

Purificação e caracterização de NaCl de grau reagente a partir da água do mar de Crucita

Purificación y caracterización de NaCl grado reactivo obtenido del agua de mar de Crucita

Antonella Ferrin ¹ * ; Thalía Caicedo ² ; Segundo García ³ ; Ramón Cevallos ⁴ & Ariana García ⁵

Received: 05/07/2024 – Aceite: 12/10/2024 – Published: 01/01/2025

Artigos de
investigação

Artigos
de revisão

Artigos
de Ensaios

* Autor para correspondência.



Resumo

O principal objetivo deste trabalho é analisar e aplicar os processos de obtenção de cloreto de sódio (NaCl) de grau reagente em amostras de água do mar de Crucita-Manabí e levá-lo a uma pureza superior de acordo com as normas da Farmacopeia dos Estados Unidos (USP). A USP estabelece padrões de qualidade e especificações para uma ampla gama de produtos farmacêuticos, químicos e de saúde. Assim, a investigação foi desenvolvida em três etapas: a primeira correspondeu à purificação do NaCl através da compilação de informação de fontes bibliográficas que permitiram analisar os diferentes processos industriais artesanais para a purificação do NaCl, através desta investigação determinou-se que para realizar este processo foram aplicadas técnicas de separação, cristalização, destilação e filtração que permitem a eliminação das impurezas presentes na amostra. A segunda etapa correspondeu à análise estabelecida com base nos resultados obtidos no processo de purificação; portanto, foi essencial avaliar as condições que permitiram a eliminação das impurezas presentes, e foi necessário realizar testes físicos e químicos para determinar a percentagem de pureza do produto final. Finalmente, a terceira fase consistiu em analisar o produto final para determinar se este cumpria o objetivo proposto com base nos regulamentos da USP relativos ao NaCl.

Palavras-chave:

Cloreto de Sódio, Purificação, Cristalização, Destilação, Filtração, Cloreto de sódio.

Resumen

El presente trabajo, tiene como objetivo principal analizar y aplicar los procesos para la obtención del cloruro de sodio (NaCl) grado reactivo en muestra de agua de mar de Crucita-Manabí y llevárselo a una pureza más elevada acorde a los estándares de Farmacopea de los Estados Unidos (USP, por sus siglas en inglés). La USP establece estándares y especificaciones de calidad para una amplia gama de productos farmacéuticos, químicos y de salud. Por tanto, la investigación se desarrolló en tres etapas: la primera correspondió a la purificación del NaCl a través de la recopilación de información de fuentes bibliográficas que permitieron poder analizar los diferentes procesos industriales y artesanales para la purificación del NaCl, mediante esta investigación se pudo determinar que para llevar a cabo este proceso se aplicaron técnicas de separación, cristalización, destilación y filtración que permiten la eliminación de impurezas presentes en la muestra. La segunda etapa, correspondió al análisis establecido en base a los resultados obtenidos en el proceso de purificación; por tanto, fue fundamental evaluar las condiciones que permitieron eliminar las impurezas presentes, siendo necesario realizar pruebas físicas y químicas para determinar el porcentaje de pureza del producto final. Finalmente, la tercera etapa consistió en analizar el producto final para establecer si este cumplía con el objetivo propuesto basado en las normativas USP sobre el NaCl.

Palabras clave

Cloruro de Sodio, Purificación, Cristalización, Destilación, Filtración.

1. Introdução

O NaCl é um composto químico simples, composto por um íon de sódio (Na⁺) e um íon de cloro (Cl⁻), conhecido como sal comum ou de mesa; é um sólido cristalino e solúvel em água [1].

O cloreto de sódio reativo é uma variante purificada e de qualidade superior ao NaCl de uso convencional. Este NaCl é utilizado em laboratórios e indústrias que exigem um nível de pureza mais elevado do que o oferecido pelo sal comum. Devido ao seu uso, o NaCl reativo deve atender a requisitos específicos de pureza (99% - 100,5%) de acordo com as normas da USP e estar livre de impurezas que possam afetar

os processos químicos ou biológicos nos quais será aplicado.

Este composto tem uma ampla aplicação em setores como a indústria química e farmacêutica, onde é utilizado como reagente, agente tampão e na fabricação de diversos produtos químicos. Além disso, é empregado em pesquisas científicas e na produção de alimentos, medicamentos e cosméticos.

A presente pesquisa se concentrou na obtenção do NaCl grau reativo no Equador, com o objetivo de obter este produto e levá-lo à pureza mais alta possível, pois o processo de purificação desse composto ainda não foi

¹ Universidad Técnica De Manabí. <https://orcid.org/0009-0007-5012-0632> , mferrin4180@utm.edu.ec ; Portoviejo; Ecuador.

² Universidad Técnica De Manabí. <https://orcid.org/0009-0001-7103-9434> , taicedo6535@utm.edu.ec ; Portoviejo; Ecuador.

³ Universidad Técnica De Manabí. <https://orcid.org/0000-0002-8152-3406> , segundo.garcia@utm.edu.ec ; Portoviejo; Ecuador.

⁴ Universidad Técnica De Manabí. <https://orcid.org/0000-0002-8583-4674> , ramon.cevallos@utm.edu.ec ; Portoviejo; Ecuador.

⁵ Universidad Técnica De Manabí. <https://orcid.org/0000-0001-6893-0843> , agarcia4908@utm.edu.ec ; Portoviejo; Ecuador.

realizado anteriormente no país, apesar de haver matéria-prima suficiente disponível. Além disso, foi realizado o estudo e análise dos princípios teóricos por trás do processo de purificação do NaCl. NaCl, incluindo análises físicas e as reações químicas envolvidas.

Manabí é uma província com recursos salinos que são aproveitados para a produção de sal; no entanto, atualmente a indústria nacional não produz NaCl para uso reativo, e a prova disso é que as universidades do país se veem na necessidade de adquirir NaCl em seu grau reativo de empresas químicas que importam o mesmo para utilizá-lo em diversos análises ou estudos realizados em laboratórios universitários. Nesse sentido, é necessário realizar uma pesquisa sobre o processo de purificação do NaCl e analisá-lo em amostras de água do mar de Crucita-Manabí para determinar seu grau de pureza e levá-lo a uma pureza mais alta conforme os padrões mencionados.

Para isso, foi realizada uma coleta pontual de água, das quais foram obtidas amostras representativas e realizados análises físico-químicas para determinar a concentração de NaCl antes e depois do processo de purificação, e, em seguida, analisar a pureza do NaCl obtido pelo método de evaporação simples, avaliando a eficácia do processo e comparando os resultados obtidos com os padrões da USP. Foram avaliadas as condições para eliminar as impurezas presentes no NaCl obtido [1].

2. Materiais e métodos.

Antes de se descobrir a composição da matéria, a palavra "sal" se referia a qualquer sólido solúvel e não inflamável, especialmente quando se referia ao que se formava como resultado da evaporação da água do mar. Apesar de sua antiga etimologia, a palavra "sal" ainda é usada atualmente com dois significados distintos. Um é o nome específico do composto químico cloreto de sódio, enquanto o outro é o nome genérico do grupo de substâncias químicas formadas a partir de ácidos nos quais os metais substituíram parcial ou completamente os átomos de hidrogênio [2]. O processo de purificação do sal começa com a desionização da salmoura ou a evaporação, onde os íons são tratados para eliminar impurezas e, por vezes, são purificados antes da cristalização. Esse processo ocorre em salinas ao ar livre, que favorecem a cristalização do cloreto de sódio quando a evaporação começa [1].

Uma nova técnica para purificar o cloreto de sódio é por meio de eletroforese em gel bidimensional. A técnica permite a obtenção de nanopartículas de NaCl uniformes em tamanho e de alta pureza, que poderiam ser utilizadas em várias áreas, como medicina e catálise [3]. No presente estudo, foi realizada uma análise de como os parâmetros operacionais afetam a purificação do NaCl por cristalização assistida por ultrassom. Os resultados mostraram que essa técnica pode produzir cristais de NaCl de alta pureza com menor consumo de energia do que as técnicas

convencionais [4]. Foi encontrado uma técnica muito inovadora que explica o uso de zeólitas modificadas como adsorventes para purificar o NaCl de águas residuais. A técnica permitiu a recuperação de NaCl de alta pureza.

enquanto reduziu o impacto do efeito das águas residuais no meio ambiente [5]. Da mesma forma, foi realizada a purificação do NaCl reativo por evaporação, destilação simples e troca iônica.

A seguir, descreve-se o processo detalhado para a obtenção do NaCl grau reativo a partir da água do mar. O método empregado envolve uma série de etapas sucessivas, incluindo análises físico-químicas iniciais, evaporação, recristalização, dissolução, filtração, destilação, troca iônica, lavagem de cristais e, por fim, secagem. O NaCl obtido foi caracterizado por meio de análises físico-químicas para determinar a pureza, atingindo uma classificação que o considera como reativo.

Iniciou-se com a coleta e análise inicial, que consistia na coleta de 20 litros de água do mar, aos quais foram realizados análises físico-químicas iniciais para determinar as características da água do mar. Em seguida, foi realizada a precipitação e cristalização primária, que consistiu em evaporar 12 litros de água do mar a 100°C durante 8 horas. A evaporação provocou a precipitação de compostos químicos dissolvidos, dando origem a uma cristalização primária. Foram adicionados 500 ml de água destilada para diluir a amostra, e depois foi realizada uma filtração a vácuo para eliminar os sólidos não solúveis que se precipitaram à medida que a temperatura aumentava.

A seguir, foi realizada a destilação e amolecimento, no qual foi implementada uma destilação simples para obter uma salmoura concentrada, e foi realizado um análise, detectando uma dureza elevada, aplicando-se troca iônica utilizando uma resina catiônica para eliminar os íons de cálcio e magnésio. Após isso, foi aplicada recristalização fracionada e lavagem, onde a salmoura foi diluída novamente com 500 ml de água destilada, evaporada a 100°C durante 10 minutos com agitação constante. A solução foi passada por colunas de resina catiônica regenerada para eliminar os íons de cálcio e magnésio (repetido 3 vezes), seguida de uma evaporação para obter uma recristalização fracionada. Os cristais foram lavados com 500 ml de água destilada adicional, aplicando-se mais uma vez uma nova destilação a vácuo, e a etapa de evaporação e recristalização foi repetida.

Por fim, foi realizado o secagem e análise final, que consistiu em levar a amostra obtida à estufa a 105°C por 5 horas. Após a amostra secar, ela foi pesada, obtendo-se 562,45g de NaCl, e para finalizar e determinar o seu percentual de pureza, foram realizados os análises físico-químicas, obtendo-se 97,23% de NaCl GR.

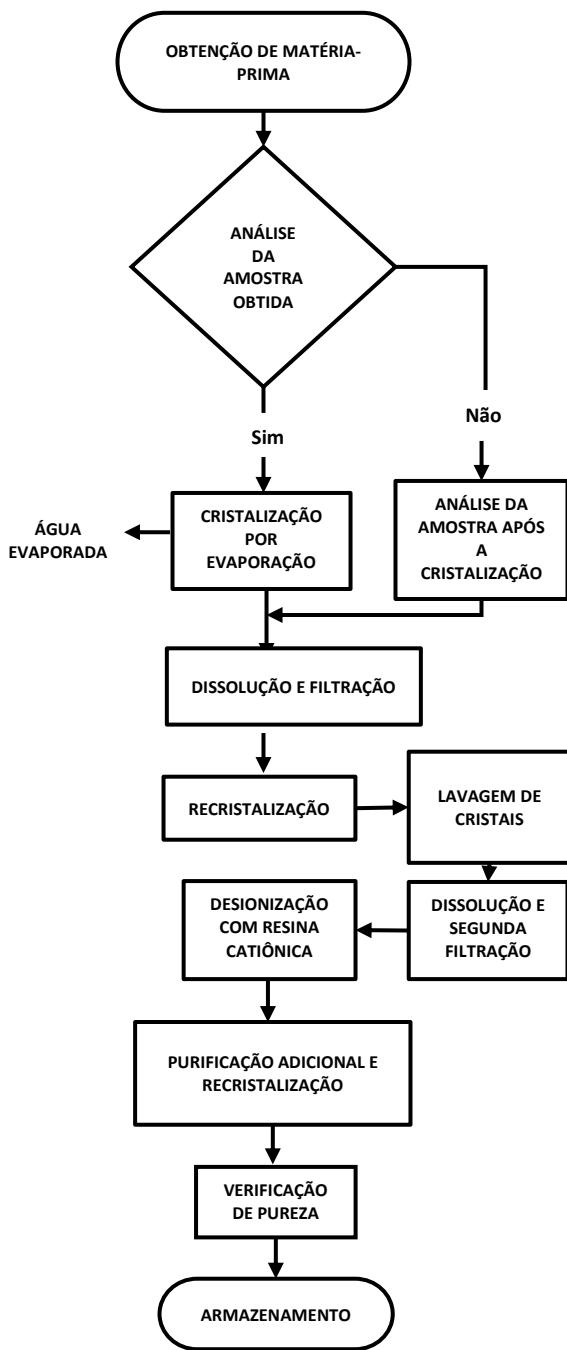


Fig. 1. Diagrama de fluxo do processo de purificação do NaCl grau reativo

2.1. Composição da água do mar

A água do mar é uma dissolução em água (H_2O) de diversas substâncias. Até 2/3 dos elementos químicos naturais estão presentes na água do mar, embora a maioria apenas em

vestígios. Seis componentes, todos eles íons, representam mais de 99% da composição dos solutos [6].

Tabela 1. Composição percentual dos solutos sólidos da água do mar.

Ânions	%	Cátions	%
Cloreto (Cl^-)	55,07	Sódio (Na^+)	30,62
Sulfatos (SO_4^{2-})	7,72	Magnésio (Mg^{++})	3,68
Bicarbonatos (HCO_3^-)	0,41	Cálcio (Ca^{++})	1,18
Brometo (Br^-)	0,19	Potássio (K^+)	1,14
Flúor (F^-)	0,01	Estrôncio (Sr^{++})	0,02

Fuente: Osorio Arias & Álvarez Silva, 2006.

Foi coletada informação que nos permitiu ampliar nosso conhecimento sobre os diferentes métodos e técnicas que podem ser aplicados no processo de obtenção do NaCl Grau Reativo.

2.2. Seleção da matéria-prima

A água do mar selecionada para a extração do NaCl G.R. foi coletada no mar de Crucita, no cantão de Portoviejo, província de Manabí, Equador (fig. 1). Essas amostras foram transportadas para o laboratório de química da Faculdade de Engenharia e Ciências Aplicadas.



Fig. 2. Vista panorâmica da localidade do mar de Crucita.

2.3. Experimentação

O trabalho experimental começou com a coleta de amostras de água do mar da paróquia de Crucita para sua respectiva caracterização físico-química no laboratório mencionado.

Análises físico-químicas: Alcalinidade, cloreto, condutividade, dureza, salinidade, sólidos totais, pH e temperatura.

Tabela 2. Análises físico-químicas realizadas na amostra de água do mar.

Componentes	Resultados	Unidades
Alcalinidade	96	mg/L
Cloreto	20020	mg/L
Condutividade	64000	us/cm
Dureza	4764	mg/L
Salinidade	0,14	%
Sólidos Totais	1380	mg/L
pH	6,27	
Temperatura	27,5	°C

Os principais métodos aplicados durante a experimentação foram gravimétricos e volumétricos: no método volumétrico, determinou-se quantitativamente o íon contido em um determinado produto, por meio da medição do volume de uma solução de concentração conhecida ou solução padrão que reage com uma quantidade conhecida de solução que contém o elemento em estudo. Já o método gravimétrico é baseado na medição precisa e exata da massa que é determinada, a qual foi separada dos demais componentes da amostra, sendo o NaCl. Embora a maioria das substâncias tenha sido encontrada em concentrações muito baixas, houve duas substâncias importantes que são extraídas comercialmente da água do mar: o cloreto de sódio (sal de mesa) e o magnésio [7].

Os diferentes análises físico-químicas realizadas na amostra de água foram obtidos por meio do equipamento multiparamétrico (BLE-9909).

Alcalinidade: A alcalinidade da água do mar desempenha um papel crucial no tamponamento do pH do oceano frente à acidificação causada pelo CO₂. A alcalinidade da água do mar é determinada principalmente por dois componentes: íons carbonato e íons borato. Esses íons neutralizam os íons de hidrogênio produzidos pela dissolução do CO₂, o que limita a diminuição do pH [8].

A alcalinidade consiste na capacidade de neutralizar ácidos e é a soma de todas as bases tituláveis. Ela evita que os níveis de pH da água se tornem excessivamente ácidos ou básicos, originando os carbonatos e bicarbonatos na água do mar [9].

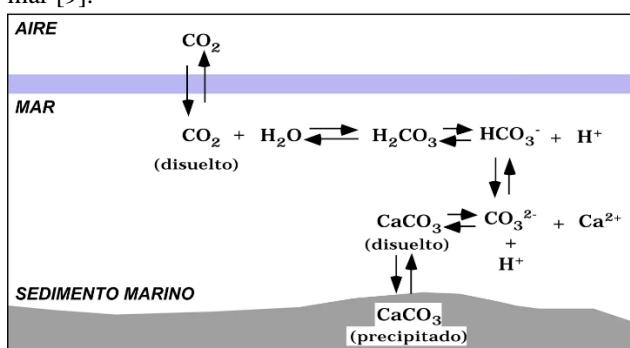


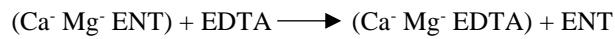
Fig. 3. Origem do bicarbonato e carbonato no ambiente marinho

Dureza: Embora a água do mar seja um recurso essencial para a vida na Terra, sua alta salinidade e dureza impedem seu consumo humano ou uso para irrigação agrícola. A remoção do sal da água do mar, ou processo de dessalinização, tornou-se uma tecnologia cada vez mais importante. A capacidade da água do mar de dissolver um sabão é medida pela sua dureza. A presença de íons de magnésio e cálcio é a principal causa. A dureza da água do mar no Oceano Pacífico varia entre 200 e 400 mg/L de CaCO₃, com valores mais altos nas áreas costeiras e mais baixos no mar aberto [10]. A dureza pode ser temporária ou permanente; a água pode conter bicarbonato de cálcio e magnésio, ferro ou magnésio. Caracteriza-se porque seu amolecimento pode ser obtido por fervura, processo no qual o bicarbonato se precipita, liberando dióxido de carbono e diminuindo o valor do pH devido à formação de ácido carbônico [11].

A análise da dureza total por titulação com EDTA (ácido etilenodiaminotetraacético), permitindo quantificar os íons de Ca e Mg e sua posterior conversão para dureza total expressa como CaCO₃, foi realizada da seguinte maneira:

Foram retirados 10 ml da amostra de água para um balão, adicionados 1 ml de solução tampão pH 10 e, como indicador, uma pitada de negro de eriocromo T (ENT), cuja finalidade é formar uma mistura de cor púrpura. Em seguida, a titulação foi realizada com EDTA até a mudança de cor para azul.

Reações:



Durante a titulação, foram consumidos 56,2 ml de EDTA 0,01M, dos quais 53,5 ml corresponderam ao $MgCO_3$ e 2,7 ml ao $CaCO_3$.

Dureza cárlica: Com o Buffer pH 10, foi determinada a concentração total da dureza da amostra, que inclui Ca e Mg. Para determinar a concentração de cálcio presente na amostra, foi adicionado 1 ml de Buffer pH 10 à amostra e, em seguida, 20 gotas de KOH, para ajustar o pH de 10 para 12. O objetivo foi precipitar o Mg e poder determinar a quantidade de Ca presente na amostra diluída. A esse resultado, foi subtraído o valor total da dureza, obtendo-se assim o valor da concentração de Mg.

$$\text{Consumo} = 2,7 \text{ ml de EDTA 0,01M en CaCO}_3.$$

$$\text{Consumo} = 53,5 \text{ ml de EDTA 0,01M en MgCO}_3.$$

$$CaCO_3 = \frac{C * M * pM * 1000}{V_m} \quad (1)$$

$$Ca = \frac{2,7 * 0,01M * 100 * 1000}{10} = 270 \frac{mg}{L}$$

$$MgCO_3 = \frac{53,5 * 0,01M * 84 * 1000}{10} = 4494 \frac{mg}{L}$$

$$(270 + 4494) \frac{mg}{L} = 4764 \frac{mg}{L} \text{ Dureza total}$$

$$Ca = \frac{2,7 * 0,01M * 20 * 1000}{10} = 54 \frac{mg}{L}$$

Dureza total: 4764 mg/L – Dureza cálcica: 270 mg/L = 4494 mg/L de Mg
MgCO₃ = 4494 mg/L

Foi determinado que a dureza presente na amostra estava em maior porcentagem no Mg.

Sulfatos (SO₄²⁻): Com uma concentração média de cerca de 2,7 g/L, o sulfato é um dos ânions inorgânicos mais presentes na água do mar. Desempenha um papel importante na química da água do mar e tem grande impacto na vida marinha. O processo complexo do ciclo do sulfato no Oceano Pacífico envolve uma variedade de interações físicas, químicas e biológicas [12]. Os sulfatos são minerais cuja unidade estrutural são os grupos (SO₄²⁻), e cátions de Al, Na, Ca, K, Mg, Fe, entre outros, podem se ligar aos sulfatos. Entre eles estão a anidrita e o gesso, que são bastante comuns na crosta terrestre [13].

Tabela 3. Dados de absorbância e concentração para sulfato

Absorbância	Concentração
280,904	0,481
281,455	0,486
284,789	0,487

Sulfatos

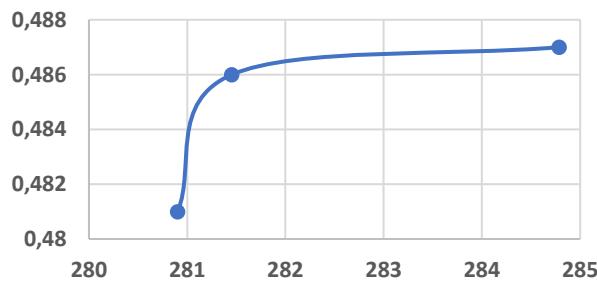


Fig. 4. Curva de calibração do íon sulfato.

A linearidade obtida experimentalmente na curva de calibração para o íon sulfato apresenta um coeficiente de correlação $r^2 = 0,991$ (fig. 3). A curva foi preparada com

cinco níveis de concentração e um branco no intervalo de concentração de 48.000-312.000 ppm.

Cloreto: Com uma concentração média de cerca de 19,4 g/L, o cloro é o ânion inorgânico mais presente na água do mar. Desempenha um papel fundamental na química da água do mar e tem grande impacto na vida marinha. O ciclo dos cloretos no Oceano Pacífico é um processo complexo que envolve uma série de interações [14]. Sua análise e determinação de concentração podem ser realizadas por diversos métodos; neste trabalho, utilizou-se o método de Mohr, que envolve a determinação quantitativa dos íons cloreto, brometo ou cianeto por meio de titulação com uma solução padrão de nitrato de prata, utilizando Na₂CrO₄ ou K como indicador de ponto final [15].

Foram tomados 5 ml e diluídos em 95 ml de água destilada; dessa diluição, foram utilizados 10 ml, aos quais foram adicionadas 3 gotas de K₂CrO₄ como indicador de ponto final, pois o AgCl é menos solúvel que o Ag₂CrO₄, e este último não pode se formar até que o Cl reaja totalmente. Existem três maneiras de determinar o ponto final da reação: quando ocorre um precipitado, mudança de coloração e desaparecimento de turbidez.

Quando houve a mudança de cor, o titulante AgNO₃ consumiu 20 ml, e então foi realizado o cálculo do cloreto:

$$Cl^{-1} = \frac{C * N * mEq * 100}{Vm} \quad (2)$$

$$Cl^{-1} = \frac{20 * 0,0141 * 0,0355 * 100}{0,05} = 20,02 g Cl^{-1}$$

100 ml M ----- 2,002 g Cl⁻¹

1000 ml M ----- x = 20,02 g Cl⁻¹

Interpretação:

Para cada 100 ml de amostra, houve 2,002 g de Cl⁻.

Extração do cloreto de sódio (NaCl): A água é um líquido inodoro, incolor e insípido; possui um tom azulado e só pode ser detectada em camadas muito profundas. A pressão atmosférica, o ponto de congelamento da água é 0°C e o ponto de ebulição é 100°C. A água atinge sua máxima densidade a 4°C e se expande quando congela, reduzindo assim sua densidade. O mesmo ocorre quando a temperatura aumenta a partir de 4°C [16].

A evaporação da água aplicada no processo de extração de NaCl ocorreu no ponto de ebulição, onde foram evaporados 12 L de água do mar (fig.4), durante 8 horas, formando uma primeira cristalização.



Fig. 5. Processo de evaporação.

Posteriormente, foi realizada a dissolução do NaCl em água destilada para separar os sólidos insolúveis que se precipitaram durante o processo de evaporação; essa solução foi submetida ao processo de filtração a vácuo.

Filtração a vácuo: é uma técnica instrumental utilizada em laboratórios para separar sólidos de líquidos ou soluções. Esse tipo de filtração é utilizado quando os sólidos são de interesse ou quando a filtração por gravidade é muito lenta; além disso, é uma técnica essencial nos processos de recristalização [17].

Recristalização: é uma técnica comum de purificação do NaCl, onde se dissolve uma solução impura de NaCl em um solvente adequado, deixando-se evaporar lentamente para aumentar a concentração de NaCl e, em seguida, induz-se a precipitação de cristais puros. O estudo de Li et al. (2023) propõe um novo processo de recristalização do NaCl por meio de evaporação controlada, que consiste em um sistema de controle otimizado e um design de recipiente otimizado [18]. Foi realizada por meio de uma destilação simples (fig. 5); este é o procedimento mais utilizado para separação e purificação de líquidos, sendo o método usualmente empregado para separar um líquido de suas impurezas [19].



Fig. 6. Processo de destilação simples.

Quando foi obtida a primeira recristalização, procederam-se aos análises de cloretos para determinar o percentual de pureza da amostra obtida; para isso, dissolveu-se 0,5g de amostra com umidade em 95 ml de água destilada, obtendo-se o seguinte cálculo:

$$\% \text{NaCl} = (V * N * \text{mEq} * 100) / Pm \quad (3)$$

$$\% \text{NaCl} = (51 * 0,0142 * 0,0585 * 1000) / 0,5 = 8,4734$$

$$100 \text{ ml} \cdots \cdots \cdots 8,413 \text{ g NaCl}$$

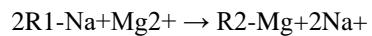
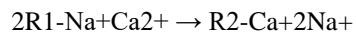
$$1000 \text{ ml} \cdots \cdots \cdots x = 84,13 \text{ g NaCl}$$

Obtendo uma pureza de 84,13% de NaCl.

Troca iônica: Segundo Degremont (1979), a troca iônica é uma reação química reversível que ocorre quando um íon de uma solução é trocado por outro íon de mesmo sinal que se encontra unido a uma partícula sólida imóvel. Os trocadores iônicos são um processo que consiste em aproveitar a capacidade das resinas de trocar íons entre uma fase sólida e uma fase líquida de forma reversível, ou seja, retornando ao seu estado original e sem alteração permanente na estrutura do sólido. Geralmente, a grande utilidade da troca iônica repousa no fato de poder-se usar repetidamente os materiais de troca iônica, pois o material trocador pode ser regenerado, já que a mudança que ocorre na "fase da operação" não é permanente.

Resina catiônica de ácido forte: Embora seja abundante, a água do mar não é adequada para o consumo humano nem para vários usos industriais devido à sua alta concentração de sais dissolvidos, incluindo os íons de Ca e Mg, que causam dureza na água. A troca iônica com resinas catiônicas se tornou um método eficaz para eliminar esses íons, amolecendo a água do mar e tornando-a útil para uma variedade de aplicações [20]. A água do mar contém íons de Ca e Mg que formam sais e aumentam a dureza da água; para isso, utilizou-se a resina catiônica de ácido forte, abreviada como SAC, que é usada na forma de sódio (Na⁺). Ela realiza uma troca iônica, permitindo eliminar a dureza da água causada pelos íons de Ca e Mg e, quando saturada com dureza, permite sua regeneração com NaCl.

A reação que ocorre é a seguinte:



Produzindo um equilíbrio.



A dureza da água diminuiu de 39,6 ml de consumo de EDTA, o que indicava uma dureza muito elevada; posteriormente, após a ação com a resina, o consumo foi de 2,1 ml de EDTA, apresentando bons resultados na eliminação da dureza da nossa amostra:

Dureza sem resina:

$$\text{Dureza} = (C * M * pM * 1000) / Vm \quad (4)$$

$$\text{Dureza CaCO}_3 = (1,9 * 0,01M * 100 * 1000) / 10 = 190 \text{ mg/L}$$

$$\text{Dureza MgCO}_3 = (37,7 * 0,01M * 84 * 1000) / 10 = 3166,8 \text{ mg/L}$$

Com 2,1 ml de consumo de EDTA 0,01 M, onde se pode observar a diminuição da dureza da água da amostra.

Dureza com resina:

$$\text{Dureza CaCO}_3 = (0,10 * 0,01M * 100 * 1000) / 10 = 10 \text{ mg/L} \quad (5)$$

$$\text{Dureza MgCO}_3 = (2 * 0,01M * 84 * 1000) / 10 = 168 \text{ mg/L}$$

Dureza total: 178 mg/L – Dureza cállica: 10 mg/L = 168 mg/L de Mg.

$$\text{MgCO}_3 = 168 \text{ mg/L}$$

A dureza presente na amostra é quase nula.

Para a análise de cloreto na amostra obtida, realiza-se o seguinte cálculo:

$$\text{Cl}^- = (C * N * \text{mEq} * 100) / Vm \quad (6)$$

$$\text{Cl}^- = (24,3 * 0,0141 * 0,0355 * 100) / 0,5 = 2,432673 \text{ g Cl}^-$$

$$100 \text{ ml M} \quad 2,432673 \text{ g Cl}^-$$

$$1000 \text{ ml M} \quad x = 24,32673 \text{ g Cl}^-$$

A Lei de Avogadro estabelece que "volumes iguais reagem da mesma maneira, desde que sua concentração seja igual".

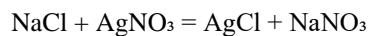
Cálculo para o cloreto de sódio (NaCl):

$$V * N * \text{mEq} = g \quad (7)$$

$$100 * 0,0142 * 0,0585 = 0,0830$$

$$25 * 0,0142 * 0,0585 = 0,02076$$

Reações com nitrato de prata para a determinação da pureza do NaCl mediante a titulação da amostra obtida.



$$\% \text{NaCl} = (V * N * \text{mEq} * 100) / Pm \quad (8)$$

Consumo: 24,3 ml de AgNO₃

$$\% \text{Pureza NaCl} = (24,3 * 0,0142 * 0,0585 * 100) / 0,02076 = 97,23\% \text{ de pureza de NaCl}$$

3. Resultados.

Tabela 4. Análises físico-químicas finais realizadas no NaCl obtido da amostra de água do mar.

Componentes	Resultados	Unidades
Alcalinidad	60	mg/L
Cloruros	24326,73	mg/L
Conductividad	1558	us/cm
Dureza	50	mg/L
Salinidad	0,14	%
Solidos Totales	779	ppm
pH	6,22	
Temperatura	27,5	°C

A presença de CaCO₃, CaSO₄, NaCl, MgSO₄, KCl, MgCl₂ e MgBr₂ indica que a amostra de água é mineralizada, ou seja, contém uma quantidade significativa de sais dissolvidos. A pureza inicial do NaCl na amostra foi de 84,7314%, o que significa que havia uma quantidade considerável de impurezas presentes. Observou-se que a amostra apresentava uma dureza elevada, possivelmente devido à presença de íons de cálcio e magnésio. Esses íons podem ter efeitos negativos em diversos processos industriais e domésticos. A troca iônica com resina catiônica forte foi eficaz para eliminar os íons de cálcio e magnésio, o que permitiu aumentar a pureza do NaCl. Foi realizada uma filtração a vácuo e uma recristalização para obter cristais mais puros.

Dissolveu-se 0,0824 g dos cristais de NaCl em 100 ml de água destilada e calculou-se a concentração de NaCl, obtendo-se um valor de 97,23%. A pureza final do NaCl, de 97,23%, é significativamente maior do que a pureza inicial, o que demonstra a eficácia do processo de purificação.

As diferentes análises e técnicas empregadas foram realizadas com o objetivo de obter o maior grau de pureza do NaCl e poder utilizá-lo em laboratórios, permitindo... desarrollar y mejorar las técnicas empleadas para la purificación de NaCl grado reactivo disminuyendo el uso excesivo de químicos que puedan afectar a la composición de NaCl. Os resultados de sulfato foram de 0,0 na amostra final de NaCl. O mercado é também impulsionado pela utilização extensiva de NaCl como matéria-prima na indústria química para produzir vários produtos químicos,

incluindo cloro, hidróxido de sódio e carbonatos de sódio. Estes produtos químicos têm uma vasta gama de aplicações, o que está a impulsionar ainda mais a procura de sal.

3.1 Comparação das análises inicial e final.

Tabela 5: Análises iniciais

Componentes	Unidades
Alcalinidade	96 mg/L
Cloreto	20020 mg/L
Conduтивidade	64000 us/cm
Dureza	4764 mg/L
Salinidade	0,14%
Sólidos totais	1380 ppm
pH	6,27
Temperatura	27,5 °C

Tabela 6: Análises finais.

Componentes	Unidades
Alcalinidade	60 mg/L
Cloreto	24326,73 mg/L
Conduтивidade	1558 us/cm
Dureza	50 mg/L
Salinidade	0,14%
Sólidos totais	779 ppm
pH	6,22
Temperatura	27,5 °C

4. Discussão.

O mercado do sal tem poucas empresas equatorianas formalmente constituídas que partilham o mercado local para o fornecimento de todos os sais industriais e de consumo humano necessários a nível nacional, como se pode ver abaixo:

Tabela 7. Distribuição do mercado do sal.

Empresas	Produtos	Produção anual Toneladas	Participação %	Preço médio em dólares
Ecuasal C.A.	Cris-Sal	150.000	76%	18.000.000,00
Famosal S.A.	Mar Y Sal	12.000	6%	1.440.000,00
Jueza S.A.	Sal Pacifico	15.000	8%	1.800.000,00
Proquipil S.A.	Delisa	20.000	10%	2.400.000,00
Total, Vendas e produção em Equador		197.000	100%	23.640.000,00

Fuente: Superintendencias De Compañías. Año 2013 Elaborado por: Tammy Rodríguez Balseca [21].

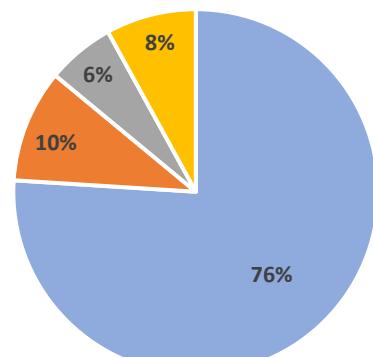


Fig. 7: Toneladas de produção anual

Fuente: Superintendencia De Compañía. Año 2013 Elaborado por: Tammy Rodríguez Balseca [21].

A produção artesanal de sal tornou-se um comércio negligenciado porque os produtores tradicionais de sal não conseguem competir com as grandes indústrias de produção de sal estabelecidas no mercado. Face a estes problemas, a associação de produtores de sal de Manta, no Equador, desenvolveu uma proposta de processo de produção de sal refinado que contribuirá para a realização deste objetivo. É apresentado um estudo técnico e operacional que se estrutura nas seguintes componentes: caracterização do produto, fluxograma do processo de produção de sal, localização geográfica e micro-localização e estudo das capacidades de produção de sal. O objetivo é que a associação de produtores de sal estabeleça um modelo de negócio para entrar no mercado local e nacional [22].

O NaCl é uma matéria-prima importante na indústria química, uma vez que é utilizado para vários fins. No laboratório envolvido no estudo, o NaCl é utilizado como matéria-prima para o fabrico de soluções parenterais, como a injeção de NaCl a 0,9% e a injeção de dextrose a 5% com NaCl a 0,9% (solução mista). Estas são de grande importância no campo dos cuidados de saúde, uma vez que são utilizadas na terapia de reidratação em casos de diarréia aguda e cólera, bem como em traumatismos, queimaduras, quando os doentes têm um défice de Na⁺ corporal e controlam a distribuição de água no corpo.

De acordo com o estudo de Wang et al. (2020), um novo método para a purificação de NaCl de grau reagente consiste numa combinação de destilação simples e membranas de permute iônica. Esta técnica combina as vantagens destes métodos para remover eficazmente impurezas, tais como compostos orgânicos, metais pesados e sais inorgânicos [23].

Pode afirmar-se que as normas para o NaCl de grau reagente têm uma percentagem de pureza de 99% a 100,5%, tanto para as farmacopeias como para as que exigem percentagens ainda mais elevadas, como as ISO, no entanto, existem normas que indicam que o NaCl de grau reagente pode ter um mínimo de 95% de pureza, estas são geralmente específicas, especialmente em normas locais de certos

países que podem aceitar este nível mínimo de pureza, como a Norma Oficial Mexicana (NOM) e a Norma Técnica Equatoriana (NTE) INEN 1204.

Uma comparação das normas de pureza do NaCl estabelecidas pela USP, pelo Codex Alimentarius e pela INEN 1234 revelou algumas diferenças significativas:

A USP indica que as suas normas são as mais exigentes, especialmente no que diz respeito ao grau de pureza, uma vez que estes graus são utilizados em aplicações que requerem elevada pureza e fiabilidade, como no fabrico de medicamentos, sendo o grau de pureza mínimo permitido pela Farmacopeia de 99,0% [24].

As normas do Codex Alimentarius centram-se na segurança alimentar e estabelecem um nível de pureza que garante que o NaCl utilizado nos alimentos não compromete a saúde do consumidor; o nível de pureza aceite é de 97,0%, no mínimo [25].

A INEN 1234, que é uma norma nacional, estabelece requisitos específicos para o NaCl de grau industrial, que é utilizado numa grande variedade de aplicações. O nível de pureza exigido é inferior ao das normas farmacêuticas e alimentares, permitindo, neste caso, um mínimo de 95% de pureza [26].

5. Conclusões.

A caracterização inicial efectuada permitiu obter os valores dos diferentes componentes presentes na amostra a analisar e iniciar a presente investigação, demonstrando assim que é possível obter NaCl de grau reagente através de diferentes técnicas e análises em que a utilização de reagentes não é excessivamente aplicada, uma vez que alteram a composição dos diferentes componentes presentes na amostra.

Foi possível obter NaCl de grau reagente a partir da água do mar de Crucita-Manabí, Equador, com uma pureza de 97,23%, embora não exceda os padrões internacionais da USP (99% - 100,5%), demonstrou-se que excede os padrões locais, o que permite a sua aplicação. O principal resultado desta investigação mostra que a água do mar de Crucita-Manabí tem uma composição química adequada para a extração de NaCl. A técnica de purificação utilizada, que combina evaporação, recristalização e permuta iônica, foi eficaz na remoção das impurezas presentes na água do mar e na obtenção de NaCl de elevada pureza, o que determinou que a etapa de permuta iônica com resina catiônica foi crucial para remover os iões cálcio e magnésio, que são os principais componentes do NaCl.

A análise físico-química final do NaCl obtido confirmou que este cumpre as normas de pureza, o que o torna adequado para utilização em laboratórios e indústrias que exigem um elevado grau de pureza.

As contribuições deste estudo demonstram a viabilidade da obtenção de NaCl de grau reagente a partir da água do mar equatoriana, o que representa uma contribuição significativa para a indústria local, uma vez que este estudo pode agora ser replicado para obter NaCl de alta pureza a partir de outras fontes de água do mar, com potencial aplicação em várias indústrias. Os resultados obtidos fornecem informações valiosas sobre a composição química da água do mar de Crucita-Manabí e seu potencial para extração de NaCl, o que pode contribuir para o desenvolvimento de novas iniciativas industriais na região. A relevância para a indústria local consiste no grande impacto de poder obter NaCl de grau reativo a partir da água do mar equatoriana, uma vez que reduz a dependência das importações deste produto, o que se traduz numa poupança de divisas para o país. Promover o desenvolvimento de novas indústrias e inclusive de indústrias existentes que requeiram NaCl de alta pureza, como a indústria farmacêutica, cosmética e química, gerando novas oportunidades de emprego no sector industrial e científico.

Os regulamentos baseados na presente investigação são regulamentos internacionais de alta qualidade; no entanto, existem regulamentos locais em diferentes países onde é permitida uma percentagem mínima de 95,0% de NaCl de grau reagente, o que mostra que os 97,23% de NaCl obtidos no presente trabalho podem ser utilizados como reagente.

Em suma, este estudo abre novas possibilidades para a utilização da água do mar como matéria-prima para a obtenção de NaCl de grau reativo, contribuindo para o desenvolvimento industrial e científico do Equador.

6.- Contribuições do autor.

1. Conceitualização: Antonella Ferrin; Ramón Cevallos
2. Curadoria de dados: Thalía Caicedo; Ariana García.
3. Análise formal: Segundo García; Ariana García.
4. Obtenção de fundos: N/A.
5. Investigação: Thalía Caicedo; Ramón Cevallos.
6. Metodologia: Segundo García; Thalía Caicedo.
7. Administração do projeto: Antonella Ferrin
8. Recursos: N/A.
9. Software: N/A.
10. Supervisão: Antonella Ferrin; Ramón Cevallos
11. Validação: Antonella Ferrin; Ariana García.
12. Visualização: Thalía Caicedo; Ariana García.
13. Redação – projeto original: Segundo García; Ramón Cevallos.
14. Redação – revisão e edição: Antonella Ferrin; Ariana García.

7.- Referências

- [1] Y. Gómez, S. Villanueva y M. Henríquez, «Tecnología para la obtención del cloruro de sodio (NaCl) grado farmacéutico,» *Agroindustria, Sociedad y Ambiente*, vol. 1, nº 12, pp. 44-61, 2019.



- [2] J. L. Girón Cordón, Artist, *Estudio sobre la eliminación de los iones calcio, sulfato y carbono presentes en una salmuera preparada a partir de la sal de mar nacional.* [Art]. UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS Y FARMACIA, 2010.
- [3] L. W. Y. & Y. C. Zhang, «Nanoscale purification of sodium chloride (NaCl) by bidimensional gel electrophoresis,» *Separation and Purification Technology*, vol. 222, nº 1, p. 106057, 2023.
- [4] S. & M.-P. L. Garcia-Segura, «Purification of sodium chloride (NaCl) by ultrasound-assisted crystallization: Study of operating parameters,» *Ultrasonics Sonochemistry*, vol. 70, nº 1, p. 102545, 2020.
- [5] W. X. T. & W. S. Peng, «Purification of sodium chloride (NaCl) from industrial wastewater by adsorption on modified zeolites,» *Chemical Engineering Journal*, vol. 1, nº 1209-1217, p. 372, 2019.
- [6] L. A. García Cavero, *Propiedades del agua de mar*, Lima: Ingeniería de Recursos Hídricos Organización para un Desarrollo Sostenible, 2012.
- [7] S. Rodriguez, Artist, *La Dureza del Agua.* [Art]. Universidad Tecnologica Nacional, 2010.
- [8] W. Cornwall, «AN ALKALINE SOLUTION,» *SCIENCE*, vol. 382, nº 6674, pp. 988-992, 1 Diciembre 2023.
- [9] R. d. P. Bojaca, PSO Determinación de alcalinidad por potenciómetria, Colombia: Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales, 2005.
- [10] L. W. Y. Z. H. & L. S. Zou, «Potential of reverse osmosis desalination for reducing seawater hardness,» *Desalination*, vol. 475, pp. 111-455, 2019.
- [11] J. Soto, «La dureza del agua como indicador básico de la presencia de incrustaciones en instalaciones domésticas sanitarias,» *Ingeniería Investigación y Tecnología*, vol. 11, nº 2, pp. 167-177, 2010.
- [12] M. e. a. Jin, «Sulfate cycle in the Pacific Ocean: A biogeochemical model,» *Global Biogeochemical Cycles*, vol. 36, nº 3, 2022.
- [13] R. H. Moreno , A. S. Ibáñez y J. M. Gisbert Blanquer, «Sulfatos,» Universidad Politécnica De Valencia, Valencia, 2011.
- [14] C.-T. e. a. Chen, «Chlorine cycle in the Pacific Ocean: A biogeochemical model,» *Global Biogeochemical Cycles*, vol. 34, nº 12, p. e2019GB006196, 2020.
- [15] M. G. Reyes Navarrete, A. Garcia Vargas, A. I. Alvarado De La Peña , L. S. Gonzalez Valdez y D. M. Antuna, «Cloruros totales en el agua de abastecimiento,» *Vidsupra*, vol. 4, nº 1, pp. 20-21, 2012.
- [16] L. C. Valenzuela, *La química del agua*, México: Plaza y Valdés, 2014.
- [17] J. Arias Rojas y R. Arebalo Vargas, «Filtración,» Universidad de Aquino Bolivia, Bolivia, 2023.
- [18] F. Li, «Recristalización de cloruro de sodio mediante un proceso de evaporación controlado,» *Desalination and Water Treatment*, vol. 111, pp. 321-328, 2023.
- [19] J. A. Castillo y R. I. Rivero, Artists, *Manual de Prácticas Laboratorio de Química Orgánica y Aplicada..* [Art]. Universidad de Quintana Roo, 2015.
- [20] E. d. l. d. a. d. m. i. i. c. r. c. U. revisión, «Ghareb, R.,» *Desalination and Water Treatment*, vol. 108, nº 2, pp. 317-332, 2021.
- [21] T. R. Balseca, Artist, *PROPIUESTA PARA INCREMENTAR LAS VENTAS DE LA EMPRESA ECUASAL, MEDIANTE LA DIVERSIFICACIÓN DE SUS PRODUCTOS. (TESIS OBTENCION TITULO DE INGENIERO EN CIENCIAS EMPRESARIALES.* [Art]. UNIVERSIDAD ESPIRITU SANTO, 2014.
- [22] M. B. Vera Mendoza, A. M. Indacochea Vásquez, S. J. Reyes Solórzano y F. J. Veloz Párraga, «Estudio técnico y operacional en una asociación de productores de sal del Ecuador, Manta 2020,» *Revista Dilemas Contemporáneos: Educación, Política y Valores.*, vol. 18, nº Edición Especial, pp. 1-18, 11 Marzo 2021.
- [23] L. Z. J. & L. H. Wang, «Purification of reagent-grade sodium chloride by simple distillation and ion exchange membranes,» *Separation and Purification Technology*, vol. 116827, p. 243, 2020.
- [24] C. F. d. I. E. Unidos, «USP,» 2023. [En línea]. Available: <https://www.usp.org/espanol/productos/estandares-de-referencia>. [Último acceso: 2023].
- [25] C. d. C. Alimentarius, «Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura (FAO) y Organización Mundial de la Salud (OMS),» *Codex Alimentarius*, 2024. [En línea]. Available: <https://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/en/>. [Último acceso: 2022].
- [26] S. E. d. Normalización, «Servicio Ecuatoriano de Normalización,» INEN 1234, 2018. [En línea]. Available: <https://www.normalizacion.gob.ec/>.