

# DOSAGEM DE CHUMBO EM PEQUENAS QUANTIDADES NOS MINERAIS

Jeannine Odette Cassedanne (\*)

Hamilcar Freire de Carvalho (\*)

(\*) Instituto de Geociências - UFRJ

**Abstract** - This study describes a lead volumetric titration in minerals. Complexometric - accumulation titrations are used and a previous lead separation as chloride is necessary. In the range of 10 to 50 mg of metal, a precision of 0.5 to 0,04% is reached, with a good reproductibility.

**Resumo** - O trabalho descreve uma dosagem de chumbo em minerais, por complexometria de acumulação. Uma separação prévia do chumbo como cloreto é necessária. A precisão alcançada é de 0,04 a 0,5% nas faixas de trabalho de 50 a 10 mg respectivamente. Os resultados são reprodutíveis.

## INTRODUÇÃO

A dosagem de chumbo nos minerais, quando se trata de quantidades da ordem do miligramma, é sempre difícil quando operada por via úmida.

O método que havemos estabelecido apresenta duas etapas: primeiro, a separação do chumbo como cloreto  $PbCl_2$ , seguido da dosagem do chumbo por complexometria e dosagens acumuladas.

## DESCRIÇÃO DO MÉTODO

A separação clássica do chumbo como cromato permite isolar o metal dos outros elementos na maioria dos casos, mesmo em pequenas quantidades, mas infelizmente, na dosagem complexométrica por acumulação, - que permite obter resultados na via úmida com uma precisão de até  $\pm 0,01\%$  - a presença de  $Cr^{6+}$  em solução interfere e os resultados finais não são confiáveis. Por isso, foi necessário tentar a separação do chumbo como cloreto, usando as devidas precauções. O cloreto de chumbo é solúvel em ácido clorídrico, um pouco em água (10 mg de

$PbCl_2$  em 100 ml de água), e insolúvel em álcool etílico. Torna-se necessário, então, precipitar o cloreto de chumbo em meio alcoólico, usando o mínimo de ácido.

O pH de precipitação do cloreto de chumbo, inferior a 1,0 elimina praticamente o risco de coprecipitação de outros metais comumente encontrados nos minerais. De fato, a maioria dos cloretos são solúveis a baixo pH, e em meio ácido, aquoso ou alcoólico.

A faixa de trabalho utilizada deve ser compreendida entre 10 e 50 mg de chumbo contidos em aproximadamente 2 ml de solução a dosar.

## Precipitação do cloreto de chumbo

A solução clorídrica de ataque do mineral é reduzida por evaporação lenta até 2 ml, esfriada e adicionada gota a gota de uma mistura de ácido clorídrico e álcool etílico na proporção de 0,35 ml de HCl concentrado por 30 ml de álcool. Agitar lentamente no final da precipitação a fim de auxiliar a sedimentação do precipitado branco e pesado de  $PbCl_2$  e, imediatamente depois, filtrar sob vácuo em tulipa nº 4 (fina). Lavar com pequenas porções

de álcool absoluto a fim de eliminar os traços de cloro (verificar no filtrado com  $\text{AgNO}_3$ ).

O precipitado é então dissolvido em solução aquosa de ácidos acético 1/1 e o pH ajustado grosseiramente a 5 com amônia.

### Dosagem complexométrica do chumbo

O pH da solução contendo todo o chumbo é levado a 5,5 no pH-metro, com auxílio de urotropina, amônia e ácido nítrico, se for necessário, e em seguida, adicionado de gotas de solução aquosa de alaranjado de xilenol (indicador metalocrômico).

A dosagem é efetuada com EDTA, 0,1M, cujo fator particular para o chumbo neste pH deve ser conhecido por determinação prévia.

Faz-se uma série de dosagens acumulativas, utilizando para os retornos uma solução de Pb 0,05M cuidadosamente titulada.

1 ml de EDTA 0,1M = 20,719 mg de Pb.

## RESULTADOS

### Precisão dos resultados

A precisão sobre a dosagem depende de dois fatores:

- o erro proveniente da volumetria.
- o erro proveniente da separação do cloreto de chumbo.

O erro relativo à volumetria foi estabelecido, para uma faixa de trabalho de 10 a 50 mg de Pb, a partir de uma solução padrão de chumbo contendo 20,677 mg de Pb/ml.

O método das dosagens acumuladas de EDTA com retornos de solução de chumbo, permitiu verificar que os erros nas dosagens volumétricas eram da ordem de: - 0,05 mg na faixa de 10 mg de Pb dosado, ou seja 0,5%

- 0,02 mg na faixa de 50 mg de Pb dosado, ou seja 0,04%

O erro relativo à dosagem total - separação e volumetria - foi testado em três séries de quatro dosagens cada uma sobre alíquotas de 0,5 - 1,0 - e 2,0 ml da solução padrão, tratados segundo o método acima descrito. Os resultados indicaram erros totais da mesma ordem de grandeza que os erros relativos à volumetria só. Isto indica que a recuperação do chumbo por esse processo é total.

Uma solução de fosfato de chumbo,

acrescentada de alumínio e cálcio em proporções calculadas para reconstituir um mineral sintético, tratada da mesma forma, indicou idêntica recuperação do chumbo.

Pode-se admitir que a precisão sobre a dosagem, na faixa de 50 a 10 mg de Pb é da ordem de 0,04 a 0,5%.

### APLICAÇÃO A UM FOSFATO NATURAL

Esta dosagem sendo destinada à minerais, foi aplicada a um fosfo-silicato de Pb, Al, Sr e Terras Raras da família da Florencita-Plumbogummita, procedente do pegmatito de Olho de Gato (Minas Gerais - Brasil).

Como a quantidade de chumbo contida na amostra era presumida fraca, a solução ácida de ataque do mineral foi adicionada de uma quantidade conhecida de solução-padrão de chumbo, com a finalidade de carrear todo o chumbo na precipitação do cloreto de chumbo e de entrar na faixa de melhor precisão na dosagem volumétrica.

Três alíquotas de solução do mineral, contendo cada uma 25,64 mg de mineral foram adicionadas de 1,95 ml da solução-padrão a 20,677 mg Pb/ml, representando 40,320 mg de chumbo, para entrar na faixa dos 50 mg de chumbo na amostra.

As três dosagens deram idênticos resultados, indicando uma boa reprodutibilidade, e os resultados encontrados foram de: 43,997 mg de Pb, o que representa para o mineral:

$43,997 - 40,320 = 3,677$  mg de Pb em cada alíquota de 25,64 mg.

O percentual no mineral é então de:

- 14,34% Pb  $\pm$  0,04% ou

- 15,45% PbO  $\pm$  0,04%.

## CONCLUSÃO

Essa dosagem é relativamente simples, as manipulações são reduzidas, o que limita os erros possíveis, mas não se pode esquecer que a solubilidade do cloreto de chumbo a torna um pouco delicada e que as precauções a serem tomadas devem ser rigorosamente respeitadas. Nas condições que expusemos, essa solubilidade é praticamente nula, e a

dosagem se torna confiável, reprodutível e de boa precisão na faixa de 50 mg de metal.

#### REFERÊNCIAS

CHARLOT, G. (1974) - Chimie analytique quantitative. Masson & Cie. Editeurs, vol.

2, p. 495, Paris.

SCHWARZENBACH, G. & FLASCHKA, H. (1969) - Complexometric titrations. Methuen & Co. Ltd., p. 295.

VOGEL, A.I. (1964) - A Textbook of Quantitative Inorganic Analysis. Longmans Green & Co. Ltd., p. 44