

R.S.Gama, M.G.M.Andrade e A.C. Spínola Costa
(Instituto de Química-UFBA - Campus Universitário de Ondina
CEP 40.210 - SALVADOR- BA)

ABSTRACT

The presence of magnesium in brines used for the industrial production of soda chlorine affects the efficiency of the electrolytical process, causing damage to the separation membranes and causing corrosion in the electrolytical cubes. Hence, it is necessary to develop an analytical procedure for the determination of traces of magnesium.

We propose a spectrophotometric method using Xilidil blue I in the presence of a tensoactive agent to determinate magnesium up to 150 ppb of industrial brine containing 300g/L of NaCl.

INTRODUÇÃO

A determinação de traços de magnésio em cloreto de sódio e suas soluções concentradas é muito importante para o controle do processo de eletrólise industrial na indústria de soda-cloro.

Os métodos de espectrometria atômica aplicados a este problema fornecem resultados pouco satisfatórios devido à presença de quantidades elevadas de NaCl nas soluções¹.

Os métodos de espectrofotometria molecular existentes na literatura^{2,3,4} são pouco satisfatórios devido à interferência do cálcio e, também, da presença do NaCl em grande quantidade.

Nesta comunicação propomos um método espectrofotométrico com sensibilidade adequada e pouco afetado pela presença do cálcio, desde que este esteja presente em quantidade limitada.

PARTE EXPERIMENTAL

Reagentes

- Salmoura Padrão: 300g/L -Preparada a partir de NaCl p.a. Merck e purificada pela adição de 5g/L de NaOH p.a. e 5g/L de Na₂CO₃ p.a. e filtrada após 24-48 horas de repouso. Após a filtração a salmoura foi acidificada com HCl p.a.
- Triton X-100: 20g/L
- Azul de Xilidil I
(1-azo-2-hidroxi-3-(2,4-dimetilcarboxanilido)-naftaleno-1'-(2-hidroxibenzeno-5 -sulfonato) de sodio): 0,400g/L dissolvido em etanol.
- Tampão Amoniacal: 570mL de NH₃ e 70g de NH₄Cl diluído para 1L com água.
- EGTA: Solução 5,0 x 10⁻³ M.
- Solução Mascarante: Misture 50g de KCN com 250mL de água. Acrescente 200 mL de trietanolamina e 5g de cloreto de hidroxilamônio. Complete para 1 litro.
- NaCl 99,99% de procedência Aldrich foi usado para o traçado de algumas curvas de calibração.

Equipamento

- Espectrofotômetro Variam DMS 80, com celas retangulares de 1,00cm.

Procedimento

Transfere-se para um balão volumétrico de 25mL uma alíquota de salmoura contendo 3,75g de NaCl. Acrescenta-se 0,50mL de EGTA, 10mL da solução mascarante, 2,5mL do reagente, 1,0mL do Triton X-100 e finalmente 3,5mL do tampão amoniacal. Completa-se o volume com água e lê-se a absorvância em 520nm contra uma referência contendo o NaCl e demais reagentes com exclusão do Azul de Xilidil I.

DISCUSSÃO DE RESULTADOS

Nossas experiências demonstraram que a ordem de adição dos vários reagentes não afeta a Absorvância final do sistema.

A leitura pode ser feita até duas horas após a mistura dos reagentes sem diferença significativa. A faixa de pH recomendada é de 10,0 a 11,0.

Foram feitos espectros de absorção do reagente azul de xilidil I puro e em presença de quantidades variáveis de magnésio. É importante destacar que a presença do surfactante não-iônico (Triton X-100) altera bastante o máximo espectral do complexo e do reagente puro em relação a aqueles obtidos em água pura.

Também a presença do surfactante leva à obtenção rápida de sistemas coloridos e com boa estabilidade enquanto que em água pura ou em presença de etanol^{4,5} são necessários 30 minutos para atingir a coloração máxima e, em presença de cálcio, há um descoramento gradual.

O cálcio, em níveis de concentração até 1,0µg/mL é mascarado pelo EGTA não interferindo nas determinações.

Metais pesados tais como Cu(II), Zn(II), Ni(II), Hg(II), Cd(II) são mascarados pelo KCN e Al(III) e Mn(II) são mascarados com trietanolamina .

A curva de calibração é linear ,nas condições estudadas, para concentrações de magnésio pelo menos até 0,50µg/mL e corresponde a equação $Abs = 2,5978C (\mu g/mL) + 0,0074$ com coeficiente de correlação igual a 0,9996.

Resultados obtidos com salmouras simuladas e amostras de cloreto de sódio p.a. de várias procedências são apresentados na tabela I.

TABELA I - Determinação do Teor de Magnésio em Salmouras e em Cloreto de Sódio p.a. l= 1,0 cm, λ = 520 nm.

Amostras	Teor de Magnésio ppm(m)
A	37,85 + 0,34
B	57,54 + 0,60
C	44,89 + 0,29
D	46,02 + 0,27
E	206,62 + 1,15
F	236,36 + 1,70
G	273,74 + 1,30

AGRADECIMENTOS

Ao CNPq pelo suporte financeiro, R.S.G. agradece à CAPES pela bolsa de mestrado.

BIBLIOGRAFIA

- 1- Apte, S.C. e Gunn, A.M., Anal.Chim.Acta (1987) 193, 147.
- 2- Sandell, E.B. e Onishi, H., "Photometric Determination of Traces of Metals" 4th ed.. John Wiley & Sons, New York (1978).
- 3- Marczenko, Z., "Spectrophotometric Determination of elements". Ellis Horwood Ltd., Chichester (1976).
- 4- Snell, F.D., "Photometric and Fluorometric Methods of Analysis". Part 2. John Wiley & Sons, New York (1978).
- 5- Mann, C.K. e Yoe, J.H., Anal.Chem. (1956), 28(2), 202.