Entretanto o microcomputador pode realizar até 04 titulações simultâneas, liberando o pesquisador da massante tarefa de adicionar titulante e anotar números, tarefa que pode ser realizada pelo microcomputador em questão, conforme demonstra os resultados alcançados nos testes executados.

Tabela I. Titulação de misturas de ácidos clorídrico, acético e bórico (0,1M em KCl) com solução de hidróxido de sódio 0,0947M e 0,1M em KCl. As 3 titulações foram realizadas simultaneamente.

		mistura A			mistura B		
		Volumes de equivalência					
		HCl	HAc	H ₃ BO ₃	HCl	HAc	H ₃ BO ₃
pHmetro	I	0,677	1,480	1,481	0,946	1,468	1,468
	II	0,678	1,478	1,494	0,943	1,474	1,471
	III	0,681	1,480	1,491	0,945	1,472	1,467
média		0,679	1,479	1,489	0,945	1,471	1,469
titulação manual		0,670	1,479	1,485	0,946	1,472	1,470
		Valores de pKa.					
pHmetro	I	—	4,56	9,05	—	4,57	9,05
	II	—	4,56	9,06	—	4,57	9,06
	III	—	4,56	9,04	—	4,57	9,05
média		—	4,56	9,05	—	4,57	9,05
literatura (6)		—	4,57	8,97	—	4,57	8,97
		Coeficientes de regressão linear.					
pHmetro	I	0,99998	0,99974	0,99903	0,99983	0,99987	0,99987
	II	0,99961	0,99960	0,99926	0,99992	0,99983	0,99989
	III	0,99998	0,99971	0,99904	0,99987	0,99987	0,99996

AGRADECIMENTOS

Agradecemos a FAPESP, SUBIM, CNPQ e FINEP pelo apoio financeiro. Ao CNPQ pelas bolsas concedidas, (B.F.R. e W.F.C.), também a FAPESP pela bolsa concedida (W.F.C.).

REFERÊNCIAS

¹ Aleixo, L.M.; Godinho, O.E.S.; Química Nova, (1984) 7, 32.

² Aleixo, L.M.; Godinho, O.E.S.; Costa, W.F.; Microchem. J. (1987) 35, 157.

³ Godinho, O.E.S.; Aleixo, L.M.; Anal. Biochem., (1981) 112, 323.

⁴ Aleixo, L.M.; Godinho, O.E.S.; Química Nova, (1987) 10, 83.

⁵ Reis, B.F.; "Desenvolvimento de um microcomputador para controle e aquisição de dados em titulação potenciométrica." Tese de Doutorado, Instituto de Química, UNICAMP, Campinas, SP. 1986.

⁶ Martell, A.E., "Critical Stability Constants", Ed. Plenum Press, New York, vol. 04, 1976, p. 25.