

ESTUDO DA PORCENTAGEM DE PURIFICAÇÃO DO BICARBONATO DE SÓDIO

José Augusto Clavero Lauriano da Cruz (PIBIC/UEM), Edvan Vinícius Gonçalves (coautor), Sérgio Henrique Bernardo de Faria (Orientador), e-mail: shbfaria@uem.br.

Universidade Estadual de Maringá / Centro Tecnológico e Centro das Ciências Exatas

Engenharia Química e Operação de separação e mistura

Palavras-chave: Bicarbonato de sódio, Síntese de processos, Kjeldahl

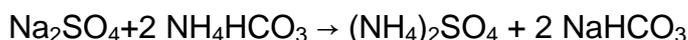
Resumo:

A produção de bicarbonato de sódio por meio de rotas alternativas que sejam menos onerosas, como por exemplo a utilização de sulfato de sódio e amônia como matérias-primas, apresenta como obstáculo a geração de um produto contendo impurezas indesejáveis. A necessidade da indústria em fornecer bicarbonato com alto teor de pureza exige o desenvolvimento de técnicas analíticas que permitam determinar quantitativamente a presença de outros sais no produto a ser comercializado. Dentre os possíveis contaminantes podemos encontrar sais que contém nitrogênio, como são os casos do bicarbonato de amônio e do sulfato de amônio. Dessa forma, o presente trabalho, visou investigar a destilação Kjeldahl como alternativa viável para quantificação destes sais e tornar viável a síntese e comercialização do bicarbonato de sódio via rota alternativa. Os erros relativos das medidas na determinação de nitrogênio nas amostras foram menores que 0,05% em relação à quantidade teórica, demonstrando a eficiência do método de Kjeldahl na quantificação de sais.

Introdução

A maior parte da produção mundial de bicarbonato de sódio é realizada por meio dos processos Solvay ou via Carbonato de Sódio. Esses processos são diferenciados pela matéria-prima utilizadas e operações necessárias de separação dos produtos. A literatura ainda apresenta a rota alternativa com o emprego de sulfato de sódio com grande possibilidade de redução de custos de processo e a geração de subprodutos úteis (Stiers, 1970; Thompson e Hantke, 1990; Kresnyak e Halldorson, 1999).

A dificuldade de utilizar o método do sulfato de sódio são as quantidades de contaminantes no bicarbonato de sódio (NaHCO_3) provenientes da seguinte reação global elaborada por Bischel e Schaaf (2008), definida por esta forma:



Os possíveis contaminantes gerados no processo são o bicarbonato de amônia (NH_4HCO_3) ou sulfato de amônio [$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$]. A técnica Kjeldahl pode ser uma forma eficiente de lidar com este problema, e por isso o objetivo deste trabalho foi o desenvolvimento e validação de uma metodologia capaz de quantificar compostos amoniacais presentes em diferentes concentrações em misturas de sais contendo bicarbonato de sódio.

Materiais e métodos

Materiais

Equipamentos: Destilador de Kjeldahl e balança analítica.

Vidraria e utensílios: tudo de Kjeldahl; buretas de 25 ou 50 mL; erlenmeyers de 125 ou 250 mL; provetas de 25 ou 50 mL; conta-gotas.

Reagentes: Solução de hidróxido de sódio 50% (m/v); solução de ácido bórico 4% (m/v); solução indicadora mista (0,132g de vermelho de metila e 0,06g de bromocresol), dissolvidos em 200 mL de álcool etílico 70% (m/v); solução padrão de ácido sulfúrico (H_2SO_4) 0,05 mol L⁻¹ ou solução padrão de ácido clorídrico (HCl) 0,1 mol L⁻¹.

Métodos

A técnica de Kjeldahl utilizada foi composta por 2 etapas:

Destilação: Adaptou-se no destilador um erlenmeyer contendo 10 mL de solução de ácido bórico 4% com 3 gotas do indicador mista. Acoplou-se o tubo de Kjeldahl ao destilador contendo 15 mL de água e a amostra de bicarbonato de sódio e adicionou-se a solução de hidróxido de sódio 50% para converter íons amônio em amônia. Iniciou-se a destilação, recolhendo o volume contendo amônia na solução de ácido bórico.

Titulação: Titulou-se o volume obtido com a solução padrão de ácido sulfúrico 0,05 mol L⁻¹ ou solução padrão de ácido clorídrico 0,01 mol L⁻¹ até o ponto de viragem do indicador.

Cálculo de Porcentagem de Nitrogênio total:

$$\text{Nitrogênio Total (\%)} = \frac{V \times M \times F \times 0,014 \times 100}{P}$$

Em que:

V = volume de ácido clorídrico em L.

M = concentração molar teórico da solução de HCl 0,1 mol L⁻¹;

F = fator de correção da solução de HCl 0,1 mol L⁻¹;

P = massa da amostra em kg.

Resultados e Discussão

A Tabela 1 demonstra a porcentagem de contaminação em amostras de bicarbonato de sódio padrão anidro, que sinteticamente, foram misturas os compostos de bicarbonato de amônio (NH₄HCO₃) e sulfato de amônio ((NH₄)₂SO₄), simulando os potenciais contaminantes. Com os valores padronizados de quantidade de cada composto, chega-se o valor de nitrogênio total teórico e com o simples cálculo já citado, obtêm o valor do nitrogênio total medido. É explícito que os erros associados a o processo de Kjeldahl são baixos, demonstrando um nível de confiabilidade bastante alto. De uma forma geral, os desvios medidos em relação ao esperado teórico são próximos de zero, indicando que seus valores podem estar associados a erros experimentais (tempo da destilação, processo de pesagem, umidade dos compostos ou contaminação). Os baixos valores de erros indicam a robustez do método e sua validação para determinar a quantidade de nitrogênio relacionado a contaminantes nas amostras de bicarbonato de sódio.

Tabela 1 - Nitrogênio total com o valor teórico e valor medido e seus respectivos erros absoluto e relativo para contaminantes das amostras de bicarbonato de sódio.

| AMOSTRA | NH ₄ HCO ₃ (g) | (NH ₄) ₂ SO ₄ (g) | Total* (g) | N teórico (%) | N Medido (%) | Erro Absoluto (%) | Erro Relativo (%) |
|---------|---|--|---------------|------------------|-----------------|----------------------|----------------------|
| 1.1 | 0,0237 | 0,0048 | 1,0028 | 0,52 | 0,50 | 0,02 | 0,04 |
| 1.2 | 0,0223 | 0,0041 | 0,9985 | 0,48 | 0,47 | 0,01 | 0,02 |
| 2.1 | 0,0247 | 0,0098 | 1,0026 | 0,64 | 0,61 | 0,03 | 0,05 |
| 2.2 | 0,0250 | 0,0093 | 0,9995 | 0,64 | 0,63 | 0,01 | 0,02 |
| 3.1 | 0,0580 | 0,0045 | 1,0353 | 1,08 | 1,07 | 0,01 | 0,01 |
| 3.2 | 0,0636 | 0,0055 | 1,0554 | 1,18 | 1,12 | 0,06 | 0,05 |

*total: representa a soma dos contaminantes junto com o bicarbonato de sódio

Conclusões

A determinação da composição de mais de um composto em uma mistura salina é uma tarefa complexa e requer o conhecimento de variadas técnicas

analíticas. Para utilizar essas técnicas é necessário a construção de padrões e validações de amostras com composições conhecidas. Este estudo foi capaz de avaliar e validar o método de Kjeldahl para a determinação de nitrogênio em sais contaminantes de amostras de bicarbonato de sódio com erros relativos menores que 0,05%.

Agradecimentos

Agradecimentos aos professores e pesquisadores que auxiliaram nesta pesquisa: Dr. Edvan Vinícius Gonçalves, Ms. Lucas Pereira Pontes e o Orientador Professor Dr. Sérgio Henrique Bernardo de Faria; e ao CNPq e à CAPES pelo suporte financeiro e técnico.

Referências

Kresnyak, S., Halldorson, J., Hantke, M., 1998. **Method for production of sodium bicarbonate, sodium carbonate and ammonium sulfate from sodium sulfate.** Patent No. US/1998/5,830,422. Adapt.

Bichel, J., Schaaf, S., 2008. **Recovering Purified Sodium Bicarbonate and Ammonium Sulfate from a Sodium Sulfate Solution.** Patent No. US/2008/7,393,378.