

Soda cáustica líquida - Determinação de sílica - Método espectrofotométrico visível com molibdato de amônio

1 Objetivo

Esta Norma especifica o método de ensaio para determinação de sílica em soda cáustica líquida pelo método espectrofotométrico visível com molibdato de amônio.

O método é aplicável a amostras de soda cáustica líquida com teor de sílica entre 2,0 µg/g e 20,0 µg/g SiO₂.

2 Definição

Para os efeitos desta Norma, aplica-se a seguinte definição:

soda cáustica líquida: Solução aquosa de hidróxido de sódio com teores entre 30% e 55% de NaOH.

3 Requisitos

3.1 Segurança

3.1.1 Por ser corrosiva, é recomendável que a soda cáustica seja manipulada com luvas impermeáveis e óculos de segurança.

3.1.2 Este método não se propõe a apontar todos os problemas de segurança associados ao seu uso. É de responsabilidade do usuário estabelecer práticas adequadas de segurança, saúde e meio ambiente na manipulação dos produtos e reagentes citados nesta Norma. Recomenda-se consultar a ficha de informação de segurança do produto químico (FISPQ) antes de sua manipulação.

3.2 Amostragem

3.2.1 Executar a amostragem da soda cáustica em frascos de polietileno para evitar a contaminação provocada por frascos de vidro.

4 Método de ensaio

4.1 Princípio do método

Este método é baseado na formação do complexo sílico-molibdico, a um pH próximo de 1. O complexo formado é reduzido, sendo a coloração resultante determinada por espectrofotometria visível. A intensidade da cor é proporcional à concentração de sílica presente na amostra.

4.2 Aparelhagem

4.2.1 Balança semi-analítica, com menor divisão de 0,01 g.

4.2.2 Balões volumétricos de 100 mL e 1 000 mL.

4.2.3 Béqueres de polietileno de 250 mL.

4.2.4 Béqueres de vidro de 400 mL e 1 000 mL.

4.2.5 Bureta de 10 mL, com menor divisão de 0,05 mL - classe A.

4.2.6 Espectrofotômetro visível, com os seguintes parâmetros:

— comprimento de onda de 680 nm;

— cubeta de quartzo com caminho óptico de 40 mm; — fenda de 1,0 mm.

4.2.7 Pipetas graduadas de 10 mL.

4.2.8 Pipeta volumétrica de 10 mL.

4.2.9 Provetas graduadas de 50 mL.

4.3 Reagentes

4.3.1 Ácido clorídrico (HCl) p.a. 6 N: adicionar 570 mL de ácido clorídrico concentrado p.a. em um béquer contendo 300 mL de água destilada. Completar o volume para 1 000 mL com água destilada e homogeneizar.

- 4.3.2 Ácido clorídrico (HCl) p.a. 2 N: adicionar 190 mL de ácido clorídrico concentrado p.a. em um béquer contendo 300 mL de água destilada. Completar o volume para 1 000 mL com água destilada e homogeneizar.
- 4.3.3 Solução de cloreto de sódio (NaCl) p.a. 70 g/L: dissolver 70 g de cloreto de sódio em 1 000 mL de água destilada e homogeneizar.
- 4.3.4 Solução de molibdato de amônio ((NH₄)₂ . 2MoO₄ . 4H₂O) p.a. 100 g/L: dissolver 10 g de molibdato de amônio tetraidratado em 50 mL de água destilada e transferir para balão volumétrico de 100 mL. Avolumar o balão com água destilada e homogeneizar.
- 4.3.5 Solução redutora: dissolver em água destilada 0,2 g de ácido - 4 amino - 3 hidroxinaftaleno - 1 sulfônico p.a. (ou ácido - 1 amino - 2 hidroxinaftaleno - 4 sulfônico), 12 g de metabissulfito de sódio p.a. e 2,4 g de sulfito de sódio p.a. em um béquer de polietileno e transferir para balão volumétrico de 100 mL. Avolumar o balão com água destilada e homogeneizar. Transferir para frasco de polietileno e guardar ao abrigo de luz.
- 4.3.6 Ácido sulfúrico (H₂SO₄) p.a. 9 N: adicionar lentamente, sob agitação e resfriamento, 240 mL de ácido sulfúrico concentrado em um béquer 600 contendo mL de água destilada. Completar o volume para 1 000 mL com água destilada e homogeneizar.
- 4.3.7 Solução de ácido bórico (H₃BO₃) p.a. 48 g/L: dissolver 24 g de ácido bórico em 500 mL de água destilada e homogeneizar.
- 4.3.8 Solução de ácido oxálico (H₂C₂O₄) p.a. 100 g/L: dissolver 50 g de ácido oxálico em 500 mL de água destilada e homogeneizar.
- 4.3.9 Solução de fenolftaleína p.a. 1 g/L: dissolver 0,1 g de fenolftaleína em 100 mL de álcool etílico a 95%.
- 4.3.10 Solução-padrão de silício 10 mg/L Si: transferir 10 mL de uma solução de 1 000 mg/L Si para um balão volumétrico de 1 000 mL. Avolumar o balão com água destilada e homogeneizar.

NOTA: A solução-padrão de 1 000 mg/L de silício pode ser adquirida no mercado com certificado de análise do lote.

4.4 Procedimento

4.4.1 Preparação da curva de calibração

4.4.1.1 Lavar toda a vidraria e materiais de polietileno com ácido clorídrico 1:1 e água destilada.

4.4.1.2 Em uma série de béqueres de polietileno de 250 mL, adicionar com a bureta de 10 mL as seguintes quantidades de solução-padrão de silício 10 mg/L Si: 1,0 mL, 2,0 mL, 3,0 mL, 4,0 mL e 5,0 mL, que correspondem respectivamente a 10 µg, 20 µg, 30 µg, 40 µg e 50 µg Si. Executar o procedimento em duas replicatas.

4.4.1.3 Adicionar aos béqueres, agitando após cada adição, 10 mL da solução de cloreto de sódio 70 g/L, 7,5 mL de ácido clorídrico 2 N, 20 mL de solução de ácido bórico 48 g/L e 10 mL da solução de molibdato de amônio 100 g/L. O pH da mistura deve ser de aproximadamente 1.

4.4.1.4 Aguardar 10 min e adicionar sob agitação 5 mL de solução de ácido oxálico 100 g/L e 20 mL de ácido sulfúrico 9 N. Aguardar 2 min e adicionar 2 mL da solução redutora.

4.4.1.5 Preparar uma prova em branco utilizando todos os reagentes, com exceção da solução-padrão.

4.4.1.6 Transferir quantitativamente o conteúdo dos béqueres para balões volumétricos de 100 mL, completar o volume com água destilada e homogeneizar.

4.4.1.7 Aguardar no mínimo 10 min, e não mais que 30 min, e efetuar as leituras em absorbância no espectrofotômetro visível nas condições indicadas em 4.2.6.

4.4.1.8 Calcular a absorbância real dos padrões, subtraindo a leitura em absorbância da prova em branco das leituras dos padrões.

4.4.1.9 Traçar o gráfico da absorbância real em relação a massa de silício, em microgramas, passando pela origem.

4.4.1.10 Refazer a curva de calibração por ocasião da renovação dos reagentes ou manutenção do

equipamento.

4.4.2 Determinação do teor de óxido de silício

4.4.2.1 Lavar toda a vidraria e materiais de polietileno com ácido clorídrico 1:1 e água destilada.

4.4.2.2 Pesar cerca de 5,0 g \pm 0,5 g da amostra em béquer de polietileno de 250 mL. Anotar a massa (M).

4.4.2.3 Adicionar 20 mL de água destilada e duas a três gotas de solução de fenolftaleína 1 g/L.

4.4.2.4 Neutralizar cuidadosamente a solução com ácido clorídrico 6 N e resfriar à temperatura ambiente.

4.4.2.5 Preparar uma prova em branco com 10 mL da solução de cloreto de sódio 70 g/L e 20 mL de água destilada.

4.4.2.6 Adicionar aos béqueres, agitando após cada adição, 7,5 mL de ácido clorídrico 2 N, 20 mL de solução de ácido bórico 48 g/L e 10 mL da solução de molibdato de amônio 100 g/L. O pH da mistura deve ser de aproximadamente 1.

4.4.2.7 Aguardar 10 min e adicionar sob agitação 5 mL de solução de ácido oxálico 100 g/L e 20 mL de ácido sulfúrico 9 N. Aguardar 2 min e adicionar 2 mL da solução redutora.

4.4.2.8 Transferir quantitativamente o conteúdo dos béqueres para balões volumétricos de 100 mL, completar o volume com água destilada e homogeneizar.

4.4.2.9 Aguardar no mínimo 10 min, e não mais que 30 min, e efetuar as leituras em absorvância no espectrofotômetro visível nas condições indicadas em 4.2.6.

4.5 Expressão de resultados

4.5.1 Método de cálculo

4.5.1.1 Calcular a absorvância real da amostra através da fórmula:

$$ABS_{real} = ABS_{am} - ABS_{pb}$$

Onde:

ABS_{am} é a leitura em absorvância da amostra;

ABS_{pb} é a leitura em absorvância da prova em branco.

4.5.1.2 Relacionar a absorvância real com a curva de calibração e obter a massa de silício (m), em microgramas, da solução do balão contendo a amostra.

4.5.1.3 Calcular a concentração de óxido de silício na amostra, através da fórmula:

$$SiO_2 (\mu g/g) = \frac{m}{M} \times 2,138$$

Onde:

m é a massa de silício no balão de 100 mL, em microgramas;

M é a massa da amostra, em gramas.

NOTA A expressão $\mu g/g$ equivale à unidade de concentração ppm.

4.5.1.4 Expressar o resultado com um dígito após a vírgula.