



Universidade Federal de Santa Catarina

Universidade Federal de Santa Catarina  
**Centro de Ciências Físicas e Matemáticas**  
Departamento de Química

## Controle de qualidade do Hipoclorito de Sódio no Processo de Produção

**Aluno:** Lourenço De Lucca  
**Curso:** Bacharelado em Química  
**Orientador:** Luiz Augusto dos Santos Madureira  
**Semestre:** 02/2006

Florianópolis, dezembro de 2006.



Universidade Federal de Santa Catarina  
**Centro de Ciências Físicas e Matemáticas**  
Departamento de Química

**Título:** Controle de qualidade do Hipoclorito de Sódio no Processo de  
Produção

Relatório final apresentado à disciplina QMC 5510 do Estágio Supervisionado do Curso de Química, da Universidade Federal de Santa Catarina. No semestre 2006/2, realizado na empresa MULTCLORO LTDA. Setores de Laboratório de Controle de Qualidade e Processo de Fabricação, entre o período de 03/01/2006 a 03/03/2006, como requisito para obtenção do grau de Bacharel em Química.

Professor Orientador: Luiz Augusto dos Santos  
Madureira

Florianópolis, dezembro de 2006.

## ÍNDICE GERAL

I) APRESENTAÇÃO DA EMPRESA.....	8
II) INTRODUÇÃO.....	9
II.1) Histórico .....	9
II.2) Metodologia e Fundamentação.....	11
II.2.1) Terminologia e Preparação.....	11
II.2.2) Propriedades Físicas .....	12
II.2.3) Propriedades Químicas .....	13
II.2.4) Principais Aplicações e Características Comerciais.....	13
II.2.5) Estabilidade e Durabilidade.....	14
II.2.6) Poder Oxidante .....	17
II.2.7) Volumetria.....	18
II.2.7.1) Volumetria de Óxido-Redução.....	19
II.2.7.2) Determinações Iodométricas .....	19
II.2.7.3) Erros na Iodometria e Iodimetria.....	19
II.2.7.4) Determinação do ponto final .....	20
III) OBJETIVOS .....	22
IV) PROCESSO DE FABRICAÇÃO .....	23
V) MATERIAIS E REAGENTES .....	31
V.1) Os materiais e reagentes descritos abaixo foram utilizados durante o período de estágio na empresa.....	31
V.2) Métodos de aplicação .....	32
V.2.1) Preparação da solução de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ $0,05 \text{ mol L}^{-1}$ .....	32
V.2.2) Padronização da solução de Tiosulfato de Sódio $0,05 \text{ mol L}^{-1}$ .....	32
V.2.3) Preparação da solução de $\text{HCl}$ $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ .....	32
V.2.4) Dosagem do Cloro Ativo.....	33
V.2.5) Resultado e Discussão dos Dados do Cloro Ativo.....	34
V.2.6) Determinação da Alcalinidade Livre.....	36
V.2.7) Resultado e Discussão dos Dados da Alcalinidade Livre .....	36
VII) BIBLIOGRAFIA .....	39

## ÍNDICE DE TABELAS

<b>Tabela 1.</b> Valores de calor específico a 20°C .....	12
<b>Tabela 2.</b> Características comerciais do Hipoclorito de Sódio. <sup>3</sup> .....	14
<b>Tabela 3.</b> Valores de diferentes concentrações de cloro disponível. <sup>3</sup> .....	15
<b>Tabela 4.</b> Resultados de cloro ativo nas amostras de NaClO .....	35
<b>Tabela 5.</b> Resultado de alcalinidade nas amostras do NaClO .....	37

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Figura da célula eletrolítica na eletrólise do cloro .....	9
<b>Figura 2.</b> Gráfico de retrogradação em função do tempo de concentrações diferentes de cloro ativo.....	15
<b>Figura 3.</b> Gráfico de retrogradação em função do tempo de mesma concentração de cloro ativo a 10°C e 20°C. <sup>3</sup> .....	16
<b>Figura 4.</b> Foto dos reatores no interior da Fábrica.....	23
<b>Figura 5.</b> Foto das torres de resfriamento no exterior da fábrica.....	24
<b>Figura 6.</b> Foto de um dos cilindros de cloro no interior da fábrica. ....	25
<b>Figura 7.</b> Foto do laboratório de controle de qualidade.....	26
<b>Figura 8.</b> Foto dos decantadores no interior da fábrica. ....	27
<b>Figura 9.</b> Foto do carregamento do hipo no caminhão tanque no exterior da fábrica. ....	28
<b>Figura 10.</b> Ilustração do processo de fabricação do hipoclorito de sódio. ....	29
<b>Figura 11.</b> Organograma do processo de fabricação do hipoclorito de sódio. ....	30

## ÍNDICE DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

**Hipo:** Hipoclorito de Sódio

**A.A.B.N.T:** Associação Brasileira de Normas Técnicas

**NaClO:** Hipoclorito de Sódio

**NaOH:** Hidróxido de Sódio

**NaCl:** Cloreto de Sódio

**Cl<sub>2</sub>:** Cloro

**HCl:** Ácido Clorídrico

**Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>:** Carbonato de Sódio

**CaCO<sub>3</sub>:** Carbonato de Cálcio

**Ca(OH)<sub>2</sub>:** Hidróxido de Cálcio

**Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:** Tiosulfato de Sódio

## RESUMO

O estágio supervisionado foi realizado no controle de qualidade e na produção do hipoclorito de sódio na empresa Multcloro Ltda. Industrialmente, o hipoclorito de sódio é obtido pela reação de cloro com solução de hidróxido de sódio. O produto se apresenta como solução aquosa alcalina, contendo cerca de 12 % de hipoclorito de sódio (NaClO), com coloração amarelada e odor característico. O hipoclorito de sódio tem propriedades oxidantes, branqueantes e desinfetantes, servindo para inúmeras aplicações, tais como: branqueamento de celulose e têxteis, desinfecção de água potável, tratamento de efluentes industriais, tratamento de piscinas, desinfecção hospitalar, produção de água sanitária, lavagem de frutas e legumes, além de agir como intermediário na produção de diversos produtos químicos. A qualidade do hipo é controlada através de métodos de titulação de cloro ativo e de alcalinidade (NaOH residual) em solução.

## **I) APRESENTAÇÃO DA EMPRESA**

Inaugurada em 12/06/2003, a Multcloro Indústria Química está situada ao sul de Santa Catarina na cidade de Araranguá, atualmente possui 17 colaboradores e possui uma produção anual de aproximadamente 4.000 toneladas de hipoclorito de sódio, um produto de grande importância no que diz respeito à fabricação de produtos para tratamento e desinfecção na área doméstica e industrial. Tudo desenvolvido sob normas específicas e com alto nível de qualidade. Para isso possuem uma frota especializada com tanques especiais para transportar com segurança e garantir a qualidade do produto.

O Hipoclorito de Sódio é uma solução aquosa obtida através da reação com uma solução de soda cáustica, cuja concentração final de cloro ativo varia de 11 a 13 % e alcalinidade em torno de 1,3 %. Possui uma cor amarelada com odor característico e levemente irritante que se decompõe facilmente à presença de luz e calor. É um forte agente oxidante, reagindo principalmente com matéria orgânica. Quando em contato com ácidos, reage violentamente com a formação de cloro gasoso. O controle de qualidade do hipoclorito de sódio é realizado através de “Técnicas de Titulação”, cujos principais parâmetros analisados são a alcalinidade residual e o cloro ativo.

## II) INTRODUÇÃO

### II.1) Histórico

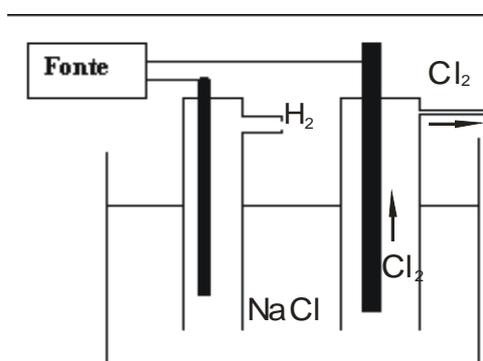
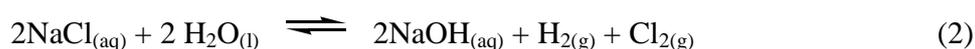
#### A obtenção do Cloro

O Cloro tornou-se conhecido a partir de 1774, graças à descoberta do químico sueco Karl Wilhelm Scheele ao notar durante suas experiências que soluções aquosas de cloro possuíam um elevado poder branqueante.<sup>1</sup>

Nas condições ambientais, ele é um gás amarelo esverdeado, tóxico, de forte cheiro, poderoso irritante dos olhos e do sistema respiratório.<sup>2</sup>

A primeira patente associada ao uso industrial do cloro foi em 1799 e destinava-se ao alvejamento, 25 anos após ele ser descoberto. O Cl<sub>2</sub> teve sua importância acrescida com extraordinária rapidez, largamente, graças às sínteses de substâncias orgânicas, em muitas das quais não aparece no produto final, mas comparece nas etapas intermediárias.<sup>3</sup>

Industrialmente, o cloro é preparado por vários métodos como, por exemplo, alguns deles: eletrólise de uma solução de cloreto de sódio, eletrólise de NaCl fundido.<sup>2</sup> Na eletrólise das salmouras, o cloro é produzido no ânodo e o hidrogênio, juntamente com o hidróxido de sódio no cátodo, conforme reação global abaixo:<sup>3</sup>



#### Reações:



#### Anódica:



#### Catódica:



**Figura 1.** Figura da célula eletrolítica na eletrólise do cloro.<sup>4</sup>

Foram inventados e industrializados muitos modelos engenhosos da cuba eletrolítica, em virtude de ser necessário manter separados os produtos do ânodo e cátodo. <sup>3</sup>

Direta ou indiretamente, o cloro e seus compostos são usados no tratamento de águas, para branquear papel e tecidos, na extração de titânio etc. Ele foi a primeira substância usada intencionalmente com o arma química. A necessidade industrial de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , para a fabricação de sabões e vidros, deu origem ao processo LeBlanc e, conseqüentemente, à indústria de álcalis e cloro. <sup>2</sup>

### **A obtenção da Soda Cáustica**

A soda cáustica pura é um sólido branco, quebradiço, que absorve com rapidez a umidade e o dióxido de carbono no ar. Contém geralmente 98% de NaOH. O termo soda cáustica é amplamente usado, pois é corrosiva a pele.

As soluções de soda cáustica sempre foram usadas desde o início do emprego habitual da soda, pelos idos e meados do século XVIII. O desenvolvimento do produto sólido comercializável provém dos fabricantes de soda Barrilha ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) LeBlanc (1853), que o obtinham mediante uma caustificação pela cal:



Que dependia de carbonato de cálcio ser quase insolúvel em água.

A produção eletrolítica da soda cáustica era conhecida no século XVIII, mas somente a partir de 1890 o álcali passou a ser produzido desta forma para o consumo industrial. Até pouco antes da Primeira Grande Guerra, a quantidade de soda cáustica vendida como co-produto do cloro eletrolítico era quase desprezível em comparação com a quantidade proveniente da calificação da barrilha. <sup>3</sup>

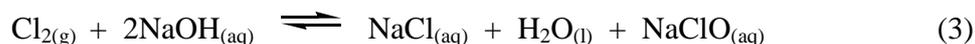
## A descoberta do Hipoclorito de Sódio

Tratando-se do hipoclorito de sódio (NaClO), em 1789 o químico francês Berthollet conseguiu clorar uma solução de hidróxido de sódio, formando um solução de hipoclorito de sódio, porém não foi viável devido ao preço da soda cáustica.

Em 1798, Tennant, na Inglaterra, preparou uma solução de hipoclorito de cálcio, reagindo gás cloro com uma suspensão de cal em água. No ano seguinte ele patenteou um processo para a fabricação de cal clorada, onde o gás cloro era absorvido em cal hidratada seca.

Na França, em 1820, Labarrique preparou o hipoclorito de sódio, reagindo cloro com uma solução de soda cáustica. Até hoje este processo é o mais utilizado em escala industrial.<sup>1</sup>

O hipoclorito de sódio é empregado como desinfetante e desodorante em leiteiras, fábricas de laticínios, suprimentos de água e rejeitos de esgotos e em atividades domésticas. Também é usado como alvejante em lavanderias. Durante a Primeira Guerra Mundial foi empregado no tratamento de ferimentos, como solução isotônica estabilizada. O método mais comum de fabricá-lo é mediante o tratamento da solução de hidróxido de sódio pelo cloro gasoso.<sup>3</sup>

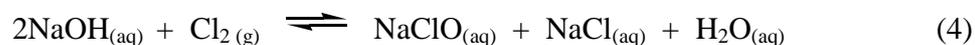


## II.2) Metodologia e Fundamentação

### II.2.1) Terminologia e Preparação

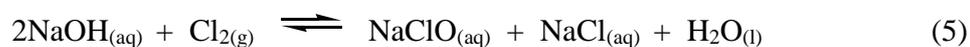
Embora o nome oficial para o produto ser Hipoclorito de Sódio, pode assumir diversas denominações. Uma solução aquosa diluída, aplicada em desinfecção e limpeza doméstica, é conhecida como “água sanitária”. Quando aplicado em piscinas é “cloro líquido” ou simplesmente “cloro”. Na verdade, essa denominação não devia ser usada, pois o produto pode ser confundido com o gás cloro, também utilizado em

tratamento de água, mas de natureza completamente diferente. A composição química da solução é obtida segundo a reação global:<sup>5</sup>



A concentração final da solução depende da concentração inicial de hidróxido de sódio.

Equação Global:



### II.2.2) Propriedades Físicas

- a) **Ponto de Ebulição** – Sob fervura, todas as soluções aquosas de hipoclorito de sódio decompõem-se em cloreto, clorato, oxigênio e cloro livre. Dependendo da concentração inicial a solução deve ferver entre 100°C e 110°C.
- b) **Cor** – Amarela clara.
- c) **Inflamabilidade** – Não é inflamável.
- d) **Higroscopicidade** – Não é higroscópico.
- e) **Fotossensibilidade** – Decompõe-se à presença de luz.
- f) **Odor** – Leve odor característico.
- g) **Calor específico** – Valores de calor específico de soluções aquosas a 20°C (Tabela 1):<sup>5</sup>

**Tabela 1.** Valores de calor específico a 20°C

Concentração (g L <sup>-1</sup> )	Calor Específico (cal g <sup>-1</sup> °C)
140,48	0,918
98,58	0,949
56,26	0,969
28,22	0,987

### II.2.3) Propriedades Químicas

- a) Forte agente oxidante reagindo principalmente com matérias orgânicas, decompondo-se simultaneamente. Esta propriedade é aplicada no tratamento de efluentes contendo cianeto, os quais, após reação com o hipoclorito de sódio, formam compostos inofensivos como cianatos, gás carbônico e nitrogênio.
- b) Utilizado na produção de epicloridrina ou hidrazina ( $N_2H_4$ ).
- c) Reage prontamente com ácidos em geral produzindo grande quantidade de cloro gasoso.
- d) As reações com sais de amônia podem gerar compostos altamente perigosos pela instabilidade.
- e) O seu poder oxidante pode ser aproveitado na remoção de odores, principalmente nos derivados de enxofre do tipo gás sulfídrico e mercaptanas.<sup>5</sup>

### II.2.4) Principais Aplicações e Características Comerciais

O hipoclorito de sódio é usado na produção de água sanitária, no tratamento de efluentes domésticos ou industriais, em águas de piscinas, na desinfecção doméstica e hospitalar e, principalmente, no tratamento de água destinada ao consumo urbano. Neste caso tanto o hipo como as águas sanitárias são eficientes no combate a doenças potencialmente transmissíveis pela água. De forma organizada distinguem-se as seguintes aplicações:

- a) Pré-cloração de água destinada ao consumo doméstico, atuando principalmente como oxidante.
- b) Pós-cloração, atuando como bactericida, protetor contra contaminações virais e amebianas.
- c) Desinfecção de circuitos de circulação de águas potáveis como reservatórios, canalizações, caixas d'água e equipamentos.
- d) Tratamento e manutenção de águas de piscinas como algicida e bactericida.
- e) Eliminação de odores de águas industriais, destruindo microrganismos e neutralizando efluentes ácidos.

- f) Tratamento, por oxidação, contra poluentes perigosos como cianetos, nitritos, derivados de enxofre e certos íons metálicos.
- g) Limpezas e higiene em geral como lavagem de frutas, verduras, legumes e limpeza de recintos.
- h) Fungicida.<sup>5</sup>

O hipoclorito de sódio comercializado apresenta, em média, as seguintes características:

**Tabela 2.** Características comerciais do Hipoclorito de Sódio.<sup>5</sup>

Cloro Ativo *	12,0 (% peso)
Densidade a 20 C	1,2 (kg L <sup>-1</sup> )
Cloro como Cloreto	13,0 (g kg <sup>-1</sup> )
Cloro como Clorato	2,5 (g kg <sup>-1</sup> )
Hidróxido de Sódio Livre	5,0 (g kg <sup>-1</sup> )
Carbonato de Sódio	8,0 (g kg <sup>-1</sup> )
Ferro	5,0 (mg kg <sup>-1</sup> )

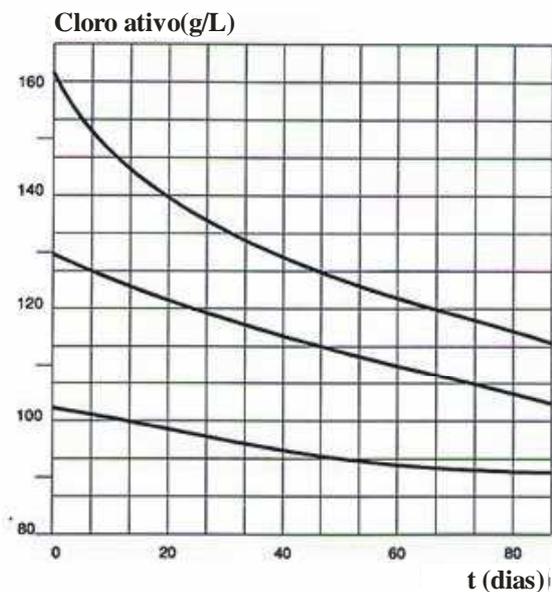
\* *Interpreta-se “cloro ativo” como correspondendo ao cloro contido no hipoclorito de sódio e que tenha o mesmo poder oxidante do próprio cloro molecular.*

*Veremos mais sobre o assunto na seção (II.2.6), **Poder Oxidante.***

### II.2.5) Estabilidade e Durabilidade

O hipoclorito de sódio é um produto instável. Sua concentração em cloro ativo tende a diminuir, mas a taxa de decomposição pode ser controlada. A estabilidade de uma solução de hipo depende dos seguintes fatores:

- a) As soluções contendo baixas concentrações de hipoclorito de sódio decompõem-se mais lentamente (retrogradação) conforme mostra o gráfico na figura 2.<sup>5</sup>



**Figura 2.** Gráfico de retrogradação em função do tempo de concentrações diferentes de cloro ativo.<sup>6</sup>

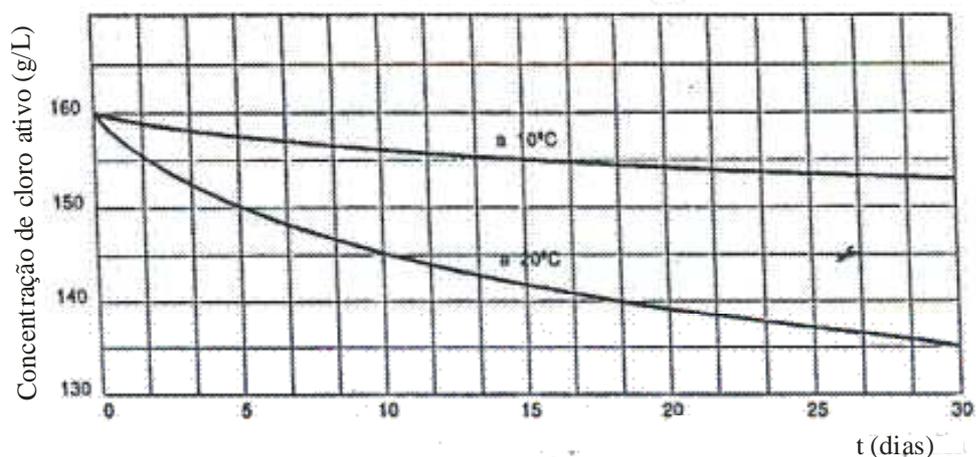
Na tabela 3, temos valores de diferentes concentrações de cloro disponível para podermos entender melhor a figura 2.

**Tabela 3.** Valores de diferentes concentrações de cloro disponível.<sup>5</sup>

CLORO DISPONÍVEL	
% Massa	g L <sup>-1</sup>
5,90	64,28
6,37	69,99
6,90	76,42
7,37	82,13
7,88	88,56
8,38	94,99
8,88	101,42
9,37	107,85
9,85	114,28
10,23	120,71
10,84	127,85
11,35	134,99
11,80	141,42
12,30	148,56
12,78	155,71
13,31	163,56
13,78	170,71

**b)** A alcalinidade ou valor de pH tem um efeito pronunciado sobre a estabilidade das soluções. Um valor de pH entre 9,5 e 10,5 proporciona às soluções uma maior estabilidade. As soluções de hipoclorito são normalmente produzidas com um residual de soda cáustica em torno de 0,6%, que atua como agente estabilizante.

**c)** A temperatura influencia fortemente na estabilidade das soluções de hipoclorito, tanto na fabricação quanto na estocagem. A reação entre o cloro e a soda cáustica libera grande quantidade de calor. Por essa razão o hipoclorito de sódio é produzido com o uso intensivo de resfriamento. Baixas temperaturas durante a estocagem também contribuem, sensivelmente, para a estabilidade das soluções preparadas (Figura 3).<sup>5</sup>



**Figura 3.** Gráfico de retrogradação em função do tempo de mesma concentração de cloro ativo a 10°C e 20°C.<sup>5</sup>

**d)** Existem substâncias que possuem um poderoso efeito catalítico na decomposição do hipoclorito, isto é, quase todos os sais metálicos e óxidos. Compostos solúveis como cloratos, cloretos, nitratos e carbonatos podem afetar a estabilidade do hipo.

e) A luz acelera a decomposição de soluções do produto, sendo recomendável, o uso de frasco de vidro verde ou âmbar para embalagem. Para o transporte e comercialização deve-se utilizar bombonas opacas de cores escuras.

f) A estabilidade das soluções de hipoclorito de sódio depende de uma série de fatores. As soluções concentradas de hipo (10 % a 13 % de cloro ativo) devem ser utilizadas dentro de 15 a 30 dias da fabricação, obedecidas às condições mínimas para a embalagem, transporte e estocagem. A taxa média de retrogradação é de 0,2 % a 0,3 % por dia de cloro ativo. A consequência imediata de decomposição é a redução do teor ativo. Os produtos de decomposição são inofensivos, constituindo-se principalmente de sal (cloreto de sódio) e oxigênio. A perda de concentração não se faz por “evaporação do cloro” ou por “influência do calor” e sim pela ação conjunta dos fatores que aceleram a degradação do hipoclorito de sódio para cloreto de sódio. A formação de bolhas na solução, quando o produto é exposto à luz, decorre do desprendimento de oxigênio e não de cloro.<sup>5</sup>

A reação de decomposição do hipoclorito de sódio é a seguinte:

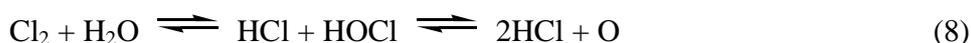


*Principal reação.*

### II.2.6) Poder Oxidante

Cloro ativo de um produto clorado é a medida do poder oxidante deste produto expresso como cloro, isto é, a quantidade de cloro puro em solução aquosa que exerce igual poder oxidante que uma quantidade unitária do produto em questão.

Para uma quantidade de 100% de cloro ativo temos a seguinte reação:

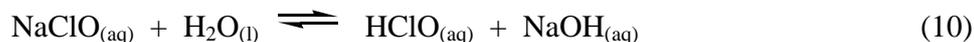
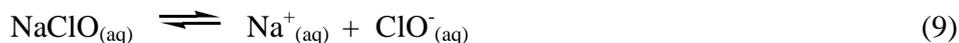


Comparando com o hipoclorito de sódio  $\text{Cl}_2 = \frac{71,0 \text{ g mol}^{-1}}{74,5 \text{ g mol}^{-1}} \times 100 = 95,30\%$

$\text{NaClO} \quad 74,5 \text{ g mol}^{-1}$

O que nos mostra que o NaClO tem, aproximadamente, o mesmo poder oxidante que o da molécula de cloro.<sup>5</sup>

A hidrólise do hipoclorito de sódio é representada pelas seguintes reações:



A ação oxidante e sanificante dos derivados clorados é controlada pelo ácido hipocloroso (HClO), um produto resultante da hidrólise da substância clorada conforme reações acima. O ácido hipocloroso é um ácido fraco cuja constante de dissociação (Ka) a 30°C é  $3,8 \times 10^{-8}$  e que em solução aquosa se dissocia para formar o íon hidrogênio e o íon hipoclorito.



Portanto, compostos clorados são mais efetivos em valores de pH baixos quando a presença de ácido hipocloroso é dominante, ou seja, em pH acima de 9, a concentração de ácido hipocloroso em solução é tão pequena que já não teríamos um ação sanificante eficiente.<sup>7</sup>

### II.2.7) Volumetria

Em uma análise volumétrica, a quantidade de um constituinte de interesse da amostra é determinada através da reação desta espécie química com uma outra substância em solução, chamada solução-padrão, cuja concentração é conhecida.

O processo pelo qual a solução-padrão é introduzida no meio reagente é conhecido por titulação, que pode ser volumétrica ou gravimétrica. Em uma titulação gravimétrica mede-se a massa da solução-padrão consumida na determinação e na volumétrica (que será utilizada neste caso) mede-se o volume. Esse procedimento é o mais conhecido e o mais utilizado.<sup>8</sup>

### ***II.2.7.1) Volumetria de Óxido-Redução***

Os métodos volumétricos de análise que utilizam reações do tipo oxidação-redução dependem dos potenciais das semi-reações envolvidas no processo. Entretanto, a existência de potenciais favoráveis não é a única condição para se ter uma titulação redox adequada, pois as reações envolvidas em tais processos são, freqüentemente, lentas.

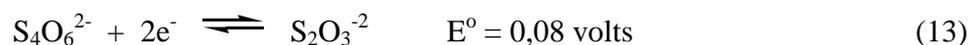
Assim sendo, além dos potenciais favoráveis, os agentes oxidantes e redutores devem ser estáveis no solvente utilizado (geralmente a água) e a substância a ser determinada deve ser colocada sob um determinado estado de oxidação, definido e estável, antes de a titulação ser iniciada.<sup>8</sup>

### ***II.2.7.2) Determinações Iodométricas***

Os métodos volumétricos que envolvem a oxidação de íons iodeto (iodometria) ou a redução de iodo (iodimetria), são baseados na semi-reação:



As substâncias que possuem potenciais de redução menores que o do sistema  $\text{I}_2/\text{I}^-$  são oxidados pelo iodo, e portanto podem ser titulados com uma solução-padrão desta substância (iodimetria).<sup>8</sup>



Assim,



### ***II.2.7.3) Erros na Iodometria e Iodimetria***

Duas importantes fontes de erros em titulações iodométricas e iodimétricas são a oxidação de uma solução de iodeto pelo ar e a perda de iodo por volatilização. Os íons iodeto em meio ácido são oxidados lentamente pelo oxigênio atmosférico.

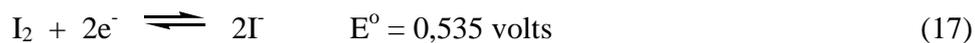


Esta oxidação é muito lenta em meio neutro, mas sua velocidade aumenta com a diminuição do pH e é bastante acelerada pela exposição à luz, pela reação do iodeto com substâncias oxidantes presentes no meio e pela presença de substâncias que apresentem um efeito catalítico.

A perda do iodo por volatilização é evitada pela adição de um grande excesso de íons iodeto, os quais reagem como iodo para formar íons tri-iodeto, segundo a equação:



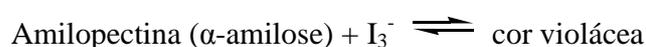
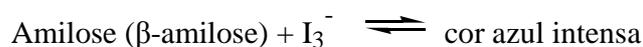
Em titulações à temperatura ambiente as perdas de iodo por volatilização são desprezíveis se a solução contiver cerca de 4% (m/v) de iodeto de potássio. A formação da espécie  $\text{I}_3^-$  não altera nem introduz erros mensuráveis no método iodométrico porque os potenciais-padrão das semi-reações são muito próximos e, como consequência, a formação dos íons  $\text{I}_3^-$  pouco afeta o par  $\text{I}_2/\text{I}^-$ :<sup>8</sup>



#### ***II.2.7.4) Determinação do ponto final***

O iodo presente em uma solução aquosa de iodeto tem uma cor amarelo-castanha intensa, que é visível mesmo com grande diluição. Quando se titulam soluções incolores com uma solução-padrão de iodo (iodimetria), o próprio iodo serve como indicador. No entanto, o uso de um indicador proporciona uma detecção mais sensível do ponto final. O indicador geralmente usado é uma solução aquosa de amido, com a qual pode-se determinar concentrações de iodo em solução de até  $2 \times 10^{-7} \text{ mol L}^{-1}$ .

O amido é uma substância formada principalmente por dois constituintes macromoleculares lineares, chamados amilose ( $\beta$ -amilose) e amilopectina ( $\alpha$ -amilose), com conformações helicoidais. Estas substâncias formam complexos de adsorção (complexo tipo transferência de carga) com o iodo na forma de íons  $\text{I}_3^-$ , conferindo à solução uma coloração azul intensa.



Em substituição ao amido, pode-se usar também uma solução aquosa de amido glicolato de sódio (também forma um complexo azul como iodo). Esta substância é solúvel em água e sua solução aquosa se mantém estável durante muito tempo, sendo seu uso recomendável.<sup>8</sup>

### III) OBJETIVOS

- Adquirir conhecimentos, na indústria química, sobre a produção de hipoclorito de sódio;
- No processo de fabricação, tomar conhecimento sobre os cuidados e meios necessários para um produto final de qualidade;
- Determinar o teor de hipoclorito de sódio e alcalinidade por meio de métodos volumétricos.

#### IV) PROCESSO DE FABRICAÇÃO

A seguir será feita uma descrição sobre o processo de fabricação do hipoclorito de sódio na empresa.

- a) No reator de grande capacidade, onde ocorre a reação, coloca-se primeiramente uma grande quantidade de água (Figura 4).



**Figura 4.** Foto dos reatores no interior da Fábrica.

- b) Após, é adicionada certa quantidade de soda cáustica diluída a 50 % (p/v), que já vem pronta do fornecedor.
- c) Como a reação é exotérmica, é necessária uma espera para que o trocador de calor exerça sua função de diminuir a temperatura da reação, sabido que não é aconselhável

passar de 40 °C dentro do reator. Essa troca de calor acontece dentro do próprio trocador de calor, no qual o hipo e a água que vem da torre de resfriamento passam em correntes inversas separados por placas de titânio (Figura 5).



**Figura 5.** Foto das torres de resfriamento no exterior da fábrica.

**d)** Logo após, é adicionado o cloro. O cloro vem em forma líquida dentro dos cilindros e é adicionado com muito cuidado à solução. Após sair do cilindro, espontaneamente ele se transforma em gás e é direcionado à parte mais próxima do fundo do reator, para que reaja com eficiência, evitando o mínimo de perdas (Figura 6).



**Figura 6.** Foto de um dos cilindros de cloro no interior da fábrica.

e) Novamente, é aguardado certo tempo necessário para o resfriamento da solução com apenas o motor de fluxo do trocador de calor funcionando.

f) O controle do produto formado é feito através das análises da alcalinidade da soda cáustica na solução e do grau de cloro ativo do produto final no laboratório da empresa (Figura 7).



**Figura 7.** Foto do laboratório de controle de qualidade.

**g)** Formado o produto final, o mesmo é enviado para um filtro de camadas de pano espessas para que se retire qualquer tipo de residualidade.

**h)** Após passar pelo filtro, é rapidamente enviado para as torres de armazenamento. (Figura 8).



**Figura 8.** Foto dos decantadores no interior da fábrica.

- i) O hipo é armazenado nessas torres para estoque.
- j) Da torre de estoque, o hipo está no ponto final e pronto para utilização (Figura 9).

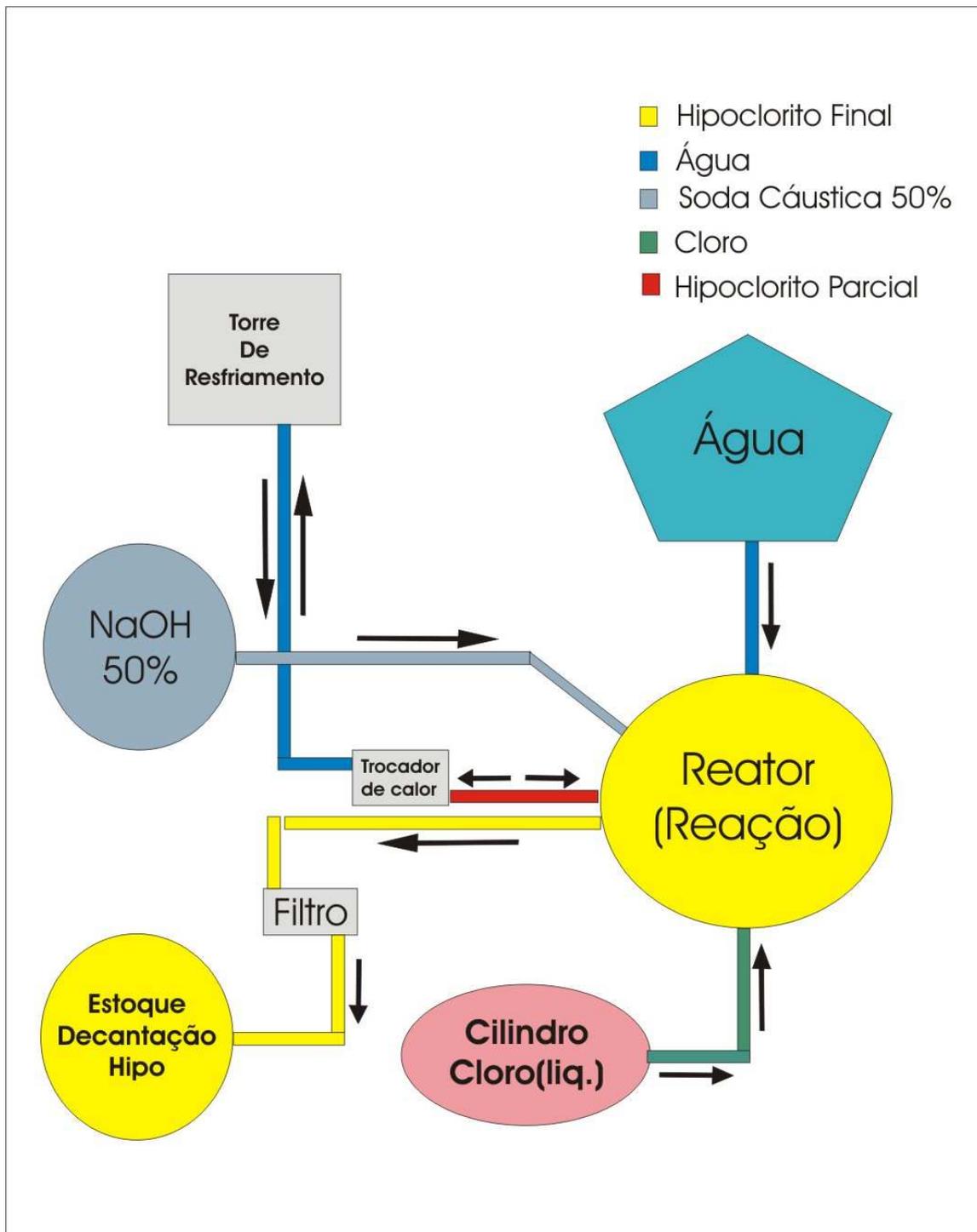


**Figura 9.** Foto do carregamento do hipoclorito de sódio no caminhão tanque no exterior da fábrica.

Um quesito importante, e que não pode ser esquecido, é a segurança e prevenção contra riscos de danos ao meio ambiente. No caso de vazamento do produto, as soluções devem ser mantidas fora dos esgotos e mananciais de água. Caso seja possível absorver o produto, esta absorção deve ser feita com substâncias inertes como areia e talco. Caso não seja possível, se devem realizar freqüentes aspersões de água, pois a própria instabilidade do produto frente aos compostos contidos no solo, o calor e luz solar assegurarão a decomposição quase completa dos resíduos. Os produtos de degradação são o cloro, clorato de sódio e oxigênio.

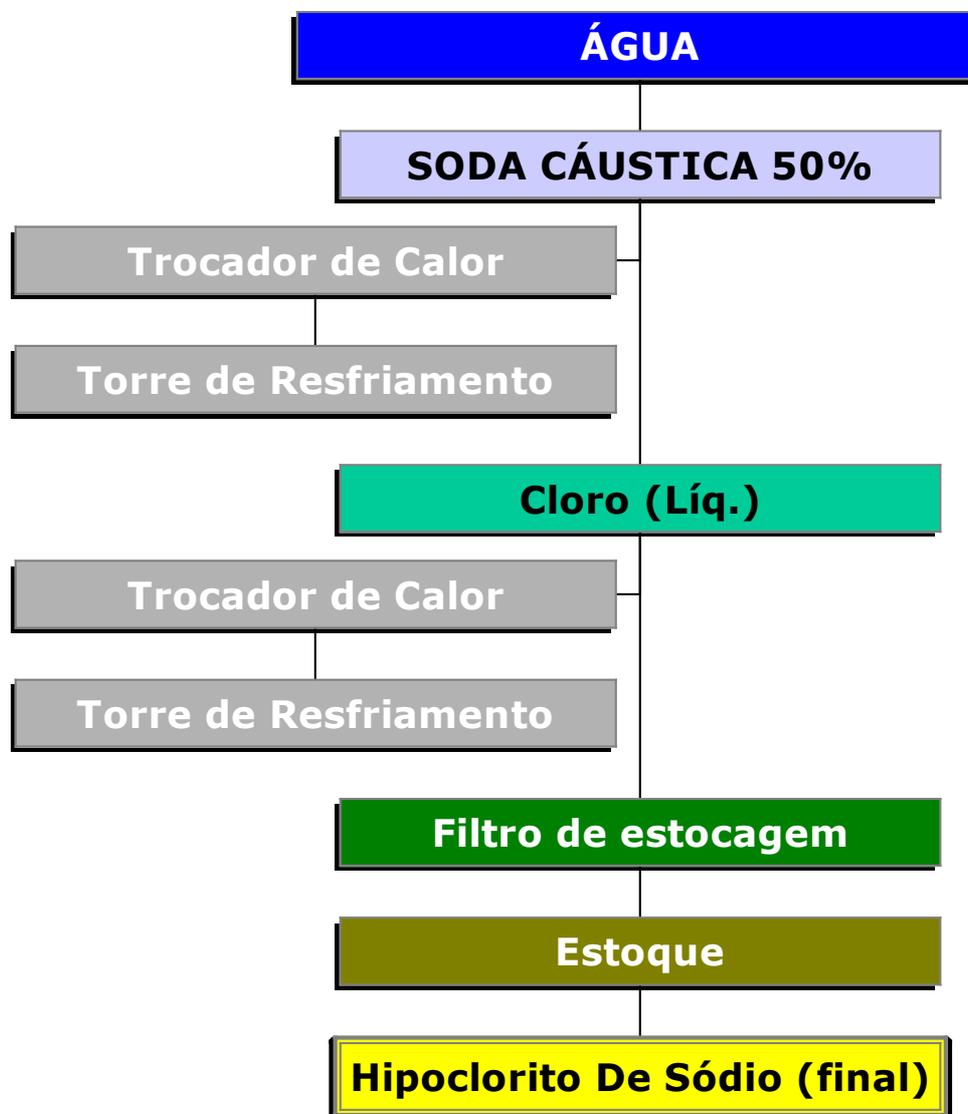
O  $\text{NaClO}$  pode ser reduzido com agentes redutores fracos como hipossulfito para peróxido de hidrogênio e depois encaminhado para aterros de resíduos sanitários ou esgotos sanitários com grande diluição em água. No entanto, o hipoclorito de sódio pode ser perigoso à vida aquática. Deve-se, sempre, seguir os regulamentos federais, estaduais e locais.<sup>5</sup>

Para detalhar melhor todas as etapas do processo, são apresentados nas figuras 10 e 11, respectivamente, uma ilustração e um organograma do processo de fabricação do hipoclorito de sódio.



**Figura 10.** Ilustração do processo de fabricação do hipoclorito de sódio.

## Organograma Fabricação Hipoclorito de Sódio



**Figura 11.** Organograma do processo de fabricação do hipoclorito de sódio.

## V) MATERIAIS E MÉTODOS

V.1) Os materiais e reagentes descritos abaixo foram utilizados durante o período de estágio na empresa.

### Materiais Utilizados

- Balão Volumétrico de 100 e 500mL
- Erlenmeyer de 250mL
- Bureta de 50mL
- Pipetas graduadas de 2, 10, 20mL
- Proveta de 50mL

### Reagentes utilizados

- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,0500 mol L<sup>-1</sup> padronizado
- Iodeto de Potássio (KI) sólido
- Ácido acético ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) 1:4 (v/v)
- Solução de amido
- Amostra de Hipoclorito de Sódio
- Peróxido de Hidrogênio ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) 3% (v/v)
- Indicador Fenolftaleína
- Ácido Clorídrico (HCl) 0,1 mol L<sup>-1</sup>

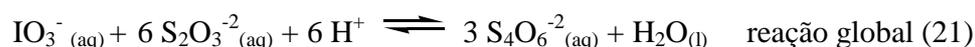
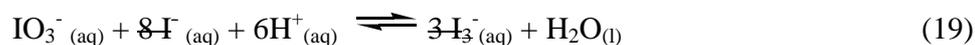
## V.2) Métodos de aplicação

### V.2.1) Preparação da solução de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ $0,05 \text{ mol L}^{-1}$

Dissolver 24.9 g de tiosulfato de sódio pentaidratado  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  e 0,2 g Carbonato de Sódio e um balão de volumétrico de 1000 mL, contendo 200 mL de água destilada. Agitar até completar dissolução de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  e completar o volume para 1000 mL. Guardar esta solução ao abrigo de luz e esperar estabilização da temperatura para padronização. A função do  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  é como estabilizante, tamponando a solução para evitar a precipitação de enxôfre. <sup>9</sup>

### V.2.2) Padronização da solução de Tiosulfato de Sódio $0,05 \text{ mol L}^{-1}$

Pesar analiticamente em três erlenmeyers de 250 mL, com precisão de 0,1 g de Iodato de Potássio ( $\text{KIO}_3$ ). Adicionar 50 mL de água destilada e agitar com barra magnética até completar dissolução. Na amostra a ser titulada adicionar 15 mL de  $\text{H}_2\text{SO}_4$   $2,0 \text{ mol L}^{-1}$  e titular imediatamente o iodo liberado, com a solução de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$   $0,05 \text{ mol L}^{-1}$  até coloração amarela e transparente. Neste ponto adicionar 2 mL de solução de Amido e titular até coloração incolor. <sup>9</sup>



### V.2.3) Preparação da solução de $\text{HCl}$ $0,1 \text{ mol L}^{-1}$

Considerar que Ácido Clorídrico Concentrado como  $12 \text{ mol L}^{-1}$ . Utilizando-se a fórmula  $N_1V_1 = N_2V_2$ , calcular o volume do ácido clorídrico  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ . Medir 8,3mL em proveta a transferir para um balão volumétrico de 1000mL. Acertar o volume com água destilada e agitar vigorosamente. Esperar estabilização da temperatura. <sup>9</sup>

#### V.2.4) Dosagem do Cloro Ativo

##### Objetivo

Avaliar o “poder de alvejamento” e o “poder bactericida” de uma solução de NaClO para fins industriais.

##### Procedimento Experimental

- 1- Pipeta-se 50mL da amostra que é transferida para um balão volumétrico de 500mL, em seguida diluída com água destilada, homogeneizada e completada até a marca.
- 2- Pipeta-se 10 mL da solução recém preparada, que é então transferida para um erlenmeyer de 250 mL, contendo 100 mL de solução de KI a 4% (m/v).
- 3- São acrescentados 20 mL de solução de ácido acético 1:4 e, através de uma bureta, adicionados  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$   $0,05 \text{ mol L}^{-1}$ , titulando-se até a cor amarelo clara.
- 4- Adiciona-se agora 5mL da solução de amido e prossegue-se com a titulação até que desapareça a cor azul intensa.
- 5- A percentagem de cloro ativo, na amostra, é calculada como segue: <sup>10</sup>

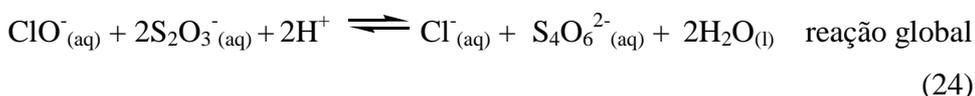
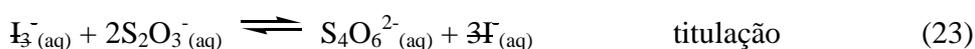
$\% \text{ cloro ativo} = (\text{mL } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ } 0,05 \text{ mol L}^{-1} \times 0,3546) \text{ gramas de Cl}_2 \text{ por } 100 \text{ mL de solução.}$

*Nota 1: Caso deseje expressar a concentração em massa, divida o valor encontrado acima pela densidade da solução original de hipoclorito (pode ser determinada através de um picnômetro).*

### V.2.5) Resultado e Discussão dos Dados do Cloro Ativo

A determinação do cloro baseia-se na dissociação iônica do íon hipoclorito ( $\text{ClO}^-$ ) em meio ácido formando cloro gasoso. O cloro livre formado na reação é determinado iodometricamente pela adição de iodeto de potássio (KI) e ácido acético.

O iodo liberado é titulado com uma solução de tiosulfato de sódio padronizado  $0,05 \text{ mol L}^{-1}$  segundo as seguintes semi-reações:



A empresa Multcloro Ltda tem como objetivo finalizar uma reação com aproximadamente 12 % de cloro ativo em solução. Esse é um valor estabelecido como padrão para a maioria das empresas fabricantes de hipoclorito de sódio. Isso porque abaixo desse valor se torna economicamente inviável, diminuindo seu poder oxidante e tornando a solução mais parecida com água sanitária. Na Tabela 4 abaixo, os valores apresentados são um pouco superior a 12 %, o que é proposital, devido à decomposição do hipo citado anteriormente (na seção II.2.5). Após a finalização da reação no reator o produto vai para a torre de estoque. Esse tempo em estoque é grande a probabilidade de uma possível decomposição do cloro na solução do hipoclorito de sódio, o que diminui diretamente o poder oxidante da solução. É aceitável até 13 % de cloro ativo em solução, mas não convém acima disso, pois além do produto encarecer muito, a produção seria dificultada pelo fato da solução ter uma concentração maior de soda cáustica e de cloro. Esse aumento que pode ocasionar um aquecimento excessivo no reator, que poderá ultrapassar a temperatura de  $40 \text{ }^\circ\text{C}$ , e formar Cloreto de Sódio ( $\text{NaCl}$ ) e Clorato de Sódio ( $\text{NaClO}_3$ ) ao invés do produto final desejado. Como agravante pode-se mencionar também que a empresa encontra-se em uma região que apresenta temperaturas relativamente altas,

principalmente no verão. Os reagentes utilizados entram no reator com uma temperatura já acima do ideal, o que pode prejudicar a fabricação do hipo.

**Tabela 4.** Resultados de cloro ativo nas amostras de NaClO

Amostras	1	2	3	4
VOLUME $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,05 mol L <sup>-1</sup>	34,5 mL	34,1 mL	34,6 mL	35,4 mL
% Cloro Ativo	12,2	12,1	12,3	12,6

*Nota 2: Essas análises são efetuadas em duplicata e feita uma média para cada amostra obtida de diferentes reatores.*

Os valores obtidos na Tabela 4 são referentes às amostras retiradas de dentro do reator no final de cada reação. Para essas amostras foi calculado o desvio padrão em porcentagem sabendo que é de importância que o valor de cloro ativo seja, no mínimo, de 12 % em solução.

Cálculo da Estimativa do Desvio-Padrão:

**A estimativa do desvio-padrão será calculado pela fórmula:**

$$s = \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{N-1}}$$

s = desvio-padrão;

$X_i$  = Valores experimentais das amostras;

$\bar{X}$  = valor médio das amostras;

N = nº de amostras

$$\bar{X} = 12,28\%$$

$$N = 4 \text{ amostras}$$

$$s = 0,2$$

$$\bar{X} = (12,3 \pm 0,2)\%$$

Esses resultados são para a empresa satisfatórios, visto que não é necessária uma precisão exata num determinado valor, mais sim que os valores de cloro ativo se encontrem na faixa de 12 a 13%.

### **V.2.6) Determinação da Alcalinidade Livre**

#### **Objetivo**

Determinar o teor de NaOH livre na solução de Hipoclorito de sódio.

#### **Procedimento Experimental**

- 1- Pipeta-se 2 mL da amostra original e transfere-se para um erlenmeyer de 250 mL, sendo depois adicionados 20 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> a 3%.
- 2- Após resfriar, adicionam-se duas gotas de fenolftaleína e titula-se com HCl 0,1 mol L<sup>-1</sup> até descoramento da solução. Anota-se o gasto de HCl.
- 3- A percentagem de NaOH no hipoclorito é calculada como segue:<sup>10</sup>

$$\% NaOH = \frac{(2 \times Vol. HCl 0,1 mol L^{-1}) \times 0,4}{2 \times Densidade da Amostra}$$

### **V.2.7) Resultado e Discussão dos Dados da Alcalinidade Livre**

“A concentração final da solução depende da concentração inicial do hidróxido de sódio” essa frase citada na seção (II.2.1) nos mostra a importância da soda cáustica na solução. No decorrer da reação dentro do reator, após todos os reagentes serem adicionados, existe um cuidado a ser tomado que é o controle da quantidade de NaOH presente na solução, neste caso, chamada de soda residual. Conforme a legislação da

A.A.B.N.T. é estabelecida uma alcalinidade livre máxima de 1,5 % na solução. Esse controle é feito através de uma análise de alcalinidade durante a reação mediante titulação com ácido clorídrico padrão. Esse resíduo indica e garante o excesso de NaOH em solução para que não haja saturação da solução. Na Tabela 5, pelos volumes de HCl obtidos nas amostras e aplicando na fórmula da porcentagem de NaOH, obtêm-se os valores considerados aceitáveis, que estão dentro do padrão da empresa e obedecem a legislação, de no máximo 1,5 %. Como na seção IV. 2.5, esses resultados são de amostras de produtos finais de diferentes reatores.

**Tabela 5.** Resultado de alcalinidade nas amostras do NaClO

<b>Amostras</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>
<b>Volume HCl 0,05 mol.L<sup>-1</sup></b>	3,8 mL	3,5 mL	4,0 mL	4,1 mL
<b>% NaOH</b>	1,3	1,2	1,3	1,4

*Notas – 1) A densidade da amostra é tabelada (NaClO: 1,20 kg L<sup>-1</sup>)*

*2) A.A.B.N.T. estabelece o máximo de alcalinidade livre, em termos de NaOH, em 1,5 %.*

*3) Essas análises são efetuadas em duplicata e feita uma média para cada amostra.*

## VI) CONCLUSÃO

É importante salientar que o Hipoclorito de Sódio é um composto muito instável e, apesar de ter uma grande utilidade para os seres humanos, é imprescindível o cuidado que se deve tomar no manuseio do mesmo. Foi tratado nesse trabalho um contexto sobre a sua história, como também suas principais características físicas e químicas.

No mesmo também foram descritas as etapas, cada qual com sua importância e modo de industrialização. Nas análises químicas, tanto na de cloro ativo como na de alcalinidade, foi comprovado que o hipo final está dentro dos padrões de qualidade da empresa.

## VII) BIBLIOGRAFIA

- 1- ABICLOR - Associação Brasileira da Indústria de Álcalis e Cloros Derivados. **Manual do Cloro**, ed. 1993, Rio de Janeiro.
- 2- Peixoto, Eduardo Motta Alves Peixoto. **Cloro**. Química Nova na Escola, Revista 17, maio de 2003.
- 3- Shreve, Randolph Norris. **Indústrias de Processos Químicos**, vol. 1, 4.ed.; Trad. De Horácio Macedo. Inst. Química – Universidade Federal do Rio de Janeiro, 1980.
- 4- Mainier, Fernando B. **Água sanitária: um experimento relacionando o cotidiano ao ensino de química.**; Universidade Federal de Minas Gerais, 2001.
- 5- ABICLOR - Associação Brasileira da Indústria de Álcalis e Cloros Derivados. **Manual do Hipoclorito de Sódio**, ed. 1993, Rio de Janeiro.
- 6- Carbocloro. **Hipoclorito de Sódio**. Disponível em:  
<http://www.carbochloro.com.br/produtos/tabela.asp?Cod=21&CodPro=3> acesso em 04/11/2006.
- 7- Macedo, Jorge Antonio B. **A contaminação bacteriana VERSUS água potável VERSUS portaria 14609/200 e 518/2004**. Universidade Federal de Juiz de Fora.
- 8- BACCAN, N., et. Al. **Química Analítica Quantitativa Elementar** 3. ed., São Paulo: Edgard Blücher, 2001.
- 9- Morita, Tóquio e Rosely Assumpção. **Manual de Soluções, Reagentes e Solventes**. 2ª Edição, Editora Edgard Blucher, 1981.

10- ADAD, Jens Miguel Tajra. **Controle Químico de Qualidade**, Ed. Guanabara. Universidade Federal de Minas Gerais. Rio de Janeiro, 1982.